

Instrument (part 3)

ตัวอย่างข้อสอบ

Assay—

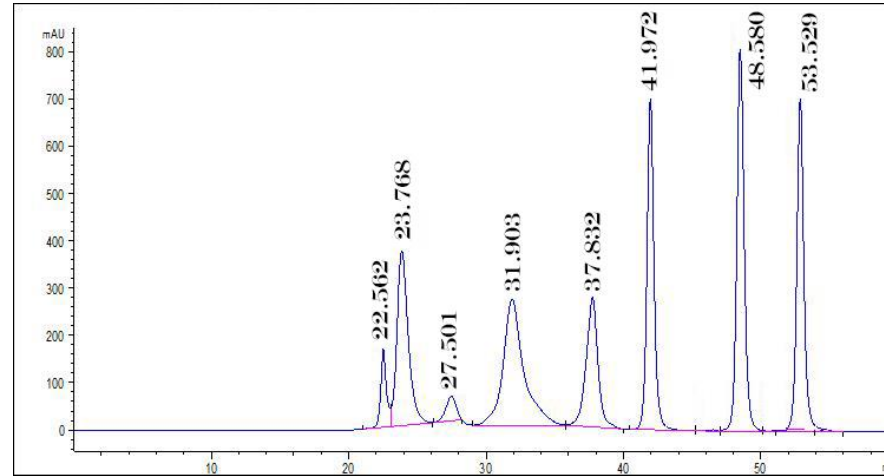
Edetate disodium titrant—Prepare and standardize as directed in the Assay under *Ammonium Alum*.

Procedure—Transfer an accurately measured quantity of Gel, equivalent to about 1.5 g of $\text{Al}(\text{OH})_3$, to a beaker, add 15 mL of hydrochloric acid, and heat gently until solution is complete. Cool, transfer to a 500-mL volumetric flask, dilute with water to volume, and mix. Pipet 20 mL of this solution into a 250-mL beaker, and add, in the order named and with continuous stirring, 25.0 mL of *Edetate disodium titrant* and 20 mL of acetic acid–ammonium acetate buffer TS, then heat the solution near the boiling point for 5 minutes. Cool, and add 50 mL of alcohol and 2 mL of dithizone TS. Titrate the solution with 0.05 M zinc sulfate VS until the color changes from green-violet to rose-pink. Perform a blank determination, substituting 20 mL of water for the sample, and make any necessary correction. Each mL of 0.05 M *Edetate disodium titrant* consumed is equivalent to 3.900 mg of $\text{Al}(\text{OH})_3$.

1. จาก Monograph ที่ให้มาข้อใด เป็นวิธีที่ใช้ในการหา Assay
 - a. Acid-base aqueous titration
 - b. Acid base non aqueous titration
 - c. Complexometric titration
 - d. Precipitation titration
 - e. Back titration

