

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 263 mg chế phẩm vào bình định mức 50 ml, thêm 30 ml hỗn hợp dung môi, lắc cơ học cho tan hoàn toàn và thêm hỗn hợp dung môi đến vạch.

Điều kiện sắc ký:

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

Nhiệt độ cột: 35 °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 những pic phụ xuất hiện gần thể tích rỗng tương ứng với các ion clorid và sulfat có trong dung dịch. Hệ số đối xứng tính trên pic glucosamin không được lớn hơn 2,0; số đĩa lý thuyết không được nhỏ hơn 1500; độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic glucosamin từ các lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn không được lớn hơn 2,0 %.

Tiến hành sắc ký với dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Tính hàm lượng glucosamin tương ứng với glucosamin hydroclorid trong chế phẩm dựa trên diện tích pic thu được của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng của $C_6H_{13}NO_5.HCl$ trong glucosamin hydroclorid chuẩn.

Tính hàm lượng glucosamin sulfat kali clorid, $(C_6H_{14}NO_5)_2SO_4.2KCl$, trong chế phẩm bằng cách nhân hàm lượng glucosamin hydroclorid với hệ số 605,52/431,26, trong đó 605,52 là phân tử lượng của glucosamin sulfat kali clorid và 431,26 là 2 lần phân tử lượng của glucosamin hydroclorid.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Chống thoái hóa khớp.

Chế phẩm

Viên nén, nang.

GLUCOSAMIN SULFAT NATRI CLORID

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

P.t.l: 573,3

Glucosamin sulfat natri clorid là phức chất bis(2-amino-2-deoxy-β-D-glucopyranose) sulfat natri clorid, phải chứa từ 98,0 % đến 102,0 % $(C_6H_{14}NO_5)_2SO_4.2NaCl$, 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. Phở hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của cặn thu được phải phù hợp với phở 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, natri và sulfat (Phụ lục 8.1).

pH

Dung dịch chế phẩm có nồng độ 20 mg/ml trong nước không có carbon dioxyl (TT) phải có pH từ 3,0 đến 5,0 (Phụ lục 6.2).

Góc quay cực riêng

Từ +50,0° đến +55,0°, 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 16,3 % đến 17,3 %.

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 peroxyl 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 peroxyl. 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).

Kali

Acid hóa 5 ml dung dịch chế phẩm 5 % trong nước bằng dung dịch acid acetic 6 M (TT) và thêm 5 giọt dung dịch natri cobalt nitrit 20 % (TT), không được có tủa tạo thành.

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 22,5 % đến 26,0 % (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 pH đến 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.

Dung dịch thử: Cân chính xác khoảng 250 mg chế phẩm vào bình định mức 50 ml, thêm 30 ml hỗn hợp dung môi, lắc cơ học cho tan hoàn toàn và thêm hỗn hợp dung môi đến vạch.

Điều kiện sắc ký:

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

Nhiệt độ cột: 35 °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 những pic phụ xuất hiện gần thể tích rỗng tương ứng với các ion clorid và sulfat có trong dung dịch. Hệ số đối xứng tính trên pic glucosamin không được lớn hơn 2,0; số đĩa lý thuyết không được nhỏ hơn 1500; độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic glucosamin từ các lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn không được lớn hơn 2,0 %.

Tiến hành sắc ký với dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Tính hàm lượng glucosamin tương ứng với glucosamin hydroclorid trong chế phẩm dựa trên diện tích pic thu được của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng của $C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$ trong glucosamin hydroclorid chuẩn. Tính hàm lượng glucosamin sulfat natri clorid, $(C_6H_{14}NO_5)_2SO_4 \cdot 2NaCl$, trong chế phẩm bằng cách nhân hàm lượng glucosamin hydroclorid với hệ số 573,31/431,26, trong đó 573,31 là phân tử lượng của glucosamin sulfat natri clorid và 431,26 là 2 lần phân tử lượng của glucosamin hydroclorid.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Chống thoái hóa khớp.

Chế phẩm

Viên nén, nang.

VIÊN NÉN GLUCOSAMIN

Là viên nén chứa glucosamin hydroclorid hoặc glucosamin sulfat natri clorid hoặc glucosamin sulfat kali clorid hoặc hỗn hợp của các muối glucosamin trên.

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 glucosamin, $C_6H_{13}NO_5$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

A. Trong phần Định lượng, pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có cùng thời gian lưu với pic glucosamin trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn.

B. Lắc một lượng bột viên tương ứng với khoảng 60 mg glucosamin với 10ml nước, lọc. 2 ml dịch lọc phải cho phản ứng định tính (A) của clorid (Phụ lục 8.1)

C. Lắc một lượng bột viên tương ứng với khoảng 50 mg glucosamin với 10 ml nước, lọc. 5 ml dịch lọc phải cho phản ứng định tính của sulfat (Phụ lục 8.1) (Phép thử chỉ thực hiện đối với viên có chứa glucosamin sulfat natri clorid hoặc glucosamin sulfat kali clorid).

Độ hòa tan (Phụ lục 11.4)

Thiết bị: Kiểu cánh khuấy.

Môi trường hòa tan: 900 ml nước.

Tốc độ quay: 75 r/min.

Thời gian: 60 min.

Cách tiến hành: Xác định lượng glucosamin hòa tan bằng phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Dung dịch đệm phosphat: Trộn 1,0 ml acid phosphoric (TT) với 2000 ml nước, điều chỉnh pH đến 3,0 bằng dung dịch kali hydroxyd 30 % (TT).

Pha động: Dung dịch đệm phosphat - acetonitril (3 : 2).

Dung dịch chuẩn: Dung dịch glucosamin hydroclorid chuẩn trong nước có nồng độ tương đương với nồng độ của dung dịch thử.

Dung dịch thử: Lấy một phần dung dịch môi trường đã hòa tan chế phẩm, lọc (bỏ dịch lọc đầu).

Điều kiện sắc ký:

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

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

Tốc độ dòng: 0,6 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.