

GLUCOSAMIN HYDROCLORID

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Tiến hành sắc ký với dung dịch phân giải và dung dịch chuẩn, thời gian lưu tương đối của tạp chất A là 0,26 và của metformin là 1,0. Độ phân giải giữa pic tạp chất A và metformin không nhỏ hơn 3,0. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic metformin từ 6 lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn phải nhỏ hơn 2,0 %.

Tiến hành sắc ký với dung dịch thử với thời gian gấp 4 lần thời gian lưu của metformin.

Tính hàm lượng metformin hydroclorid, $C_4H_{11}N_5.HCl$ có trong viên dựa vào diện tích pic metformin thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_4H_{11}N_5.HCl$ trong metformin hydroclorid chuẩn.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín. Để nơi khô mát, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Chống đái tháo đường.

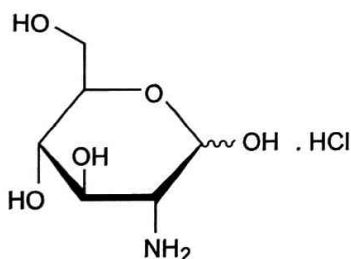
Hàm lượng thường dùng

Glipizid 2,5 mg; metformin hydroclorid 250 mg.

Glipizid 2,5 mg; metformin hydroclorid 500 mg.

Glipizid 5 mg; metformin hydroclorid 500 mg.

GLUCOSAMIN HYDROCLORID



$C_6H_{13}NO_5.HCl$

P.t.l: 215,6

Glucosamin hydroclorid là 2-amino-2-deoxy- β -D-glucopyranose hydroclorid, phải chứa từ 98,0 % đến 102,0 % $C_6H_{13}NO_5.HCl$, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh trắng, rất tan trong nước.

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 glucosamin hydroclorid chuẩn.

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

C. Trong phần Định lượng, thời gian lưu của pic chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải tương ứng với thời gian lưu của pic glucosamin trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch chuẩn.

Góc quay cực riêng

Từ $+70,0^\circ$ đến $+73,0^\circ$ tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 6.4).

Chuẩn bị dung dịch chế phẩm trong nước có nồng độ 25 mg/ml, đo góc quay cực của dung dịch sau khi pha 3 h và ở nhiệt độ $25^\circ C$.

pH

Từ 3,0 đến 5,0 (Phụ lục 6.2).

Dùng dung dịch chế phẩm trong nước không có carbon dioxide (TT) có nồng độ 20,0 mg/ml để đo.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 1,0 % (Phụ lục 9.6).

(0,500 g; $105^\circ C$; 2 h).

Tro sulfat

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

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Sulfat

Không được quá 0,24 % (Phụ lục 9.4.14).

Hòa tan 0,420 g chế phẩm trong nước vừa đủ 100,0 ml.

Arsen

Không được quá 3 phần triệu (Phụ lục 9.4.2).

Cân 0,330 g chế phẩm, thêm 5 ml acid sulfuric đậm đặc (TT) và đun sôi cho đến khi thành than. Cho theo thành bình từng giọt dung dịch hydrogen peroxyd 30 % (TT) cho đến khi dung dịch trong bình trở nên không màu. Để nguội, thêm 10 ml nước và đun sôi mạnh để đuổi hết khí hydrogen peroxyd. Để nguội, thêm nước đến 25 ml và tiến hành theo phương pháp A. Song song tiến hành mẫu đối chiếu trong cùng điều kiện, dùng 1 ml dung dịch arsen mẫu 1 phần triệu As (TT).

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Dung dịch đệm: Hòa tan 3,5 dikali hydrophosphat (TT) trong nước. Thêm 0,25 ml amoniac (TT), pha loãng thành 1000,0 ml bằng nước, trộn đều. Điều chỉnh đến pH 7,5 bằng acid phosphoric (TT).

Pha động: Acetonitril - dung dịch đệm (75 : 25).

Hỗn hợp dung môi: Acetonitril - nước (50 : 50).

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 380 mg chế phẩm hòa tan trong hỗn hợp dung môi và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch chuẩn: Dung dịch glucosamin hydroclorid chuẩn nồng độ 3,8 mg/ml trong hỗn hợp dung môi.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (15 cm $\times$ 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh aminopropylsilyl silica gel dùng cho sắc ký (5 μm).

Nhiệt độ cột: $35^\circ C$.

Detector quang phổ tử ngoại đặt tại bước sóng 195 nm.

Tốc độ dòng: 1,5 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 chuẩn, thời gian lưu của glucosamin khoảng 10 min. Ngoài ra trên sắc ký đồ còn có một pic lớn gần với thể tích rỗng do sự có mặt của ion clorid.

Hệ số đối xứng của pic glucosamin không được lớn hơn 2,0; độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic glucosamin từ 6 lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn không được lớn hơn 2,0 %. Số đĩa lý thuyết của cột tính theo pic glucosamin không được nhỏ hơn 1500.

