https://nhathuocngocanh.com/

Cách tiến hành:
Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch thử độ nhạy, tỷ số tín hiệu trên nhiễu ít nhất là 10. Trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, số đĩa lý thuyết tính trên pic nifuroxazid không nhỏ hơn 3000.
Tiến hành sắc ký dung dịch thử với thời gian gấp 3 lần thời gian lưu của nifuroxazid.
Tính phần trăm tạp chất nếu có bằng phương pháp chuẩn hóa. Bỏ qua các pic có diện tích nhỏ hơn hoặc bằng diện tích pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử độ nhạy.
Giới hạn:
Mỗi tạp chất không được quá 0,2 %.
Tổng tạp không được quá 0,5 %.

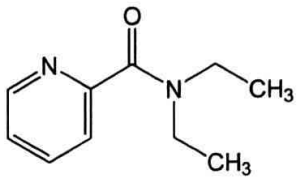
Định lượng
Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3). *Tiến hành trong điều kiện tránh ánh sáng và dùng dụng cụ thủy tinh tối màu.*
Pha động: *Methanol - dung dịch acid formic 0,1 M* (40 : 60).
Dung dịch thử: Cân 20 nang, tính khối lượng trung bình của bột thuốc trong nang và nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột thuốc tương ứng với khoảng 100 mg nifuroxazid vào bình định mức 100 ml. Thêm 20 ml *dimethyl sufoxid (TT)*, lắc 15 min. Thêm *methanol (TT)* đến vạch và lọc. Pha loãng 5,0 ml dịch lọc thành 50,0 ml bằng hỗn hợp *methanol - nước* (40 : 60).
Dung dịch chuẩn: Cân chính xác 100 mg nifuroxazid chuẩn vào bình định mức 100 ml. Hòa tan bằng 20 ml *dimethyl sufoxid (TT)* và thêm *methanol (TT)* đến vạch. Pha loãng 5,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml bằng hỗn hợp *methanol - nước* (40 : 60).
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 270 nm.
Tốc độ dòng: 1,3 ml/min.
Thể tích tiêm: 20 µl.
Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, hệ số đối xứng của pic nifuroxazid không lớn hơn 1,5 và độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic thu được từ 6 lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn không lớn hơn 2,0 %.
Tiến hành sắc ký lần lượt dung dịch chuẩn và dung dịch thử.
Tính hàm lượng phần trăm nifuroxazid, $C_{12}H_9N_3O_5$, trong chế phẩm dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{12}H_9N_3O_5$ trong nifuroxazid chuẩn.

Bảo quản
Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc
Kháng sinh.

Hàm lượng thường dùng
200 mg.

NIKETHAMID



$C_{10}H_{14}N_2O$ P.t.l: 178,2

Nikethamid là *N,N*-diethylpyridin-3-carboxamid, phải chứa từ 99,0 % đến 101,0 % $C_{10}H_{14}N_2O$, tính theo chế phẩm khan.

Tính chất
Chất lỏng sánh như dầu hoặc khối kết tinh không màu hoặc màu hơi ánh vàng. Có thể trộn lẫn với nước, cloroform, ethanol 96 % và ether ở bất kỳ tỷ lệ nào.

Định tính
Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:
Nhóm I: A, B.
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 nikethamid chuẩn.
B. Phổ hấp thụ tử ngoại (Phụ lục 4.1) trong khoảng từ 230 nm đến 350 nm trong cốc đo dày 2 cm của dung dịch 0,0015 % trong *dung dịch acid hydrocloric 0,01 M (TT)* chỉ có một cực đại hấp thụ ở 263 nm và A (1 %, 1 cm) ở bước sóng 263 nm khoảng 285.
C. Đun nóng 0,1 g chế phẩm với 1 ml *dung dịch natri hydroxyd 2 M (TT)*. Diethylamin được tạo ra có thể nhận biết bằng mùi đặc trưng và bằng sự chuyển màu giấy quỳ đỏ thành xanh.
D. Thêm 2 ml *dung dịch cyanogen bromid (TT)* và 3 ml *dung dịch anilin 2,5 % (TT)* vào 2 ml dung dịch chế phẩm 0,1 % và lắc, màu vàng xuất hiện.

pH
pH của dung dịch 25 % từ 6,0 đến 7,8 (Phụ lục 6.2).

Độ trong và màu sắc của dung dịch
Chế phẩm ở dạng lỏng hoặc được làm lỏng bằng cách đun nóng nhẹ phải trong (Phụ lục 9.2) và không được đậm màu hơn màu của màu mẫu V_5 (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Chỉ số khúc xạ
Từ 1,524 đến 1,526 (Phụ lục 6.1).

