

THUỐC NHỎ MŨI OXYMETAZOLIN

Thuốc nhỏ mũi oxymetazolin là dung dịch của oxymetazolin hydroclorid trong nước, có thể có thêm tá dược thích hợp.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận "Thuốc dùng tại mũi" (Phụ lục 1.15) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng oxymetazolin hydroclorid, $C_{16}H_{24}N_2O \cdot HCl$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Tính chất

Dung dịch trong, không màu.

pH

Từ 4,0 đến 6,5 (Phụ lục 6.2).

Định tính

A. Lấy chính xác một thể tích dung dịch chế phẩm chứa khoảng 2,5 mg oxymetazolin hydroclorid, cho vào bình gạn dung tích 60 ml, thêm nước cho đủ khoảng 10 ml. Thêm 2 ml dung dịch natri carbonat 10 % (TT). Chiết với 10 ml cloroform (TT), chuyển dịch chiết cloroform sang một bình gạn khác. Chiết với 10 ml dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT). Để yên và gạn bỏ lớp cloroform. Lấy 8 ml lớp nước acid hóa cho vào một ống nghiệm, trung tính bằng vài giọt dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT). Thêm dư một giọt dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT). Lắc kỹ. Sau đó, thêm vài giọt dung dịch natri nitroprusiat 5 % (TT) và 2 giọt dung dịch natri hydroxyd 15 % (TT) để yên trong 10 min. Thêm dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT) cho tới pH khoảng 8 đến 9. Để yên 10 min sẽ xuất hiện màu tím.

B. Trong phần Định lượng, pic chính trên sắc ký đồ thu được của dung dịch thử phải có thời gian lưu tương ứng với thời gian lưu của pic oxymetazolin hydroclorid trên sắc ký đồ thu được của dung dịch chuẩn.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Hỗn hợp methanol - dung dịch đệm amoni nitrat pH 9,5 (9 : 1).

Dung dịch thử: Lấy 2,0 ml dung dịch chế phẩm pha loãng với methanol (TT) vừa đủ 20,0 ml. Lọc.

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác một lượng oxymetazolin hydroclorid chuẩn hòa tan trong nước để thu được dung dịch có nồng độ tương đương với nồng độ oxymetazolin hydroclorid trong chế phẩm. Lấy 2,0 ml dung dịch thu được pha loãng với methanol (TT) vừa đủ 20,0 ml. Lọc.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (250 × 4 mm) được nhồi pha tĩnh A (5 μm). Tốc độ dòng: 1,5 ml/min.

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 280 nm.

Thể tích tiêm: 20 μl.

Cách tiến hành: Tiến hành sắc ký lần lượt đối với dung dịch thử và dung dịch chuẩn.

OXYTETRACYCLIN DIHYDRAT

Tính hàm lượng oxymetazolin hydroclorid, $C_{16}H_{24}N_2O \cdot HCl$, trong chế phẩm dựa vào các diện tích của pic oxymetazolin hydroclorid thu được từ dung dịch chuẩn, dung dịch thử và từ hàm lượng của oxymetazolin hydroclorid trong oxymetazolin hydroclorid chuẩn.

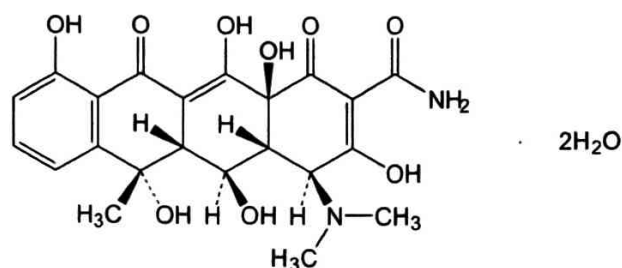
Bảo quản

Nơi mát, tránh ánh sáng.

Hàm lượng thường dùng

0,025 % và 0,05 %.

OXYTETRACYCLIN DIHYDRAT



$C_{22}H_{24}N_2O_9 \cdot 2H_2O$

P.t.l: 496,4

Oxytetracyclin dihydrat là (4S,4aR,5S,5aR,6S,12aS)-4-(dimethylamino)-3,5,6,10,12,12a-hexahydroxy-6-methyl-1,11-dioxo-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-octahydrotetracen-2-carboxamid dihydrat, phải chứa từ 94,5 % đến 102,0 % $C_{22}H_{24}N_2O_9$, tính theo chế phẩm khan.

Chế phẩm thu được từ quá trình nuôi cấy một số chủng *Streptomyces rimosus*.

Tính chất

Bột kết tinh vàng, hơi hút ẩm. Rất khó tan trong nước, tan trong các dung dịch acid và kiềm loãng.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: B, C, D.

Nhóm II: A, C, D.

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

Bản mỏng: Octadecylsilyl silica gel F_{254} .

Dung môi khai triển: Acetonitril - methanol - dung dịch acid oxalic 6,3 % đã được điều chỉnh đến pH 2,0 bằng amoniac (20 : 20 : 60).

Dung dịch thử: Hòa tan 5 mg chế phẩm trong methanol (TT), pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 5 mg oxytetracyclin chuẩn trong methanol (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 5 mg oxytetracyclin chuẩn, 5 mg tetracyclin hydroclorid chuẩn và 5 mg minocyclin hydroclorid chuẩn trong methanol (TT), pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 1 μl các dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được