

TINH BỘT THỦY PHÂN

Tinh bột tiền gel hóa, tinh bột biến tính vật lý

Tinh bột thủy phân là tinh bột được điều chế từ tinh bột ngô, tinh bột khoai tây hoặc tinh bột gạo bằng quá trình xử lý cơ học với sự có mặt của nước và dùng nhiệt hoặc không dùng nhiệt nhằm làm vỡ một phần hoặc hoàn toàn các hạt tinh bột, sau đó được làm khô. Tinh bột thủy phân không có thêm các chất phụ gia nhưng có thể được biến đổi để cải thiện tính chất chịu nén và tính chất trơn chảy.

Tính chất

Bột màu trắng hoặc trắng ngà, trương nở trong nước lạnh.

Định tính

A. Soi kính hiển vi dùng hỗn hợp đồng thể tích *glycerin (TT)* và *nước*, thấy những đám hoặc mảnh mờ màu trắng hoặc trắng ngà, không đồng đều, có bề mặt gồ ghề. Dưới ánh sáng phân cực thấy các hạt tinh bột có dấu chữ thập đen dễ nhận thấy ở rốn hạt.

B. Phân tán (không đun nóng) 0,5 g chế phẩm trong 2 ml *nước*, thêm 0,05 ml *dung dịch iod (TT)*, xuất hiện màu tím đỏ hoặc xanh lam.

pH

Thêm từ từ 3,0 g chế phẩm vào 100,0 ml *nước không có carbon dioxyd (TT)*, vừa thêm vừa khuấy đều đến khi thu được dung dịch đồng nhất. pH của dung dịch thu được từ 4,5 đến 7,0 (Phụ lục 6.2).

Sắt

Không được quá 20 phần triệu (Phụ lục 9.4.13).

Hòa tan cần thu được ở phép thử Tro sulfat trong 20 ml *dung dịch acid hydrochloric loãng (TT)*. Lọc, dùng dịch lọc để thử.

Chất oxy hóa

Đạt yêu cầu phép thử Xác định các chất oxy hóa (Phụ lục 7.10). Dùng hỗn hợp đồng thể tích *nước* và *methanol (TT)* làm dung môi.

Lưu huỳnh dioxyd

Không được quá 50 phần triệu (Phụ lục 7.9, phương pháp 2).

Mất khối lượng do làm khô

Không được quá 15,0 % (Phụ lục 9.6).

(1,000 g, 130 °C, 90 min).

Tro sulfat

Không được quá 0,6 % (Phụ lục 9.9, phương pháp 2).

Dùng 1,0 g chế phẩm.

Tạp chất

Soi kính hiển vi dùng hỗn hợp đồng thể tích *glycerin (TT)* và *nước*, không được có vết của chất khác ngoài các hạt tinh bột.

Giới hạn nhiễm khuẩn (Phụ lục 13.6).

Tổng số vi sinh vật hiếu khí: Không được quá 10³ CFU/g.

Tổng số nấm: Không được quá 10² CFU/g.

Chế phẩm không được có: *Salmonella* và *Escherichia coli*.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín.

Công dụng

Tá dược.

Nhãn

Ghi rõ loại tinh bột được dùng làm nguyên liệu sản xuất Tinh bột thủy phân.

CÁC ĐẶC TÍNH LIÊN QUAN ĐẾN CÔNG DỤNG CỦA NGUYÊN LIỆU

Các đặc tính như phân bố kích thước hạt, khả năng trơn chảy của bột, chất tan trong nước lạnh có thể liên quan đến tinh bột thủy phân dùng làm tá dược độn, tá dược dính và tá dược rã trong viên nén và nang cứng và có thể được đưa vào tiêu chuẩn chất lượng.

Chất tan trong nước lạnh

Phân tán 1,000 - 3,000 g chế phẩm vào 100 ml *nước* ở nhiệt độ (25 ± 1) °C trong một cốc có mô bằng cách vừa thêm vừa khuấy và tiếp tục khuấy trong 10 min. Chuyển 35 ml dịch phân tán thu được vào một ống ly tâm và ly tâm với lực ly tâm tương đối là 3000 trong 15 min. Chuyển 25 ml lớp dịch lỏng ở trên vào một chén nung đã được sấy khô ở (120 ± 2) °C trong 4 h và cân với độ chính xác tới 0,1 mg. Bay hơi trên cách thủy tới khô và sấy ở (120 ± 2) °C trong 4 h. Để nguội trong bình hút ẩm và cân lại.

Xác định lượng chất tan trong nước (tính theo phần trăm) theo công thức sau:

$$\frac{(B-A) \times (100/25) \times 100}{S \times (100-C)/100}$$

Trong đó:

A là khối lượng ban đầu của chén nung (g);

B là khối lượng cuối của chén nung (g);

C là độ ẩm của chế phẩm (%);

S là khối lượng chế phẩm đem thử (g).

VIÊN NÉN TINIDAZOL

Là viên nén bao phim chứa tinidazol.

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

Hàm lượng tinidazol, C₈H₁₃N₃O₄S, từ 93,0 % đến 107,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Định tính

A. Lấy một lượng bột viên tương đương 0,1 g tinidazol

cho vào ống nghiệm, đốt nóng nhẹ tạo khí sulfur dioxid có mùi hắc và làm đen giấy lọc tẩm dung dịch thủy ngân nitrat (TT).

