

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 đương khoảng 8 mg dexchlorpheniramin maleat vào bình gạn 250 ml có chứa sẵn 50 ml nước, lắc kỹ trong 10 min, điều chỉnh đến pH 11 bằng dung dịch natri hydroxyd 10 % (TT), để nguội đến nhiệt độ phòng. Chiết hỗn hợp trên 2 lần, mỗi lần với 75 ml hexan (TT). Tập trung dịch chiết hexan vào bình gạn thứ 2. Chiết dịch chiết hexan 3 lần, mỗi lần với 50 ml dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT). Tập trung dịch chiết acid vào bình định mức 200 ml, thêm dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT) đến vạch, lắc kỹ. Lọc, bỏ 10 ml dịch lọc đầu, dịch lọc là dung dịch thử (40 µg/ml).

Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch chuẩn và dung dịch thử ở bước sóng cực đại khoảng 264 nm, dùng mẫu trắng là dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT).

Tính hàm lượng của dexchlorpheniramin maleat, $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$, có trong chế phẩm dựa vào độ hấp thụ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ trong dexchlorpheniramin maleat chuẩn.

Bảo quản

Tránh ánh sáng.

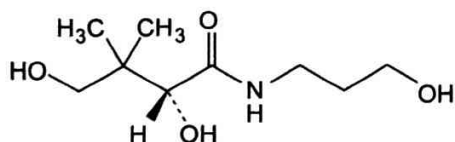
Loại thuốc

Thuốc kháng histamin.

Hàm lượng thường dùng

2 mg.

DEXPANTHENOL



$C_9H_{19}NO_4$

P.t.l: 205,3

Dexpanthenol là (2R)-2,4-dihydroxy-N-(3-hydroxypropyl)-3,3-dimethylbutanamid, phải chứa từ 98,0 % đến 101,0 % $C_9H_{19}NO_4$, tính theo chế phẩm đã làm khan.

Tính chất

Chất lỏng nhớt, không màu hoặc màu hơi vàng, dễ hút ẩm, hay bột kết tinh trắng hoặc gần như trắng. Rất tan trong nước, dễ tan trong ethanol 96 %.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: B, C, D.

Nhóm II: A, B.

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của dexpanthenol chuẩn. Kiểm tra các chất sử dụng viên nén dẹt, được chuẩn

bị bằng cách nhỏ từng giọt 0,5 ml dung dịch 0,5 % của mẫu thử và mẫu chuẩn trong ethanol (TT) lên viên nén dẹt kali bromid (TT), sấy khô ở 100 °C đến 105 °C trong 15 min.

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

C. Trong phần 3-Aminopropanol, vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) phải giống về vị trí, màu sắc và kích thước so với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1).

D. Thêm 1 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT) và 0,1 ml dung dịch đồng sulfat 12,5 % (TT) vào 1 ml dung dịch S, xuất hiện màu xanh da trời.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 2,500 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 được có màu đậm hơn màu mẫu N_6 (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

pH

pH của dung dịch S không được lớn hơn 10,5 (Phụ lục 6.2).

Góc quay cực riêng

Từ +29,0° đến +32,0°, tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 6.4).

Dùng dung dịch S để đo.

3-Aminopropanol

Không được quá 0,5 %.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Amoniac đậm đặc - methanol - butanol (20 : 25 : 55).

Dung dịch thử (1): Hòa tan 0,25 g chế phẩm trong ethanol (TT) và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 1 ml dung dịch thử (1) thành 10 ml bằng ethanol (TT).

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 50 mg dexpanthenol chuẩn trong ethanol (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 25 mg 3-aminopropanol (TT) trong ethanol (TT) và pha loãng thành 100 ml với 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. Để khô bản mỏng ngoài không khí, phun dung dịch acid trichloroacetic 10 % trong methanol (TT). Sấy bản mỏng ở 150 °C trong 10 min. Sau đó phun tiếp dung dịch ninhydrin 0,1 % trong methanol và sấy ở 120 °C đến khi xuất hiện màu. Bất kỳ vết nào tương ứng với 3-aminopropanol trong sắc ký đồ của dung dịch thử (1) không được đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2).

Kim loại nặng

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

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

Nước

Không được quá 1,0 % (Phụ lục 10.3).

