

Dung dịch chuẩn: Chuẩn bị dung dịch của erythromycin stearat chuẩn trong môi trường hòa tan có nồng độ tương đương với dung dịch mẫu thử. Lấy chính xác 5,0 ml dung dịch thu được và tiến hành như với dung dịch thử.

Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của các dung dịch thử và dung dịch chuẩn thu được ở bước sóng 485 nm, cốc đo dày 1 cm, mẫu trắng là 5 ml môi trường hòa tan được tiến hành tương tự như dung dịch thử.

Yêu cầu: Không ít hơn 70 % (Q) lượng erythromycin, $C_{37}H_{67}NO_{13}$, so với lượng ghi trên nhãn được hòa tan trong 45 min.

Định lượng

Cân 20 nang, tính khối lượng trung bình bột thuốc trong nang và nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột thuốc tương ứng với 25 mg erythromycin vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm 50 ml methanol (TT), lắc kỹ và thêm methanol (TT) vừa đủ đến vạch. Tiến hành định lượng theo chuyên luận “Xác định hoạt lực thuốc kháng sinh bằng phương pháp thử vi sinh vật” (Phụ lục 13.9).

Tính hàm lượng của erythromycin, $C_{37}H_{67}NO_{13}$, trong nang. 1000 IU tương ứng với 1 mg $C_{37}H_{67}NO_{13}$.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín. Để nơi khô mát, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Kháng sinh.

Hàm lượng thường dùng

250 mg; 500 mg.

VIÊN NÉN ERYTHROMYCIN STEARAT

Là viên nén hoặc viên bao chứa erythromycin stearat.

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

Hàm lượng erythromycin, $C_{37}H_{67}NO_{13}$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

Lấy 10 viên (loại bỏ vỏ bao, nếu có) và nghiền thành bột mịn.

A. Cân một lượng bột viên tương ứng với khoảng 0,1 g erythromycin stearat, thêm 10 ml nước, lắc mạnh, gạn bỏ lớp nước, lấy cặn thêm 10 ml methanol (TT), lắc và lọc, bay hơi dịch lọc đến khô. Sấy cặn thu được ở áp suất không quá 0,7 kPa. Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của cặn phải phù hợp với phổ hồng ngoại đối chiếu của erythromycin stearat hay với phổ của erythromycin stearat chuẩn.

B. Lấy một lượng bột viên có chứa khoảng 3 mg erythromycin, thêm 2 ml acetone (TT), lắc kỹ và thêm 2 ml acid hydrochloric (TT). Xuất hiện màu vàng cam, sau chuyển sang đỏ, rồi sang màu đỏ tím đậm. Thêm 2 ml chloroform (TT) và lắc kỹ, để yên cho tách lớp, lớp chloroform có màu tím.

C. Lấy một lượng bột viên có chứa khoảng 50 mg erythromycin, thêm 10 ml chloroform (TT), lắc kỹ và lọc. Bay hơi dịch lọc đến khô. Đun nóng nhẹ 0,1 g cặn thu được với 5 ml dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT) và 10 ml nước cho đến sôi. Có những hạt nhỏ dạng dầu nổi lên bề mặt. Để nguội, hớt lớp váng dầu cho vào ống nghiệm, thêm 3 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 M (TT), đun nóng, rồi làm nguội, dung dịch chuyển sang dạng gel. Thêm 10 ml nước nóng và lắc, dung dịch có bột. Lấy 1 ml dung dịch thu được, thêm dung dịch calci clorid 10 % (TT), xuất hiện tủa dạng hạt không tan trong acid hydrochloric (TT).

Độ hòa tan (Phụ lục 11.4)

Thiết bị: Kiểu cánh khuấy.

Môi trường hòa tan: 900 ml dung dịch natri acetat 2,722 % được điều chỉnh tới pH 5,0 bằng acid acetic băng (TT).

Tốc độ quay: 50 r/min.

Thời gian: 45 min.

