

Nước

Từ 3,5 % đến 5,0 % (Phụ lục 10.3).

Dùng 0,300 g chế phẩm.

Nội độc tố vi khuẩn

Không được quá 0,20 EU/mg (Phụ lục 13.2).

Nếu chế phẩm được dùng để sản xuất các dạng thuốc tiêm mà không có phương pháp hữu hiệu loại bỏ nội độc tố vi khuẩn thì phải đáp ứng yêu cầu của phép thử này.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động, điều kiện sắc ký như mô tả ở mục Tạp chất liên quan.

Dung dịch thử: Hòa tan 50,0 mg chế phẩm trong pha động và pha loãng thành 50,0 ml với pha động. Pha loãng 5,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với pha động.

Dung dịch chuẩn: Hòa tan 50,0 mg oxacilin natri monohydrat chuẩn trong pha động và pha loãng thành 50,0 ml với pha động. Pha loãng 5,0 ml dung dịch thu được thành 50,0 ml với pha động.

Cách tiến hành:

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

Tính hàm lượng oxacilin natri, $C_{19}H_{18}N_3NaO_5S$, trong chế phẩm dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng của $C_{19}H_{18}N_3NaO_5S$ trong oxacilin natri monohydrat chuẩn.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín. Nếu chế phẩm vô khuẩn phải bảo quản trong đồ đựng kín, vô khuẩn.

Loại thuốc

Kháng sinh.

Chế phẩm

Nang, bột pha tiêm.

OXYGEN

O₂

P.t.l: 32,00

Oxygen phải chứa ít nhất 99,5 % O₂ (tt/tt).

Tính chất

Khí không màu, không mùi.

1 ml oxygen hòa tan trong khoảng 32 ml nước và trong khoảng 7 ml ethanol ở 20 °C, tại áp suất 101,3 kPa.

Định tính

A. Cho một mảnh gỗ cháy còn than hồng tiếp xúc với chế phẩm, sẽ bốc cháy thành ngọn lửa sáng.

B. Lắc chế phẩm với *dung dịch kiểm pyrogallol* (TT), chế phẩm sẽ bị hấp thụ và dung dịch chuyển thành màu nâu sẫm.

Khí oxygen được sản xuất bằng quy trình phân đoạn khí hóa lỏng thì không phải thử hai chỉ tiêu carbon monoxyl và carbon dioxyd.

Carbon monoxyl

Không được quá 5 phần triệu (tt/tt).

Tiến hành theo Phụ lục 9.5: “Thử giới hạn carbon monoxyl trong khí y tế”. Dùng 7,5 L chế phẩm để thử, tốc độ dòng 4 L/h và 7,5 L argon để làm mẫu trắng. Chênh lệch thể tích *dung dịch natri thiosulfat 0,002 M* (CD) giữa 2 lần chuẩn độ không được quá 0,4 ml.

Ổng nghiệm dùng cho các phép thử: Carbon monoxyl, Carbon dioxyd, Các chất oxy hóa phải đáp ứng yêu cầu trong Phụ lục 9.1 và đường kính trong của ống nghiệm thích hợp, sao cho chiều cao của 50 ml chất lỏng đem thử phải từ 12 cm đến 14cm.

Carbon dioxyd

Không được quá 0,03 % (tt/tt).

Sục 1,0 L chế phẩm qua 50 ml *dung dịch bari hydroxyd 0,15 M* (TT) trong.

Nếu dung dịch bị đục, thì độ đục không được quá độ đục của dung dịch đối chiếu gồm 1,0 ml *dung dịch natri hydrocarbonat 0,11 %* trong nước không có carbon dioxyd (TT) và 50 ml *dung dịch bari hydroxyd 0,15 M* (TT).

Giới hạn acid - kiềm

Dung dịch thử: Cho 2,0 L chế phẩm chạy qua hỗn hợp gồm 0,1 ml *dung dịch acid hydrocloric 0,01 N* (CD) và 50 ml nước không có carbon dioxyd (TT).

Dung dịch đối chiếu (1): 50 ml nước không có carbon dioxyd (TT).

Dung dịch đối chiếu (2): Hỗn hợp 50 ml nước không có carbon dioxyd (TT) và 0,2 ml *dung dịch acid hydrocloric 0,01 N* (CD).

Thêm vào mỗi dung dịch trên 0,1 ml *dung dịch đỏ methyl 0,02 %* trong ethanol 70 %. Cường độ màu của dung dịch thử phải đậm hơn dung dịch đối chiếu (1) và nhạt hơn dung dịch đối chiếu (2).

Các chất oxy hóa

Cho vào mỗi bình trụ 50 ml *dung dịch hồ tinh bột có kali iodid* (TT) vừa mới pha và 0,2 ml *acid acetic băng* (TT).

Đề hai bình trong chỗ tối. Cho 5,0 L chế phẩm sục qua một trong hai bình. So sánh màu của dung dịch trong hai bình. Dung dịch trong cả hai bình phải không màu.

Nước

Hàm lượng nước không được quá 60 µg/l.

Thiết bị bao gồm một trong một ảm kế điện như mô tả dưới đây, một ống dò độ ẩm thích hợp, hoặc một ảm kế.

