

Ghi chú:

Tạp chất E: Acid 2,3-diclorobenzoic.

Tạp chất A: 3-amino-6-(2,3-diclorophenyl)-1,2,4-triazin-5(4H)-on.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Dung dịch đệm: Dung dịch 0,8 g/l amoni acetat (TT) trong nước, điều chỉnh đến pH 4,5 bằng acid acetic băng (TT).

Pha động: Methanol - dung dịch đệm (60 : 40).

Dung dịch thử: Cân 20 viên và nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương ứng với khoảng 100 mg lamotrigin cho vào bình định mức 100 ml, thêm 70 ml pha động, siêu âm trong 20 min và thêm pha động đến vạch. Ly tâm dung dịch thu được. Pha loãng dịch trong thu được sau ly tâm bằng pha động để thu được dung dịch chứa 0,05 mg/ml lamotrigin.

Dung dịch chuẩn: Dung dịch chứa 0,05 mg/ml lamotrigin chuẩn trong pha động.

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 210 nm.

Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, hệ số đối xứng của pic lamotrigin không lớn hơn 2,0 và độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic lamotrigin thu được từ 6 lần tiêm lặp lại không lớn hơn 2,0 %.

Giá trị hàm lượng phần trăm của lamotrigin, C₉H₇Cl₂N₅, trong chế phẩm dựa vào diện tích pic lamotrigin thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng của C₉H₇Cl₂N₅ trong lamotrigin chuẩn.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, ở nhiệt độ phòng có điều nhiệt.

Loại thuốc

Thuốc chống động kinh.

Hàm lượng thường dùng

25 mg; 50 mg; 100 mg; 150 mg; 200 mg.

LANOLIN KHAN

Lanolin khan là chất giống như sáp, khan, tinh khiết, thu được từ lông của loài cừu (*Ovis aries*), có thể chứa chất chống oxy hóa thích hợp.

Tính chất

Khối mềm, mịn, đặc quánh, màu vàng, có mùi đặc trưng. Khi chảy lỏng cho chất lỏng màu vàng, trong hoặc gần như trong. Trộn với ether dầu hỏa tạo dung dịch đục.

Thực tế không tan trong nước, khó tan trong ethanol sôi.

Định tính

A. Hòa tan 0,5 g chế phẩm trong 5 ml methylen clorid (TT), thêm 1 ml anhydrid acetic (TT) và 0,1 ml acid sulfuric (TT), màu xanh lục sẽ xuất hiện.

B. Hòa tan 50 mg chế phẩm trong 5 ml methylen clorid (TT), thêm 5 ml acid sulfuric (TT) và lắc. Màu đỏ xuất hiện và có huỳnh quang màu xanh lục đậm ở lớp dưới khi quan sát dưới ánh sáng thường với nguồn sáng rọi từ phía sau người quan sát.

Acid hoặc kiềm tan trong nước

Đun chảy 5,0 g chế phẩm trên cách thủy và lắc mạnh trong 2 min với 75 ml nước đã được đun nóng trước đến 90 °C - 95 °C. Để nguội và lọc qua giấy lọc đã được rửa trước bằng nước. Thêm 0,25 ml dung dịch xanh bromothymol (TT) vào 60 ml dịch lọc (dịch lọc có thể không được trong). Màu của chỉ thị phải thay đổi khi cho thêm không quá 0,2 ml dung dịch acid hydrocloric 0,02 N (CĐ) hoặc 0,15 ml dung dịch natri hydroxyd 0,02 N (CĐ).