Cách tiến hành:

Dung dịch thử: Sau thời gian hòa tan quy định, lấy một phần dịch hòa tan, lọc (bỏ 20 ml dịch lọc đầu). Hút chính xác 5,0 ml dịch lọc vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm 40 ml acid acetic băng (TT), 10 ml dung dịch 4-dimethylamino benzaldehyd 0,5 % trong acid acetic băng và thêm hỗn hợp acid acetic băng - acid hydrochloric đậm đặc (35 : 70) vừa đủ đến vạch, lắc đều. Để yên 15 min.

Dung dịch chuẩn: Chuẩn bị dung dịch của erythromycin stearat chuẩn trong môi trường hòa tan có nồng độ tương đương với dung dịch mẫu thử. Lấy chính xác 5,0 ml dung dịch thu được và tiến hành như với dung dịch thử.

Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của các dung dịch thử và dung dịch chuẩn thu được ở bước sóng 485 nm, cốc đo dày 1 cm, mẫu trắng là 5 ml môi trường hòa tan được tiến hành tương tự như dung dịch thử.

Yêu cầu: Không ít hơn 70 % (Q) lượng erythromycin, $C_{37}H_{67}NO_{13}$, so với lượng ghi trên nhãn được hòa tan trong 45 min.

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 5,0 % (Phụ lục 9.6).

Cân chính xác khoảng 0,1 g bột thuốc, sấy trong chân không ở 60 °C trong 3 h.

Định lượng

Cân 20 viên (loại bỏ vỏ bao, nếu có), tính khối lượng trung bình của viên và nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương ứng với 25 mg erythromycin vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm 50 ml methanol (TT), lắc kỹ và thêm methanol (TT) vừa đủ đến vạch. Tiến hành định lượng theo chuyên luận “Xác định hoạt lực thuốc kháng sinh bằng phương pháp thử vi sinh vật” (Phụ lục 13.9).

Tính hàm lượng của erythromycin, $C_{37}H_{67}NO_{13}$, trong viên. 1000 IU tương ứng với 1 mg $C_{37}H_{67}NO_{13}$.

ERYTHROSIN

Bảo quản

Trong đồ đựng kín. Để nơi khô mát, tránh ánh sáng.

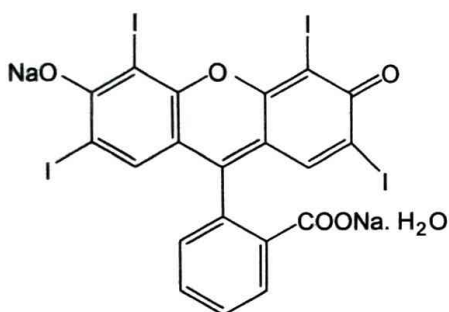
Loại thuốc

Thuốc kháng sinh.

Hàm lượng thường dùng

250 mg; 500 mg.

ERYTHROSIN



$C_{20}H_6I_4Na_2O_5$

P.t.l: 880

hoặc $C_{20}H_6I_4K_2O_5$

P.t.l: 912

Erythrosin là (tetraiodo-2, 4, 5, 7 oxo-3 oxydo-6 3H-xanthenyl-9)-2 benzoat dinatri hoặc dikali, phải chứa không dưới 85,0 % $C_{20}H_6I_4Na_2O_5$ hoặc $C_{20}H_6I_4K_2O_5$ tính theo chế phẩm đã làm khô.

Tính chất

Bột màu đỏ sẫm. Dễ tan trong nước, tan được trong ethanol, ít tan trong acetone, thực tế không tan trong methylen clorid. Dung dịch 0,1 % có màu đỏ cam và các vết bám trên thành ống nghiệm có màu tím. Ở pH 2,5 xuất hiện tủa có màu.

Định tính

Dung dịch S: Hòa tan 50 mg chế phẩm trong nước và pha loãng thành 50 ml bằng nước.

