

Bò qua những pic có diện tích nhỏ hơn hoặc bằng 0,5 lần diện tích pic chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) (0,05 %).

Ghi chú:

Tạp chất A: 6-methyl-1,3-dihydrofuro[3,4-c]pyridin-7-ol.

Tạp chất B: 5-(hydroxymethyl)-2,4-dimethylpyridin-3-ol.

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 chỉ mẫu 1 phần triệu Pb (TT) để chuẩn bị mẫu đối chiếu.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g; 105 °C).

Tro sulfat

Không được quá 0,1 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Định lượng

Để tránh nhiệt độ cao quá trong môi trường phản ứng, khi chuẩn độ phải luôn khuấy đều và dừng ngay khi đạt điểm kết thúc.

Hòa tan 0,150 g chế phẩm trong 5 ml acid formic khan (TT), thêm 50 ml anhydrid acetic (TT). Chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric 0,1 N (CD).

Xác định điểm tương đương bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2). Song song tiến hành mẫu trắng trong cùng điều kiện.

1 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CD) tương đương với 20,56 mg $C_8H_{11}NO_3.HCl$.

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Vitamin nhóm B.

Chế phẩm

Viên nén, nang, thuốc tiêm.

THUỐC TIÊM PYRIDOXIN HYDROCLORID

Thuốc tiêm vitamin B₆

Là dung dịch vô khuẩn của pyridoxin hydroclorid trong nước để pha thuốc tiêm.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Thuốc tiêm, thuốc tiêm truyền, thuốc cấy” (Phụ lục 1.19) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng pyridoxin hydroclorid, $C_8H_{11}NO_3.HCl$, từ 95,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Tính chất

Dung dịch trong, không màu.

Định tính

Dung dịch A: Lấy một thể tích chế phẩm tương ứng với khoảng 100 mg pyridoxin hydroclorid, pha loãng với nước thành 100 ml.

A. Trong phần Định lượng, phổ hấp thụ từ ngoại (Phụ lục 4.1) của dung dịch thử phải có hấp thụ cực đại ở khoảng 290 nm.

B. Pha loãng 1 ml dung dịch A với nước thành 10 ml. Lấy 1 ml dung dịch thu được, thêm 2 ml dung dịch natri acetat 20 % (TT), 1 ml nước và 1 ml dung dịch 2,6-dicloroquinon clorimid 0,5 % trong ethanol, lắc đều. Xuất hiện màu xanh lam, phai nhanh và chuyển sang đỏ. Lặp lại phép thử trên, thay 1 ml nước bằng 1 ml dung dịch acid boric 4 %, không có màu xanh xuất hiện.

C. Lấy 1 ml dung dịch A, thêm 2 giọt dung dịch sắt (III) clorid 5 % (TT), xuất hiện màu đỏ. Thêm từng giọt dung dịch acid sulfuric 10 % (TT), màu đỏ phai dần.

pH

Từ 2,5 đến 4,0 (Phụ lục 6.2).

Nội độc tố vi khuẩn

Không được quá 0,4 EU/mg pyridoxin hydroclorid (Phụ lục 13.2).

Định lượng

Lấy chính xác một thể tích chế phẩm tương ứng với khoảng 0,1 g pyridoxin hydroclorid, pha loãng với dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT) thành 500,0 ml, lắc đều. Lấy 5,0 ml dung dịch, pha loãng với dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT) thành 100,0 ml, lắc đều. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được ở bước sóng cực đại khoảng 290 nm, trong cốc đo dày 1 cm, so với mẫu trắng là dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT). Tính hàm lượng pyridoxin hydroclorid, $C_8H_{11}NO_3.HCl$, trong thuốc tiêm theo A (1 %, 1 cm). Lấy 430 là giá trị A (1 %, 1 cm) ở bước sóng 290 nm.

Bảo quản

Tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Vitamin nhóm B.

Hàm lượng thường dùng

2,5 %; 5,0 % và 10,0 %.

VIÊN NÉN PYRIDOXIN HYDROCLORID

Viên nén vitamin B₆

Là viên nén chứa pyridoxin hydroclorid.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Thuốc viên nén” (Phụ lục 1.20) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng pyridoxin hydroclorid, $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

Dung dịch A: Cân một lượng bột viên tương ứng với khoảng 50 mg pyridoxin hydroclorid, thêm 50 ml nước (TT), lắc kỹ, lọc.