Khả năng hút nước

Chuyển 10 g chế phẩm đã được làm nóng chảy vào một cái cối và để nguội đến nhiệt độ phòng, cân cối. Thêm từng lượng nước một, mỗi lần từ 0,2 ml đến 0,5 ml nước bằng buret, khuấy mạnh sau mỗi lần thêm để dung nạp hết lượng nước thêm vào. Sử dụng một đĩa hình trụ (ví dụ, dài 120 mm và đường kính 10 mm) làm bằng polypropylen có tỉ trọng cao để khuấy thay cho chày. Điểm kết thúc đạt được khi quan sát thấy những giọt nước còn lưu lại không thể bị dung nạp tiếp. Cân lại khối lượng cối và xác định lượng nước đã được hút vào. Lượng nước tiêu thụ không được ít hơn 20 ml.

Chỉ số acid

Không được quá 1,0 (Phụ lục 7.2).

Dùng 5,0 g chế phẩm và hòa tan trong 25 ml hỗn hợp dung môi.

Chỉ số peroxyd

Không được quá 20 (Phụ lục 7.6, phương pháp A).

Trước khi thêm 0,5 ml dung dịch kali iodid bão hòa (TT), làm nguội dung dịch thu được đến nhiệt độ phòng.

Chỉ số xà phòng hóa

Từ 90 đến 105 (Phụ lục 7.7).

Dùng 2,00 g chế phẩm đun nóng dưới sinh hàn trong 4 h.

Chất dễ oxy hóa tan trong nước

Thêm 1 ml dung dịch acid sulfuric 10 % (TT) và 0,1 ml dung dịch kali permanganat 0,02 M (CĐ) vào 10 ml dịch lọc thu được ở mục Acid hoặc kiềm tan trong nước. Sau 10 min, dung dịch không được mất màu hoàn toàn.

Parafin

Không được quá 1,0 %.

Chú ý: Các vòi, khóa và dụng cụ dùng trong phép thử không được có dầu mỡ. Chuẩn bị một cột nhôm oxyd khan có chiều dài 230 mm và đường kính 20 mm bằng cách nhồi ướt hỗn hợp nhôm oxyd khan (TT) và ether dầu hỏa (40 °C

đến 60 °C) vào ống thủy tinh có van khóa và chứa *ether dầu hòa* (40 °C đến 60 °C) (trước khi dùng, nhôm oxyd khan được loại nước bằng cách nung ở 600 °C trong 3 h). Để lắng và làm giảm chiều cao của lớp dung môi ở phía trên cột còn khoảng 40 mm. Hòa tan 3,0 g chế phẩm trong 50 ml *ether dầu hòa* (40 °C đến 60 °C) ấm, để nguội, cho dung dịch thu được chảy qua cột ở tốc độ 3 ml/min và rửa cột với 250 ml *ether dầu hòa* (40 °C đến 60 °C). Cát thu hồi dung môi dịch rửa giải và nước rửa đến khi thu được một khối rắn nhỏ, bốc hơi trên cách thủy đến khô và sấy cần ở 105 °C trong những khoảng thời gian 10 min cho tới khi khối lượng thu được giữa hai lần cân không khác nhau quá 1 mg. Khối lượng cần không được quá 30 mg.

Dư lượng thuốc diệt côn trùng

Không được quá 0,05 phần triệu cho mỗi thuốc diệt côn trùng nhóm clor hữu cơ.

Không được quá 0,5 phần triệu cho mỗi thuốc diệt côn trùng khác.

Tổng các thuốc diệt côn trùng không được quá 1 phần triệu. Tất cả dụng cụ thủy tinh sử dụng được rửa kỹ bằng chất tẩy rửa không có phosphat như sau: Thủy tinh được nhúng ngập trong bể dung dịch thuốc tẩy (nồng độ 5 % trong nước khử ion) trong 24 h. Các chất tẩy rửa được rửa sạch nhiều lần bằng aceton và hexan dùng để phân tích thuốc diệt côn trùng. Điều quan trọng là phải giữ dụng cụ thủy tinh dùng riêng cho các phép phân tích thuốc diệt côn trùng, không được lẫn với dụng cụ thủy tinh sử dụng cho các thử nghiệm khác. Dụng cụ thủy tinh được sử dụng phải sạch không có dung môi chứa clor, chất dẻo và cao su, đặc biệt là nhựa phthalat, hợp chất oxy hóa và các dung môi được nitrogen hóa như acetonitril. Sử dụng hexan, toluen và aceton dùng để phân tích thuốc diệt côn trùng. Sử dụng ethyl acetat, cyclohexan và nước đạt độ tinh khiết dùng cho sắc ký lỏng.