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

A



2. เครื่องมือใดสามารถใช้
หามวลโมเลกุลและ
โครงสร้างของสารได้

a. A

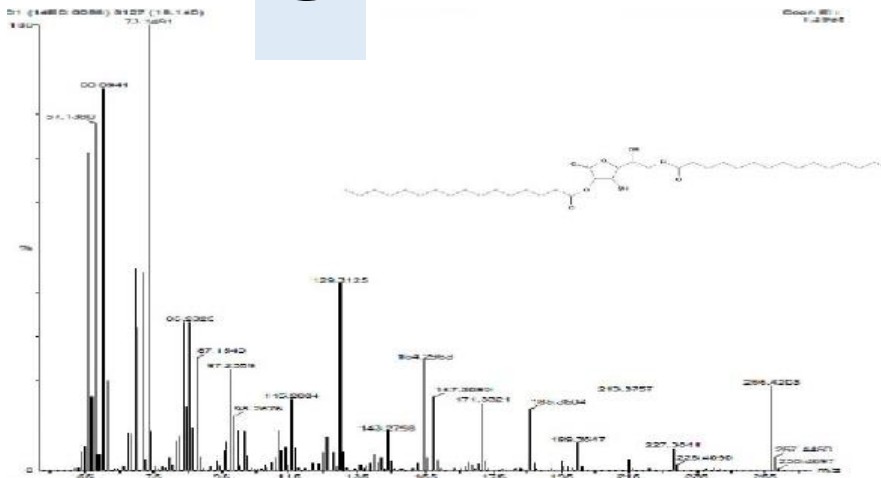
b. B

c. A และ B

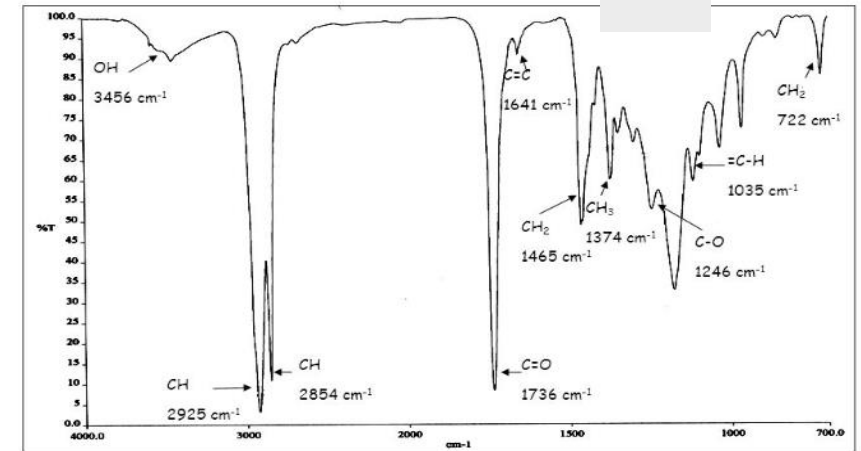
d. B และ C

e. A และ C

B



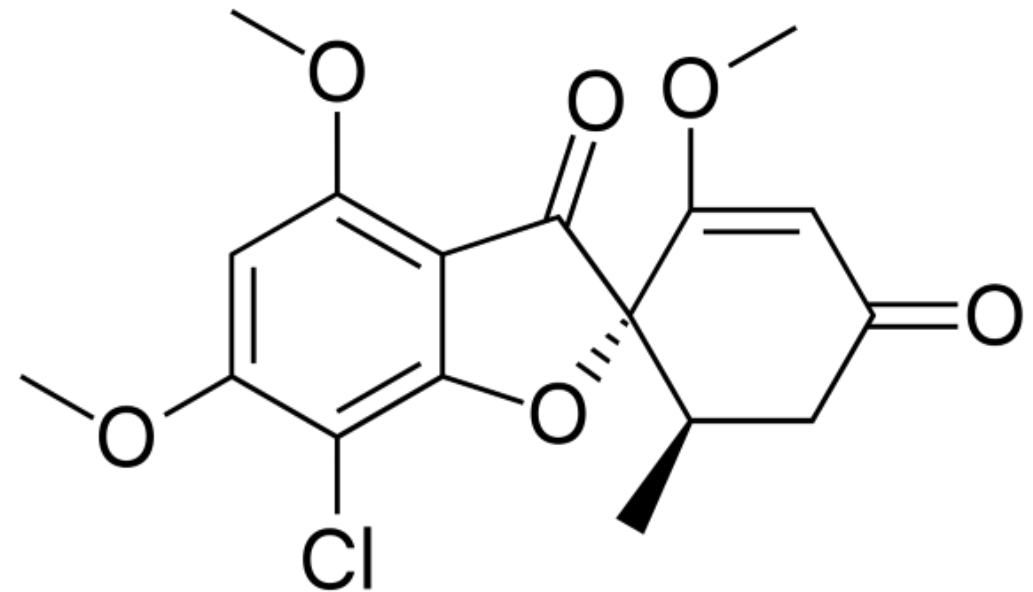
B



ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

3. ถ้าต้องการควบคุมคุณภาพวัตถุดิบ Griseofulvin ให้เป็นแค่ Isomer ดังรูป ควรใช้เครื่องมือใดในการตรวจวิเคราะห์

- Infrared spectrophotometry
- Specific rotation
- X-ray diffraction
- Refractometer
- NMR



ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

4. หากบอกว่ายาตัวนี้มีคุณสมบัติเป็น Racemic mixture หมายความว่าอย่างไร
- a. ไม่หมุนระนาบแสง Polarized
 - b. ละลายน้ำดี
 - c. ยาดูดกลืนแสงหลายคลื่นความถี่
 - d. เป็น Achiral molecule
 - e. Potent ดีกว่าที่ไม่ใช่ Racemic mixture

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

5. ข้อใดคือวิธีการแยกโครงสร้างที่เป็น Racemic mixture ออกจากกัน
- a. Size exclusion
 - b. Counter current
 - c. Super critical fluid
 - d. Planar chromatography
 - e. Chiral chromatography

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

6. ข้อใดเป็นเครื่องมือที่ใช้

ในการวิเคราะห์ Epoetin

- Gas chromatography
- Countercurrent chromatography
- Planar chromatography
- Capillary electrophoresis chromatography
- HPLC

Chromatographic system

(See Chromatography (621), System Suitability.)

Mode: LC

Detector: UV 214 nm

Column: 3.0-mm × 25-cm; 5-μm packing L7

Column temperature: 30°

Flow rate: 0.2 mL/min

Injection volume: 50 μL

System suitability

Sample: *Standard solution*

Suitability requirements: 10 major peaks must be present as illustrated in the reference chromatogram provided with the lot of USP Erythropoietin RS being used. The change in retention times for each of peaks 5, 8, and 9 is NMT 1.2 min when compared to the first injection for three replicate injections. The ratio of relative heights percentage (RRH%) for each peak 8 and peak 9 in the *Standard solution* injections must be within 94%–106%.

Signal-to-noise ratio: NLT 3 for peak 6

Analysis

Samples: *Standard solution, Sample solution, and Blank solution*

Follow each injection of *Standard solution* with a *Blank solution* injection. Record the retention time and response (peak height) of each of the 10 major peaks for both the *Standard solution* and *Sample solution*.

Calculate the relative peak height percentage (RH%) of peak 8 and peak 9 as compared to peak 5 for both the initial *Standard solution* injection and *Sample solution* taken:

$$\text{Result} = (r_U/r_S) \times 100$$

r_U = peak height of peak 8 or 9

r_S = peak height of peak 5

Calculate the ratio of RRH% for peak 8 and peak 9:

$$\text{Result} = (RH_x/RH_S) \times 100$$

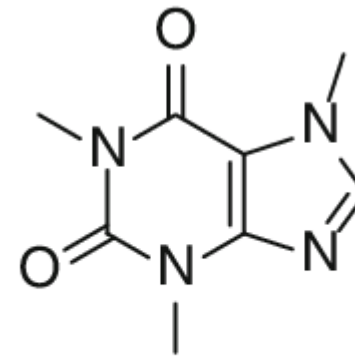
RH_x = RH% of peak 8 or 9 for the *Standard solution*

RH_S = RH% of peak 8 or 9 for the *Sample solution*

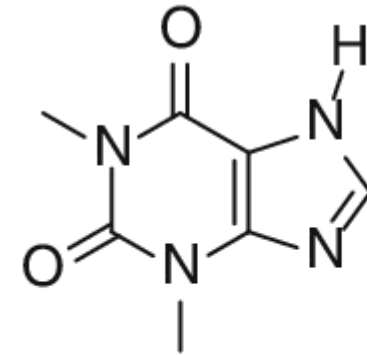
ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

7. เทคนิค Chromatography ใดต่อไปนี้อาจแยกความแตกต่างของ Theophylline และ Caffeine ได้

- Chiral chromatography
- Countercurrent chromatography
- Ion exchange chromatography
- Reverse phase chromatography
- Size exclusion chromatography



Caffeine



Theophylline

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

8. จาก Monograph (ดังรูป) สำหรับวิเคราะห์หา Assay ของ Isotretinoin ใช้เทคนิคใดในการวิเคราะห์

- a. Normal phase chromatography
- b. Reverse phase chromatography
- c. Ion Exchange chromatography
- d. Size exclusion chromatography
- e. Adsorption chromatography

pore size.

Chromatographic system

(See *Chromatography* <621>, *System Suitability*.)

