https://nhathuocngocanh.com/

dung dịch acid sulfuric 10 % trong ethanol, màu của vết thu được từ sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu phải giống nhau, và cùng giữ nguyên màu trong vòng 20 min sau khi phun.

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

Bản mỏng: Silica gel GF_{254}.

Dung môi khai triển: Nước - acid formic khan - diisopropyl ether (3 : 7 : 90).

Dung dịch thử: Hòa tan 0,20 g chế phẩm trong 10 ml hỗn hợp *nước - aceton* (10 : 90).

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 50 mg acid maleic chuẩn trong 10 ml hỗn hợp *nước - aceton* (10 : 90).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên thành dải có kích thước 10 mm × 2 mm. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được 12 cm, để khô bản mỏng ngoài không khí. Sấy bản mỏng ở nhiệt độ 120 °C trong 10 min và quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm.

Trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có một dải ở vạch xuất phát và phải có một dải tương ứng với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu về vị trí, và kích thước.

pH

Lắc 0,50 g chế phẩm với 25,0 ml *nước không có carbon dioxyd (TT)* và để lắng. pH của phần dung dịch phía trên phải từ 3,5 đến 5,5 (Phụ lục 6.2). Tiến hành phép thử trong điều kiện tránh ánh sáng.

Góc quay cực riêng

Từ -7,0° đến -8,5°, tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 6.4).

Hòa tan 1,25 g chế phẩm trong *dimethylformamid (TT)* và pha loãng thành 25,0 ml với cùng dung môi và tiến hành thử.

Tạp chất liên quan

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ luc 5.4). Tiến hành phép thử trong điều kiện tránh ánh sáng.

Bản mỏng: Silica gel GF_{254}.

Dung môi khai triển: Aceton - diethylamin - cyclohexan (10 : 10 : 80).

Dung dịch thử: Hòa tan 0,20 g chế phẩm trong 10 ml hỗn hợp *nước - aceton* (10 : 90).

Dung dịch đối chiếu: Pha loãng 0,5 ml dung dịch thử thành 100 ml bằng hỗn hợp *nước - aceton* (10 : 90).

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 15 cm, để khô bản mỏng ngoài không khí. Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Bất kỳ vết thứ hai nào thu được ngoài vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử không được đậm màu hơn vết chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (0,5 %).

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 100 °C đến 105 °C ; 3 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 0,350 g chế phẩm trong 50 ml *acid acetic khan (TT)*. Chuẩn độ bằng *dung dịch acid percloric 0,1 N (CĐ)*. Xác định điểm kết thúc bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2).

1 ml *dung dịch acid percloric 0,1 N (CĐ)* tương đương với 44,46 mg $C_{23}H_{28}N_2O_5S$.

Bảo quản

Trong đồ đựng nút kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Đối kháng thụ thể dopamin, chống loạn thần.

Chê phẩm

Viên nén, thuốc tiêm.

VIÊN NÉN LEVOMEPROMAZIN

Là viên nén chứa levomepromazin maleat.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận "Thuốc viên nén" (Phụ lục 1.20) và các yêu cầu sau:

Hàm lượng levomepromazin maleat,

$C_{19}H_{24}N_2OS.C_4H_4O_4$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

A. Lấy một lượng bột viên tương ứng với 50 mg levomepromazin maleat, thêm 10 ml *nước* và 2 ml *dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT)*, lắc đều. Chiết với 15 ml *ether (TT)* và để yên cho tách lớp. Rửa lớp ether bằng 5 ml *nước*, lọc qua giấy lọc có *natri sulfat khan (TT)*, bay hơi dịch chiết ether đến khô rồi sấy cắn ở 100 °C trong 3 h. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của cắn thu được phải phù hợp với phổ hồng ngoại đối chiếu của levomepromazin.

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

Bản mỏng: Silica gel F_{254}.

Dung môi khai triển: Diisopropyl ether - acid formic khan - nước (90 : 7 : 3).

Dung dịch thử: Lấy một lượng bột viên chứa 0,2 g levomepromazin maleat, thêm 10 ml hỗn hợp *aceton - nước* (9 : 1), lắc siêu âm trong 5 min, để yên và lấy dịch trong ở phía trên.

Dung dịch đối chiếu: Dung dịch acid maleic chuẩn 0,6 % trong *acid formic khan (TT)*.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai sắc ký, lấy bản mỏng ra sấy ở 120 °C trong 10 min. Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Trên sắc ký đồ thu được, dung dịch thử có một vết tại điểm chấm sắc ký và một vết tương ứng với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

https://nhathuocngocanh.com/

Tạp chất liên quan
Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).
Tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng.
Bản mỏng: Silica gel GF_{254}.
Dung môi khai triển: Toluen - aceton - diethylamin (85 : 10 : 5).
Dung dịch thử: Lấy một lượng bột viên tương ứng với 0,1 g levomepromazin maleat, thêm 10 ml hỗn hợp *methanol - amoniac 18 M* (99 : 1), lắc siêu âm 5 min, lọc, bỏ dịch lọc đầu.
Dung dịch đối chiếu: Pha loãng 200 lần dung dịch thử bằng cùng dung môi.
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 15 cm. Lấy bản mỏng ra và để khô ngoài không khí. Quan sát dưới đèn tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Bất kỳ vết phụ nào trên sắc ký đồ của dung dịch thử cũng không được đậm hơn vết thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (0,5 %). Không tính đến các vết tại điểm chấm sắc ký.

