

TITAN DIOXYD

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25,0 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 μm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 310 nm.

Tốc độ dòng: 1,2 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 μl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, số đĩa lý thuyết tính trên pic tinidazol phải lớn hơn 2000, độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic tinidazol 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 tinidazol, $C_8H_{13}N_3O_4S$, có trong viên dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng $C_8H_{13}N_3O_4S$ của tinidazol chuẩn.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Thuốc kháng động vật nguyên sinh, kháng sinh.

Hàm lượng thường dùng

500 mg.

TITAN DIOXYD

TiO₂

P.t.l : 79,9

Titan dioxyd phải chứa từ 98,0 % đến 100,5 % TiO₂.

Tính chất

Bột trắng hoặc gần như trắng. Thực tế không tan trong nước, không tan trong acid vô cơ loãng nhưng tan chậm trong acid sulfuric đặc nóng.

Định tính

Dung dịch S₁: Lắc 20,0 g chế phẩm với 30 ml acid hydrochloric đậm đặc (TT) trong 1 min. Thêm 100 ml nước cất (TT), đun sôi. Lọc nóng cho đến khi thu được dung dịch trong. Rửa giấy lọc bằng 60 ml nước cất (TT) và pha loãng dịch lọc thu được đến 200 ml bằng nước cất (TT).

Dung dịch S₂: Trộn 0,500 g chế phẩm với 5 g natri sulfat khan (TT) trong bình nón cổ dài chịu nhiệt 300 ml. Thêm 10 ml nước, trộn đều. Thêm 10 ml acid sulfuric (TT), đun sôi mạnh cho đến khi thu được dung dịch trong. Làm lạnh, thêm từ từ hỗn hợp chứa 30 ml nước và 10 ml acid sulfuric (TT) đã làm lạnh, tiếp tục làm lạnh và pha loãng thành 100 ml bằng nước.

A. Đun nóng mạnh, chế phẩm có màu vàng nhạt và mất màu khi làm lạnh.

DUỐC ĐIỀN VIỆT NAM VI

B. Thêm 0,1 ml dung dịch hydrogen peroxyd 30 % (TT) vào 5 ml dung dịch S₂. Dung dịch xuất hiện màu đỏ cam.

C. Thêm 0,5 g kẽm hạt (TT) vào 5 ml dung dịch S₂. Sau 45 min, hỗn hợp có màu xanh tím.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S₂ không được đục hơn độ đục hỗn dịch đối chiếu II (Phụ lục 9.2) và không màu (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Giới hạn acid - kiềm

Thêm 50 ml nước cất không có carbon dioxyd (TT) vào 5,0 g chế phẩm, lắc trong 5 min. Ly tâm hay lọc cho đến khi thu được dung dịch trong. Lấy 10 ml dịch lọc, thêm 0,1 ml dung dịch xanh bromothymol (TT). Lượng dung dịch acid hydrochloric 0,01 M (TT) hoặc dung dịch natri hydroxyd 0,01 M (TT) dùng để chuyển màu chỉ thị không được quá 1,0 ml.

Các chất tan trong nước

Không được quá 0,5 %.

Lấy 10,0 g chế phẩm, thêm dung dịch chứa 0,5 g amoni sulfat (TT) trong 150 ml nước, đun sôi trong 5 min. Để nguội, pha loãng thành 200 ml với nước và lọc cho đến khi thu được dung dịch trong. Lấy 100 ml dịch lọc, bốc hơi đến cạn và nung cạn ở 600 °C đến khối lượng không đổi. Khối lượng còn thu được không được quá 25 mg.

Antimony

Không được quá 0,01 %.