Mode: LC

Detector: UV 353 nm. ▲For *Identification B*, use a diode array detector in the range of 230–400 nm.▲ 2S (USP41)

Column: 4.6-mm × 25-cm; packing L1

Flow rate: 1.5 mL/min

Injection volume: 20 µL

System suitability

Samples: *System suitability solution* and *Standard solution*
[NOTE—The relative retention times for isotretinoin and tretinoin are 1.0 and 1.3, respectively.]

Suitability requirements

Resolution: NLT 2.0 between the isotretinoin and tretinoin peaks, *System suitability solution*

▲▲ 2S (USP41)

Tailing factor: NMT 2.0 for the isotretinoin peak, *System suitability solution*

Relative standard deviation: NMT 2.0%, *Standard solution*

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

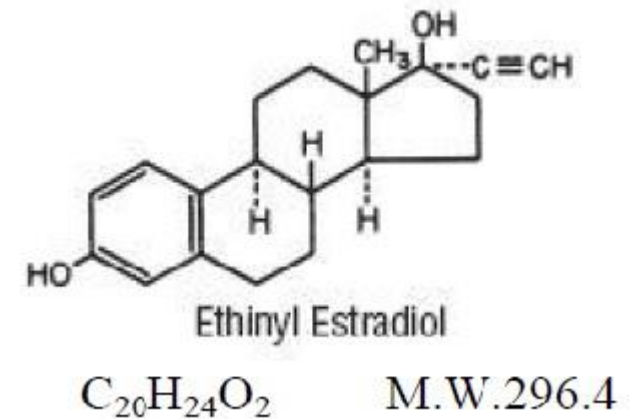
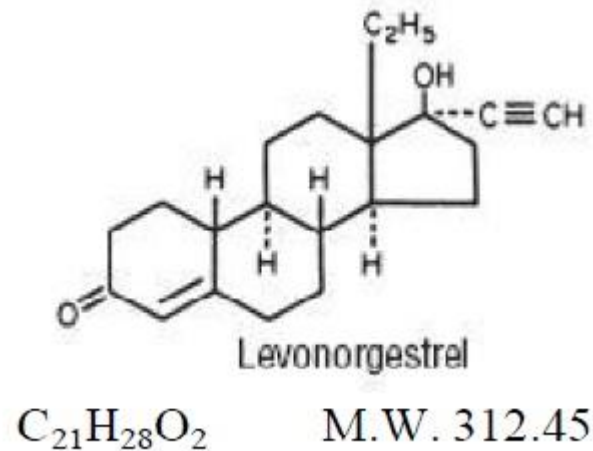
9. เครื่องมือใดสามารถตรวจ Amorphous ได้

- a. HPLC
- b. UV
- c. TLC
- d. X-ray absorption spectrophotometer
- e. Polarimetry

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

10. เครื่องมือวิเคราะห์ใดสามารถแยก Levonorgestrel กับ Norgestrel ได้

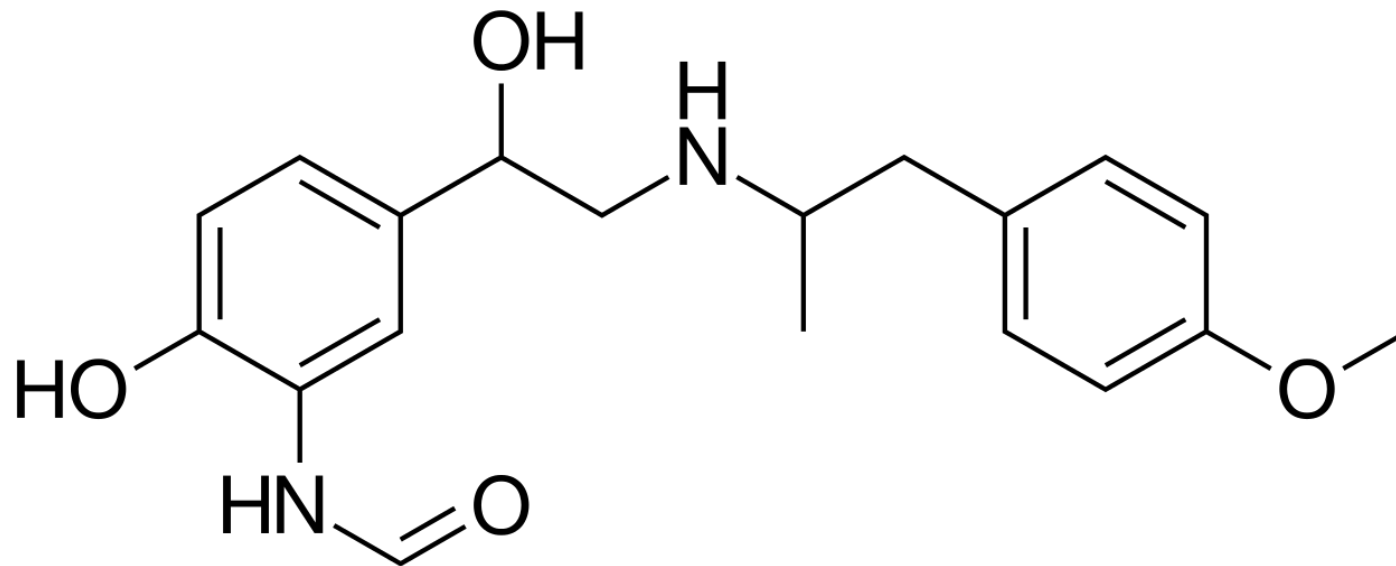
- Polarimeter
- Potentiometer
- UV
- HPLC
- Rheometer



ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

11. จากโครงสร้างที่เห็น ข้อใดน่าจะเป็นการพิสูจน์เอกลักษณ์ของ Formoterol

- a. UV
- b. TLC
- c. FTIR
- d. Titrate
- e. HPLC

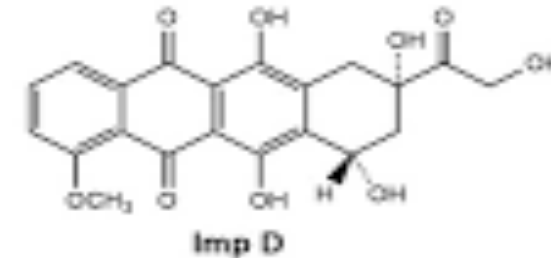
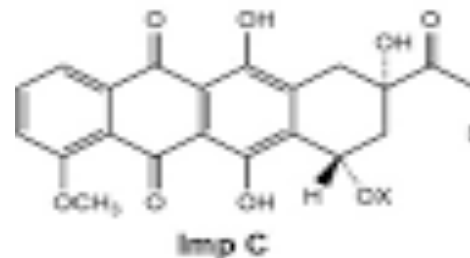
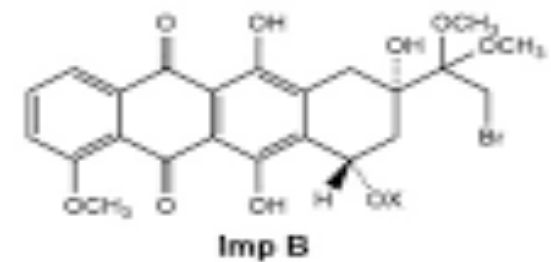
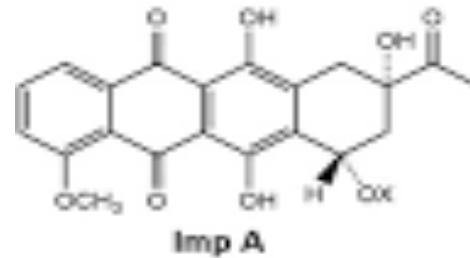
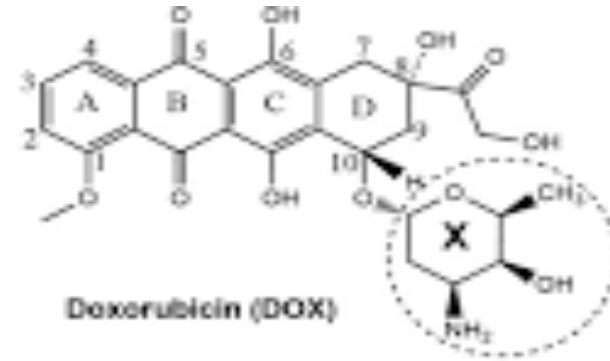


ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

12. วิธีใดเหมาะสมในการตรวจหา Related substance ที่ปนเปื้อนอยู่ในวัตถุดิบ

Doxorubicin

- HPLC
- UV Spectrophotometry
- FTIR
- Raman spectroscopy
- Fluorospectrometry



ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

13. เครื่องมือใดที่สามารถตรวจวัด (+,-) ของยา X ได้

- a. DSC
- b. Polarimeter
- c. UV
- d. IR
- e. HPLC

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

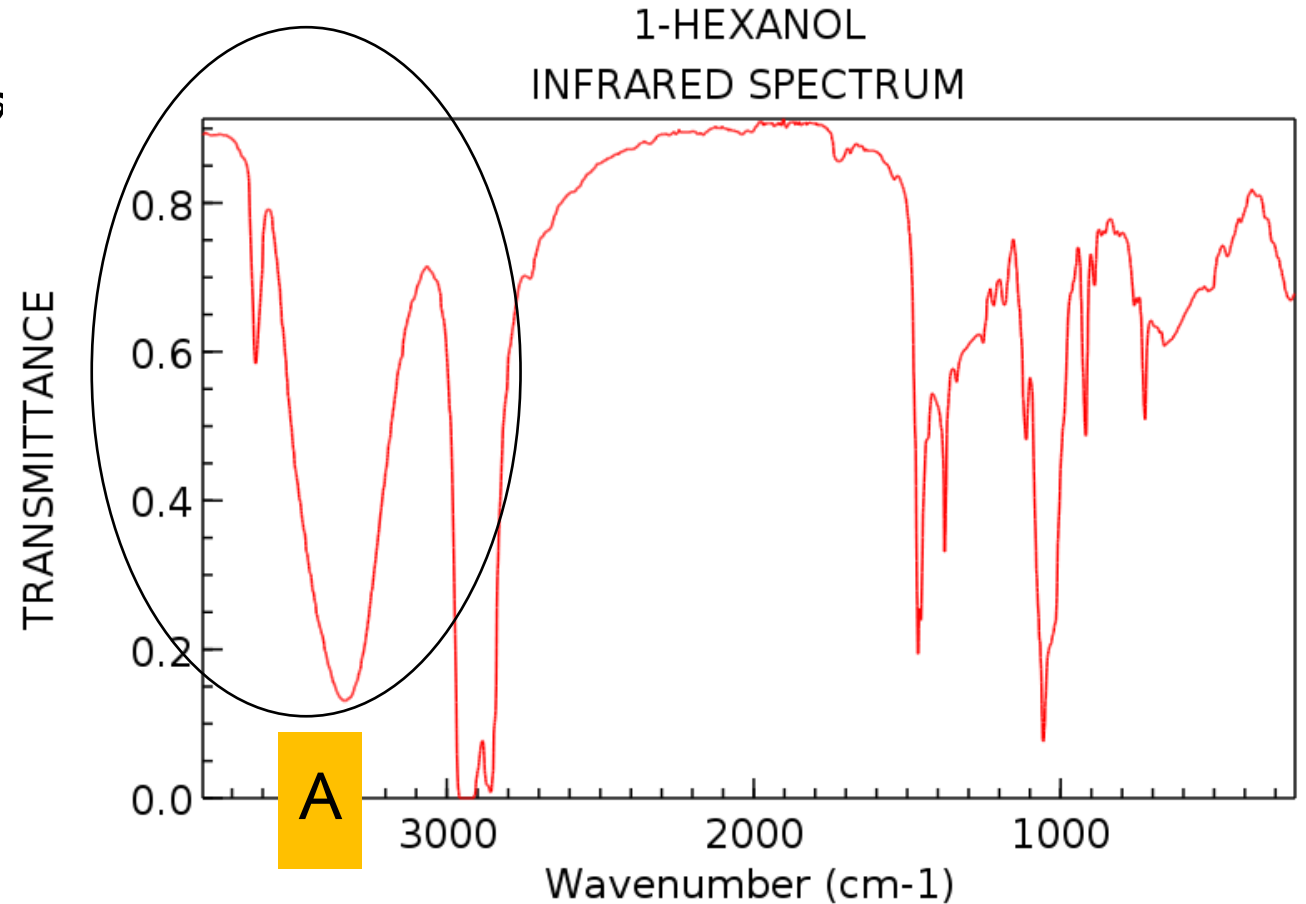
14. โครงสร้างยาที่มีพันธะคู่และ Aromatic ring จะต้องตรวจสอบแบบใด