A. Trong phần Định lượng, phổ hấp thụ từ ngoại (Phụ lục 4.1) của dung dịch thử phải có hấp thụ cực đại ở khoảng 290 nm.

B. Pha loãng 1 ml dung dịch A với nước thành 10 ml. Lấy 1 ml dung dịch thu được, thêm 2 ml dung dịch natri acetat 20 % (TT), 1 ml nước và 1 ml dung dịch 2,6-dicloroquinon clorimid 0,5 % trong ethanol, lắc đều. Xuất hiện màu xanh lam, phai nhanh và chuyển sang đỏ. Lặp lại phép thử trên, thay 1 ml nước bằng 1 ml dung dịch acid boric 4 %, không có màu xanh xuất hiện.

C. Lấy 1 ml dung dịch A, thêm 2 giọt dung dịch sắt (III) clorid 5 % (TT), xuất hiện màu đỏ. Thêm từng giọt dung dịch acid sulfuric 10 % (TT), màu đỏ phai dần.

Định lượng

Cân 20 viên, nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương ứng với khoảng 25 mg pyridoxin hydroclorid, thêm 50 ml dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT), đun cách thủy 15 min, thỉnh thoảng lắc. Để nguội, pha loãng với dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT) thành 100,0 ml, lắc đều. Lọc, loại bỏ dịch lọc đầu. Lấy 5,0 ml dịch lọc, pha loãng với dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT) thành 100,0 ml, lắc đều.

Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được ở bước sóng cực đại khoảng 290 nm, trong cốc đo dày 1 cm, so với mẫu trắng là dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT).

Tính hàm lượng pyridoxin hydroclorid, $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$, trong viên theo A (1 %, 1 cm). Lấy 430 là giá trị A (1 %, 1 cm) ở bước sóng 290 nm.

Bảo quản

Nơi khô mát, tránh ánh sáng.

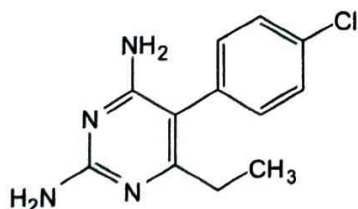
Loại thuốc

Vitamin nhóm B.

Hàm lượng thường dùng

25 mg; 50 mg.

PYRIMETHAMIN



$C_{12}H_{13}ClN_4$

P.t.l: 248,7

Pyrimethamin là 5-(4-clorophenyl)-6-ethylpyrimidin-2,4-diamin, phải chứa từ 99,0 % đến 101,0 % $C_{12}H_{13}ClN_4$, tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột kết tinh màu gần như trắng hoặc tinh thể không màu. Thực tế không tan trong nước, khó tan trong ethanol 96 %.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A.

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 pyrimethamin chuẩn.

B. Nhiệt độ nóng chảy: 239 °C đến 243 °C (Phụ lục 6.7).

C. Hòa tan 0,14 g chế phẩm trong ethanol (TT) và pha loãng thành 100,0 ml với cùng dung môi. Pha loãng 10,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT). Tiếp tục pha loãng 10,0 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT). Phổ hấp thụ ánh sáng (Phụ lục 4.1) của dung dịch trong khoảng từ bước sóng 250 nm đến 300 nm có một cực đại tại 272 nm và một cực tiểu tại 261 nm. Độ hấp thụ riêng tại cực đại có giá trị từ 310 đến 330.

D. Trong phần Tạp chất liên quan, vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) phải tương ứng với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1) về vị trí và kích thước.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch được chuẩn bị ngay trước khi dùng.

Hòa tan 0,25 g chế phẩm trong hỗn hợp methanol - methylen clorid (1 : 3) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi. Dung dịch thu được phải trong (Phụ lục 9.2) và có màu không đậm hơn dung dịch màu mẫu VN₆ (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

Giới hạn acid - kiềm

Dung dịch S: Lắc 1,0 g chế phẩm với 50 ml nước trong 2 min, lọc.

Lấy 10 ml dung dịch S, thêm 0,05 ml dung dịch phenolphthalein (TT). Dung dịch không màu. Không quá 0,2 ml dung dịch natri hydroxyd 0,01 N (CĐ) cần thêm vào để làm chuyển màu chỉ thị sang màu hồng. Thêm 0,4 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N (CĐ) và 0,05 ml dung dịch đỏ methyl (TT) làm chỉ thị. Dung dịch phải có màu đỏ hoặc màu da cam.

Tạp chất liên quan

Không được quá 0,25 %.

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

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Cloroform - propanol - acid acetic băng - toluen (4 : 8 : 12 : 76).