Lấy 10 ml dung dịch S₂, thêm 10 ml acid hydrochloric (TT) và 10 ml nước. Làm lạnh đến 20 °C (nếu cần), thêm 0,15 ml dung dịch natri nitrit 10 % (TT). Sau 5 min, thêm 5 ml dung dịch hydroxylamin hydroclorid 1 % và 10 ml dung dịch rhodamin B 0,01 % vừa mới pha. Trộn đều mỗi khi thêm vào. Lắc mạnh với 10,0 ml toluen (TT) trong 1 min. Để yên tách lớp hoặc ly tâm 2 min nếu cần. Màu hồng xuất hiện trong lớp toluen không được đậm màu hơn màu hồng trong lớp toluen của dung dịch đối chiếu được chuẩn bị trong cùng điều kiện, dùng hỗn hợp 5 ml dung dịch antimony chuẩn 1 phần triệu Sb, 10 ml acid hydrochloric (TT) và 15 ml dung dịch chứa 0,5 g natri sulfat khan (TT) và 2 ml acid sulfuric (TT) thay thế hỗn hợp 10 ml dung dịch S₂, 10 ml acid hydrochloric (TT) và 10 ml nước.

Arsen

Không được quá 5 phần triệu (Phụ lục 9.4.2).

Cân 0,5 g chế phẩm cho vào bình cầu đáy tròn có gắn nhiệt kế, cổ bình gắn với phễu có khóa và nối với ống dẫn khí vào một bình khác chứa 30 ml nước. Thêm 50 ml nước, 0,5 g hydrazin sulfat (TT), 0,5 g kali bromid (TT) và 20 g natri clorid (TT). Cho qua phễu từng giọt 25 ml acid sulfuric (TT), đun nóng và giữ ở nhiệt độ 110 °C đến 115 °C trong 20 min. Hơi tạo ra được thu vào bình cầu chứa 30 ml nước. Pha loãng thành 50 ml với nước. Lấy 20 ml dung dịch này tiến hành thử theo phương pháp A.

Bari

Lấy 10 ml dung dịch S₁, thêm 1 ml *dung dịch acid sulfuric loãng (TT)*. Sau 30 min, dung dịch không được đục hơn hỗn hợp chứa 10 ml dung dịch S₁ và 1 ml *nước cất*.

Kim loại nặng

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

Pha loãng 10 ml dung dịch S₁ thành 20 ml bằng nước. Lấy 12 ml dung dịch thu được, tiến hành theo phương pháp 1. Dùng *dung dịch chì mẫu 1 phần triệu Pb (TT)* để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Sắt

Không được quá 0,02 %.

Lấy 8 ml dung dịch S₂, thêm 4 ml *nước*. Trộn đều và thêm 0,05 ml *nước brom (TT)*. Để yên 5 min, loại brom dư bằng luồng khí. Thêm 3 ml *dung dịch kali thiocyanat 9,7 %*, dung dịch không được có màu đậm hơn màu dung dịch đối chiếu được chuẩn bị trong cùng điều kiện, sử dụng 4 ml *dung dịch sắt mẫu 2 phần triệu Fe (TT)* và 8 ml *dung dịch acid sulfuric 20 % (TT)*.

