

lớn hơn diện tích pic chính của dung dịch đối chiếu (3) (2 %) và diện tích của bất kỳ pic nào, ngoài pic chính và pic đồng phân đối quang (R), không được lớn hơn 0,25 lần diện tích pic chính của dung dịch đối chiếu (3) (0,5 %).

Kim loại nặng

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

Lấy 1,0 g chế phẩm, tiến hành thử theo phương pháp 3. Dùng 2 ml *dung dịch chì mẫu 10 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; 65 °C; 4 h).

Tro sulfat

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

Định lượng

Hòa tan 0,150 g chế phẩm trong 25 ml *acid acetic khan (TT)*. Chuẩn độ bằng *dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ)*. Xác định điểm kết thúc bằng phương pháp chuẩn độ đo điện thế (Phụ lục 10.2).

1 ml *dung dịch acid perchloric 0,1 N (CĐ)* tương đương với 19,54 mg $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$.

Bảo quản

Trong bao bì kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Thuốc kháng histamin.

VIÊN NÉN DEXCLORPHENIRAMIN

Là viên nén chứa dexchlorpheniramin maleat.

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 dexchlorpheniramin maleat,

$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

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

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Dung dịch acid acetic 1 M - methanol - ethyl acetat (20 : 30 : 50).

Dung dịch thử: Lắc kỹ một lượng bột viên tương đương khoảng 5 mg dexchlorpheniramin maleat với *cloroform (TT)*, lọc, bay hơi dịch lọc đến cạn. Hòa tan cần trong 1 ml *cloroform (TT)*.

Dung dịch đối chiếu: Dung dịch dexchlorpheniramin maleat chuẩn 0,5 % trong *cloroform (TT)*.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 2 µl mỗi dung dịch trên. Sau khi triển khai, lấy bản mỏng ra, để khô

ngoài không khí và quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Hai vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải tương ứng về vị trí và màu sắc với hai vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu. Sau đó, phun *dung dịch kali iodobismuthat (TT)* lên bản sắc ký. Vết chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải tương ứng về vị trí và màu sắc với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu.

B. Lắc kỹ một lượng bột viên tương đương khoảng 150 mg dexchlorpheniramin maleat với 100 ml *dung dịch acid acetic 1 M (TT)* trong 10 min, lọc qua phễu lọc thủy tinh, chỉnh pH của dịch lọc đến pH 11 bằng *dung dịch natri hydroxyd 10 % (TT)*, chiết dung dịch này 6 lần, mỗi lần 100 ml *hexan (TT)*. Tập trung các dịch chiết hexan và bốc hơi trên cách thủy đến cạn. Chuyển hết lượng cần vào một ống nghiệm thủy tinh có vạch, hòa tan cần trong *dimethylformamid (TT)* đến vừa đủ 15 ml, lắc đều, ly tâm nếu cần. Góc quay cực (Phụ lục 6.4) của dung dịch này, trong ống đo 100 mm, phải từ +0,24° đến +0,35°, dùng *dimethylformamid (TT)* làm mẫu trắng (phân biệt với clorpheniramin maleat).

Tạp chất liên quan

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

Bản mỏng: Silica gel GF₂₅₄.

Dung môi khai triển: Diethylamin - cloroform - cyclohexan (10 : 40 : 50)

Dung dịch thử: Lắc kỹ một lượng bột viên tương đương khoảng 50 mg dexchlorpheniramin maleat với *cloroform (TT)*, lọc, bay hơi dịch lọc đến cạn. Hòa tan cần trong 1 ml *cloroform (TT)*.

Dung dịch đối chiếu: Pha loãng 1 thể tích dung dịch thử với *cloroform (TT)* thành 500 thể tích.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 12 cm. Lấy bản mỏng ra, để khô ngoài không khí và quan sát dưới ánh sáng tử ngoại ở bước sóng 254 nm. Bất kỳ vết phụ nào trên sắc ký đồ của dung dịch thử không được đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (0,2 %). Loại bỏ các vết tại điểm xuất phát.

Định lượng

Phương pháp quang phổ hấp thụ tử ngoại (Phụ lục 4.1).

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác khoảng 40 mg dexchlorpheniramin maleat chuẩn vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm *nước* vừa đủ đến vạch, lắc kỹ. Lấy chính xác 10,0 ml dung dịch này cho vào bình gạn, điều chỉnh đến pH 11 bằng *dung dịch natri hydroxyd 1 M (TT)*, để nguội đến nhiệt độ phòng. Chiết 2 lần, mỗi lần với 50 ml *hexan (TT)* và lắc kỹ trong 2 min. Tập trung dịch chiết hexan vào bình gạn thứ 2. Chiết dịch chiết hexan 2 lần, mỗi lần với 40 ml *dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT)*. Tập trung dịch chiết acid vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm *dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT)* đến vạch, lắc kỹ. Lọc, bỏ 10 ml dịch lọc đầu, dịch lọc thu được là dung dịch chuẩn (40 µg/ml).