Độ hòa tan (Phụ lục 11.4)
Thiết bị: Kiểu cánh khuấy.
Môi trường: 500 ml *dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT)*.
Tốc độ quay: 50 r/min.
Thời gian: 30 min.
Cách tiến hành: Lấy một phần dung dịch môi trường đã hòa tan mẫu thử, lọc, bỏ 20 ml dịch lọc đầu. Pha loãng dịch lọc thu được bằng *dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT)* để có nồng độ khoảng 0,005 % levomepromazin maleat. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được ở bước sóng 311 nm, cốc đo dày 1cm, mẫu trắng là *dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT)*. So sánh với một dung dịch chuẩn levomepromazin maleat có nồng độ tương đương trong cùng dung môi. Tính lượng levomepromazin maleat đã hòa tan dựa vào nồng độ levomepromazin maleat trong dung dịch chuẩn.
Yêu cầu: Không ít hơn 60 % (Q) lượng levomepromazin maleat, $C_{19}H_{24}N_2OS.C_4H_4O_4$, so với lượng ghi trên nhãn được hòa tan trong 30 min.

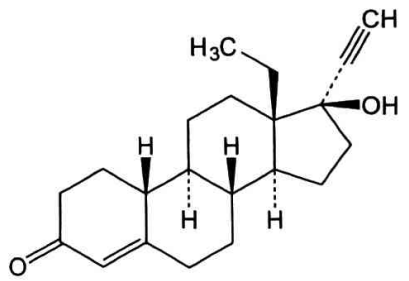
Định lượng
Tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng.
Cân 20 viên, tính khối lượng trung bình viên và nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương ứng với 50 mg levomepromazin maleat, thêm 15 ml *dung dịch amoniac 0,2 M trong methanol (TT)*, lắc trong 2 min, lọc lấy dịch lọc. Tiếp tục chiết 3 lần, mỗi lần với 15 ml *dung dịch amoniac 0,2 M trong methanol (TT)*, dùng đũa thủy tinh nghiền cắn trước mỗi lần chiết. Tập hợp dịch lọc và thêm *dung dịch amoniac 0,2 M trong methanol (TT)* vừa đủ 100,0 ml. Pha loãng 10 thể tích dung dịch thu được thành 100 thể tích bằng *methanol (TT)*. Tiếp tục pha loãng 10 thể tích dung dịch này thành 100 thể tích bằng *methanol (TT)*. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được ở bước sóng cực đại 254 nm, mẫu trắng là *methanol (TT)*. Song song tiến hành đo dung dịch levomepromazin maleat chuẩn 0,0005 % trong *dung dịch amoniac 0,002 M trong methanol (TT)*. Tính hàm lượng levomepromazin maleat, $C_{19}H_{24}N_2OS.C_4H_4O_4$, có trong viên dựa vào hàm lượng $C_{19}H_{24}N_2OS.C_4H_4O_4$ trong levomepromazin maleat chuẩn.

Bảo quản
Tránh ánh sáng.

Loại thuốc
An thần.

Hàm lượng thường dùng
25 mg.

LEVONORGESTREL



$C_{21}H_{28}O_2$ P.t.l: 312,5

Levonorgestrel là 13-ethyl-17-hydroxy-18,19-dinor-17α-pregn-4-en-20-yn-3-on, phải chứa từ 98,0 % đến 102,0 % $C_{21}H_{28}O_2$ tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất
Bột kết tinh màu trắng hoặc gần như trắng. Thực tế không tan trong nước, hơi tan trong methylen clorid, khó tan trong ethanol 96 %.

Định tính
A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của levonorgestrel chuẩn.
B. Chế phẩm phải đáp ứng yêu cầu của phép thử Góc quay cực riêng.

Góc quay cực riêng
Từ -35° đến -30° (Phụ lục 6.4).
Hòa tan 0,200 g chế phẩm trong *methylen clorid (TT)* và pha loãng thành 20,0 ml với cùng dung môi.

Tạp chất liên quan
Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).
Pha động A: *Acetonitril (TT_1) - nước dùng cho sắc ký* (40 : 60).
Pha động B: *Acetonitril (TT_1)*.
Hỗn hợp dung môi: *Nước dùng cho sắc ký - acetonitril (TT_1)* (30 : 70).