

khoảng 30 mg amodiaquin hydroclorid với 10 ml nước, lọc. 2 ml dịch lọc phải cho phản ứng định tính (A) của clorid (Phụ lục 8.1).

Độ hòa tan (Phụ lục 11.4)

Thiết bị: Kiểu cánh khuấy.

Môi trường hòa tan: 900 ml nước.

Tốc độ quay: 50 r/min.

Thời gian: 30 min.

Cách tiến hành: Sau thời gian hòa tan quy định, lấy một phần dịch hòa tan lọc, pha loãng dịch lọc đến nồng độ thích hợp với nước (nếu cần). Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được ở bước sóng cực đại 342 nm với mẫu trắng là nước. Tính lượng amodiaquin, $C_{20}H_{22}ClN_3O$, hòa tan trong mỗi viên dựa vào độ hấp thụ của dung dịch amodiaquin hydroclorid chuẩn có nồng độ tương đương pha trong cùng dung môi.

Yêu cầu: Không ít hơn 75 % (Q) lượng amodiaquin so với lượng ghi trên nhãn được hòa tan trong 30 min.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Dung dịch đệm - methanol (78 : 22). Điều chỉnh tỷ lệ nếu cần.

Dung dịch đệm: Hòa tan 6,8 g kali dihydrophosphat (TT) trong 1000 ml nước. Thêm 1,0 ml acid perchloric (TT), trộn đều và điều chỉnh tới pH 2,5 bằng acid phosphoric (TT).

Dung dịch acid hydrocloric 1 % (tt/tt): Pha loãng 10 ml acid hydrocloric (TT) thành 1000 ml với nước.

Dung dịch chuẩn: Dung dịch amodiaquin hydroclorid chuẩn nồng độ 0,15 mg/ml trong nước.

Dung dịch thử: Cân 20 viên, tính khối lượng trung bình viên và nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương ứng với 60 mg amodiaquin hydroclorid vào bình định mức 100,0 ml, thêm 60 ml dung dịch acid hydrocloric 1 % (tt/tt), lắc siêu âm trong 25 min ở nhiệt độ 29 °C, thêm dung dịch acid hydrocloric 1 % (tt/tt) vừa đủ đến vạch, lắc đều, lọc. Pha loãng 5,0 ml dịch lọc thành 20 ml bằng nước.

Dung dịch phân giải: Dung dịch có chứa 0,15 mg/ml amodiaquin hydroclorid chuẩn và 0,15 mg/ml cloroquin phosphat chuẩn trong nước.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (15 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 µm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 224 nm.

Tốc độ dòng: 1,2 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Tiến hành sắc ký với dung dịch phân giải, ghi sắc ký đồ, thời gian lưu tương đối là 1,0 đối với pic amodiaquin và 0,8 với pic cloroquin; độ phân giải giữa hai pic amodiaquin hydroclorid và cloroquin phosphat không nhỏ hơn 1,5, hệ số đối xứng của hai pic không được lớn hơn 1,5. Độ lệch chuẩn tương đối

của diện tích pic trong 6 lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn không được lớn hơn 2,0 %.

Tiến hành sắc ký lần lượt với dung dịch chuẩn và dung dịch thử.

Tính hàm lượng amodiaquin, $C_{20}H_{22}ClN_3O$, có trong một viên dựa vào diện tích pic đáp ứng của amodiaquin hydroclorid trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{20}H_{22}ClN_3O$ trong amodiaquin hydroclorid chuẩn.

Bảo quản

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

Loại thuốc

Thuốc chống sốt rét.

Hàm lượng thường dùng

200 mg.

AMONI CLORID

NH_4Cl

P.t.l: 53,49

Amoni clorid phải chứa từ 99,0 % đến 100,5 % NH_4Cl , tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh trắng hoặc tinh thể không màu, dễ tan trong nước.

Định tính

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

B. 10 ml dung dịch S (xem Độ trong và màu sắc của dung dịch) cho phản ứng của muối amoni (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 10,0 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyd (TT) và pha loãng thành 100 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 10 ml dung dịch S, thêm 0,05 ml dung dịch đỏ methyl (TT). Để chuyển màu dung dịch, không được dùng quá 0,5 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N (CĐ) hoặc dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CĐ).

Bromid và iodid

Lấy 10 ml dung dịch S, thêm 0,1 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TT) và 0,05 ml dung dịch cloramin T 2 % (TT). Sau 1 min, thêm 2 ml cloroform (TT) và lắc mạnh. Lóp cloroform phải không màu.

Sulfat

Không được quá 0,015 % (Phụ lục 9.4.14).

Pha loãng 10 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Calci

Không được quá 0,02 % (Phụ lục 9.4.3).