- a. DSC
- b. Polarimeter
- c. UV
- d. IR
- e. HPLC

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

15. การพิสูจน์เอกลักษณ์ของยาคุมชนิดหนึ่งที่ตรวจด้วย IR ตำแหน่ง A คือหมู่ฟังก์ชันใด

- a. OH
- b. C=C
- c. C-H
- d. C-O
- e. C≡C



NIST Chemistry WebBook (<http://webbook.nist.gov/chemistry>)

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

16. สำหรับ Levothyroxine สามารถพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องมือใด

- a. Titrate
- b. Atomic absorption
- c. Mass spectroscopy
- d. Polarimeter
- e. UV

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

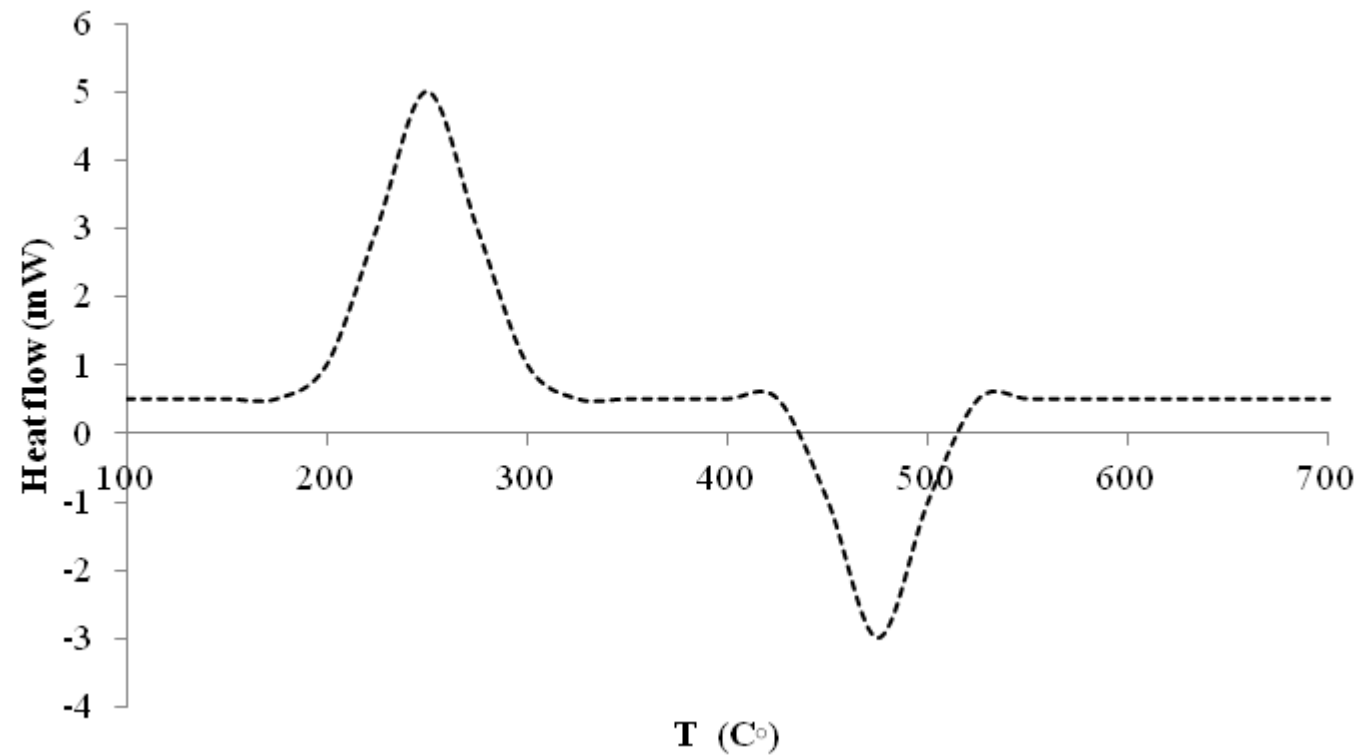
17. เครื่องมือใดใช้หาปริมาณน้ำ

- a. UV
- b. HPLC
- c. Karl fisher
- d. Potentiometer
- e. Polarimeter

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

18. จากรูปภาพ แสดงถึงผลที่ได้จากเครื่องมือใด

- a. MS
- b. NMR
- c. DSC
- d. HPLC
- e. UV



ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

19. หากต้องการหาหมู่ฟังก์ชัน Amide ในยาลดน้ำตาล ควรใช้เครื่องมือใดจึงจะเหมาะสม

- a. IR
