

của dung dịch thử phải có thời gian lưu tương ứng với thời gian lưu của pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn.

**Độ hòa tan** (Phụ lục 11.4)

*Thiết bị:* Kiểu giò quay.

*Môi trường hòa tan:* 900 ml dung dịch acid hydrochloric 0,01 M.

*Tốc độ quay:* 100 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. Pha loãng dịch lọc thu được tới nồng độ thích hợp với môi trường hòa tan, nếu cần.

*Dung dịch chuẩn:* Dung dịch isoniazid chuẩn trong môi trường hòa tan có nồng độ isoniazid tương đương với nồng độ của dung dịch thử.

Đo độ hấp thụ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn ở bước sóng 263 nm (Phụ lục 4.1). Tính lượng isoniazid,  $C_6H_7N_3O$ , được hòa tan dựa vào độ hấp thụ của dung dịch thử, dung dịch chuẩn và hàm lượng  $C_6H_7N_3O$  của isoniazid chuẩn.

*Yêu cầu:* Không ít hơn 80 % (Q) lượng isoniazid 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:* Điều chỉnh dung dịch kali dihydrophosphat 0,1 M (TT) đến pH 6,9 bằng dung dịch natri hydroxyd 10 M (TT). Thêm 30 mg triethanolamin (TT) vào 1000 ml dung dịch thu được, trộn đều (dung dịch có nồng độ 0,2 mM triethanolamin).

*Pha động:* Dung dịch đệm - methanol (95 : 5).

*Dung dịch chuẩn:* Pha isoniazid chuẩn trong pha động để thu được dung dịch có nồng độ 0,32 mg/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 ứng với 32 mg isoniazid và chuyển vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm khoảng 40 ml pha động, lắc siêu âm trong 10 min để hòa tan. Làm nguội đến nhiệt độ phòng, thêm pha động vừa đủ đến vạch, ly tâm trong 5 min. Lọc dịch trong qua màng lọc 0,45  $\mu$ m.

*Điều kiện sắc ký:*

Cột kích thước (25 cm  $\times$  4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (5  $\mu$ m).

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

Tốc độ dòng: 1,5 ml/min.

Thể tích tiêm: 20  $\mu$ l.

*Cách tiến hành:*

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống sắc ký: Tiến hành sắc ký với dung dịch chuẩn. Thừa số dung lượng ( $k'$ ) của pic isoniazid không nhỏ hơn 2,35; số đĩa lý thuyết không nhỏ hơn 1800; hệ số đối xứng không lớn hơn 1,5. Độ lệch chuẩn của diện tích pic isoniazid thu được từ 6 lần tiêm lặp

lại dung dịch chuẩn không lớn hơn 1,0 %.

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

Tính hàm lượng phần trăm isoniazid,  $C_6H_7N_3O$ , trong viên dựa vào diện tích pic isoniazid trên sắc ký đồ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng  $C_6H_7N_3O$  của isoniazid chuẩn.

**Bảo quản**

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

**Loại thuốc**

Thuốc chống lao.

**Hàm lượng thường dùng**

50 mg; 100 mg; 300 mg.

**THUỐC MỠ KẼM OXYD**

Là thuốc mỡ chứa kẽm oxyd.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Thuốc mềm dùng trên da và niêm mạc” (Phụ lục 1.12) và các yêu cầu sau đây:

**Hàm lượng kẽm oxyd, ZnO,** từ 93,0 % đến 107,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

**Tính chất**

Thuốc mỡ màu trắng.

**Định tính**

Lấy 1 g thuốc mỡ cho vào chén nung, đun nhẹ cho chảy rồi tiếp tục đốt nóng từ từ, tăng dần nhiệt độ cho đến khi toàn bộ chế phẩm cháy thành than. Tiếp tục đốt mạnh, sẽ có màu vàng xuất hiện, khi để nguội thì trở thành màu trắng, cho thêm 10 ml nước và 5 ml dung dịch acid hydrochloric 10 % (TT) vào cẩn, lắc kỹ và lọc. Thêm 2 đến 3 giọt dung dịch kali ferocyanid 10 % (TT) vào dịch lọc, sẽ xuất hiện tủa trắng.

**Calci, magnesi và các chất vô cơ lạ**

Chuyển 2 g thuốc mỡ vào chén nung, đun nhẹ cho chảy rồi đốt nóng từ từ, tăng dần nhiệt độ cho đến khi toàn khối thuốc cháy thành than. Tiếp tục nung cho đến khi cẩn có màu vàng đồng đều. Thêm 6 ml dung dịch acid hydrochloric 10 % (TT) vào cẩn. Đun hỗn hợp trên cách thủy 10 min đến 15 min, dung dịch phải không màu, trong. Lọc dung dịch thu được. Pha loãng dịch lọc đến 10 ml với nước và thêm dung dịch amoniac 10 % (TT) đến khi có tủa tạo thành rồi lại tan. Thêm tiếp 2 ml dung dịch amoni oxalat (TT) 3,5 % và 2 ml dung dịch dinatri hydrophosphat (TT) 12 %, dung dịch thu được phải không thay đổi hoặc chỉ hơi đục nhẹ trong vòng 5 min.