Thử nghiệm bao gồm sự phân lập dư lượng thuốc diệt côn trùng bằng Phương pháp sắc ký rây phân tử (Phụ lục 5.5) tiếp theo là chiết pha rắn và xác định bằng Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2) kết hợp với một detector cộng kết điện tử hoặc detector nhiệt điện tử (detector nitrogen-phosphor).

Phân lập thuốc diệt côn trùng

Phương pháp sắc ký rây phân tử (Phụ lục 5.5).

Sử dụng detector quang phổ tử ngoại - khả kiến đặt ở bước sóng 254 nm để hiệu chỉnh cột sắc ký thẩm qua gel.

Hiệu chuẩn rất quan trọng trong sắc ký thẩm qua gel (GPC) để kiểm tra áp suất, tốc độ dòng chảy dung môi, tỷ lệ dung môi, nhiệt độ và cột được duy trì ở điều kiện không đổi. Các cột gel thẩm thấu phải được hiệu chuẩn định kỳ, thường sử dụng một hỗn hợp chuẩn được chuẩn bị như sau: Lấy 50,00 g *dầu ngô* (TT), 0,20 g *methoxycor* (TT) và 50,0 mg *perylene* (TT) cho vào bình định mức 1000 ml và thêm một hỗn hợp đồng thể tích của *cyclohexan* (TT) và *ethyl acetat* (TT) đến vạch, trộn đều.

Để hiệu chỉnh cột tiến hành sắc ký như sau:

Pha động: *Cyclohexan - ethyl acetat* (50 : 50).

Tốc độ dòng: 5 ml/min.

Tiêm 5 ml hỗn hợp chuẩn và ghi lại sắc ký đồ. Thời gian lưu của các chất phân tích thay đổi không được quá $\pm 5\%$ giữa các lần hiệu chuẩn. Nếu thời gian lưu thay đổi lớn hơn $\pm 5\%$ thì cần phải khắc phục. Thời gian lưu thay đổi nhiều có thể do:

- Kiểm soát nhiệt độ trong phòng thí nghiệm chưa đạt yêu cầu.

- Bơm có chứa không khí, điều này có thể kiểm tra bằng cách đo tốc độ dòng: Thu 25 ml dịch rửa giải vào bình định mức và ghi lại thời gian (300 ± 5 s).

- Hệ thống bị rò rỉ.

Những thay đổi về áp suất, tốc độ dòng của pha động, nhiệt độ cột, hoặc cột bản có thể ảnh hưởng đến thời gian lưu và phải được theo dõi. Nếu tốc độ dòng và áp lực cột không như mong đợi thì phải thay tiền cột hoặc cột.

Dung dịch thử: Hòa tan 1 g chế phẩm trong hỗn hợp *ethyl acetat - cyclohexan* (1 : 7) trong bình định mức 20 ml. Thêm 1 ml chuẩn nội [dung dịch 2 phần triệu của *isodrin* (TT) hoặc *ditalimphos* (TT)] và pha loãng thành 20 ml.

Các dung dịch chuẩn nội được sử dụng để đánh giá sự thu hồi của thuốc diệt côn trùng từ các giai đoạn tinh chế GPC, bốc hơi và giai đoạn chiết pha rắn ở mức chấp nhận được. Mức độ thu hồi của các chuẩn nội từ lanolin được xác định bằng cách so sánh diện tích các pic của chất chiết xuất từ lanolin với diện tích pic của chuẩn nội.

