

kỳ vết nào, trừ vết chính, trên sắc ký đồ của dung dịch thử (1) không được đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) (1,0 %) và không quá 2 vết như vậy đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (3) (0,2 %).

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 1,5 % (Phụ lục 9.6).
(1,000 g; 100 °C đến 105 °C).

Tro sulfat

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

Định lượng

Hòa tan 0,100 g chế phẩm trong 50 ml *dung dịch acid hydrochloric loãng (TT)*, thêm 3,0 g *kali bromid (TT)*, làm lạnh trong nước đá và chuẩn độ chậm bằng *dung dịch natri nitrit 0,1 M (CD)*. Xác định điểm kết thúc bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2).

1 ml *dung dịch natri nitrit 0,1 M (CD)* tương đương với 12,42 mg $C_{12}H_{12}N_2O_2S$.

Bảo quản

Tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Thuốc điều trị phong.

Chế phẩm

Viên nén.

VIÊN NÉN DAPSON

Là viên nén chứa dapson.

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 dapson, $C_{12}H_{12}N_2O_2S$, từ 92,5 % đến 107,5 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

A. Lắc kỹ một lượng bột viên chứa khoảng 50 mg dapson với 50 ml *methanol (TT)* và lọc. Pha loãng 1,0 ml dịch lọc thành 200 ml với *methanol (TT)*, lắc đều. Phổ tử ngoại (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được, trong khoảng từ 230 nm đến 350 nm, có các hấp thụ cực đại ở khoảng 261 nm và 296 nm.

B. Trong mục Tạp chất liên quan, vết chính trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử (2) phải tương đương về vị trí, kích thước và màu sắc với vết chính trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu (3).

Độ hòa tan (Phụ lục 11.4)

Thiết bị: Kiểu giò quay.

Môi trường hòa tan: 1000 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,25 M (TT)*.

Tốc độ quay: 100 r/min.

Thời gian: 60 min.

Cách tiến hành:

Dung dịch chuẩn: Pha dung dịch dapson chuẩn trong môi trường hòa tan có nồng độ chính xác khoảng 0,05 mg/ml. Lấy 2,0 ml dung dịch thu được vào bình định mức 25 ml, thêm 5 ml *dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT)*, pha loãng với nước vừa đủ đến vạch, lắc đều.

Dung dịch thử: Lấy một phần môi trường đã hòa tan mẫu thử và lọc, loại bỏ dịch lọc đầu. Lấy một thể tích chính xác dịch lọc chứa khoảng 0,1 mg dapson vào bình định mức 25 ml, thêm 5 ml *dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT)*, pha loãng với nước vừa đủ đến vạch, lắc đều.

Đo độ hấp thụ của các dung dịch ở bước sóng hấp thụ cực đại ở khoảng 290 nm (Phụ lục 4.1) trong cốc đo dày 1 cm, mẫu trắng là môi trường hòa tan. Tính lượng dapson, $C_{12}H_{12}N_2O_2S$, đã hòa tan trong mỗi viên, dựa vào độ hấp thụ đo được của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng $C_{12}H_{12}N_2O_2S$ của dapson chuẩn.

Yêu cầu: Không ít hơn 75 % (Q) lượng dapson, $C_{12}H_{12}N_2O_2S$, so với lượng ghi trên nhãn được hòa tan trong 60 min.

Tạp chất liên quan

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

Bản mỏng: *Silica gel G*.

Hệ dung môi khai triển: *n-Heptan - ethyl acetat - methanol - amoniac 13,5 M (20 : 20 : 6 : 1)*.

Dung dịch thử (1): Cân một lượng bột viên tương ứng với 100 mg dapson, thêm 10 ml *methanol (TT)*, lắc kỹ trong 10 min, lọc.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 1,0 ml dung dịch thử (1) thành 10,0 ml với *methanol (TT)*, lắc đều.

Dung dịch đối chiếu (1): Pha loãng 1,0 ml dung dịch thử (2) thành 10,0 ml với *methanol (TT)*, lắc đều.

Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 1,0 ml dung dịch đối chiếu (1) thành 5,0 ml với *methanol (TT)*, lắc đều.

Dung dịch đối chiếu (3): Dung dịch dapson chuẩn 0,1 % trong *methanol (TT)*.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl dung dịch thử (1), dung dịch đối chiếu (1) và dung dịch đối chiếu (2), 1 µl dung dịch thử (2) và dung dịch đối chiếu (3). Triển khai sắc ký trong bình không bão hòa dung môi đến khi dung môi đi được 15 cm. Lấy bản mỏng ra, để khô ngoài không khí. Phun *dung dịch 4-dimethylaminocinnamaldehyd 0,1 %* trong *dung dịch acid hydrochloric 1 % (tt/tt)* trong *ethanol 96 %* và kiểm tra dưới ánh sáng ban ngày.

Trên sắc ký đồ thu được của dung dịch thử (1), bất kỳ vết phụ nào không được đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu (1) (1,0 %) và có không quá hai vết phụ đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch đối chiếu (2) (0,2 %).

Định lượng

Cân 20 viên, nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương ứng với khoảng 0,25 g dapson, thêm

30 ml dung dịch acid hydrocloric 1 M (TT), lắc kỹ để hòa tan, thêm 3 g kali bromid (TT), làm lạnh trong nước đá và chuẩn độ chậm với dung dịch natri nitrit 0,1 M (CD), lắc liên tục trong quá trình định lượng. Xác định điểm kết thúc bằng phương pháp đo điện (Phụ lục 10.1 hoặc 10.2).