Dùng 1,000 g chế phẩm.

Tro sulfat

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

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng

Thêm 50,0 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ) vào 0,400 g chế phẩm. Đun sôi dưới ống sinh hàn ngược trong 5 h (tránh ẩm). Để nguội, dùng 50 ml dioxan (TT) để rửa ống sinh hàn (tránh ẩm). Thêm 0,2 ml dung dịch naphtholbenzein (TT) và chuẩn độ bằng dung dịch kali hydrophthalat 0,1 M (CĐ) cho đến khi màu chuyển từ xanh sang vàng. Song song làm mẫu trắng.

1 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ) tương đương với 20,53 mg $C_9H_{19}NO_4$.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Thuốc tương tự vitamin B₅.

VIÊN NÉN DEXPANTHENOL

Là viên nén chứa dexpanthenol.

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

Hàm lượng dexpanthenol, $C_9H_{19}NO_4$, từ 95,0 % đến 105,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

A. Lấy một lượng bột viên tương ứng với khoảng 5 mg dexpanthenol, thêm 1 ml ethanol (TT). Lọc và nhỏ từng giọt khoảng 0,5 ml dịch lọc vừa nhỏ vừa thổi một luồng khí nóng để bốc hơi ethanol tạo một màng mỏng trên đĩa kali bromid tinh khiết IR (TT). Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của màng mỏng thu được phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại đối chiếu của dexpanthenol.

B. Hòa tan một lượng bột viên tương ứng với khoảng 2,5 g dexpanthenol trong 50 ml nước không có carbon dioxyc (TT). Lọc, thêm 1 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT) và 0,1 ml dung dịch đồng sulfat 12,5 % vào 1 ml dịch lọc, xuất hiện màu xanh da trời.

C. Trong phần Định lượng, sắc ký đồ của dung dịch thử phải cho pic chính có thời gian lưu tương ứng với thời gian lưu của pic dexpanthenol trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Dung dịch A - methanol (60 : 40).

Dung dịch A: Thêm 1 ml acid phosphoric (TT) vào 1000 ml nước, trộn đều.

Dung dịch chuẩn: Pha dung dịch dexpanthenol chuẩn có nồng độ 0,2 mg/ml trong pha động.

Dung dịch thử: Cân 20 viên, xác định khối lượng trung bình viên và nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương ứng với khoảng 0,1 g dexpanthenol chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm khoảng 60 ml pha động, lắc kỹ cho tan, thêm pha động vừa đủ đến vạch, trộn đều. Lọc, bỏ 20 ml dịch lọc đầu. Lấy chính xác 10,0 ml dịch lọc pha loãng với pha động thành 50,0 ml.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 μm hoặc 10 μm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 215 nm.

Tốc độ dòng: 1,0 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 μl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Tiến hành sắc ký với dung dịch chuẩn, độ lệch chuẩn tương đối của các diện tích pic thu được từ 6 lần tiêm lặp lại không lớn hơn 2 %.

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

Tính hàm lượng của dexpanthenol, $C_9H_{19}NO_4$, trong viên dựa vào các diện tích pic thu được từ sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử, và hàm lượng $C_9H_{19}NO_4$ trong dexpanthenol chuẩn.

Bảo quản

Trong bao bì kín.

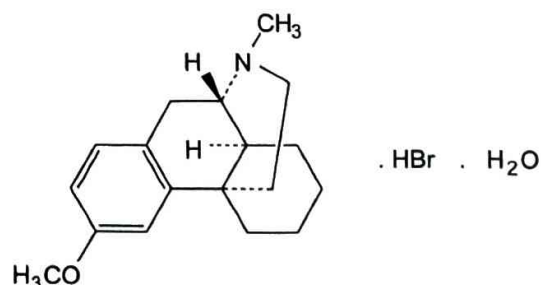
Loại thuốc

Thuốc tương tự vitamin B₅.

Hàm lượng thường dùng

100 mg.

DEXTROMETHORPHAN HYDROBROMID



$C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$

P.t.l: 370,3

Dextromethorphan hydrobromid là *ent*-3-methoxy-17-methylmorphinan hydrobromid monohydrat, phải chứa từ 99,0 % đến 101,0 % $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$, tính theo chế phẩm khan.