Pha động: *Ethyl acetat - cyclohexan* (10 : 70).

Tiền cột: Dài 7,5 cm, đường kính 21,2 mm được nhồi pha tinh *styren-divinylbenzen copolymer* (5 μ m).

Cột gel thẩm thấu: Dài 30 cm, đường kính 21,2 mm được nhồi pha tinh *styren-divinylbenzen copolymer* (5 μ m).

Tốc độ dòng: 5 ml/min.

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 254 nm.

Tiêm 5 ml dung dịch thử. Bỏ 95 ml (19 min) dịch rửa giải đầu tiên có chứa chất thử. Lấy 155 ml tiếp theo (31 min) có chứa dư lượng thuốc diệt côn trùng.

Cho 155 ml dịch rửa giải thu được từ cột sắc ký gel thẩm vào bình bay hơi. Để bình này trong thiết bị bay hơi tự động, đặt nhiệt độ ở 45 °C và áp suất khí nitơ ở 55 kPa, bốc hơi đến khi còn 0,5 ml.

Để điều chế các cột chiết pha rắn, lấy *magnesi silicat dùng cho phân tích thuốc diệt côn trùng* (TT) nung ở 700 °C trong 4 h để loại ẩm và polychlorinated biphenyls. Sau đó để nguội trong 2 h và chuyển thẳng vào một lò có nhiệt độ từ 100 °C đến 105 °C, để yên trong 30 min. Sau đó chuyển *magnesi silicat* vào cốc thủy tinh có nắp đậy và để cân bằng trong 48 h. Nguyên liệu này có thể sử dụng trong 2 tuần. Sau khoảng thời gian đó *magnesi silicat* có thể được hoạt hóa lại bằng cách nung 600 °C trong 2 h. Sau đó để nguội và bảo quản trong lọ thủy tinh kín. Khử hoạt tính *magnesi silicat* bằng cách thêm 1 % nước. Sau khi thêm nước, lắc liên tục hơn 15 min trước khi sử dụng. *Magnesi silicat* đã khử hoạt tính chỉ sử dụng trong 1 tuần. Chỉ sử dụng *magnesi silicat* đã khử hoạt tính cho phép thử này.

Cân 1 g *magnesi silicat* đã khử hoạt tính cho vào cột chiết pha rắn rồi dung tích 6 ml.

Phần dịch chiết thu được ở giai đoạn GPC vẫn chứa khoảng 10 % chế phẩm, vì vậy cần tiếp tục làm sạch. Có phương pháp phân lập riêng được thực hiện đối với thuốc diệt côn trùng là dẫn chất của clor hữu cơ và pyrethroid tổng hợp hoặc thuốc diệt côn trùng phospho hữu cơ. Đặt một cột chiết pha rắn chưa được cân bằng chứa 1 g *magnesi silicat đã khử hoạt tính dùng để phân tích dư lượng thuốc diệt côn trùng* vào chân không.

Cân bằng cột bằng cách: Thêm 10 ml *toluen (TT)* vào cột chiết và cho dung môi rửa giải qua cột. Cho 0,5 ml dung môi từ bình bay hơi vào cột. Rửa giải từng phần thuốc diệt côn trùng từ các cột, sử dụng 20 ml của một trong hai hệ dung môi sau:

a) Xác định các thuốc diệt côn trùng clor hữu cơ và pyrethroid tổng hợp: *Toluen (TT)*; một lượng rất nhỏ của các chất được kiểm tra đồng rửa giải.

b) Xác định các loại thuốc diệt côn trùng phospho hữu cơ: *Aceton - toluen (2 : 98)*; hệ dung môi này được sử dụng để rửa giải tất cả các loại thuốc diệt côn trùng bao gồm cả thuốc diệt côn trùng phospho hữu cơ phân cực; tuy nhiên với hệ dung môi này, một phần chế phẩm cùng rửa giải và có thể tương tác với detector cộng kết điện tử.