Định lượng

Thêm 300 ml *dung dịch thủy ngân nitrat 2 %* và 2 ml *acid nitric (TT)* vào 300 g *kẽm hạt (TT)*, lắc mạnh trong 10 min và rửa với *nước cất*. Nhồi hỗn hống kẽm vào cột thủy tinh dài khoảng 400 mm, đường kính 20 mm có khóa và đĩa lọc. Cho 100 ml *dung dịch acid sulfuric 1 M (TT)* qua cột, sau đó là 100 ml *nước cất*, lưu ý đảm bảo chất lỏng luôn ngập mặt hỗn hống. Cho hỗn hợp gồm 100 ml *dung dịch acid sulfuric 1 M (TT)* và 100 ml *nước cất* sau đó là 100 ml *nước cất* lần lượt qua cột với tốc độ 3 ml/min. Dịch rửa giải thu vào bình nón 500 ml có chứa 50,0 ml *dung dịch phenyl sắt amoni sulfat 15 %* trong hỗn hợp *acid sulfuric - nước* (1 : 3). Thêm 0,1 ml *dung dịch ferroin sulfat (TT)*, chuẩn độ ngay lập tức bằng *dung dịch amoni ceri nitrat 0,1 M (CD)* đến khi dung dịch xuất hiện màu xanh lá (n₁ ml). Cho lần lượt hỗn hợp chứa 50 ml *dung dịch acid sulfuric 1 M (TT)* và 50 ml *nước cất*, 20,0 ml dung dịch S₂, hỗn hợp chứa 50 ml *dung dịch acid sulfuric loãng (TT)* và 50 ml *nước cất*, sau cùng là 100 ml *nước cất* với tốc độ 3 ml/min. Dịch rửa giải thu vào bình nón 500 ml có chứa 50 ml *dung dịch phenyl sắt amoni sulfat 15 %* trong hỗn hợp *acid sulfuric - nước* (1 : 3). Rửa phần cuối cột với *nước cất*. Thêm 0,1 ml *dung dịch ferroin sulfat (TT)*, chuẩn độ ngay lập tức bằng *dung dịch amoni ceri nitrat 0,1 M (CD)* đến khi dung dịch xuất hiện màu xanh lá (n₂ ml).

Hàm lượng phần trăm TiO₂ được tính bằng công thức:

$$3,99 (n_2 - n_1)/m$$

Trong đó, m là khối lượng (g) chế phẩm dùng để pha dung dịch S₂.

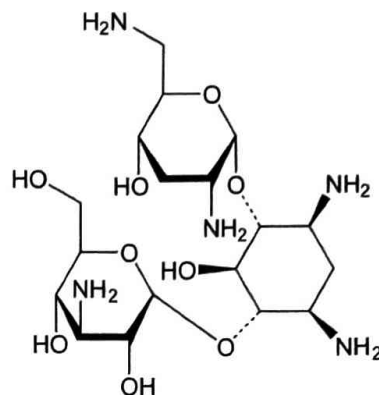
Bảo quản

Bao bì kín.

Loại thuốc

Chất bảo vệ, tá dược.

TOBRAMYCIN



C₁₈H₃₇N₅O₉

P.t.l: 467,5

Tobramycin là 4-O-(3-amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl)-2-deoxy-6-O-(2,6-diamino-2,3,6-trideoxy-α-D-ribohexopyranosyl)-L-streptamin, được điều chế từ *Streptomyces tenebrarius* hoặc bằng các phương pháp khác, phải chứa không ít hơn 900 μg C₁₈H₃₇N₅O₉ trong 1 mg, tính theo chế phẩm khan.

Tính chất

Bột trắng hoặc gần như trắng. Dễ tan trong nước, rất khó tan trong ethanol 96 %.

Định tính

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi triển khai: Methanol - amoniac - cloroform (60 : 30 : 25).

Dung dịch thử: Hòa tan 30 mg chế phẩm trong nước và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 30 mg tobramycin chuẩn trong nước và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hỗn hợp đồng thể tích của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu (1).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt 3 μl mỗi dung dịch lên bản mỏng. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 3/4 chiều dài bản mỏng. Lấy bản mỏng ra, để dung môi bay hơi và sấy bản mỏng ở 105 °C trong 15 min. Ngay lập tức phun dung dịch *ninhydrin (TT)* 1 % trong hỗn hợp dung môi 1-butanol - pyridin (100 : 1). Vết tobramycin có màu hồng. Vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải tương ứng về vị trí so với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1). Dung dịch đối chiếu (2) chỉ cho một vết duy nhất có vị trí tương ứng với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1).

B. Trong mục Định lượng, pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải có thời gian lưu tương ứng với thời gian lưu của pic tobramycin trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn.

pH

Từ 9,0 đến 11,0 (Phụ lục 6.2).

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong 10 ml *nước không có carbon dioxide (TT)* để đo.