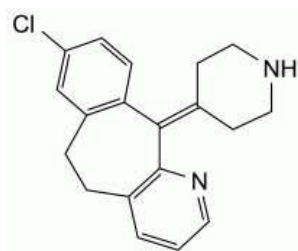


DESLORATADINC₁₉H₁₉ClN₂

P.t.l: 310,8

Desloratadin là 8-cloro-11-(piperidin-4-yliden)-6,11-dihydro-5H-benzo[5,6]cyclohepta[1,2-b]pyridin phải chứa từ 98,0 % đến 102,0 % C₁₉H₁₉ClN₂, tính theo chế phẩm khan.

Tính chất

Bột trắng hoặc gần như trắng, đa hình. Rất khó tan hoặc thực tế không tan trong nước, dễ tan trong ethanol (96 %), khó tan hoặc rất khó tan trong heptan.

Định tính

Phổ hấp thụ hồng ngoại (Phụ lục 4.2) của chế phẩm phải phù hợp với phổ hấp thụ hồng ngoại của desloratadin chuẩn. Nếu phổ đo được ở trạng thái rắn có sự khác biệt thì hòa tan riêng biệt chế phẩm và chất chuẩn trong *methyl isobutyl keton* (TT), bay hơi đến khô, ghi phổ của cần thu được.

Tạp chất liên quan

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3).

Pha động: Hòa tan 0,865 g *natri dodecyl sulfat* (TT) trong nước, thêm 0,5 ml *acid trifluoroacetic* (TT) và pha loãng đến 1000 ml với nước. Trộn 57 thể tích dung dịch thu được với 43 thể tích *acetonitril* (TT).

Dung dịch thử: Hòa tan 20,0 mg chế phẩm trong pha động và pha loãng thành 25,0 ml bằng pha động. Pha loãng 5,0 ml dung dịch này thành 50,0 ml bằng pha động.

Dung dịch đối chiếu (1): Hòa tan 20,0 mg desloratadin chuẩn trong pha động và pha loãng thành 25,0 ml bằng pha động. Pha loãng 5,0 ml dung dịch này thành 50,0 ml bằng pha động.

Dung dịch đối chiếu (2): Pha loãng 1,0 ml dung dịch thử thành 100,0 ml bằng pha động. Pha loãng 1,0 ml dung dịch này thành 10,0 ml bằng pha động.

Dung dịch đối chiếu (3): Hòa tan 4 mg desloratadin chuẩn để kiểm tra tính phù hợp của hệ thống (chứa tạp chất A và B) trong pha động và pha loãng thành 5,0 ml bằng pha động. Pha loãng 1,0 ml dung dịch thu được thành 10,0 ml bằng pha động.

Điều kiện sắc ký:

Cột kích thước (25 cm × 4,6 mm) được nhồi pha tĩnh *end-capped octadecylsilyl silicagel* dùng cho sắc ký (4 μm).

Nhiệt độ cột: 35 °C.

Detector quang phổ tử ngoại đặt ở bước sóng 280 nm.

Tốc độ dòng: 1,0 ml/min.

Thể tích tiêm: 100 μl.

Cách tiến hành:

Tiến hành sắc ký dung dịch thử, dung dịch đối chiếu (2) và (3).

Thời gian chạy sắc ký bằng 2,5 lần thời gian lưu của desloratadin.

Sử dụng sắc ký đồ được cung cấp kèm desloratadin chuẩn để kiểm tra tính phù hợp của hệ thống và dung dịch đối chiếu (3) để xác định pic của tạp chất A và B.

TCVN IX:2024

Thời gian lưu tương đối so với desloratadin (thời gian lưu khoảng 21 min): Tạp chất A khoảng 0,8; tạp chất B khoảng 0,9.

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (3), độ phân giải giữa pic của tạp chất B và pic desloratadin không nhỏ hơn 2,0.

Tính hàm lượng phần trăm các tạp chất dựa vào diện tích pic tạp chất trên sắc ký đồ của dung dịch thử, diện tích pic chính trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (2) và nồng độ desloratadin trong dung dịch đối chiếu (2), nhân diện tích pic tạp chất A và tạp chất B với hệ số hiệu chỉnh là 1,6.

Giới hạn:

Tạp chất B: Không được quá 0,3 %.

Tạp chất A: Không được quá 0,2 %.

Tạp không xác định: Mỗi tạp chất không được quá 0,10 %.

Tổng các tạp chất : Không được quá 0,4 %.

Bỏ qua các tạp chất có hàm lượng nhỏ hơn 0,05 %.

Ghi chú:

Tạp chất A: (11*RS*)-8-cloro-11-fluoro-11-(piperidin-4-yl)-6,11-dihydro-5*H*-benzo[5,6]cyclohepta[1,2*b*]pyridin.

Tạp chất B: (11*RS*)-8-cloro-11-(1,2,3,6-tetrahydropyridin-4-yl)-6,11-dihydro-5*H*-benzo[5,6]cyclohepta[1,2-*b*]pyridin.

Nước

Không được quá 0,5 % (Phụ lục 10.3).

Dùng 0,250 g chế phẩm.

Tro sulfat

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

Dùng 0,5 g chế phẩm.

Định lượng

Phương pháp sắc ký lỏng (Phụ lục 5.3) như mô tả trong phần Tạp chất liên quan.

Tiến hành sắc ký với dung dịch thử và dung dịch đối chiếu (1).

Kiểm tra tính phù hợp của hệ thống: Trên sắc ký đồ của dung dịch đối chiếu (1), hệ số đối xứng của pic desloratadin phải từ 0,5 đến 1,5.

Tính hàm lượng phần trăm desloratadin, C₁₉H₁₉ClN₂, trong chế phẩm dựa vào diện tích pic desloratadin trên sắc ký đồ của dung dịch thử, dung dịch đối chiếu (1) và hàm lượng C₁₉H₁₉ClN₂ của desloratadin chuẩn.

Bảo quản

Trong đồ đựng kín, ở nhiệt độ phòng có điều nhiệt.

Loại thuốc

Thuốc kháng histamin.

Chế phẩm

Viên nén, siro.