

Dung dịch đối chiếu (2): Dung dịch chứa kanamycin monosulfat chuẩn, neomycin sulfat chuẩn và streptomycin sulfat chuẩn trong nước, nồng độ mỗi chất là 0,1 %.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch. Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm. Làm khô bản mỏng bằng một luồng không khí ẩm, phun thuốc thử hiện màu, sấy bản mỏng ở 150 °C trong khoảng 5 min đến 10 min. Vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải tương ứng với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) về vị trí, màu sắc và kích thước. Phép thử chỉ có giá trị khi trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) cho ba vết tách ra rõ ràng.

B. Hòa tan 5 mg đến 10 mg bột thuốc trong 4 ml nước, thêm 1 ml dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT). Đun nóng trong cách thủy 4 min. Thêm hơi dư dung dịch acid hydrochloric 10 % (TT) và 0,1 ml dung dịch sắt (III) clorid 10,5 % (TT), màu tím tạo thành.

C. Chế phẩm phải có phản ứng đặc trưng của ion sulfat (Phụ lục 8.1).

Giới hạn acid - kiềm

Dung dịch chế phẩm chứa 25 % streptomycin có pH từ 4,5 đến 7,0 (Phụ lục 6.2).

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 7,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,0 g, 60 °C, phosphor pentoxyd, áp suất không quá 0,1 kPa, 24 h).

Streptomycin B

Không được quá 3 %.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Acid acetic băng - methanol - toluen (25 : 25 : 50).

Thuốc thử hiện màu: Hỗn hợp đồng thể tích của dung dịch 1,3-dihydroxynaphtalen 0,2 % trong ethanol 96 % và dung dịch acid sulfuric 20 % (tt/tt). Thuốc thử chỉ pha ngay trước khi dùng.

Dung dịch thử: Hòa tan một lượng chế phẩm có chứa khoảng 0,16 g streptomycin trong hỗn hợp acid sulfuric - methanol (3 : 97) mới pha và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi. Đun hồi lưu trong 1 h, làm nguội, tráng sinh hàn với methanol (TT) và pha loãng thành 20 ml với methanol (TT) (dung dịch 1 %).

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 36 mg manose (TT) trong 5 ml hỗn hợp acid sulfuric - methanol (3 : 97) mới pha. Đun hồi lưu trong 1 h, làm nguội, tráng sinh hàn bằng methanol (TT) và pha loãng thành 50 ml bằng methanol (TT). Pha loãng 5 ml dung dịch thu được thành 50 ml với methanol (TT). Dung dịch thu được chứa một lượng tương đương 0,03 % streptomycin B (1 mg manose tương đương với 4,13 mg streptomycin B).

Cách tiến hành:

Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên.

Triển khai sắc ký cho đến khi dung môi đi được khoảng 15 cm. Để khô bản mỏng ngoài không khí, phun thuốc thử hiện màu, sấy bản mỏng ở 110 °C trong 5 min. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử, vết tương ứng với streptomycin B không được đậm hơn vết thu được từ dung dịch đối chiếu.

Nội độc tố vi khuẩn

Tiến hành thử theo chuyên luận “Phép thử nội độc tố vi khuẩn” (Phụ lục 13.2).

Hòa tan một lượng chế phẩm trong nước BET để thu được dung dịch có nồng độ streptomycin 10 mg/ml (dung dịch A). Nồng độ giới hạn nội độc tố của dung dịch A là 2,5 EU/ml. Giá trị độ pha loãng tối đa của dung dịch A được tính từ độ nhạy của thuốc thử lysat dùng trong phép thử.

Định lượng

Cân nhanh thuốc trong 20 lọ, tính khối lượng trung bình của thuốc trong lọ và trộn đều nhanh. Cân chính xác một lượng bột thuốc tương ứng khoảng 0,33 g streptomycin hòa tan trong nước vừa đủ 100,0 ml và tiến hành định lượng theo chuyên luận “Xác định hoạt lực thuốc kháng sinh bằng phương pháp thử vi sinh vật” (Phụ lục 13.9).

Tính hàm lượng streptomycin trong một đơn vị chế phẩm so với lượng ghi trên nhãn.

Hoạt lực lý thuyết của streptomycin là 1000 IU trong 1 mg.

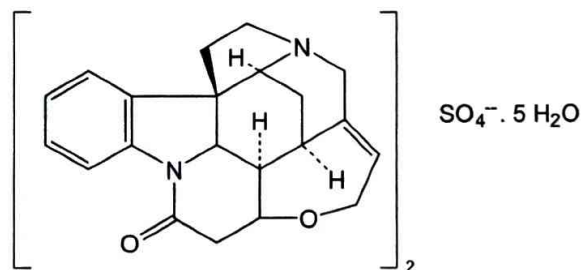
Bảo quản

Trong bao bì kín, để nơi khô mát, tránh ánh sáng.

Hàm lượng thường dùng

1000 mg, tính theo streptomycin.

STRYCHNIN SULFAT



$(C_{21}H_{22}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 5H_2O$

P.t.l: 857,0

Strychnin sulfat là strychnidin-10 on sulfat pentahydrat, chiết từ hạt cây *Strychnos nux - vomica* L. và các loài *Strychnos* sp. khác, họ Loganiaceae, phải chứa từ 97,0 % đến 100,5 % $(C_{21}H_{22}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$, tính theo chế phẩm khan.