Tiến hành sắc ký với dung dịch thử và dung dịch chuẩn, ghi lại sắc ký đồ.

Tính hàm lượng của $C_6H_{13}NO_5.HCl$ dựa vào diện tích pic đáp ứng của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_6H_{13}NO_5.HCl$ trong glucosamin hydroclorid chuẩn.

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Chống thoái hóa khớp.

Chế phẩm

Viên nén, nang.

GLUCOSAMIN SULFAT KALI CLORID

$(C_6H_{14}NO_5)_2SO_4.2KCl$

P.t.l: 605,5

Glucosamin sulfat kali clorid là phức chất bis(2-amino-2-deoxy- β -D-glucopyranose) sulfat kali clorid, phải chứa từ 98,0 % đến 102,0 % $(C_6H_{14}NO_5)_2SO_4.2KCl$, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh màu trắng. Rất tan trong nước.

Định tính

A. Cân khoảng 50 mg chế phẩm vào một ống ly tâm, thêm 2 ml nước và lắc kỹ để hòa tan. Thêm khoảng 0,5 ml dung dịch bari clorid 12 %, lắc đều và ly tâm. Bốc hơi lớp nước trong ở phía trên tới khô. Sấy cạn ở 105 °C trong 2 h. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của cặn thu được phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của glucosamin hydroclorid chuẩn được chuẩn bị tương tự như chế phẩm nhưng không thêm dung dịch bari clorid 12 %.

B. Trong phần Định lượng, thời gian lưu của pic chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải tương ứng với thời gian lưu của pic glucosamin trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch chuẩn.

C. Chế phẩm phải cho phản ứng định tính của ion clorid, kali và sulfat (Phụ lục 8.1).

pH

Từ 3,0 đến 5,0 (Phụ lục 6.2).

Dùng dung dịch chế phẩm có nồng độ 20 mg/ml trong nước không có carbon dioxyd (TT) để đo.

Góc quay cực riêng

Từ +47,0° đến +53,0°, tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 6.4).

Dung dịch thử: Dung dịch chế phẩm có nồng độ 35 mg/ml, đo góc quay cực của dung dịch sau khi pha 3 h và ở nhiệt độ 25 °C.

Sulfat

Từ 15,5 % đến 16,5 %.

Cân chính xác khoảng 1 g chế phẩm vào cốc có dung tích 250 ml, thêm 100 ml nước và khuấy cho tan hoàn toàn. Thêm 4 ml dung dịch acid hydrocloric 6 N (TT). Đun đến sôi và vừa thêm vừa khuấy liên tục một lượng thích hợp dung dịch bari clorid 12 % sôi để tạo tủa hoàn toàn với sulfat. Thêm tiếp 2 ml dung dịch bari clorid 12 % và để trên cách thủy 1 h. Lọc hỗn hợp qua giấy lọc không tro và rửa tủa bằng nước nóng đến khi 5 ml nước rửa không cho tủa với 1 ml dung dịch bạc nitrat 0,1 N (TT). Chuyển giấy lọc chứa tủa vào chén nung đã cân bì. Than hóa giấy lọc, không được tạo ngọn lửa, nung đến khối lượng không đổi. Tính lượng sulfat bằng cách nhân khối lượng tủa thu được với 0,4116.

Arsen

Không được quá 3 phần triệu (Phụ lục 9.4.2).

Cân 0,330 g chế phẩm, thêm 5 ml acid sulfuric đậm đặc (TT) và đun sôi cho đến khi thành than. Cho theo thành bình từng giọt dung dịch hydrogen peroxyd 30 % (TT) cho đến khi dung dịch trong bình trở nên không màu. Để nguội, thêm 10 ml nước và đun sôi mạnh để đuổi hết khí hydrogen peroxyd. Để nguội, thêm nước đến 25 ml và tiến hành theo phương pháp A. Song song tiến hành mẫu đối chiếu trong cùng điều kiện, dùng 1 ml dung dịch arsen mẫu 1 phần triệu As (TT).

Natri

Dùng dây platin lấy dung dịch chế phẩm 10 % trong nước và đưa vào ngọn lửa không màu. Ngọn lửa không được nhuộm thành màu vàng.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 1,0 % (Phụ lục 9.6).

(0,500 g; 105 °C; 2 h).

Tro sulfat

Từ 26,5 % đến 31,0 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Dung dịch đệm: Hòa tan 3,5 g dikali hydrophosphat (TT) trong nước, thêm 0,25 ml amoniac (TT) và pha loãng với nước vừa đủ 1000 ml. Chính đến pH 7,5 bằng acid phosphoric (TT).

Pha động: Acetonitril - dung dịch đệm (75 : 25).

Hỗn hợp dung môi: Acetonitril - nước (50 : 50).

Dung dịch chuẩn: Dung dịch glucosamin hydroclorid chuẩn nồng độ 3,8 mg/ml trong hỗn hợp dung môi.