Gộp các dịch rửa giải vào lọ thủy tinh 25 ml và chuyển vào bình bay hơi, rửa lọ thủy tinh 3 lần, mỗi lần với 10 ml *hexan (TT)*.

Đặt bình bay hơi chứa dịch rửa giải vào thiết bị bay hơi tự động đến khi còn 0,5 ml trong bể cách thủy ở 45 °C và áp suất nitrogen là 55 kPa.

Kiểm tra dư lượng thuốc diệt côn trùng

Phương pháp sắc ký khí (Phụ lục 5.2) sử dụng detector cộng kết điện tử và detector nhiệt điện tử như được mô tả dưới đây:

Sự thu hồi: Tính toán hệ số hiệu chỉnh thu hồi (R_{cf}) của chuẩn nội [*ditalimphos (TT)* hoặc *isodrin (TT)*] thêm vào dung dịch thử theo công thức sau:

$$\frac{A_2}{A_1} \times 100$$

Trong đó:

A_1 là diện tích pic của chuẩn nội từ dung dịch có nồng độ 1 phần triệu.

A_2 là diện tích pic của chuẩn nội chiết được từ dung dịch thử.

Lấy 5 ml trong 20 ml dung dịch thử có chứa 1 ml chuẩn nội 2 phần triệu cô đặc đến 0,5 ml sẽ được dung dịch có nồng độ khoảng 1 phần triệu chuẩn nội.

Phép thử chỉ có giá trị khi giá trị thu hồi trong khoảng từ 70 % đến 110 %.

Dung dịch đối chiếu: Chuẩn bị dung dịch đối chiếu chứa chất chuẩn thuốc diệt côn trùng ở nồng độ 0,5 phần triệu (xem thành phần của dung dịch đối chiếu A đến D trong Bảng 1). Các dung dịch chuẩn trên thị trường có nồng độ 10 phần triệu.

Chuẩn bị đồng thời dung dịch chứa thuốc diệt côn trùng có nồng độ tương đương với giới hạn phát hiện của phương pháp (xem khuyến cáo trong Bảng 1). Những dung dịch đối chiếu đã được sử dụng để tối ưu hóa detector cộng kết điện tử và detector nhiệt điện tử để đạt được các giới hạn phát hiện của phương pháp (dung dịch đối chiếu E và F).

Bảng 1. Thành phần của các dung dịch đối chiếu

Dung dịch đối chiếu A <i>(0,5 phần triệu hay 0,5 mg/l)</i> Thuốc diệt côn trùng có nhóm clor hữu cơ hay thuốc diệt côn trùng pyrethroid tổng hợp Cyhalothrin Cypermethrin <i>o,p'</i> -DDE <i>p,p'</i> -DDE <i>p,p'</i> -DDT Deltamethrin Endrin Heptaclor Heptaclor epoxid Hexachlorobenzen Lindan Tecnazen	Dung dịch đối chiếu B <i>(0,5 phần triệu hay 0,5 mg/l)</i> Thuốc diệt côn trùng có nhóm clor hữu cơ hay thuốc diệt côn trùng pyrethroid tổng hợp Aldrin <i>o,p'</i> -DDT <i>p,p'</i> -DDD <i>p,p'</i> -DDD Dieldrin α-Endosulfan β-Endosulfan Fenvalerat α-Hexachlorocyclohexan β-Hexachlorocyclohexan δ-Hexachlorocyclohexan Methoxyclo Permethrin
Dung dịch đối chiếu C <i>(0,5 phần triệu hay 0,5 mg/l)</i> Thuốc diệt côn trùng có nhóm phospho hữu cơ Bromophos-ethyl Carbophenothion Clorfenvinphos Diazinon Diclofenthion Ethion Fenclophos Malathion Propetamphos	Dung dịch đối chiếu D <i>(0,5 phần triệu hay 0,5 mg/l)</i> Thuốc diệt côn trùng có nhóm phospho hữu cơ Bromophos Clorpyrifos Clorpyrifos-methyl Coumaphos Phosalon Pirimiphos-ethyl Tetraclorvinphos
Dung dịch đối chiếu E Hỗn hợp lập đường chuẩn dùng detector cộng kết điện tử Aldrin (0,01 mg/l) Cypermethrin (0,1 mg/l) <i>o,p'</i> -DDD (0,01 mg/l) Deltamethrin (0,1 mg/l) Endrin (0,01 mg/l) β-Hexachlorocyclohexan (0,01 mg/l)	Dung dịch đối chiếu F Hỗn hợp lập đường chuẩn dùng detector nhiệt điện tử Clorfenvinphos (0,05 mg/l) Diazinon (0,05 mg/l) Ethion (0,05 mg/l) Fenclophos (0,05 mg/l) Propetamphos (0,05 mg/l)
Dung dịch đối chiếu G Chuẩn nội thuốc diệt côn trùng phospho hữu cơ Ditalimphos (2 phần triệu hoặc 2,0 mg/l) Ditalimphos (1 phần triệu hoặc 1,0 mg/l)	Dung dịch đối chiếu H Chuẩn nội thuốc diệt côn trùng clor hữu cơ Isodrin (2 phần triệu hoặc 2,0 mg/l) Isodrin (1 phần triệu hoặc 1,0 mg/l)

