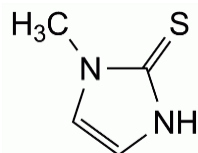


THIAMAZOLC₄H₆N₂S

P.t.l: 114,2

Thiamazol là 1-methyl-1,3-dihydro-2H-imidazol-2-thion, phải chứa từ 98,0 % đến 101,0 % C₄H₆N₂S, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh màu trắng hoặc nâu nhạt. Dễ tan trong nước và methylen clorid, dễ tan hoặc tan trong ethanol 96 %.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A, C.

Nhóm II: B, C, D.

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của thiamazol chuẩn.

B. Hòa tan 25 mg chế phẩm trong 10 ml dung dịch *acid sulfuric* (TT) 0,28 % (tt/tt) và pha loãng thành 50,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng dung dịch *acid sulfuric* (TT) 0,28 % (tt/tt).

Đo phổ hấp thụ tử ngoại (Phụ lục 4.1) trong khoảng bước sóng từ 200 nm đến 300 nm, dung dịch thu được phải cho hai cực đại hấp thụ ở bước sóng 211 nm và 251 nm. Tỷ số giữa độ hấp thụ ở bước sóng 251 nm và độ hấp thụ ở bước sóng 211 nm phải từ 2,5 đến 2,7.

C. Nhiệt độ nóng chảy: Từ 143 °C đến 146 °C (Phụ lục 6.7).

D. Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).

Bản mỏng: Silica gel F₂₅₄.

Dung môi khai triển: Amoniac TT₁ - 2-propanol - toluen (1 : 24 : 75).

Dung dịch thử: Hòa tan 5,0 mg chế phẩm trong *methanol* (TT) và pha loãng thành 5,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 5,0 mg thiamazol chuẩn trong *methanol* (TT) và pha loãng thành 5,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 5,0 mg 2-methylimidazol (TT) trong *methanol* (TT) và pha loãng thành 5,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 2,0 ml bằng dung dịch thử.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 2/3 chiều dài bản mỏng. Để khô bản mỏng ngoài không khí và quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm.

Vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải giống với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) về vị trí và kích thước. Phép thử chỉ có giá trị khi sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) cho 2 vết tách rõ rệt sau khi cho bản mỏng tiếp xúc với hơi iod trong 30 min.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 2,0 g chế phẩm trong *nước* và pha loãng thành 20,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch thu được phải trong (Phụ lục 9.2) và không được có màu đậm hơn màu mẫu N₆ (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Tạp chất liên quan

Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2).

Dung dịch thử: Hòa tan 0,100 g chế phẩm trong *cloroform* (TT) và pha loãng thành 10,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (1): Pha loãng 1,0 ml dung dịch thử thành 100,0 ml bằng *cloroform* (TT). Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 10,0 ml bằng *cloroform* (TT).

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 5,0 mg tạp chất A chuẩn của thiamazol, 5,0 mg *1-methylimidazol* (TT₁) và 5,0 mg tạp chất C chuẩn của thiamazol trong *cloroform* (TT) và pha loãng thành 50,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 10,0 ml bằng *cloroform* (TT).

Điều kiện sắc ký:

Cột silica nung chảy kích thước (30 m × 0,25 mm) được phủ pha tĩnh là *base-deactivated phenyl(5)methyl(95)polysiloxan* (độ dày phim 0,5 µm).

Khí mang: *Heli* dùng cho sắc ký.

Tỷ lệ chia dòng: 3 : 20.

Tốc độ dòng: 1,5 ml/min.

Nhiệt độ:

	Thời gian (min)	Nhiệt độ (°C)
	0 - 2	100
Cột	2 - 7	100 → 250
	7 - 22	250
Buồng tiêm		150
Detector		250

Detector: Ion hóa ngọn lửa.

Thể tích tiêm: 1 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký dung dịch đối chiếu (2).

Thời gian lưu tương đối so với thiamazol (thời gian lưu khoảng 6,5 min): Tạp chất A khoảng 0,3; tạp chất B khoảng 0,4; tạp chất C khoảng 0,7.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2), độ phân giải giữa pic tạp chất A và pic tạp chất B ít nhất là 1,5.

Tiến hành sắc ký dung dịch thử và dung dịch đối chiếu (1).

Giới hạn:

Tạp chất A, B, C: Với mỗi tạp chất, diện tích pic không được lớn hơn diện tích pic tương ứng thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) (0,1 %).

Tạp chất khác: Với mỗi tạp chất, diện tích pic không được lớn hơn diện tích pic chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) (0,1 %).

Tổng diện tích pic của tất cả các tạp chất không được lớn hơn 5 lần diện tích pic chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) (0,5 %).

Bỏ qua những pic có diện tích nhỏ hơn 0,2 lần diện tích pic chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) (0,02 %).

Ghi chú:

Tạp chất A: 2,2-dimethoxy-*N*-methylethanamin.

Tạp chất B: 1-methyl-1*H*-imidazol.

Tạp chất C: 1-methyl-2-(methylsulfanyl)-1*H*-imidazol.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.6).
(1,000 g; 105 °C; 2 h).

Tro sulfat

Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).
Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng

Hòa tan khoảng 0,250 g chế phẩm trong 75 ml *nước*. Thêm 15,0 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ)*, trộn đều, sau đó thêm 30 ml *dung dịch bạc nitrat 0,1 M (TT)*, vừa thêm vừa khuấy đều. Chuẩn độ bằng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ)*. Xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2).

1 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ)* tương đương với 11,42 mg $C_4H_6N_2S$.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Thuốc kháng giáp, dẫn chất thioimidazol.

Chế phẩm

Viên nén.

