

DƯỢC ĐIỂN VIỆT NAM VI

VIÊN NÉN EPHEDRIN HYDROCLORID

Tính hàm lượng ephedrin hydroclorid, $C_{10}H_{15}NO.HCl$, có trong chế phẩm dựa vào diện tích pic trên sắc ký đồ thu được từ dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{10}H_{15}NO.HCl$ trong ephedrin hydroclorid chuẩn.

Bảo quản

Tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Thuốc giống thần kinh giao cảm.

Hàm lượng thường dùng

1 %.

VIÊN NÉN EPHEDRIN HYDROCLORID

Là viên nén chứa ephedrin 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 ephedrin hydroclorid, $C_{10}H_{15}NO.HCl$, từ 92,5% đến 107,5% so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

A. Lắc 1 lượng bột viên có chứa 0,1 g ephedrin hydroclorid với 20 ml dung dịch acid hydrocloric 0,1 M (TT), lọc, rửa dịch lọc 2 lần, mỗi lần với 20 ml cloroform (TT) và bỏ lớp cloroform. Kiểm hóa lớp nước với dung dịch amoniac 5 M (TT) và chiết 2 lần, mỗi lần với 30 ml hỗn hợp 3 thể tích cloroform (TT) và 1 thể tích ethanol (TT). Làm khan hỗn hợp dịch chiết với natri sulfat khan (TT). Lọc và làm bay hơi dịch lọc tới khi còn một thể tích nhỏ ở áp suất 2 kPa. Sử dụng 0,3 g kali bromid (TT) để chuẩn bị đĩa, thấm dịch cloroform thu được lên bề mặt của đĩa và làm nóng ở 50 °C trong 2 min. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại đối chiếu của ephedrin.

B. Trong mục thử Tạp chất liên quan, vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) phải phù hợp với vết chính của dung dịch đối chiếu (2) về vị trí, màu sắc và kích thước.

C. Nghiền một lượng bột viên có chứa 0,4 g ephedrin hydroclorid với 2 lần, mỗi lần 10 ml cloroform (TT) và bỏ lớp cloroform. Ngâm cặn còn lại với 30 ml ethanol 96 % (TT) nóng trong 20 min, lọc, làm bay hơi dịch lọc tới khô trên nồi cách thủy và sấy khô cặn ở 80 °C. Hòa tan khoảng 10 mg cặn trong 1 ml nước và thêm 0,1 ml dung dịch đồng sulfat 10 % (TT), sau đó thêm 1 ml natri hydroxyd 5 M (TT), màu tím được tạo thành. Thêm 1 ml ether (TT) và lắc, lớp ether có màu tím đỏ và lớp nước có màu xanh.

Tạp chất liên quan

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Propan-2-ol - amoniac đậm đặc - cloroform (80 : 15 : 5).

Dung dịch thử (1): Chiết một lượng bột viên có chứa 0,1 g ephedrin hydroclorid với 5 ml methanol (TT) và lọc.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 1 thể tích dung dịch thử (1) tới 10 thể tích với methanol (TT).

Dung dịch đối chiếu (1): Pha loãng 1 thể tích dung dịch thử (1) tới 200 thể tích với methanol (TT).

Dung dịch đối chiếu (2): Ephedrin hydroclorid chuẩn 0,2 % trong methanol (TT).

Cách tiến hành:

Chấm 10 µl mỗi dung dịch trên lên bản mỏng. Sau khi triển khai sắc ký, để khô bản mỏng trong không khí rồi phun dung dịch ninhydrin 0,2 % (TT), sau đó làm nóng ở 110 °C trong 5 min. Bất kỳ vết phụ nào của dung dịch thử (1) cũng không được đậm hơn vết chính của dung dịch đối chiếu (1), không kể các vết có màu sáng hơn màu nền của bản mỏng.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Dung dịch diethyl natri sulfosuccinat 0,005 M trong hỗn hợp gồm 65 thể tích methanol (TT), 35 thể tích nước và 1 thể tích acid acetic băng (TT).

Dung dịch chuẩn: Dung dịch ephedrin hydroclorid chuẩn 0,1 % trong methanol 60 %.

Dung dịch thử: Cân 20 viên, tính khối lượng trung bình, nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương ứng với khoảng 50 mg ephedrin hydroclorid, lắc với 30 ml methanol (TT) trong 10 phút. Lọc qua giấy lọc sợi thủy tinh (Whatman GF/C là phù hợp) vào một bình định mức 50 ml, rửa giấy lọc bằng nước, chuyển nước rửa vào trong bình định mức và thêm nước tới định mức, trộn đều.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (20 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (10 µm) (Nucleosil C18 là phù hợp).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 263 nm.

Tốc độ dòng: 2 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 µl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký lần lượt với dung dịch chuẩn và dung dịch thử.

Tính hàm lượng ephedrin hydroclorid, $C_{10}H_{15}NO.HCl$, trong chế phẩm dựa vào diện tích pic thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng $C_{10}H_{15}NO.HCl$ trong ephedrin hydroclorid chuẩn.

Bảo quản

Đựng trong lọ nút kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Thuốc giống thần kinh giao cảm.

Hàm lượng thường dùng

10 mg.