Định tính và định lượng dư lượng thuốc diệt côn trùng

So sánh sắc ký đồ của chế phẩm với sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu A đến D để định tính thuốc diệt côn trùng. Để định tính các thuốc diệt côn trùng có thể dùng các mẫu chuẩn được chuẩn bị trước hoặc sử dụng các sắc ký đồ chuẩn trong phần mềm tích hợp trên máy tính. Việc đưa ra kết quả phân tích dư lượng thuốc diệt côn trùng dạng vết là vô cùng phức tạp.

Các detector, đặc biệt là detector cộng kết điện tử, dễ bị ảnh hưởng bởi các chất cần kiểm tra, bởi dung môi, hóa chất và các loại thiết bị dùng trong chiết xuất. Các pic đáp ứng có thể dễ bị nhầm hoặc dương tính giả. Thuốc diệt côn trùng có thể được xác định bằng cách chạy mẫu thử và mẫu chuẩn trên các cột mao quản khác nhau (xem hệ thống sắc ký A hoặc B được mô tả dưới đây). Xác định các pic dựa vào thông tin trong Bảng 2.

Biết rõ sự đáp ứng khác nhau của những thuốc diệt côn trùng trên cả hai detector rất hữu ích trong việc xác định các pic chưa biết.

Sau khi định tính, tính hàm lượng của mỗi thuốc diệt côn trùng theo công thức sau:

$$C_p = \frac{P_p \times D \times C_e}{P_e} \times \frac{100}{R_{cf}}$$

Trong đó:

C_p là nồng độ thuốc diệt côn trùng đã định tính được (phần triệu).

P_p là diện tích pic của từng thuốc diệt côn trùng trên sắc ký đồ của dung dịch thử.

C_e là nồng độ của từng thuốc diệt côn trùng trong dung dịch chuẩn ngoại (phần triệu).

P_e là diện tích pic của từng thuốc diệt côn trùng trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn ngoại.

D là hệ số pha loãng.

R_{cf} là hệ số thu hồi.

Hệ số pha loãng (D) có thể tính như sau:

$$m \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{V_3}{V_3}$$

Trong đó:

V_1 là thể tích dung dịch thử sau khi bay hơi lần thứ 2.

m là khối lượng chế phẩm.

V_2 là thể tích tiêm GPC.

V_3 là thể tích bình định mức dùng để pha mẫu thử.

