

Dung dịch đối chiếu (4): Hòa tan 12,5 mg triethylendiamin (TT) trong 5,0 ml dung dịch thử (1) và pha loãng thành 50 ml với cùng dung môi.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 5 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được 15 cm. Sấy bản mỏng ở 105 °C và phun lần lượt dung dịch ninhydrin 0,3 % trong hỗn hợp acid acetic khan - butanol (3 : 100), dung dịch ninhydrin 0,15 % trong ethanol. Sấy bản mỏng ở 105 °C trong 10 min. Trên sắc ký đồ bất kỳ vết phụ nào thu được từ dung dịch thử (1) không được đậm màu hơn vết thu được từ dung dịch đối chiếu (2) (0,25 %). Phun lên bản mỏng dung dịch iod 0,1 N và để khoảng 10 min. Vết tương ứng với triethylendiamin (TT) thu được từ dung dịch thử (1) không được đậm màu hơn vết thu được từ dung dịch đối chiếu (3). Phép thử chỉ có giá trị khi dung dịch đối chiếu (4) cho 2 vết tách rõ ràng.

Kim loại nặng

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Lấy 12 ml dung dịch S tiến hành thử theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

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 10 ml acid acetic khan (TT) bằng cách đun nóng nhẹ và pha loãng thành 70 ml với cùng dung môi. Chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ), dùng 0,25 ml dung dịch 1-naphtholbenzein (TT) làm chỉ thị, đến khi màu chuyển từ vàng nâu sang xanh lục.

1 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ) tương đương với 9,705 mg C₄H₁₀N₂·6H₂O.

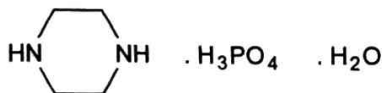
Bảo quản

Trong đồ đựng kín và tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Trị giun sán.

PIPERAZIN PHOSPHAT



C₄H₁₀N₂·H₃PO₄·H₂O

P.t.l: 202,1

Piperazin phosphat phải chứa từ 98,5 % đến 100,5 % C₄H₁₀N₂·H₃PO₄, tính theo chế phẩm khan.

Tính chất

Bột kết tinh trắng, không mùi hoặc gần như không mùi. Hơi tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol 96 %.

Định tính

A. Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 5 ml nước, thêm 0,5 g natri hydrocarbonat (TT), 0,5 ml dung dịch kali fericyanid 5 % (TT) và 0,1 ml thủy ngân (TT). Lắc mạnh 1 min và để yên 20 min. Màu đỏ dần dần xuất hiện.

B. Hòa tan 0,2 g chế phẩm trong 5 ml dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT), vừa khuấy vừa thêm 1 ml dung dịch natri nitrit 50 % và làm lạnh trong nước đá khoảng 15 min, khuấy nếu cần thiết để tạo tủa kết tinh. Điểm chảy (Phụ lục 6.7) của tinh thể (sau khi rửa bằng 10 ml nước đá và sấy khô ở 105 °C) khoảng 159 °C.

C. Dung dịch của chế phẩm cho phản ứng của ion phosphat (Phụ lục 8.1).

pH

Dung dịch chế phẩm 1 % có pH từ 6,0 đến 6,5 (Phụ lục 6.2).

Kim loại nặng

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.8).

Hòa tan 2,0 g chế phẩm trong 20 ml dung dịch acid acetic 2 M (TT). Lấy 12 ml dung dịch này thử theo phương pháp 1. Dùng dung dịch chì mẫu 2 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Nước

Từ 8,0 % đến 9,5 % (Phụ lục 10.3).

Dùng 0,250 g chế phẩm.

Định lượng

Hòa tan 0,200 g chế phẩm trong hỗn hợp gồm 3,5 ml dung dịch acid sulfuric 0,5 M (TT) và 10 ml nước. Thêm 100 ml dung dịch acid picric (TT), đun nóng trên cách thủy 15 min và để yên 1 h. Lọc qua phễu xóp G₄ và rửa tủa mỗi lần bằng 10 ml hỗn hợp đồng thể tích của dung dịch bão hòa acid picric (TT) và nước, đến khi nước rửa không còn phản ứng của ion sulfat. Rửa tủa 5 lần, mỗi lần với 10 ml ethanol (TT) và sấy đến khối lượng không đổi ở 100 °C đến 105 °C.

1 g cần tương đương với 338,2 mg C₄H₁₀N₂·H₃PO₄.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Loại thuốc

Trị giun sán.

Chế phẩm

Viên nén.

VIÊN NÉN PIPERAZIN PHOSPHAT

Là viên nén hoặc viên nén nhai chứa piperazin phosphat. Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận "Thuốc viên nén" (Phụ lục 1.20) và các yêu cầu sau đây: