

Thuốc thử

Dung dịch kali permanganat 5 %: Hòa tan 5 g kali permanganat (TT) trong 100 ml nước.

Dung dịch hydroxylamin hydroclorid: Hòa tan 10 g hydroxylamin hydroclorid (TT) trong 100 ml nước.

Dung dịch thiếc (II) clorid: Hòa tan 10 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ trong 20 ml acid hydrocloric (TT), thêm 80 ml nước. Chuẩn bị dung dịch này hàng tuần.

Dung dịch chuẩn gốc thủy ngân 1000 $\mu\text{g/ml}$.

Dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch chuẩn gốc thủy ngân 1000 g/ml bằng nước để được dung dịch chuẩn có nồng độ thủy ngân 1 $\mu\text{g/ml}$. Hút chính xác 2,0 ml dung dịch chuẩn thủy ngân vào bình nón 100 ml, thêm 35 ml nước, 3 ml acid sulfuric (TT) và 1 ml dung dịch kali permanganat 5 %. Đậy bình bằng mặt kính đồng hồ, đun sôi vài giây, để nguội.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 0,67 g chế phẩm vào bình nón, thêm 35 ml dung dịch acid hydrocloric 0,5 M (TT), đun sôi. Để nguội, thêm 2 giọt dung dịch phenolphthalein (TT) và, nếu cần, trung hòa dung dịch bằng cách thêm từ từ, vừa thêm vừa khuấy, dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT) hoặc dung dịch acid sulfuric 1 N (TT). Thêm 3 ml acid sulfuric (TT) và 1 ml dung dịch kali permanganat 5 %. Đậy bình bằng mặt kính đồng hồ, đun sôi vài giây, để nguội.

Tiến hành

Chuẩn bị thiết bị tạo hơi thủy ngân như sơ đồ, bình tạo hơi thủy ngân và bể được để trống, van ba chiều được để ở vị trí bypass (không khí đi qua bình tạo hơi thủy ngân). Nối thiết bị tạo hơi thủy ngân với công đo, điều chỉnh dòng không khí hay nitơ sao cho trong quá trình đo tiếp theo thu được độ hấp thụ cao nhất và lặp lại mà không gây tạo bọt quá nhiều với dung dịch thử. Đợi đến khi thu được đường nền phẳng ở bước sóng 253,6 nm theo hướng dẫn sử dụng thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử.

Xử lý dung dịch chuẩn và dung dịch thử tương tự nhau như sau: Thêm từng giọt dung dịch hydroxylamin hydroclorid vào để loại kali permanganat dư cho tới khi dung dịch thu được trở thành không màu. Lập tức chuyển toàn bộ dung dịch vào bình tạo hơi thủy ngân, tráng bình chứa bằng nước, chuyển vào bình tạo hơi thủy ngân, rồi pha loãng dung dịch trong bình tạo hơi thủy ngân bằng nước đến 100 ml. Thêm 2 ml dung dịch thiếc (II) clorid, lập tức nối bình tạo hơi thủy ngân vào thiết bị tạo hơi thủy ngân. Xoay van ba chiều từ vị trí bypass sang vị trí hóa hơi, tiếp tục quá trình hóa hơi cho tới khi độ hấp thụ tăng đến đỉnh rồi trở lại đường nền. Sau mỗi lần đo tháo bình tạo hơi khỏi thiết bị, rửa sạch bằng nước. Độ hấp thụ của dung dịch thử không được cao hơn độ hấp thụ của dung dịch chuẩn.

Định lượng

Cân chính xác khoảng 1,500 g chế phẩm, thêm 25 ml acid hydrocloric (TT) và đun nóng trên cách thủy tới khi hòa tan hoàn toàn. Thêm 10 ml dung dịch hydrogen peroxyd

10 tt (TT) và bốc hơi trên cách thủy tới gần cạn để đuổi hết hydrogen peroxyd. Thêm 5 ml acid hydrocloric (TT) và đun nóng để hòa tan cặn, thêm 25 ml nước, lọc vào bình định mức 250 ml, rửa phễu bằng nước và thêm nước tới vạch. Lấy 50 ml dung dịch thu được vào bình nón nút mài, thêm 3 g kali iodid (TT) và 5 ml acid hydrocloric (TT), đậy nắp bình, để yên 15 min. Thêm 50 ml nước và chuẩn độ lượng iod giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ), dùng dung dịch hồ tinh bột (TT) làm chỉ thị. Song song làm mẫu trắng.

1 ml dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ) tương đương với 7,985 mg Fe_2O_3 .

Để tính hàm lượng Fe_2O_3 theo chế phẩm đã nung, nung 2,0 g chế phẩm ở nhiệt độ $800^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Tá dược.

SẮT (II) SULFAT

$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

P.t.l: 278,0

Sắt (II) sulfat phải chứa từ 98,0 % đến 105,0 % $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Tính chất

Bột kết tinh màu xanh lục nhạt hay tinh thể xanh lục lam, lên hoa trong không khí và bị oxy hóa trong không khí ẩm thành màu nâu.

Dễ tan trong nước, rất tan trong nước sôi, thực tế không tan trong ethanol 96 %.

Định tính

A. Chế phẩm phải cho phản ứng của sulfat (Phụ lục 8.1).

B. Chế phẩm phải cho phản ứng (A) của ion sắt (II) (Phụ lục 8.1).

C. Chế phẩm phải đạt yêu cầu về giới hạn hàm lượng.

pH

Từ 3,0 đến 4,0 (Phụ lục 6.2).

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyd (TT) và pha loãng thành 20 ml với cùng dung môi.

Clorid

Không được quá 0,02 % (Phụ lục 9.4.5).

Dung dịch S: Hòa tan 4,0 g chế phẩm trong dung dịch acid nitric không có chỉ 5 % (tt/tt) và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi.

Pha loãng 5 ml dung dịch S thành 10 ml bằng nước và thêm 5 ml dung dịch acid nitric 2 M (TT) rồi tiến hành thử. Chuẩn bị mẫu đối chiếu gồm 8 ml dung dịch clorid mẫu 5 phần triệu Cl (TT) và 5 ml dung dịch acid nitric 2 M (TT)

và 2 ml nước. Dùng 0,15 ml dung dịch bạc nitrat 1,7 % (TT) trong phép thử này.

Crom

Không được quá 50 phần triệu.

Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 2).

Dung dịch thử: Dung dịch S.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch crom mẫu 100 phần triệu Cr (TT) bằng dung dịch acid nitric không có chỉ 5 % (tt/tt).

Đo độ hấp thụ tại bước sóng 357,9 nm, dùng đèn cathod rỗng của crom làm nguồn bức xạ với dải truyền qua 1 mm và ngọn lửa không khí - acetylen.

Đồng

Không được quá 50 phần triệu.

Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 2).

Dung dịch thử: Dung dịch S.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch đồng mẫu 100 phần triệu Cu (TT) bằng dung dịch acid nitric không có chỉ 5 % (tt/tt).

Đo độ hấp thụ tại bước sóng 324,7 nm, dùng đèn cathod rỗng của đồng làm nguồn bức xạ với dải truyền qua 1 mm và ngọn lửa không khí - acetylen.

Ion sắt (III)

Không được quá 0,3 %.

Trong bình nón nút mài, hòa tan 5,00 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 10 ml acid hydrocloric (TT) và 100 ml nước không có carbon dioxyd (TT). Thêm 3 g kali iodid (TT), đậy nắp bình và để chỗ tối 5 min. Chuẩn độ iod giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ) với chỉ thị là 0,5 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) cho vào cuối chuẩn độ. Song song làm mẫu trắng. Lượng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ) tiêu thụ không được quá 2,7 ml.

Mangan

Không được quá 0,1 %.

Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 2).

Dung dịch thử: Pha loãng 1,0 ml dung dịch S thành 20,0 ml bằng dung dịch acid nitric không có chỉ 5 % (tt/tt).

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch mangan mẫu 1000 phần triệu Mn (TT) bằng dung dịch acid nitric không có chỉ 5 % (tt/tt).

Đo độ hấp thụ ở bước sóng 279,5 nm, dùng đèn cathod rỗng của mangan làm nguồn bức xạ với dải truyền qua 1 mm và ngọn lửa không khí - acetylen.

Niken

Không được quá 50 phần triệu.

Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 2).

Dung dịch thử: Dung dịch S.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch niken mẫu 10 phần triệu Ni (TT) bằng dung dịch acid nitric không có chỉ 5 % (tt/tt).

Đo độ hấp thụ ở bước sóng 232,0 nm, dùng đèn cathod rỗng của niken làm nguồn bức xạ với dải truyền qua 1 mm và ngọn lửa không khí - acetylen.

Kẽm

Không được quá 50 phần triệu.

Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 2).

Dung dịch thử: Dung dịch S.

Dãy dung dịch chuẩn: Pha loãng dung dịch kẽm mẫu 100 phần triệu Zn (TT) bằng dung dịch acid nitric không có chỉ 5 % (tt/tt).

Đo độ hấp thụ ở bước sóng 213,9 nm, dùng đèn cathod rỗng của kẽm làm nguồn bức xạ với dải truyền qua 1 mm và ngọn lửa không khí - acetylen.

Định lượng

Hòa tan 2,5 g natri hydrocarbonat (TT) trong hỗn hợp gồm 150 ml nước và 10 ml acid sulfuric (TT). Khi hết sủi bọt, thêm 0,500 g chế phẩm vào hỗn hợp và lắc nhẹ để hòa tan. Thêm 0,1 ml ferroin (TT) và chuẩn độ ngay bằng dung dịch amoni ceri nitrat 0,1 M (CĐ) đến khi màu đỏ biến mất. 1 ml dung dịch amoni ceri nitrat 0,1 M (CĐ) tương đương với 27,80 mg $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Bảo quản

Trong bao bì kín.

Loại thuốc

Phòng và điều trị thiếu máu do thiếu sắt.

Chế phẩm

Viên nén.

SẮT (II) SULFAT KHÔ

FeSO_4

P.t.l: 151,9

Sắt (II) sulfat khô là sắt (II) sulfat đã bị loại một phần nước kết tinh do sấy, phải chứa từ 86,0 % đến 90,0 % FeSO_4 .

Tính chất

Bột trắng hơi xám.

Hòa tan chậm trong nước, rất tan trong nước sôi, thực tế không tan trong ethanol 96 %.

Bị oxy hóa trong không khí ẩm thành màu nâu.

Định tính

A. Chế phẩm phải cho phản ứng của sulfat (Phụ lục 8.1).

B. Chế phẩm phải cho phản ứng (A) của ion sắt (II) (Phụ lục 8.1).

C. Chế phẩm phải đạt yêu cầu về giới hạn hàm lượng.