Tính chất

Tinh thể hình kim không màu hay bột kết tinh trắng, không mùi. Dễ tan trong nước sôi, hơi tan trong ethanol và nước lạnh, khó tan trong cloroform và không tan trong ether.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: B, C, D.

Nhóm II: A, D.

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

B. Trong phần Tạp chất liên quan, vết chính của dung dịch thử phải giống về vị trí, màu sắc và kích thước so với vết chính của dung dịch đối chiếu (1).

C. Hòa tan 50 mg chế phẩm trong 5 ml nước, thêm 0,1 ml amoniac đậm đặc (TT) và chiết bằng 5 ml cloroform (TT). Bốc hơi dịch chiết cloroform đến cạn trên cách thủy. Thêm vào cặn 0,1 ml acid sulfuric đậm đặc (TT) và 1 tinh thể kali dicromat (TT), xung quanh tinh thể có màu tím, màu đỏ, màu vàng khi lắ.

D. Chế phẩm cho phản ứng của ion sulfat (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyd (TT) và pha loãng thành 50,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Giới hạn acid - kiềm

Lấy 25 ml dung dịch S, thêm 0,1 ml dung dịch đỏ methyl (TT), dung dịch có màu đỏ. Lượng dung dịch natri hydroxyd 0,02 N (CD) cần dùng để làm dung dịch chuyển sang màu vàng không quá 0,5 ml.

Góc quay cực riêng

Từ -25° đến -29°, tính theo chế phẩm khan (Phụ lục 6.4).
Dùng dung dịch S để đo.

Brucin

Lấy 0,1 g chế phẩm, thêm 1 ml acid nitric (TT) và 0,2 ml nước, lắc cho tan hoàn toàn. Nếu dung dịch thu được có màu đỏ hay da cam thì không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu gồm 1 ml acid nitric (TT) và 0,2 ml dung dịch brucin 0,054 %.

Tạp chất liên quan

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Diethylamin - ethyl acetat - cyclohexan (15 : 25 : 60).

Dung dịch thử: Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong methanol (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 0,1 g strychnin sulfat chuẩn trong methanol (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Lấy 0,5 ml dung dịch đối chiếu (1) và pha loãng thành 100 ml bằng methanol (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 15 cm, lấy ra sấy khô bản mỏng ở 100 °C đến 105 °C trong 15 min, để nguội. Phun dung dịch kali

iodobismuthat (TT) cho đến khi các vết đỏ cam xuất hiện. Ngoài vết chính, bất kỳ vết phụ nào trên sắc ký đồ của dung dịch thử không được đậm màu hơn vết chính của dung dịch đối chiếu (2).

Nước

Từ 10,0 % đến 13,0 % (Phụ lục 10.3).

Dùng 0,10 g chế phẩm.

Tro sulfat

Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 1).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng

Hòa tan 0,500 g chế phẩm trong 25 ml acid acetic khan (TT), thêm 1 ml anhydrid acetic (TT). Định lượng bằng dung dịch acid perchloric 0,1 N (CD). Xác định điểm kết thúc bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2) hoặc bằng chỉ thị xanh malachit (TT).

1 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CD) tương đương với 76,70 mg (C₂₁H₂₂N₂O₂)₂.H₂SO₄.

Bảo quản

Trong lọ kín, tránh ánh sáng.

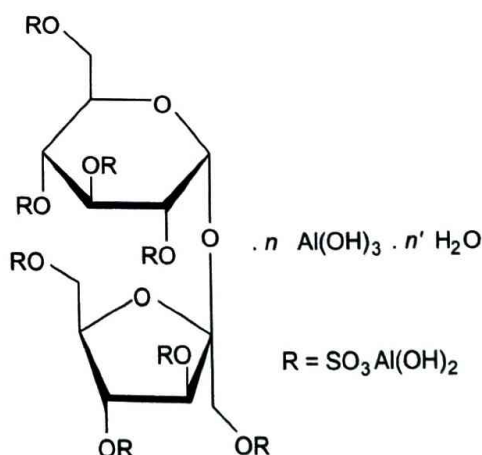
Loại thuốc

Kích thích thần kinh trung ương và tùy sống, kích thích tiêu hóa.

Chế phẩm

Thuốc tiêm.

SUCRALFAT



C₁₂H₃₀Al₈O₅₁S₈[Al(OH)₃]_n[H₂O]_{n'}
với n = 8 đến 10 và n' = 22 đến 31.

Sucralfat là β-D-fructofuranosyl-α-D-glucopyranosid octakis (nhôm dihydroxy sulfat) có từ 8 đến 10 phân tử nhôm hydroxyd và từ 22 đến 31 phân tử nước. Phải chứa từ 30,0 % đến 36,0 % β-D-fructofuranosyl-α-D-glucopyranosid octakis sulfat (sucrose octasulfat) (C₁₂H₁₄O₃₅S₈⁸⁻; P.t.l: 975) và từ 16,5 % đến 18,5 % nhôm (Al; N.t.l: 26,98).