1 ml dung dịch natri nitrit 0,1 M (CD) tương ứng với 12,42 mg $C_{12}H_{12}N_2O_2S$.

Bảo quản

Nơi khô mát, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Thuốc điều trị bệnh phong.

Hàm lượng thường dùng

50 mg; 100 mg.

DẦU PARAFIN

Là một hỗn hợp các hydrocarbon lỏng bão hòa lấy từ dầu mỏ, đã được tinh chế.

Tính chất

Chất lỏng trơn nhờn, trong suốt, không màu, không phát quang dưới ánh sáng ban ngày.

Thực tế không tan trong nước, hơi tan trong ethanol 96 %, hòa trộn được với các hydrocarbon.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm 1: A, C.

Nhóm 2: B, C.

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại đối chiếu của parafin lỏng.

B. Lấy 1 ml chế phẩm, thêm 1 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 M (TT), đun sôi cẩn thận trong 30 s, vừa đun vừa lắc đều. Để nguội ở nhiệt độ phòng và để 2 lớp tách hoàn toàn. Thêm vào lớp nước 0,1 ml dung dịch phenolphthalein (TT), dung dịch có màu đỏ.

C. Chế phẩm phải đáp ứng yêu cầu phép thử Độ nhớt.

Giới hạn acid - kiềm

Thêm 20 ml nước sôi vào 10 ml chế phẩm và lắc mạnh trong 1 min. Gạn lấy lớp nước và lọc. Thêm vào 10 ml dịch lọc 0,1 ml dung dịch phenolphthalein (TT), dung dịch không màu. Màu của chỉ thị phải chuyển sang hồng khi thêm không quá 0,1 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CD).

Tỷ trọng tương đối

Từ 0,827 đến 0,890 (Phụ lục 6.5).

Độ nhớt

Từ 110 mPa·s đến 230 mPa·s (Phụ lục 6.3).

Hydrocarbon thơm đa vòng

Sử dụng các thuốc thử dùng cho quang phổ tử ngoại.

Lấy 25,0 ml chế phẩm vào bình gạn dung tích 125 ml (không bôi trơn cổ và nút mài). Thêm 25 ml hexan (TT) đã được lắc trước 2 lần với dimethyl sulfoxid (TT), theo tỷ lệ dimethyl sulfoxid - hexan (1 : 5). Trộn đều và thêm 5,0 ml dimethyl sulfoxid (TT). Lắc mạnh trong 1 min và để yên đến khi hỗn hợp tách thành 2 lớp. Gạn lớp dưới sang một bình gạn khác, thêm 2 ml hexan (TT) và lắc mạnh hỗn hợp. Để yên đến khi hỗn hợp tách thành 2 lớp trong. Tách lớp dưới và đo phổ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được trong khoảng bước sóng từ 260 nm đến 420 nm, mẫu trắng được chuẩn bị bằng cách lắc mạnh 5,0 ml dimethyl sulfoxid (TT) với 25 ml hexan (TT) trong 1 min, lấy lớp trong ở dưới. Dung dịch đối chiếu là dung dịch naphthalen (TT) nồng độ 7 mg/l trong trimethylpentan (TT). Đo độ hấp thụ của dung dịch đối chiếu ở bước sóng 275 nm, dùng trimethylpentan (TT) là mẫu trắng. Độ hấp thụ ánh sáng của dung dịch thử trong khoảng bước sóng từ 260 nm đến 420 nm không được có giá trị nào lớn hơn 1/3 giá trị độ hấp thụ đo được của dung dịch đối chiếu ở bước sóng 275 nm.

Chất dễ carbon hóa

Lấy một ống nghiệm nút mài dài 125 mm, đường kính trong 18 mm, chia vạch 5 ml và 10 ml. Tráng rửa lần lượt bằng nước nóng (không dưới 60 °C), aceton (TT), heptan (TT) và cuối cùng bằng aceton (TT). Sấy khô ở 100 °C đến 110 °C, để nguội trong bình hút ẩm. Lấy 5 ml chế phẩm vào ống nghiệm, thêm 5 ml acid sulfuric không có nitrogen (TT₁), đóng nút mài và lắc mạnh hết mức có thể trong 5 s theo chiều dọc của ống. Nới lỏng nút và ngay lập tức đun cách thủy trong 10 min, tránh để ống tiếp xúc với đáy và thành của nồi cách thủy. Cứ sau 2 min, 4 min, 6 min, 8 min lại lấy ống ra và lắc mạnh hết mức có thể trong 5 s theo chiều dọc của ống. Sau 10 min, lấy ống ra và để yên 10 min. Ly tâm với tốc độ 2000 r/min trong 5 min. Lớp dưới có màu không được đậm hơn màu của dung dịch đối chiếu là hỗn hợp gồm 0,5 ml dung dịch gốc màu xanh, 1,5 ml dung dịch gốc màu đỏ, 3,0 ml dung dịch gốc màu vàng và 2 ml dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT) (Phụ lục 9.3).

Parafin rắn

Làm khô một lượng thích hợp chế phẩm ở 100 °C trong 2 h và để nguội trong bình hút ẩm có chứa acid sulfuric (TT). Chuyển chế phẩm sang một ống thủy tinh có đường kính trong khoảng 25 mm, đẩy nút ống lại và nhúng ống vào nước đá. Sau 4 h, chất lỏng trong ống phải đủ trong để dễ dàng quan sát được một vạch đen có chiều rộng 0,5 mm, trên nền trắng đặt thẳng đứng ở phía sau ống nghiệm.

Bảo quản

Tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Nhuận tràng.

Chế phẩm

Nhũ dịch uống.