B. Hòa tan một lượng bột viên tương đương 0,1 g tinidazol trong 5 ml dung dịch acid sulfuric 5 % (TT), lắc kỹ, lọc. Thêm vào dịch lọc 2 ml dung dịch bão hòa acid picric (TT), xuất hiện tủa màu vàng.

C. Trong mục Định lượng, sắc ký đồ của dung dịch thử phải cho pic chính có thời gian lưu tương ứng với thời gian lưu của pic tinidazol thu được 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 0,1 M (TT).

Tốc độ quay: 100 r/min.

Thời gian: 30 min.

Cách tiến hành: Lấy một phần môi trường sau khi hòa tan mẫu thử, lọc, bỏ 20 ml dịch lọc đầu. Lấy chính xác 2 ml dịch lọc cho vào bình định mức 100 ml, thêm nước đến định mức, lắc đều. Pha dung dịch tinidazol chuẩn như sau: Hòa tan 30,0 mg tinidazol chuẩn trong 50,0 ml môi trường và pha loãng 2 ml dung dịch thu được thành 100,0 ml bằng nước. Đo độ hấp thụ (Phụ lục 4.1) của các dung dịch ở bước sóng 317 nm, trong cốc đo dày 1 cm, dùng hỗn hợp môi trường hòa tan - nước (1 : 50) làm mẫu trắng.

Tính hàm lượng tinidazol, C₈H₁₃N₃O₄S, đã hòa tan trong mỗi viên dựa vào độ hấp thụ của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và nồng độ C₈H₁₃N₃O₄S của dung dịch chuẩn.

Yêu cầu: Không được ít hơn 80 % (Q) lượng tinidazol, C₈H₁₃N₃O₄S, so với lượng ghi trên nhãn được hòa tan trong 30 min.

Định lượng

Pha động: Methanol - dung dịch kali dihydrophosphat (20 : 80).

Dung dịch kali dihydrophosphat: Hòa tan 6,80 g kali dihydrophosphat (TT) trong 1000 ml nước, điều chỉnh đến pH 3,5 bằng acid phosphoric (TT).

Dung dịch chuẩn: Pha dung dịch tinidazol chuẩn có nồng độ 120 µg/ml trong pha động

Dung dịch thử: Cân 10 viên, loại bỏ lớp bao (nếu cần) và nghiền thành bột mịn. Cân chính xác một lượng bột viên tương ứng với khoảng 120 mg tinidazol vào bình định mức 100 ml, thêm pha động vào và lắc để hòa tan, thêm pha động đến định mức, lắc đều, lọc. Lấy chính xác 5 ml dịch lọc cho vào bình định mức 50 ml, thêm pha động đến định mức, lắc đều.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25,0 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh C (5 µm).

Dectector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 310 nm.

Tốc độ dòng: 1,2 ml/min.

Thể tích tiêm: 20 µl.

Cách tiến hành:

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống sắc ký: Tiến hành sắc ký với dung dịch chuẩn, số đĩa lý thuyết tính trên pic tinidazol phải lớn hơn 2000. Độ lệch chuẩn tương đối của diện tích pic từ 6 lần tiêm lặp lại dung dịch chuẩn không được lớn hơn 2,0 %.

Tiến hành sắc ký lần lượt dung dịch chuẩn và dung dịch thử. Tính hàm lượng tinidazol, C₈H₁₃N₃O₄S, có trong viên dựa vào diện tích pic trên sắc ký đồ thu được của dung dịch chuẩn, dung dịch thử và hàm lượng C₈H₁₃N₃O₄S của tinidazol chuẩn.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, tránh ánh sáng.

Loại thuốc

Thuốc kháng nguyên sinh động vật, kháng sinh.

Hàm lượng thường dùng

500 mg.

THUỐC NHỎ MẮT TOBRAMYCIN

Thuốc nhỏ mắt tobramycin là dung dịch vô khuẩn của tobramycin hoặc tobramycin sulfat trong nước, có thể có thêm các tá dược thích hợp như chất đệm, chất bảo quản, chất phân tán hay chất điều chỉnh độ đẳng trương.

Chế phẩm phải đáp ứng các yêu cầu trong chuyên luận “Thuốc nhỏ mắt” (Phụ lục 1.14) và các yêu cầu sau đây:

Hàm lượng tobramycin, C₁₈H₃₇N₅O₉, từ 90,0 % đến 120,0 % so với lượng ghi trên nhãn.

Tính chất

Dung dịch trong, không màu.

Định tính

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

Bản mỏng: Silica gel G.

Dung môi khai triển: Methanol - cloroform - amoniac đậm đặc (60 : 25 : 30).

Dung dịch thử: Pha loãng một thể tích thích hợp thuốc nhỏ mắt với nước nếu cần để thu được dung dịch có nồng độ tobramycin 3 mg/ml.

Dung dịch đối chiếu (1): Là dung dịch tobramycin chuẩn trong nước có nồng độ 3 mg/ml.

Dung dịch đối chiếu (2): Hỗn hợp đồng thể tích của dung dịch thử và dung dịch đối chiếu (1).

Cách tiến hành: Chấm riêng biệt 5 µl mỗi dung dịch lên bản mỏng. Triển khai sắc ký đến khi dung môi đi được khoảng 3/4 chiều dài bản mỏng. Lấy bản mỏng ra, để dung môi bay hơi và sấy bản mỏng ở 105 °C trong 15 min. Ngay