

Hàm lượng pyridoxin hydroclorid, $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

Dung dịch A: Cân một lượng bột viên tương ứng với khoảng 50 mg pyridoxin hydroclorid, thêm 50 ml nước (TT), lắc kỹ, lọc.

A. Trong phần Định lượng, phổ hấp thụ từ ngoại (Phụ lục 4.1) của dung dịch thử phải có hấp thụ cực đại ở khoảng 290 nm.

B. Pha loãng 1 ml dung dịch A với nước thành 10 ml. Lấy 1 ml dung dịch thu được, thêm 2 ml dung dịch natri acetat 20 % (TT), 1 ml nước và 1 ml dung dịch 2,6-dicloroquinon clorimid 0,5 % trong ethanol, lắc đều. Xuất hiện màu xanh lam, phai nhanh và chuyển sang đỏ. Lặp lại phép thử trên, thay 1 ml nước bằng 1 ml dung dịch acid boric 4 %, không có màu xanh xuất hiện.

C. Lấy 1 ml dung dịch A, thêm 2 giọt dung dịch sắt (III) clorid 5 % (TT), xuất hiện màu đỏ. Thêm từng giọt dung dịch acid sulfuric 10 % (TT), màu đỏ phai dần.

Định lượng

Cân 20 viên, nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương ứng với khoảng 25 mg pyridoxin hydroclorid, thêm 50 ml dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT), đun cách thủy 15 min, thỉnh thoảng lắc. Để nguội, pha loãng với dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT) thành 100,0 ml, lắc đều. Lọc, loại bỏ dịch lọc đầu. Lấy 5,0 ml dịch lọc, pha loãng với dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT) thành 100,0 ml, lắc đều.

Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được ở bước sóng cực đại khoảng 290 nm, trong cốc đo dày 1 cm, so với mẫu trắng là dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT).

Tính hàm lượng pyridoxin hydroclorid, $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$, trong viên theo A (1 %, 1 cm). Lấy 430 là giá trị A (1 %, 1 cm) ở bước sóng 290 nm.

Bảo quản

Nơi khô mát, tránh ánh sáng.

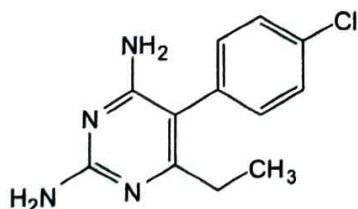
Loại thuốc

Vitamin nhóm B.

Hàm lượng thường dùng

25 mg; 50 mg.

PYRIMETHAMIN



$C_{12}H_{13}ClN_4$

Pt.l: 248,7

Pyrimethamin là 5-(4-clorophenyl)-6-ethylpyrimidin-2,4-diamin, phải chứa từ 99,0 % đến 101,0 % $C_{12}H_{13}ClN_4$, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh màu gần như trắng hoặc tinh thể không màu. Thực tế không tan trong nước, khó tan trong ethanol 96 %.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A.

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 pyrimethamin chuẩn.

B. Nhiệt độ nóng chảy: 239 °C đến 243 °C (Phụ lục 6.7).

C. Hòa tan 0,14 g chế phẩm trong ethanol (TT) và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 10,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT). Tiếp tục pha loãng 10,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT). Phổ hấp thụ ánh sáng (Phụ lục 4.1) của dung dịch trong khoảng từ bước sóng 250 nm đến 300 nm có một cực đại tại 272 nm và một cực tiểu tại 261 nm. Độ hấp thụ riêng tại cực đại có giá trị từ 310 đến 330.

D. Trong phần Tạp chất liên quan, vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) phải tương ứng với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) về vị trí và kích thước.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch được chuẩn bị ngay trước khi dùng.

Hòa tan 0,25 g chế phẩm trong hỗn hợp methanol - methylen clorid (1 : 3) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi. Dung dịch thu được phải trong (Phụ lục 9.2) và có màu không đậm hơn dung dịch màu mẫu VN₆ (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Giới hạn acid - kiềm

Dung dịch S: Lắc 1,0 g chế phẩm với 50 ml nước trong 2 min, lọc.

Lấy 10 ml dung dịch S, thêm 0,05 ml dung dịch phenolphthalein (TT). Dung dịch không màu. Không quá 0,2 ml dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CĐ) cần thêm vào để làm chuyển màu chỉ thị sang màu hồng. Thêm 0,4 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N (CĐ) và 0,05 ml dung dịch đỏ methyl (TT) làm chỉ thị. Dung dịch phải có màu đỏ hoặc màu da cam.

Tạp chất liên quan

Không được quá 0,25 %.

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

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Cloroform - propanol - acid acetic băng - toluen (4 : 8 : 12 : 76).

