

Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Góc quay cực riêng

Từ +8,5° đến +10,0°, tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 6.4).

Dùng dung dịch S để đo.

Các chất dương tính với ninhydrin

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

Bản mỏng: Silica gel.

Dung môi khai triển: Amoniac - 2-propanol (30 : 70).

Dung dịch thử (1): Hòa tan 0,10 g chế phẩm trong nước và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 1 ml dung dịch thử (1) thành 50 ml bằng nước.

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

Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 5 ml dung dịch thử (2) thành 20 ml bằng nước.

Dung dịch đối chiếu (3): Hòa tan 10 mg lysin acetat chuẩn và 10 mg arginin chuẩn trong nước và pha loãng thành 25 ml với cùng dung môi.

Cách tiến hành:

Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Để khô bản mỏng ngoài không khí. Triển khai bản mỏng đến khi dung môi đi được 2/3 bản mỏng. Sấy bản mỏng ở nhiệt độ 100 °C đến 105 °C đến khi amoniac bay hơi hết. Phun dung dịch ninhydrin 0,2 % (TT) và sấy bản mỏng ở nhiệt độ 100 °C đến 105 °C trong 15 min. Trên sắc ký đồ của dung dịch thử (1), bất kỳ vết phụ nào ngoài vết chính không được có màu đậm hơn vết chính của dung dịch đối chiếu (2) (0,5 %). Phép thử chỉ có giá trị khi trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (3) cho hai vết tách nhau hoàn toàn.

Clorid

Không được quá 0,02 % (Phụ lục 9.4.5).

Pha loãng 2,5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước để thử.

Sulfat

Không được quá 0,03 % (Phụ lục 9.4.14).

Pha loãng 5 ml dung dịch S thành 15 ml bằng nước cất để thử.

Amoni

Không được quá 0,02 % (Phụ lục 9.4.1).

Lấy 50 mg chế phẩm tiến hành theo phương pháp B. Dùng 0,1 ml dung dịch amoni mẫu 100 phần triệu NH₄ (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Sắt

Không được quá 30 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).

Hòa tan 0,33 g chế phẩm trong 10 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TT) trong một bình gạn. Chiết 3 lần, mỗi lần với 10 ml methyl isobutyl keton (TT₁) và lắc trong 3 min. Tập trung dịch chiết hữu cơ, thêm 10 ml nước, lắc trong 3 min. Lấy lớp 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 tiến hành theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 60 °C; 3 h).

Tro sulfat

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

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng

Hòa tan 80,0 mg chế phẩm trong 3 ml acid formic khan (TT). Thêm 50 ml acid acetic khan (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ), xác định điểm kết thúc bằng phương pháp chuẩn độ điện thế (Phụ lục 10.2). Song song tiến hành một mẫu trắng.

1 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ) tương đương với 10,31 mg C₆H₁₄N₂O₂.

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

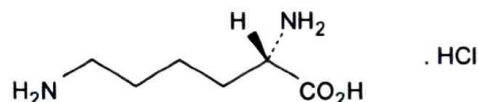
Loại thuốc

Acid amin.

Chế phẩm

Viên nén, nang, thuốc tiêm.

LYSIN HYDROCLORID



C₆H₁₄N₂O₂.HCl

P.t.l: 182,7

Lysin hydroclorid là acid (2S)-2,6-diaminohexanoic hydroclorid, phải chứa từ 98,5 % đến 101,5 % C₆H₁₄N₂O₂.HCl, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột màu trắng, không mùi. Dễ tan trong nước.

Định tính

Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của lysin hydroclorid chuẩn.

Góc quay cực riêng

Từ +20,4° đến +21,4°, tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 6.4).

Dùng dung dịch chứa 80 mg/ml chế phẩm trong dung dịch acid hydrochloric 6 M (TT) để đo. Đo ở 25 °C.

Tạp chất liên quan

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

CÁC MACROGOL

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Dung môi khai triển: *Isopropanol - amoniac* (7 : 3).

Dung dịch thử: Dung dịch chứa 10 mg/ml chế phẩm trong nước.

Dung dịch đối chiếu (1): Dung dịch chứa 0,05 mg/ml lysin hydroclorid chuẩn trong nước.

Dung dịch đối chiếu (2): Dung dịch chứa 0,4 mg/ml lysin hydroclorid chuẩn và 0,4 mg/ml arginin hydroclorid chuẩn trong nước.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký tới khi dung môi đi được 15 cm. Sấy bản mỏng ở 100 °C đến 105 °C để amoniac bay hơi hết. Phun lên bản mỏng *dung dịch ninhydrin 0,2 % (TT)* và sấy ở 100 °C đến 105 °C trong 15 min. Quan sát dưới ánh sáng thường, bất kỳ vết phụ nào trên sắc ký đồ của dung dịch thử không được đậm hơn vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) (0,5 %); tổng độ đậm của các vết phụ trên sắc ký đồ của dung dịch thử không được lớn hơn 2,0 %. Phép thử chỉ có giá trị khi sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) cho 2 vết tách rõ rệt.