Bảng 2. Thứ tự rửa giải của các thuốc diệt côn trùng trong hệ thống sắc ký A và B

Hệ thống sắc ký A	Hệ thống sắc ký B
Tecnazen	Tecnazen
α -Hexachlorocyclohexan	Hexachlorobenzen
Hexachlorobenzen	α -Hexachlorocyclohexan
β -Hexachlorocyclohexan	Diazinon
Lindan	Lindan
Propetamphos	Propetamphos
δ -Hexachlorocyclohexan	Heptaclor
Diazinon	Diclofenthion
Diclofenthion	Aldrin
Clopyrifos-methyl	Clopyrifos-methyl
Heptaclor	Fenclophos
Fenclophos	β -Hexachlorocyclohexan
Aldrin	δ -Hexachlorocyclohexan
Malathion	Pirimiphos-ethyl
Clorpyrifos	Clorpyrifos
Bromophos	Bromophos
Pirimiphos-ethyl	Malathion
Heptaclor epoxyd	Heptaclor epoxyd
Clorfenvinphos (E)	o,p' -DDE
Clorfenvinphos (Z)	Clorfenvinphos (E)
Bromophos-ethyl	α -Endosulfan
o,p' -DDE	Clorfenvinphos (Z)
α -Endosulfan	Bromophos-ethyl
Tetrachlorvinphos	p,p' -DDE
Dieldrin	Dieldrin
p,p' -DDE	Tetrachlorvinphos
o,p' -DDT	o,p' -DDT
Endrin	Endrin
β -Endosulfan	o,p' -DDD
o,p' -DDD	p,p' -DDD
p,p' -DDD	β -Endosulfan
Ethion	Ethion
Carbophenothion	p,p' -DDT
p,p' -DDT	Carbophenothion
Methoxycor	Methoxycor
Phosalon	Cyhalothrin
Cyhalothrin (2 đồng phân)	Cis-Permethrin
Cis-Permethrin	Phosalon
Trans-Permethrin	Trans-Permethrin
Coumaphos	Cypermethrin (4 đồng phân)
Cypermethrin (4 đồng phân)	Coumaphos
Fenvalerat (2 đồng phân)	Fenvalerat (2 đồng phân)
Deltamethrin	Deltamethrin

Hệ thống sắc ký A:

Tiền cột: Cột silica khử hoạt tính, chiều dài 4,5 m, đường kính 0,53 mm.

Cột: Silica nung chảy, chiều dài 60 m, đường kính 0,25 mm, phủ pha tĩnh *poly(dimethyl)(diphenyl) siloxan* (độ dày phim 0,25 μ m).

Khí mang: Heli dùng cho sắc ký khí.

Tốc độ: 25 cm/s.

Áp suất: 180 kPa.

Nhiệt độ:

	Thời gian (min)	Nhiệt độ (°C)
Cột	0 - 1	75
	1 - 5	75 → 175
	5 - 30	175 → 275
	30 - 40	275 → 285
	40 - 55	285
Buồng tiêm		300
Detector		350

Detector: Cộng kết điện tử hoặc nhiệt điện tử.

Thể tích tiêm: 2 µl.

Hệ thống sắc ký B:

Tiền cột: Cột silica bất hoạt, chiều dài 4,5 m, đường kính 0,53 mm.

Cột: Silica nung chảy, chiều dài 60 m, đường kính 0,25 mm, phủ pha tĩnh *poly(cyanopropyl)(7) (phenyl)(7)(methyl)(86) siloxan* (độ dày phim 0,25 µm).

Khí mang: *Heli dùng cho sắc ký khí*.

Tốc độ: 25 cm/s.

Áp suất: 180 kPa.

Nhiệt độ:

	Thời gian (min)	Nhiệt độ (°C)
Cột	0 - 1	75
	1 - 5	75 → 175
	5 - 30	175 → 275
	30 - 40	275 → 285
	40 - 55	285
Buồng tiêm		300
Detector		350

Detector: Cộng kết điện tử hoặc nhiệt điện tử.

