

VIÊN NÉN PHENOBARBITAL

Viên nén Gardenal, Viên nén Luminal

Là viên nén chứa phenobarbital.

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 phenobarbital, $C_{12}H_{12}N_2O_3$, từ 90,0 % đến 110,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

A. Lấy một lượng bột viên tương ứng khoảng 60 mg phenobarbital lắc với 50 ml *cloroform* (TT) và lọc. Bốc hơi dịch lọc đến khô rồi sấy khô ở 105 °C trong 2 h. Phổ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của cặn phải phù hợp với phổ hồng ngoại của phenobarbital chuẩn.

B. Trong phần Định lượng, thời gian lưu của pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch thử phải tương ứng với thời gian lưu của pic phenobarbital trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn.

Độ hòa tan (Phụ lục 11.4)

Thiết bị: Kiểu cánh khuấy.

Môi trường hòa tan: 900 ml nước.

Tốc độ quay: 50 r/min.

Thời gian: 45 min.

Cách tiến hành: Lấy một phần dung dịch sau khi hòa tan, lọc, bỏ 20 ml dịch lọc đầu. Pha loãng dịch lọc đến nồng độ thích hợp bằng đệm borat pH 9,6 (TT). Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của dung dịch thu được ở bước sóng cực đại khoảng 240 nm. So sánh với dung dịch chuẩn có nồng độ phenobarbital tương đương dung dịch thử pha trong cùng dung môi. Tính lượng phenobarbital hòa tan dựa vào các độ hấp thụ đo được và nồng độ phenobarbital trong dung dịch chuẩn.

Yêu cầu: Không ít hơn 75 % (Q) lượng phenobarbital so với lượng ghi trên nhãn được hòa tan trong 45 min.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Dung dịch đệm pH 4,5: Hòa tan 6,6 g *natri acetat* (TT) và 3,0 ml *acid acetic băng* (TT) trong 1000 ml nước, điều chỉnh đến pH 4,5 ± 0,1 bằng *acid acetic băng* (TT).

Pha động: Dung dịch đệm pH 4,5 - *methanol* (3 : 2).

Dung dịch chuẩn nội: Hòa tan cafein chuẩn trong hỗn hợp đồng thể tích *methanol* (TT) và dung dịch đệm pH 4,5 để có nồng độ cafein khoảng 125 µg/ml.

Dung dịch chuẩn: Hòa tan một lượng chính xác khoảng 20,0 mg phenobarbital chuẩn trong 15,0 ml dung dịch chuẩn nội, lắc siêu âm nếu cần, lọc.

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 ứng với khoảng 20 mg phenobarbital, thêm 15,0 ml dung dịch chuẩn nội, lắc siêu âm trong 15 min, lọc.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 4 mm) được nhồi pha tĩnh C (3 µm đến 10 µm).

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 254 nm.

Tốc độ dòng: 2,0 ml/min.

Thể tích tiêm: 10 µl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Tiến hành sắc ký với dung dịch chuẩn, độ phân giải giữa pic phenobarbital và chất chuẩn nội không được nhỏ hơn 1,2; hệ số đối xứng của pic phenobarbital và pic chuẩn nội không được lớn hơn 2,0. Độ lệch chuẩn tương đối của các diện tích pic đáp ứng từ các lần tiêm lặp lại không được quá 2,0 %. Thời gian lưu tương đối của cafein khoảng 0,6 và của phenobarbital là 1,0. Có thể điều chỉnh tỷ lệ pha động để đạt điều kiện trên.

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

Tính hàm lượng phenobarbital, $C_{12}H_{12}N_2O_3$, trong viên dựa vào diện tích pic trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng $C_{12}H_{12}N_2O_3$ trong phenobarbital chuẩn.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng.

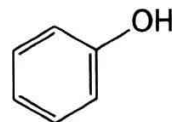
Loại thuốc

Chống co giật và an thần, gây ngủ.

Hàm lượng thường dùng

10 mg, 50 mg, 100 mg.

PHENOL



C_6H_6O

P.t.l: 94,1

Phenol phải chứa từ 99,0 % đến 100,5 % C_6H_6O .

Tính chất

Tinh thể hoặc khối kết tinh không màu hay màu hồng nhạt hoặc vàng nhạt, có mùi đặc trưng, dễ chảy lỏng. Tan trong nước, rất tan trong dicloromethan, ethanol 96 % và glycerin.

Định tính

A. Hòa tan 0,5 g chế phẩm trong 2 ml dung dịch amoniac 13,5 M (TT), phải tan hoàn toàn và pha loãng thành 100 ml bằng nước. Lấy 2 ml dung dịch này, thêm 0,05 ml dung dịch *natri hypoclorit* (3 % Cl) (TT) xuất hiện màu xanh và màu này đậm dần.

B. Lấy 1 ml dung dịch S (xem Độ trong và màu sắc của dung dịch), thêm 10 ml nước và 0,1 ml dung dịch sắt (III) clorid 10,5 % (TT), xuất hiện màu tím và màu này mất đi khi thêm 5 ml *propan-2-ol* (TT).

C. Lấy 1 ml dung dịch S, thêm 10 ml nước và 1 ml nước brom (TT) sẽ có tủa màu vàng nhạt.