

Hàm lượng indomethacin, $C_{19}H_{16}ClNO_4$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

A. Trong phần Định lượng, phổ hấp thụ từ ngoại (Phụ lục 4.1) của dung dịch thử trong khoảng từ 300 nm đến 350 nm chỉ có một cực đại hấp thụ ở bước sóng khoảng 320 nm.

B. Lắc kỹ một lượng bột viên tương ứng với 25 mg indomethacin trong 2 ml nước, thêm 2 ml dung dịch natri hydroxyd 2 M (TT). Xuất hiện màu vàng tươi, phai màu nhanh.

C. Trong phần Tạp chất liên quan, sắc ký đồ thu được của dung dịch thử (2) phải có vết tương ứng về vị trí và màu sắc với vết trên sắc ký đồ thu được của dung dịch đối chiếu (2).

Tạp chất liên quan

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4)

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Ether - acid acetic băng (100 : 3)

Dung dịch thử (1): Cân một lượng bột viên tương ứng với 0,1 g indomethacin, thêm 10 ml methanol (TT), lắc kỹ trong 5 min, lọc.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 1,0 ml dung dịch thử (1) thành 10 ml với methanol (TT).

Dung dịch đối chiếu (1): Pha loãng 1,0 ml dung dịch thử (2) thành 20 ml với methanol (TT).

Dung dịch đối chiếu (2): Dung dịch indomethacin chuẩn 0,1 % trong methanol (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 20 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được 15 cm. Lấy bản mỏng ra và để khô ngoài không khí. Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Bất cứ vết phụ nào trên sắc ký đồ của dung dịch thử (1) không được đậm hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1).

Độ hòa tan (Phụ lục 11.4)

Thiết bị: Kiểu cánh khuấy.

Môi trường hòa tan: 900 ml đệm phosphat chuẩn pH 7,2 (TT).

Tốc độ quay: 50 r/min.

Thời gian: 45 min.

Cách tiến hành: Lấy một phần dung dịch môi trường sau khi hòa tan, lọc, bỏ 20 ml dịch lọc đầu. Pha loãng dịch lọc thu được với môi trường hòa tan nếu cần. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được ở bước sóng hấp thụ cực đại 320 nm, dùng mẫu trắng là môi trường hòa tan.

Tính lượng indomethacin, $C_{19}H_{16}ClNO_4$, đã hòa tan theo A (1 %, 1 cm). Lấy 196 là giá trị A (1 %, 1 cm) ở bước sóng 320 nm.

Yêu cầu: Không ít hơn 70 % (Q) lượng indomethacin so với lượng ghi trên nhãn được hòa tan trong 45 min.

Định lượng

Cân 20 viên đã loại bỏ vỏ bao, tính khối lượng trung bình viên, nghiền thành bột mịn. Cân một lượng bột viên tương ứng với khoảng 50 mg indomethacin vào bình định mức 100 ml, thêm 10 ml nước, để yên trong 10 min, thỉnh

thoảng lắc. Thêm 75 ml methanol (TT), lắc kỹ rồi thêm methanol (TT) đến định mức và lắc đều, lọc, bỏ khoảng 20 ml dịch lọc đầu. Pha loãng 5,0 ml dịch lọc thu được thành 100,0 ml với hỗn hợp đồng thể tích methanol (TT) và đệm phosphat chuẩn pH 7,2 (TT). Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được ở bước sóng hấp thụ cực đại 320 nm, dùng mẫu trắng là hỗn hợp đồng thể tích methanol (TT) và đệm phosphat chuẩn pH 7,2 (TT).

Tính hàm lượng indomethacin, $C_{19}H_{16}ClNO_4$, theo A (1 %, 1 cm). Lấy 193 là giá trị A (1 %, 1 cm) ở bước sóng 320 nm.

Bảo quản

Nơi khô mát, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Thuốc kháng viêm không steroid.

Hàm lượng thường dùng

25 mg.

IOD

I₂

P.t.l: 253,8

Iod phải chứa từ 99,5 % đến 100,5 % I.

Tính chất

Phiên nhỏ hoặc tinh thể mịn, màu tím đen, có ánh kim loại, mùi kích ứng đặc biệt. Dễ bay hơi ở nhiệt độ thường.

Rất khó tan trong nước, tan trong ethanol 96 %, cloroform, khó tan trong glycerin, dễ tan trong các dung dịch muối iodid.

Định tính

A. Đốt nhẹ một ít chế phẩm trong ống nghiệm, sẽ bay hơi màu tím, hơi này ngưng tụ thành những muối tinh thể màu đen ánh xanh trên thành ống.

B. Lấy 10 ml dung dịch bão hòa chế phẩm, thêm 0,5 ml dung dịch hồ tinh bột (TT), sẽ hiện màu lam. Màu sẽ mất khi đun nóng, để nguội màu lam xuất hiện trở lại.

Clorid và bromid

Không được quá 0,025 %.

Dung dịch S: Nghiền 1,5 g chế phẩm với 10 ml nước, lọc, rửa phễu lọc bằng nước và pha loãng dịch lọc thành 15 ml bằng nước. Thêm 0,5 g kẽm bột (TT) vào dung dịch trên. Khi dung dịch mất màu, lọc và rửa phễu lọc với nước cho tới khi thu được 20 ml dịch lọc.

Lấy 5 ml dung dịch S, thêm 1,5 ml amoniac (TT) và 3 ml dung dịch bạc nitrat 2 % (TT). Lọc, rửa phễu với nước cho đến khi thu được 10 ml dịch lọc, thêm vào 1,5 ml acid nitric (TT) và để yên 1 min. Dung dịch này không được đục hơn dung dịch đối chiếu pha đồng thời với dung dịch thử gồm 10,75 ml nước; 0,25 ml dung dịch acid hydrochloric 0,01 N (CĐ); 0,2 ml dung dịch acid nitric 2 M (TT) và 0,3 ml dung dịch bạc nitrat 2 % (TT).