**Định lượng**

Cân chính xác một lượng thuốc mỡ tương ứng với khoảng

75 mg kẽm oxyd, cho vào chén nung, đun nhẹ đến cháy lỏng rồi đốt nóng từ từ, tăng dần nhiệt độ đến khi toàn khối cháy thành than. Tiếp tục nung đến khi thu được cặn có màu vàng đồng đều, để nguội. Hòa cặn trong 10 ml dung dịch acid sulfuric 1 M (TT), đun nóng nếu cần để hòa tan hết cặn vào dung dịch. Chuyển dung dịch vào một bình nón. Rửa chén nung với từng lượng nhỏ nước và gộp nước rửa vào bình nón trên đến khi thu được khoảng 50 ml dung dịch trong bình. Điều chỉnh pH của dung dịch từ 6 đến 7 bằng cách thêm từng giọt dung dịch amoniac 10 % (TT). Thêm 10 ml đệm amoniac - amoni clorid (TT) và 1 ml dung dịch đen eriocrom T (TT) làm chỉ thị và chuẩn độ bằng dung dịch Trilon B 0,05 M (CE).

1 ml dung dịch Trilon B 0,05 M (CE) tương ứng với 4,069 mg ZnO.

**Bảo quản**

Trong đồ đựng kín, để nơi mát.

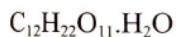
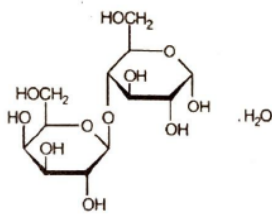
**Loại thuốc**

Làm se da, sát khuẩn nhẹ.

**Hàm lượng thường dùng**

10 %; 15 %; 20 %.

**LACTOSE MONOHYDRAT**



P.t.l: 360,3

Lactose là O-β-D-galactopyranosyl-(1 → 4)-α-D-glucopyranose monohydrat.

**Tính chất**

Bột kết tinh trắng hoặc gần như trắng. Dễ tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol 96 %.

**Định tính**

Có thể chọn một trong hai nhóm định tính sau:

Nhóm I: A, D.

Nhóm II: B, C, D.

A. Phở hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phở hấp thụ hồng ngoại của lactose monohydrat chuẩn.

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Nước - methanol - acid acetic băng - ethylen clorid (10 : 15 : 25 : 50) (cần đong chính xác vì thừa một lượng nhỏ nước sẽ gây đục).

Dung dịch thử: Hòa tan 10 mg chế phẩm trong hỗn hợp

nước - methanol (2 : 3) và pha loãng thành 20 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 10 mg lactose monohydrat chuẩn trong hỗn hợp nước - methanol (2 : 3) và pha loãng thành 20 ml với cùng dung môi.

Dung dịch đối chiếu (2): Hòa tan 10 mg của mỗi chất sau đây: fructose (TT), glucose (TT), lactose monohydrat (TT) và sucrose (TT) trong hỗn hợp nước - methanol (2 : 3) và pha loãng thành 20 ml với cùng dung môi.

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt lên bản mỏng 2 μl của mỗi dung dịch trên và làm khô các vết chấm. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được 3/4 bản mỏng. Sấy khô bản mỏng bằng một luồng khí ẩm. Thay pha động mới, chạy nhắc lại bản mỏng ngay. Sấy bản mỏng bằng một luồng khí ẩm và phun đều lên bản mỏng dung dịch có chứa 0,5 g thymol (TT) trong hỗn hợp gồm 5 ml acid sulfuric (TT) và 95 ml ethanol 96 % (TT). Sấy bản mỏng ở 130 °C trong 10 min. Vết chính trong sắc ký đồ của dung dịch thử phải giống về vị trí, màu sắc và kích thước với vết chính trong sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1). Phép thử chỉ có giá trị khi trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) cho 4 vết tách rõ ràng.

C. Hòa tan 0,25 g chế phẩm trong 5 ml nước. Thêm 5 ml amoniac (TT) và đun nóng trong cách thủy ở 80 °C trong 10 min, màu đỏ xuất hiện.

D. Chế phẩm phải đáp ứng phép thử Nước.

**Độ trong và màu sắc của dung dịch**

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong nước sôi, để nguội và pha loãng thành 10 ml bằng nước. Dung dịch thu được phải trong (Phụ lục 9.2) và màu không được đậm hơn màu mẫu VN<sub>7</sub> (Phụ lục 9.3, phương pháp 2).

**Giới hạn acid - kiềm**

Hòa tan 6,0 g chế phẩm bằng cách đun nóng trong 25 ml nước không có carbon dioxyd (TT), để nguội và thêm 0,3 ml dung dịch phenolphtalein (TT), dung dịch không màu. Lượng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CE) được dùng để làm chuyển màu chỉ thị thành màu hồng hoặc đỏ không quá 0,4 ml.

**Góc quay cực riêng**

Từ +54,4° đến +55,9°, tính theo chế phẩm khan (Phụ lục 6.4). Hòa tan 10,0 g chế phẩm trong 80 ml nước bằng cách đun nóng ở 50 °C. Để nguội và thêm 0,2 ml dung dịch amoniac loãng (TT). Để yên trong 30 min và pha loãng đến 100,0 ml bằng nước để đo.

**Độ hấp thụ: Các protein và tạp chất hấp thụ ánh sáng (Phụ lục 4.1)**

Hòa tan 1,0 g chế phẩm trong nước sôi và pha loãng thành 10,0 ml bằng nước (dung dịch A).

Độ hấp thụ của dung dịch A được đo ở bước sóng 400 nm không được lớn hơn 0,04.