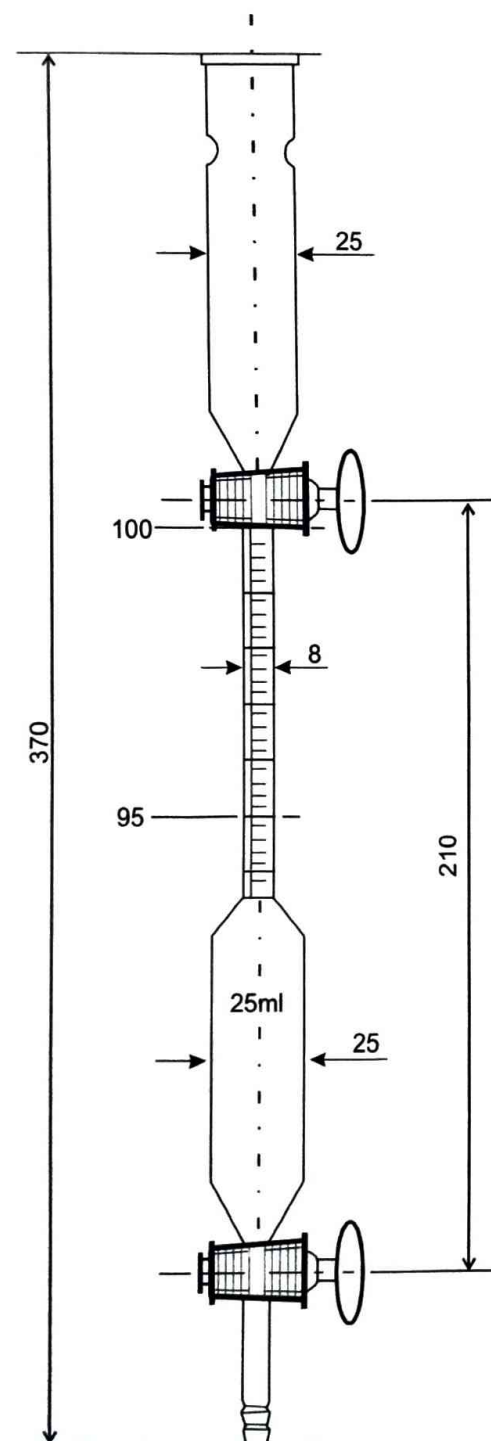
Các tế bào đo bao gồm một màng anhydrid phosphoric mỏng đặt giữa hai dây bạch kim được cuộn lại sao cho có hoạt tính như các điện cực. Anhydrid phosphoric hấp thụ hơi nước trong khí thử sẽ tạo thành acid phosphoric, acid này là một chất dẫn điện.

Trước khi đưa khí thử vào thiết bị, để khí ổn định ở nhiệt độ phòng và đảm bảo nhiệt độ không đổi trong máy. Tạo một điện thế liên tục giữa các điện cực để điện phân nước và tái tạo anhydrid phosphoric.

Đo điện lượng, điện lượng đo được tỷ lệ với lượng nước trong khí thử. (Đây là một hệ thống đo tuân theo định luật Faraday.)

Định lượng

Dùng một buret khí dung tích 25 ml (như Hình 1) gồm một thân chính, phía trên là một ống khắc độ 0,2 % giữa 95 đến 100. Buret có gắn khóa ở hai đầu. Khóa dưới gắn với vòi ống có ngăn dùng để đưa khí vào buret. Khóa trên được gắn với một phễu hình trụ dùng để chứa dung dịch hấp thụ dùng trong định lượng.



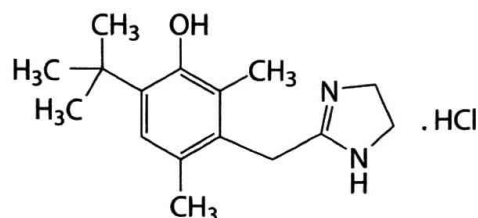
Hình 1 - Buret khí
(Kích thước tính bằng mm)

Rửa buret với nước và sấy khô. Mở cả hai khóa. Nối vòi ống với bình chứa chế phẩm, điều chỉnh lưu lượng khí vào buret với tốc độ 1 L/min. Cho khí chạy qua buret 1 min. Đóng khóa trên của buret, rồi đóng tiếp khóa dưới. Nhấc buret ra khỏi bình chứa chế phẩm. Vận khóa trên 1/2 vòng để loại áp suất thừa (nếu có) trong buret. Để buret thẳng đứng. Đổ vào phễu hình trụ một dung dịch mới pha gồm 21 ml dung dịch kali hydroxyd 56 % và 130 ml dung dịch natri dithionit 20 %. Mở từ từ khóa trên. Dung dịch sẽ hấp thụ oxygen và chảy vào buret. Để yên 10 min, không lắc. Đọc mức chất lỏng trong phần chia vạch của buret. Số đọc được là hàm lượng (%) O₂ trong chế phẩm (tt/tt).

Bảo quản

Oxygen được giữ dưới dạng khí nén hoặc dạng hóa lỏng trong bình chứa phù hợp, đáp ứng các quy chế về an toàn hiện hành. Các bình oxygen phải được bảo quản ở chỗ mát. Các van và vòi khóa không được bôi dầu mỡ.

OXYMETAZOLIN HYDROCLORID



C₁₆H₂₄N₂O.HCl

P.t.l: 296,8

Oxymetazolin hydroclorid là 3-[(4,5-dihydro-1H-imidazol-2-yl)methyl]-6-(1,1-dimethylethyl)-2,4-dimethylphenol hydroclorid, phải chứa từ 99,0 % đến 101,0 % C₁₆H₂₄N₂O.HCl tính theo chế phẩm khan.

Tính chất

Bột kết tinh trắng hoặc gần như trắng. Dễ tan trong nước và ethanol 96 %.

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 oxymetazolin hydroclorid chuẩn.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Diethylamin - cyclohexan - ethanol khan (6 : 15 : 79).

Dung dịch thử: Hòa tan 20 mg chế phẩm trong hỗn hợp ethyl acetat - methanol (1 : 1) và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu: Hòa tan 20 mg oxymetazolin hydroclorid chuẩn trong hỗn hợp ethyl acetat - methanol (1 : 1) và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi.