

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3) với pha động, điều kiện sắc ký, dung dịch thử, dung dịch đối chiếu (1) như mô tả trong phần Tạp chất liên quan.

Tiến hành sắc ký với dung dịch thử, dung dịch đối chiếu (1). Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic calcitriol trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) thu được từ 6 lần tiêm không được lớn hơn 1,0 %.

Tính hàm lượng phần trăm của $C_{27}H_{44}O_3$ trong chế phẩm dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch đối chiếu (1) và hàm lượng của $C_{27}H_{44}O_3$ trong calcitriol chuẩn.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín chứa khí nitrogen, tránh ánh sáng và ở nhiệt độ từ 2 °C đến 8 °C.

Khi đã mở phải dùng ngay.

Loại thuốc

Vitamin D.

Chế phẩm

Nang.

NANG MỀM CALCITRIOL

Là nang mềm chứa dung dịch calcitriol trong dầu không bay hơi.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận "Thuốc nang" (Phụ lục 1.13) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng calcitriol, $C_{27}H_{44}O_3$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

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

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: hexan - tetrahydrofuran - ethanol (59 : 40 : 1).

Dung dịch thử: Trộn đều dung dịch thuốc trong nang của ít nhất 20 nang. Cân chính xác một lượng dung dịch thuốc trong nang tương ứng với 5 µg calcitriol và chuyển vào bình định mức màu nâu dung tích 10 ml, thêm pha động vừa đủ và lắc đều.

Dung dịch chuẩn: Dung dịch 0,5 µg/ml của calcitriol chuẩn trong pha động.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 4,6 mm) nhồi pha tĩnh A (5 µm) (Lichrosorb Si60 là thích hợp).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 265 nm.

Tốc độ dòng: 1,0 ml/min.

Thể tích tiêm: 100 µl.

Cách tiến hành:

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

Tính hàm lượng calcitriol, $C_{27}H_{44}O_3$, trong nang dựa vào diện tích pic calcitriol thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{27}H_{44}O_3$ của calcitriol chuẩn.

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

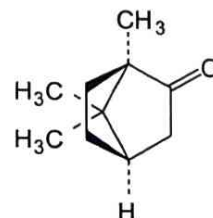
Vitamin D.

Hàm lượng thường dùng

0,25 µg; 0,5 µg.

CAMPHOR RACEMIC

Long não racemic



và đồng phân
đối quang

$C_{10}H_{16}O$

P.t.l: 152,2

Camphor là (1*RS*,4*RS*)-1,7,7-trimethylbicyclo[2.2.1]hexan-2-on.

Tính chất

Bột kết tinh hoặc phiến màu trắng hoặc gần như trắng, khối kết tinh không màu. Thăng hoa ngay ở nhiệt độ thường. Khó tan trong nước, rất tan trong ethanol 96 % và ether dầu hỏa (khoảng sôi từ 50 °C đến 70 °C). Dễ tan trong dầu béo, rất khó tan trong glycerol.

Khi tiến hành các phép thử sau đây phải cân chế phẩm nhanh.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A, D.

Nhóm II: B, C, D.

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của camphor racemic chuẩn. Chuẩn bị mẫu trong dầu parafin.

B. Điểm chảy: Từ 172 °C đến 180 °C (Phụ lục 6.7).

C. Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong 30 ml methanol (TT). Thêm 1,0 g hydroxylamin hydroclorid (TT) và 1,0 g natri acetat khan (TT). Đun sôi hồi lưu trong 2 h. Để nguội và thêm 100 ml nước, tua tạo thành. Lọc và rửa tua với 10 ml nước và kết tinh lại bằng 10 ml hỗn hợp ethanol