Thể tích tiêm: 2 µl.

Clorid

Không được quá 0,015 %.

Đun sôi 1,0 g chế phẩm với 20 ml *ethanol 90 % (TT)* trong một bình cầu đáy tròn dưới sinh hàn hồi lưu trong 5 min. Để nguội, thêm 40 ml *nước* và 0,5 ml *acid nitric (TT)*, lọc. Thêm 0,15 ml *dung dịch bạc nitrat 1 % trong ethanol 90 %* vào dịch lọc. Để yên trong 5 min, tránh ánh sáng. Dung dịch này không được đục hơn dung dịch đối chiếu được chuẩn bị trong cùng một thời gian bằng cách thêm 0,15 ml *dung dịch bạc nitrat 1 % trong ethanol 90 %* vào hỗn hợp gồm 0,2 ml *dung dịch acid hydrocloric 0,02 M (CD)*, 20 ml *ethanol 90 % (TT)*, 40 ml *nước* và 0,5 ml *acid nitric (TT)*.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 105 °C; 1 h).

Tro sulfat

Không được quá 0,15 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Nung 5,0 g chế phẩm và dùng cân để xác định tro sulfat.

Bảo quản

Ở nhiệt độ không quá 25 °C.

CÁC ĐẶC TÍNH LIÊN QUAN ĐẾN CÔNG DỤNG CỦA NGUYÊN LIỆU

Các đặc tính sau đây có thể liên quan đến việc sử dụng lanolin khan làm tá dược thuốc mỡ và thuốc kem.

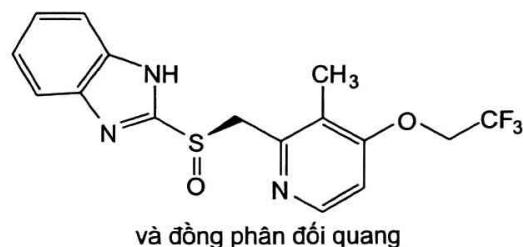
Khả năng hút nước (xem ở trên)

Điểm nhũ giọt

Từ 38 °C đến 44 °C (Phụ lục 6.7, phương pháp 4).

Làm đầy chế phẩm trong cốc kim loại bằng cách đun chảy chế phẩm trên nồi cách thủy, để nguội đến khoảng 50 °C, rót vào cốc và để yên ở 15 °C đến 20 °C trong 24 h.

LANSOPRAZOL



C₁₆H₁₄F₃N₃O₂S

P.t.l: 369,4

Lansoprazol là 2-[(*RS*)-[[3-methyl-4-(2,2,2-trifluoroethoxy)-pyridin-2-yl]-methyl]sulfinyl]-1*H*-benzimidazol, phải chứa từ 98,0 % đến 102,0 % C₁₆H₁₄F₃N₃O₂S, tính theo chế phẩm khan.

Tính chất

Bột màu trắng đến trắng ánh nâu. Dễ tan trong dimethylformamid, thực tế không tan trong nước. Nóng chảy ở 166 °C, kèm theo phân hủy.

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 lansoprazol chuẩn.

B. Phương pháp quang phổ hấp thụ tử ngoại và khả kiến (Phụ lục 4.1).

Dung dịch thử: Dung dịch chứa 10 µg/ml chế phẩm trong *methanol (TT)*.

Dung dịch đối chiếu: Dung dịch chứa 10 µg/ml lansoprazol chuẩn trong *methanol (TT)*.

Phổ hấp thụ tử ngoại và khả kiến trong khoảng bước sóng từ 200 nm đến 400 nm của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu phải có cực đại hấp thụ và cực tiểu hấp thụ ở các bước sóng giống nhau.

Tạp chất liên quan

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3). Bảo quản và tiêm các dung dịch ở nhiệt độ không quá 5 °C. Dung dịch bảo quản ở nhiệt độ 5 °C ổn định trong 24 h.