Pha loãng 5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước và tiến hành thử.

Kim loại nặng

Không được quá 10 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

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

Sắt

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).

Pha loãng 5 ml dung dịch S thành 10 ml bằng nước và tiến hành thử.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 1,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 100 °C đến 105 °C; 2 h).

Tro sulfat

Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 2,0 g chế phẩm.

Định lượng

Hòa tan 1,000 g chế phẩm trong 20 ml nước. Thêm một hỗn hợp gồm 5 ml formaldehyd (TT) đã được trung tính hóa trước theo chỉ thị là dung dịch phenolphthalein (TT) và 20 ml nước. Sau 1 min đến 2 min, chuẩn độ chậm bằng dung dịch natri hydroxyd 1 N (CĐ). Dùng 0,2 ml dung dịch phenolphthalein (TT) làm chỉ thị.

1 ml dung dịch natri hydroxyd 1 N (CĐ) tương đương với 53,49 mg NH₄Cl.

Bảo quản

Trong bao bì kín.

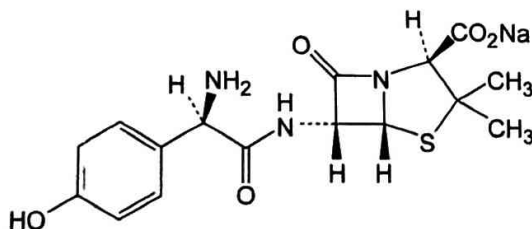
Loại thuốc

Dùng để acid hóa nước tiểu và điều trị nhiễm kiềm chuyển hóa.

Chế phẩm

Dung dịch uống.

AMOXICILIN NATRI



C₁₆H₁₈N₃NaO₅S

P.t.l.: 387,4

Amoxicilin natri là (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[[*(2R)*-2-amino-2-(4-hydroxyphenyl)acetyl]amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptan-2-carboxylat natri, phải

chứa từ 89,0 % đến 102,0 % C₁₆H₁₈N₃NaO₅S, tính theo chế phẩm khan.

Amoxicilin natri là sản phẩm bán tổng hợp từ một sản phẩm lên men.

Tính chất

Bột trắng hay gần như trắng, rất hút ẩm.

Rất tan trong nước, hơi tan trong ethanol khan, rất khó tan trong acetone.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A, D.

Nhóm II: B, C, D.

A. Hòa tan 0,250 g chế phẩm trong 5 ml nước, thêm 0,5 ml dung dịch acid acetic 2 M (TT), khuấy đều và để yên trong nước đá 10 min. Lọc lấy tinh thể và rửa với 2 - 3 ml hỗn hợp dung môi gồm 1 thể tích nước và 9 thể tích acetone (TT), sấy ở 60 °C trong 30 min. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của tinh thể thu được phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của amoxicilin trihydrat chuẩn.

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

Bản mỏng: Silica gel G đã được silan hóa.

Dung môi khai triển: Aceton - dung dịch amoni acetat 15,4 % đã được điều chỉnh đến pH 5,0 bằng acid acetic băng (10 : 90).

Dung dịch thử: Hòa tan 25 mg chế phẩm trong 10 ml dung dịch natri bicarbonat 4,2 % (TT).

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 25 mg amoxicilin trihydrat chuẩn trong 10 ml dung dịch natri bicarbonat 4,2 % (TT).

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 25 mg amoxicilin trihydrat chuẩn và 25 mg ampicilin trihydrat chuẩn trong 10 ml dung dịch natri bicarbonat 4,2 % (TT).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 1 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký tới khi dung môi đi được 15 cm. Để khô bản mỏng ngoài không khí. Đặt bản mỏng vào bình bão hòa hơi iod cho đến khi các vết xuất hiện và kiểm tra bản mỏng dưới ánh sáng ban ngày. Vết chính trên sắc ký đồ thu được của dung dịch thử phải tương đương với vết chính trên sắc ký đồ thu được 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 thu được của dung dịch đối chiếu (2) cho 2 vết tách ra rõ ràng.

C. Chế phẩm phải cho phản ứng B trong phép thử phản ứng màu của các penicilin và cephalosporin (Phụ lục 8.3).

D. Chế phẩm phải cho phản ứng (A) của ion natri (Phụ lục 8.1).

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong nước và pha loãng thành 10,0 ml với cùng dung môi. Kiểm tra ngay sau khi pha.

Dung dịch thu được không được đục hơn hỗn dịch đối chiếu II (Phụ lục 9.2). Dung dịch lúc đầu có thể có màu hồng nhưng chỉ trong thời gian rất ngắn, sau 5 min độ hấp thụ ánh sáng của dung dịch đo ở bước sóng 430 nm (Phụ lục 4.1) không được lớn hơn 0,20.