Dung dịch thử: Cân 20 viên, tính khối lượng trung bình viên và nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương đương khoảng 8 mg dexchlorpheniramin maleat vào bình gạn 250 ml có chứa sẵn 50 ml nước, lắc kỹ trong 10 min, điều chỉnh đến pH 11 bằng dung dịch natri hydroxyd 10 % (TT), để nguội đến nhiệt độ phòng. Chiết hỗn hợp trên 2 lần, mỗi lần với 75 ml hexan (TT). Tập trung dịch chiết hexan vào bình gạn thứ 2. Chiết dịch chiết hexan 3 lần, mỗi lần với 50 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT). Tập trung dịch chiết acid vào bình định mức 200 ml, thêm dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT) đến vạch, lắc kỹ. Lọc, bỏ 10 ml dịch lọc đầu, dịch lọc là dung dịch thử (40 µg/ml).

Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch chuẩn và dung dịch thử ở bước sóng cực đại khoảng 264 nm, dùng mẫu trắng là dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT).

Tính hàm lượng của dexchlorpheniramin maleat, $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$, có trong chế phẩm dựa vào độ hấp thụ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ trong dexchlorpheniramin maleat chuẩn.

Bảo quản

Tránh ánh sáng.

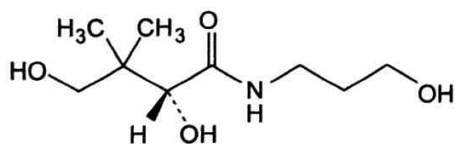
Loại thuốc

Thuốc kháng histamin.

Hàm lượng thường dùng

2 mg.

DEXPANTHENOL



$C_9H_{19}NO_4$

P.t.l: 205,3

Dexpanthenol là (2R)-2,4-dihydroxy-N-(3-hydroxypropyl)-3,3-dimethylbutanamid, phải chứa từ 98,0 % đến 101,0 % $C_9H_{19}NO_4$, tính theo chế phẩm đã làm khan.

Tính chất

Chất lỏng nhớt, không màu hoặc màu hơi vàng, dễ hút ẩm, hay bột kết tinh trắng hoặc gần như trắng. Rất tan trong nước, dễ tan trong ethanol 96 %.

Định tính

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: B, C, D.

Nhóm II: A, B.

A. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của dexpanthenol chuẩn. Kiểm tra các chất sử dụng viên nén dẹt, được chuẩn

bị bằng cách nhỏ từng giọt 0,5 ml dung dịch 0,5 % của mẫu thử và mẫu chuẩn trong ethanol (TT) lên viên nén dẹt kali bromid (TT), sấy khô ở 100 °C đến 105 °C trong 15 min.

B. Chế phẩm phải đáp ứng yêu cầu của phép thử Góc quay cực riêng.

C. Trong phần 3-Aminopropanol, vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) phải giống về vị trí, màu sắc và kích thước so với vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1).

D. Thêm 1 ml dung dịch natri hydroxyd loãng (TT) và 0,1 ml dung dịch đồng sulfat 12,5 % (TT) vào 1 ml dung dịch S, xuất hiện màu xanh da trời.

Độ trong và màu sắc của dung dịch

Dung dịch S: Hòa tan 2,500 g chế phẩm trong nước không có carbon dioxyd (TT) và pha loãng thành 50,0 ml với cùng dung môi.

Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2) và không được có màu đậm hơn màu mẫu N_6 (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

pH

pH của dung dịch S không được lớn hơn 10,5 (Phụ lục 6.2).

Góc quay cực riêng

Từ +29,0° đến +32,0°, tính theo chế phẩm đã làm khô (Phụ lục 6.4).

Dùng dung dịch S để đo.

3-Aminopropanol

Không được quá 0,5 %.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Amoniac đậm đặc - methanol - butanol (20 : 25 : 55).

Dung dịch thử (1): Hòa tan 0,25 g chế phẩm trong ethanol (TT) và pha loãng thành 5 ml với cùng dung môi.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 1 ml dung dịch thử (1) thành 10 ml bằng ethanol (TT).

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 50 mg dexpanthenol chuẩn trong ethanol (TT) và pha loãng thành 10 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 25 mg 3-aminopropanol (TT) trong ethanol (TT) và pha loãng thành 100 ml với cùng dung môi.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 10 µl mỗi dung dịch trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được 15 cm. Để khô bản mỏng ngoài không khí, phun dung dịch acid trichloroacetic 10 % trong methanol (TT). Sấy bản mỏng ở 150 °C trong 10 min. Sau đó phun tiếp dung dịch ninhydrin 0,1 % trong methanol và sấy ở 120 °C đến khi xuất hiện màu. Bất kỳ vết nào tương ứng với 3-aminopropanol trong sắc ký đồ của dung dịch thử (1) không được đậm màu hơn vết trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2).