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

QUINAPRIL HYDROCLORID

Các dung dịch được chuẩn bị ngay trước khi dùng.

Dung dịch thử (1): Hòa tan 0,25 g chế phẩm trong hỗn hợp *methanol - cloroform* (1 : 9) và pha loãng thành 25 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 1 ml dung dịch thử (1) thành 10 ml bằng hỗn hợp *methanol - cloroform* (1 : 9).

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 0,1 g pyrimethamin chuẩn trong hỗn hợp *methanol - cloroform* (1 : 9) và pha loãng thành 100 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 5,0 ml dung dịch thử (1) thành 200 ml bằng hỗn hợp *methanol - cloroform* (1 : 9). Pha loãng 1 ml dung dịch thu được thành 10 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Cách tiến hành:

Châm riêng biệt lên bản mỏng 20 μ l mỗi dung dịch. Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 10 cm. Làm khô bản mỏng ngoài không khí. Quan sát bản mỏng dưới ánh sáng đèn từ ngoại 254 nm.

Trên sắc ký đồ của dung dịch thử (1), bất kỳ vết phụ nào không được có màu đậm hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2).

Sulfat

Không được quá 80 phần triệu (Phụ lục 9.4.14).

Dùng 15 ml dung dịch S. Chuẩn bị dung dịch đối chiếu gồm 2,5 ml *dung dịch sulfat mẫu 10 phần triệu SO₄ (TT)* và 12,5 ml nước.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.6).
(0,50 g; 100 °C đến 105 °C; 4 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 0,200 g chế phẩm trong 25 ml *acid acetic khan (TT)* bằng cách đun nóng nhẹ. Để nguội, chuẩn độ bằng *dung dịch acid perchloric 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 acid perchloric 0,1 N (CĐ)* tương đương với 24,87 mg C₁₂H₁₃ClN₂O₅.

Bảo quản

Tránh ánh sáng.

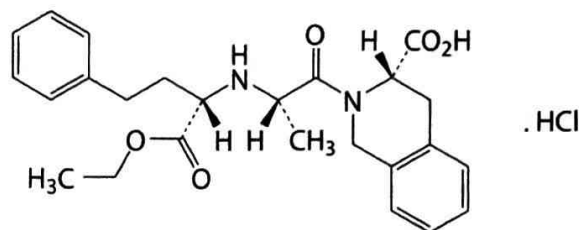
Loại thuốc

Thuốc chống sốt rét.

Chế phẩm

Viên nén.

QUINAPRIL HYDROCLORID



C₂₅H₃₁ClN₂O₅

P.t.l: 475,0

Quinapril hydroclorid là acid (3*S*)-2-[(2*S*)-2-[(1*S*)-1-(ethoxycarbonyl)-3-phenylpropyl]amino]propanoyl]-1,2,3,4-tetrahydroisoquinolin-3-carboxylic hydroclorid, phải chứa từ 98,5 % đến 101,5 % C₂₅H₃₁ClN₂O₅, tính theo chế phẩm khan.

Tính chất

Bột màu trắng hay gần như trắng hoặc hồng nhạt, hút ẩm.
Dễ tan trong nước và ethanol 96 %, rất khó tan trong aceton.

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 quinapril hydroclorid chuẩn.

B. Chế phẩm phải đáp ứng phép thử Góc quay cực riêng.

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

Góc quay cực riêng

Từ +14,4° đến +16,6°, tính theo chế phẩm khan (Phụ lục 6.4).

Hòa tan 0,500 g chế phẩm trong *methanol (TT)* và pha loãng thành 25,0 ml với cùng dung môi.

Tạp chất đồng phân không đối quang

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3). Chuẩn bị các dung dịch ngay trước khi dùng.

Pha động: Trộn 260 ml *tetrahydrofuran (TT)* với 740 ml dung dịch mới pha có chứa 0,80 g *natri octansulfonat (TT)* và 2,13 g *amoni dihydrophosphat (TT)* đã được điều chỉnh đến pH 4,5 bằng *acid phosphoric (TT)*.

Hỗn hợp dung môi: Điều chỉnh 500 ml pha động đến pH 6,5 bằng *amoniac (TT)*.

Dung dịch thử: Hòa tan 100 mg chế phẩm trong hỗn hợp dung môi và pha loãng thành 50,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (1): Pha loãng 1,0 ml dung dịch thử thành 100,0 ml bằng hỗn hợp dung môi. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 20,0 ml bằng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan quinapril chuẩn dùng để định tính pic (chứa tạp chất G, H và I) có trong một lọ chuẩn trong hỗn hợp dung môi và pha loãng thành 5,0 ml với cùng dung môi.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 4,0 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 μ m).

Nhiệt độ cột: 25 °C.