

Pha động: Hỗn hợp dung dịch kali dihydrophosphat 0,05 M (TT) và acetonitril (TT) (93 : 7) được điều chỉnh đến pH 6,0 bằng dung dịch natri hydroxyd 5 M (TT).

Dung dịch chuẩn: Thêm 1 ml dung dịch acid hydrocloric 0,5 M (TT) vào 5,0 ml dung dịch acid folic chuẩn 0,0020 % trong dung dịch natri hydroxyd 0,1 M (TT) và pha loãng thành 10,0 ml bằng pha động.

Dung dịch thử: Lắc 1 viên với 5 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 M (TT) và thêm vừa đủ pha động để được dung dịch có nồng độ acid folic 0,001 %. Ly tâm và sử dụng dung dịch trong.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (20 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (10 µm) (cột Spherisorb ODS1 là thích hợp).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 283 nm.

Tốc độ dòng: 2 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành:

Tính hàm lượng acid folic, $C_{19}H_{19}N_7O_6$, trong từng viên dựa vào diện tích pic trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng của $C_{19}H_{19}N_7O_6$ trong acid folic chuẩn.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3). Tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng.

Viên nén chứa 2 mg acid folic hoặc nhiều hơn

Dung dịch chuẩn: Pha loãng 5,0 ml dung dịch acid folic chuẩn 0,020 % trong dung dịch natri hydroxyd 0,1 M (TT) thành 100,0 ml bằng pha động.

Dung dịch thử: Cân 20 viên, tính khối lượng trung bình của viên, nghiền thành bột mịn. Lắc một lượng bột viên (cân chính xác) tương ứng khoảng 20 mg acid folic với 50 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 M (TT), pha loãng bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 M (TT) thành 100,0 ml, ly tâm và pha loãng 5,0 ml dịch trong thành 100,0 ml bằng pha động.

Điều kiện sắc ký: Như mô tả trong mục Độ đồng đều hàm lượng.

Tính hàm lượng acid folic, $C_{19}H_{19}N_7O_6$, trong viên dựa vào diện tích pic trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng của $C_{19}H_{19}N_7O_6$ trong acid folic chuẩn.

Viên nén chứa ít hơn 2 mg acid folic

Lấy giá trị trung bình của 10 viên trong phép thử Độ đồng đều hàm lượng.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, để nơi khô mát, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Vitamin.

Hàm lượng thường dùng

1 mg, 5 mg.

ACID HYDROCLORIC

HCl

P.t.l: 36,46

Acid hydrocloric phải chứa từ 35,0 % đến 39,0 % (kl/kl) HCl.

Tính chất

Chất lỏng trong và không màu, bốc khói. Hòa trộn ở bất kỳ tỷ lệ nào với nước.

Tỷ trọng tương đối khoảng 1,18.

Định tính

A. Pha loãng chế phẩm với nước, dung dịch thu được có pH nhỏ hơn 4 (Phụ lục 6.2).

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

C. Chế phẩm phải đáp ứng giới hạn hàm lượng HCl trong phần Định lượng.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Thêm 8 ml nước vào 2 ml chế phẩm, dung dịch thu được phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Clor tự do

Không được quá 4 phần triệu.

Thêm 100 ml nước không có carbon dioxyc (TT), 1 ml dung dịch kali iodid 10 % (TT) và 0,5 ml dung dịch hồ tinh bột không có iodid (TT) mới pha vào 15 ml chế phẩm. Để yên trong tối 2 min. Bất kỳ màu xanh nào xuất hiện cũng phải biến mất khi thêm 0,2 ml dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CĐ).

Sulfat

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.14).

Thêm 10 mg natri hydrocarbonat (TT) vào 6,4 ml chế phẩm và bốc hơi đến khô trên cách thủy. Hòa tan cặn trong 15 ml nước và tiến hành thử.

Kim loại nặng

Không được quá 2 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Hòa tan cặn thu được trong phần Cẩn sau khi bay hơi trong 1 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TT) và pha loãng thành 25 ml bằng nước. Pha loãng 5 ml dung dịch thu được thành 20 ml bằng nước.

Lấy 12 ml dung dịch thu được tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chì mẫu 2 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Cẩn sau khi bay hơi

Không được quá 0,01 %.

Làm bay hơi 100,0 g chế phẩm trên cách thủy tới khô, và sấy ở 100 °C - 105 °C. Khối lượng cặn thu được không được quá 10 mg.

Định lượng

Cân chính xác bình nón nút mài có chứa 30 ml nước. Thêm vào 1,5 ml chế phẩm và cân lại. Chuẩn độ bằng dung dịch

natri hydroxyd 1 N (CĐ), dùng *dung dịch đỏ methyl (TT)* làm chỉ thị.