Hàm lượng clorid

Từ 19,0 % đến 19,6 %.

Hòa tan khoảng 350 mg chế phẩm trong 140 ml nước, thêm 1 ml *dung dịch diclorofluorescein 0,1 % (TT)* và chuẩn độ bằng *dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ)* đến khi tua bạc clorid kết bông và hỗn hợp thu được có màu hồng nhạt. Song song tiến hành mẫu trắng, dùng 140 ml nước.

1 ml *dung dịch bạc nitrat 0,1 N (CĐ)* tương đương với 3,545 mg Cl.

Sulfat

Không được quá 300 phần triệu (Phụ lục 9.4.14).

Hòa tan 0,5 g chế phẩm trong 15 ml nước cất và tiến hành thử.

Sắt

Không được quá 30 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).

Hòa tan 0,33 g chế phẩm trong 10 ml *dung dịch acid hydrocloric loãng (TT)* trong một bình gạn. Chiết 3 lần, mỗi lần với 10 ml *methyl isobutyl keton (TT)* và lắc trong 3 min. Tập trung dịch chiết hữu cơ, thêm 10 ml nước, lắc trong 3 min. Lấy lớp nước và tiến hành thử.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,4 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 105 °C; 3 h).

Tro sulfat

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

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng

Hòa tan khoảng 90 mg chế phẩm trong hỗn hợp gồm 3 ml *acid formic (TT)* và 50 ml *acid acetic băng (TT)*. Thêm 10 ml *dung dịch thủy ngân acetat 6 % (TT)* và chuẩn độ bằng *dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ)*. Xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2). Song song tiến hành làm mẫu trắng, dùng hỗn hợp gồm 3 ml *acid formic (TT)* và 50 ml *acid acetic băng (TT)*.

1 ml *dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ)* tương đương với 9,133 mg $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Acid amin.

Chế phẩm

Viên nén, nang.

CÁC MACROGOL

Hỗn hợp các polymer có công thức chung $H-(OCH_2-CH_2)_n-OH$ trong đó n là số lượng trung bình các nhóm oxyethylen. Các macrogol được phân loại theo phân tử lượng trung bình. Trong chế phẩm có thể có chứa chất bảo quản.

Tính chất

Loại	Hình thức	Độ tan
300 400 600	Chất lỏng hút ẩm, trong suốt, nhớt, không màu hoặc gần như không màu.	Trộn lẫn với nước, rất dễ tan trong aceton, ethanol 96 %, methylen clorid, thực tế không tan trong dầu béo, dầu khoáng.
1000	Chất rắn dạng sáp hoặc giống như parafin, hút ẩm, trắng hay gần như trắng.	Rất dễ tan trong nước, dễ tan trong methylen clorid, ethanol 96 %, thực tế không tan trong dầu béo, dầu khoáng.
1500	Chất rắn dạng sáp hoặc giống như parafin, trắng hay gần như trắng.	Rất dễ tan trong nước, dễ tan trong ethanol 96 %, methylen clorid, thực tế không tan trong dầu béo, dầu khoáng.
3000 3350	Chất rắn dạng sáp hoặc giống như parafin, trắng hay gần như trắng.	Rất dễ tan trong nước, methylen clorid, hơi tan trong ethanol 96 %, thực tế không tan trong dầu béo, dầu khoáng.
4000 6000 8000	Chất rắn dạng sáp hoặc giống như parafin, trắng hay gần như trắng.	Rất dễ tan trong nước, methylen clorid, thực tế không tan trong ethanol 96 %, dầu béo, dầu khoáng.
20.000 35.000	Chất rắn dạng sáp hoặc giống như parafin, trắng hay gần như trắng.	Rất dễ tan trong nước, tan trong methylen clorid, thực tế không tan trong ethanol 96 %, dầu béo, dầu khoáng.

Định tính

A. Chế phẩm phải đáp ứng phép thử Độ nhớt (Phụ lục 6.3).

B. Thêm 0,5 ml *acid sulfuric (TT)* vào ống nghiệm có chứa 1 g chế phẩm. Đậy ống nghiệm bằng nút có gắn ống dẫn khí, đun nóng cho đến khi có khói trắng tạo thành. Dẫn khói vào 1 ml *dung dịch thủy ngân clorid (TT)*. Xuất hiện tua kết tinh màu trắng.

C. Thêm 0,1 g *kali thiocyanat (TT)* và 0,1 g *cobalt nitrat (TT)* vào 0,1 g chế phẩm, dùng đũa thủy tinh trộn đều.