Tạp chất liên quan
Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4).
Bản mỏng: *Silica gel* GF_{254}.
Dung môi khai triển: *Propanol - cloroform* (25 : 75).

https://nhathuocngocanh.com/

Dung dịch thử: Hòa tan 0,4 g chế phẩm trong *methanol (TT)* và pha loãng thành 10,0 ml với cùng dung môi.
Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 40 mg ethylnicotinamid chuẩn trong *methanol (TT)* và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi.
Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 1,0 ml dung dịch đối chiếu (1) thành 10,0 ml bằng *methanol (TT)*.
Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được 15 cm, lấy bản mỏng ra để khô ngoài không khí. Quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Bất kỳ vết nào tương ứng với ethylnicotinamid trên sắc ký đồ của dung dịch thử không được đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) và bất kỳ vết phụ nào khác ngoài vết chính và vết tương ứng với ethylnicotinamid không được đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2).

Kim loại nặng
Không được quá 10 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).
Lấy 12 ml dung dịch chế phẩm 10 % trong *nước* tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng *dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT)* để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Nước
Không được quá 0,3 % (Phụ lục 10.3).
Dùng 2,000 g chế phẩm.

Tro sulfat
Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).
Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng
Hòa tan 0,150 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 20 ml *acid acetic khan (TT)* và 5 ml *anhydrid acetic (TT)*. Chuẩn độ bằng *dung dịch acid percloric 0,1 N (CĐ)*. Xác định điểm kết thúc bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2). 1 ml *dung dịch acid percloric 0,1 N (CĐ)* tương đương với 17,82 mg $C_{10}H_{14}N_2O$.

Bảo quản
Trong lọ kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc
Kích thích hệ thần kinh trung ương.

THUỐC GIỌT NIKETHAMID

Là dung dịch thuốc chứa nikethamid.
Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận "Dung dịch thuốc" (Phụ lục 1.3) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng nikethamid, $C_{10}H_{14}N_2O$, từ 95,0 % đến 105,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Tính chất
Dung dịch trong, không màu hoặc hơi vàng.

Định tính
A. Lấy 1 ml chế phẩm, kiềm hóa bằng *dung dịch natri hydroxyd 5 M (TT)*, chiết với 5 ml *dicloromethan (TT)*. Dịch chiết được bốc hơi dung môi đến cắn khô trên cách thủy dưới luồng khí nitơ. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của cắn thu được phải phù hợp với phổ hồng ngoại của nikethamid chuẩn.
B. Phổ hấp thụ tử ngoại (Phụ lục 4.1) trong khoảng từ 230 nm đến 350 nm, trong cốc đo dày 1 cm của dung dịch thu được ở phần định lượng, chỉ có một cực đại hấp thụ ở 263 nm.

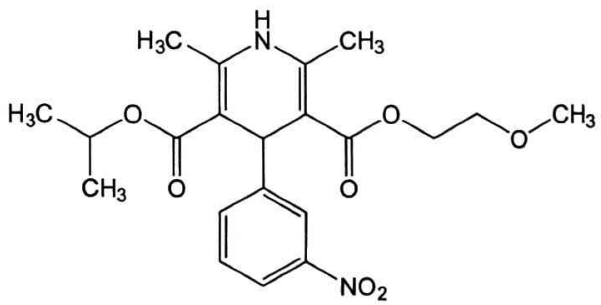
Định lượng
Pha loãng 5,0 ml chế phẩm thành 500,0 ml với *nước*. Lấy chính xác 5,0 ml dung dịch này, thêm 5 ml *dung dịch acid hydrocloric 1 M (TT)* và pha loãng với *nước cất* thành 500,0 ml, lắc đều. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được ở bước sóng 263 nm, dùng cốc dày 1 cm. Mẫu trắng là *dung dịch acid hydrocloric 0,01 M (TT)*.
Tính hàm lượng nikethamid, $C_{10}H_{14}N_2O$, theo A (1 %, 1 cm). Lấy 282 là giá trị A (1 %,1 cm) ở bước sóng 263 nm.

Bảo quản
Trong bao bì kín, để nơi khô mát, tránh ánh sáng.

Loại thuốc
Kích thích hệ thần kinh trung ương.

Hàm lượng thường dùng
Dung dịch 25 %.

NIMODIPIN



$C_{21}H_{26}N_2O_7$ P.t.l: 418,4

Nimodipin là isopropyl 2-methoxyethyl 1,4-dihydro-2,6-dimethyl-4-(*m*-nitrophenyl)-3,5-pyridindicarboxylat, phải chứa từ 98,0 % đến 102,0 % $C_{21}H_{26}N_2O_7$, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất
Bột kết tinh đa hình màu vàng hoặc vàng nhạt, nhạy cảm với ánh sáng. Dễ tan trong ethyl acetat, hơi tan trong ethanol 96 %, thực tế không tan trong nước.