1 ml *dung dịch natri hydroxyd 1 N (CĐ)* tương đương với 36,46 mg HCl.

Bảo quản

Trong lọ thủy tinh hoặc làm bằng vật liệu trơ, đậy kín và ở nhiệt độ không quá 30 °C.

ACID HYDROCLORIC LOÃNG

HCl

P.t.l: 36,46

Acid hydrocloric loãng phải chứa từ 9,5 % đến 10,5 % (kl/kl) HCl.

Acid hydrocloric loãng được điều chế bằng cách thêm 274 g acid hydrocloric đậm đặc vào 726 g nước và trộn đều.

Định tính

- A. Acid hydrocloric loãng có pH nhỏ hơn 4 (Phụ lục 6.2).
- B. Chế phẩm phải cho phản ứng (A) của clorid (Phụ lục 8.1).
- C. Chế phẩm phải đáp ứng giới hạn hàm lượng HCl trong phần Định lượng.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Chế phẩm phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Clor tự do

Không được quá 1 phần triệu.

Thêm 50 ml *nước không có carbon dioxyd (TT)*, 1 ml *dung dịch kali iodid 10 % (TT)* và 0,5 ml *dung dịch hồ tinh bột không có iodid (TT)* mới pha vào 60 ml chế phẩm. Để yên trong tối 2 min. Bất kỳ màu xanh nào xuất hiện cũng phải biến mất khi thêm 0,2 ml *dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CĐ)*.

Sulfat

Không được quá 5 phần triệu (Phụ lục 9.4.14).

Thêm 10 mg *natri hydrocarbonat (TT)* vào 26 ml chế phẩm và bốc hơi đến khô trên cách thủy. Hòa tan cần trong 15 ml *nước* và tiến hành thử.

Kim loại nặng

Không được quá 2 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Hòa tan cần thu được trong phần Cần sau khi bay hơi trong 1 ml *dung dịch acid hydrocloric loãng (TT)* và pha loãng thành 25 ml bằng *nước*. Pha loãng 5 ml dung dịch thu được thành 20 ml bằng *nước*.

Lấy 12 ml dung dịch thu được tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng *dung dịch chì mẫu 2 phần triệu Pb (TT)* để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Cần sau khi bay hơi

Không được quá 0,01 %.

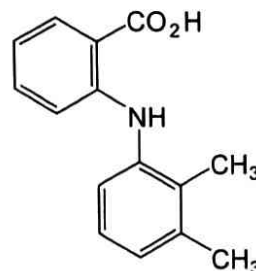
Làm bay hơi 100,0 g chế phẩm trên cách thủy tới khô, và sấy ở 100 °C đến 105 °C. Khối lượng cần thu được không được quá 10 mg.

Định lượng

Thêm 30 ml *nước* vào 6,00 g chế phẩm. Chuẩn độ bằng *dung dịch natri hydroxyd 1 N (CĐ)*, dùng *dung dịch đỏ methyl (TT)* làm chỉ thị.

1 ml *dung dịch natri hydroxyd 1 N (CĐ)* tương đương với 36,46 mg HCl.

ACID MEFENAMIC



C₁₅H₁₅NO₂

P.t.l: 241,3

Acid mefenamic là acid 2-[(2,3-dimethylphenyl)amino] benzoic, phải chứa từ 99,0 % đến 101,0 % C₁₅H₁₅NO₂, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột vi tinh thể đa hình màu trắng hay gần như trắng. Thực tế không tan trong nước, khó tan trong ethanol 96 % và methylen clorid. Tan trong dung dịch hydroxyd kiềm loãng.

Định tính

Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của acid mefenamic chuẩn. Nếu phổ hấp thụ hồng ngoại khác nhau thì hòa tan riêng biệt chế phẩm và acid mefenamic chuẩn trong ethanol 96 % (TT), bốc hơi đến khô, ghi phổ mới của các cần thu được.

Tạp chất liên quan

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Tetrahydrofuran - dung dịch amoni dihydrophosphat pH 5,0 - acetonitril (TT₁) (14 : 40 : 46).

Dung dịch amoni dihydrophosphat pH 5,0: Hòa tan 5,75 g *amoni dihydrophosphat (TT)* vào 1000 ml *nước*, điều chỉnh đến pH 5,0 bằng *dung dịch amoniac 2 M (TT)*.

Dung dịch thử: Hòa tan 25,0 mg chế phẩm trong pha động và pha loãng thành 25,0 ml với cùng dung môi.

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

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 50 mg acid 2-clorobenzoic (TT) (tạp chất C) và 50 mg acid benzoic (TT) (tạp chất D) trong pha động và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng pha động.