DUNG DỊCH IOD 1 %

Cẩn không bay hơi

Không được quá 0,1%.

Cân chính xác 1,00 g chế phẩm vào bát sứ đã cân bì, đun trên cách thủy cho đến khi iod bay hơi hết. Sấy cân ở 100 °C đến 105 °C đến khối lượng không đổi. Khối lượng cân còn lại không được quá 1 mg.

Định lượng

Trong một bình nón nút mài, hòa tan 0,200 g chế phẩm trong 5 ml *dung dịch kali iodid 20 %* và 1 ml *dung dịch acid acetic 2 M (TT)*. Khi chế phẩm tan hết, thêm 50 ml *nước*. Chuẩn độ bằng *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ)*, thêm 1 ml *dung dịch hồ tinh bột (TT)* vào lúc cuối định lượng. 1 ml *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ)* tương đương với 12,69 mg iod.

Bảo quản

Trong lọ thủy tinh màu, có nút thủy tinh kín, để ở nơi mát.

Loại thuốc

Sát khuẩn, kháng giáp.

Chế phẩm

Dung dịch iod 1 %, cồn iod 1 %, cồn iod 5 %.

DUNG DỊCH IOD 1 %

Dung dịch Lugol

Công thức điều chế

Iod	1 g
Kali iodid	2 g

Nước tinh khiết (mới đun sôi để nguội) vđ 100 ml
Hòa tan kali iodid và iod trong khoảng 3 ml nước, khuấy kỹ cho tan hết, sau đó thêm nước vừa đủ 100 ml.
Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận "Dung dịch thuốc" (Phụ lục 1.3) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng của iod, I, và hàm lượng của kali iodid, KI, từ 95,0 % đến 105 % so với lượng ghi trên nhãn.

Tính chất

Dung dịch trong, màu đỏ sẫm, mùi iod.

Định tính

A. Nhỏ 1 giọt chế phẩm vào 1 ml *dung dịch hồ tinh bột (TT)* sẽ xuất hiện màu xanh tím.
B. Lấy vài ml chế phẩm cho vào một bát sứ, bốc hơi trên cách thủy cho khô và đốt nhẹ cho bay hết iod tự do. Hòa tan cặn vào một ít *nước*. Dung dịch thu được phải cho các phản ứng của ion kali và iodid (Phụ lục 8.1).

Định lượng

Iod: Lấy chính xác 20 ml chế phẩm, thêm 10 ml *nước*. Chuẩn độ bằng *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ)*. Vào lúc gần cuối chuẩn độ, khi dung dịch đã rất nhạt màu, thêm vài giọt *dung dịch hồ tinh bột (TT)*.
1 ml *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ)* tương đương với 12,69 mg I.

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

Kali iodid: Lấy chính xác 10 ml chế phẩm, thêm 20 ml nước, 40 ml *dung dịch acid hydrochloric loãng (TT)*, chuẩn độ bằng *dung dịch kali iodat 0,05 M (CĐ)* cho đến khi màu nâu sẫm chuyển sang nâu nhạt, thêm 1 ml *dung dịch amaranth S 0,2 % (TT)* rồi tiếp tục chuẩn độ chậm cho đến khi màu đỏ chuyển sang vàng nhạt.

Số gam kali iodid chứa trong 100 ml chế phẩm được tính bằng công thức:

$$0,166 \times \left(n_1 - \frac{n_2}{4} \right)$$

Trong đó:

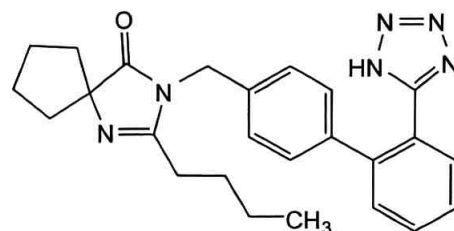
n_1 là số ml *dung dịch kali iodat 0,05 M (CĐ)*.

n_2 là số ml *dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ)* đã dùng trong phép định lượng iod.

Bảo quản

Chế phẩm bảo quản trong chai thủy tinh màu, nút kín, để ở nơi mát.

IRBESARTAN



$C_{25}H_{28}N_6O$

P.t.l: 428,5

Irbesartan là 2-butyl-3-[[2'-(1H-tetrazol-5-yl)biphenyl-4-yl]methyl]-1,3-diazaspiro[4.4]non-1-en-4-on, phải chứa từ 99,0 % đến 101,0 % $C_{25}H_{28}N_6O$, tính theo chế phẩm khan.

Tính chất

Bột kết tinh đa hình màu trắng hoặc gần như trắng.

Thực tế không tan trong nước, hơi tan trong methanol, khó tan trong methylen clorid.

Định tính

Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của irbesartan chuẩn. Nếu phổ hồng ngoại ở trạng thái rắn của chế phẩm và của irbesartan chuẩn khác nhau thì hòa tan riêng rẽ chế phẩm và chất chuẩn trong *methanol (TT)*, bay hơi dung môi tới khô bằng cách sấy ở 60 °C và ghi lại phổ mới của các cặn thu được.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Hòa tan 0,50 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 1 thể tích *dung dịch natri hydroxyd 2 M (TT)* và 9 thể tích *methanol (TT)*, pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi. Dung dịch thu được phải trong (Phụ lục 9.2) và không được có màu đậm hơn màu mẫu N_7 (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).