A. Lấy 1 ml dung dịch S pha loãng thành 100 ml bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 M (TT). Phổ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch tạo thành trong khoảng từ 230 nm đến 550 nm cho 3 cực đại hấp thụ ở bước sóng (262 ± 5) nm; (309 ± 5) nm và (525 ± 3) nm.

B. Trong phần Tạt chất màu liên quan, vết chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch thử (2) có vị trí, màu sắc và kích thước tương tự vết chính thu được trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1).

C. Khi đun nóng chế phẩm cho hơi có màu tím.

Độ trong của dung dịch

Dung dịch S phải trong (Phụ lục 9.2)

Tạt chất màu liên quan

Phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4)

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Amoniac - nước - ethanol - butanol (10 : 25 : 25 : 50).

DUỐC ĐIỀN VIỆT NAM VI

Dung dịch thử (1): Hòa tan 40 mg chế phẩm trong hỗn hợp nước - methanol (50 : 50) và pha loãng thành 10 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch thử (2): Pha loãng 2 ml dung dịch thử (1) thành 10 ml bằng hỗn hợp nước - methanol (50 : 50).

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 40 mg erythrosin chuẩn trong hỗn hợp nước - methanol (50 : 50) và pha loãng thành 50 ml với cùng hỗn hợp dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 5 ml dung dịch đối chiếu (1) thành 100 ml bằng hỗn hợp nước - methanol (50 : 50).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên trên bản mỏng 5 μ l các dung dịch chuẩn và thử trên. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được 15 cm. Lấy bản mỏng sắc ký ra và để khô ngoài không khí. Quan sát sắc ký đồ dưới ánh sáng ban ngày. Nếu trên sắc ký đồ của dung dịch thử (1) có vết phụ thì không vết phụ nào đậm hơn vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2).

Chất tan trong ether

Không được quá 0,5 %.

Cân 2,0 g chế phẩm đã được sấy khô trước trong chân không ở 60 °C cho vào bình định mức dung tích 200 ml, thêm ether khan (TT) tới đủ thể tích. Lắc bằng máy lắc cơ học trong vòng 30 min, lọc. Lấy 100 ml dịch lọc, bốc hơi trong chân không ở nhiệt độ không quá 20 °C. Làm khô cặn trong bình hút ẩm tới khối lượng không đổi. Khối lượng của cặn không được quá 5 mg.

Chất không tan trong nước

Không được quá 0,2 %.

Hòa tan 2,0 g chế phẩm trong 200 ml nước bằng cách đun nóng khoảng 90 °C. Làm nguội rồi lọc qua một phễu lọc thủy tinh xấp xỉ 16 đã được sấy đến khối lượng không đổi và cân bì. Rửa cặn với nước tới khi dịch rửa không màu, sấy cặn ở 100 °C đến 105 °C tới khối lượng không đổi. Khối lượng cặn thu được không quá 4 mg.

Amin thơm bậc nhất

Không được quá 40 phần triệu.

Hòa tan cặn thu được trong phần Chất tan trong ether trong 10 ml toluen (TT). Lấy 2,5 ml dung dịch này thêm 6 ml nước và 4 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT). Lắc mạnh, để cho phân lớp và gạn bỏ lớp dung môi hữu cơ, thêm vào lớp nước 0,4 ml dung dịch natri nitrit 0,25 %. Trộn đều và để yên trong 1 min. Thêm 0,8 ml dung dịch amoni sulfamat 0,5 %, để yên trong 1 min. Thêm 2 ml dung dịch naphthylethylenediamin dihydroclorid 0,5 % (TT). Để yên trong 1 h. Nếu dung dịch đem kiểm tra có màu, thì màu của nó không được đậm hơn màu của dung dịch chuẩn được chuẩn bị tương tự nhưng thay pha nước bằng 1 ml dung dịch naphthylamin 0,001 %, 5 ml nước và 4 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 M (TT).