- b. MS
- c. HPLC
- d. Spectrofluorometer
- e. AAS

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

20. เครื่องมือชนิดใดที่สามารถวิเคราะห์หาปริมาณ Bismuth subgallate ในยา
เหน็บได้

- a. Atomic absorption spectrophotometer
- b. UV-visible spectrophotometer
- c. Potentiometer
- d. IR
- e. GC

ตัวอย่างข้อสอบ (ต่อ)

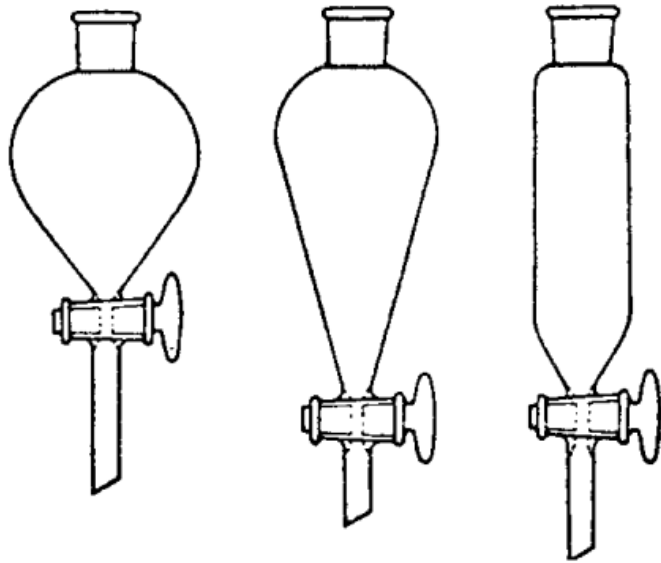
21. การตรวจสอบเอกลักษณ์ของ NaCl raw material ควรใช้เครื่องมือใด

- a. Titration
- b. UV absorption
- c. HPLC
- d. GC
- e. AAS

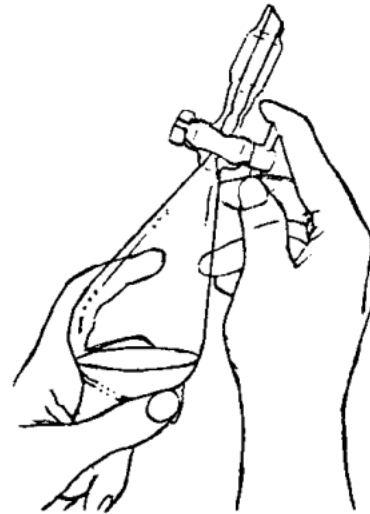
เทคนิคการสกัด (extraction)

- การสกัดด้วยตัวทำละลาย > นิยมใช้ แยกสารที่ต้องการออกจากของผสมโดยเลือกใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม
- การสกัดด้วยกรด-เบส > อาศัยปฏิกิริยาเคมีระหว่างตัวสกัดและสารที่ต้องการสกัด (เช่น การทำให้เกลือละลายในน้ำแต่ไม่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์)
- การสกัดต่อเนื่อง > ใช้เมื่อสารที่ต้องการสกัดละลายได้น้อยมากในตัวทำละลายที่ใช้สกัด

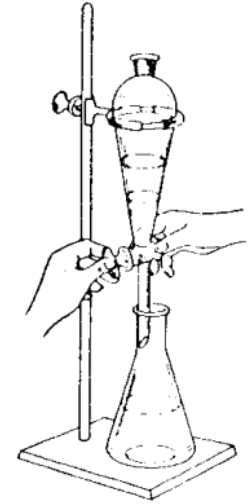
Separating funnel



ภาพ 5.1 กรวยแยกแบบต่าง ๆ

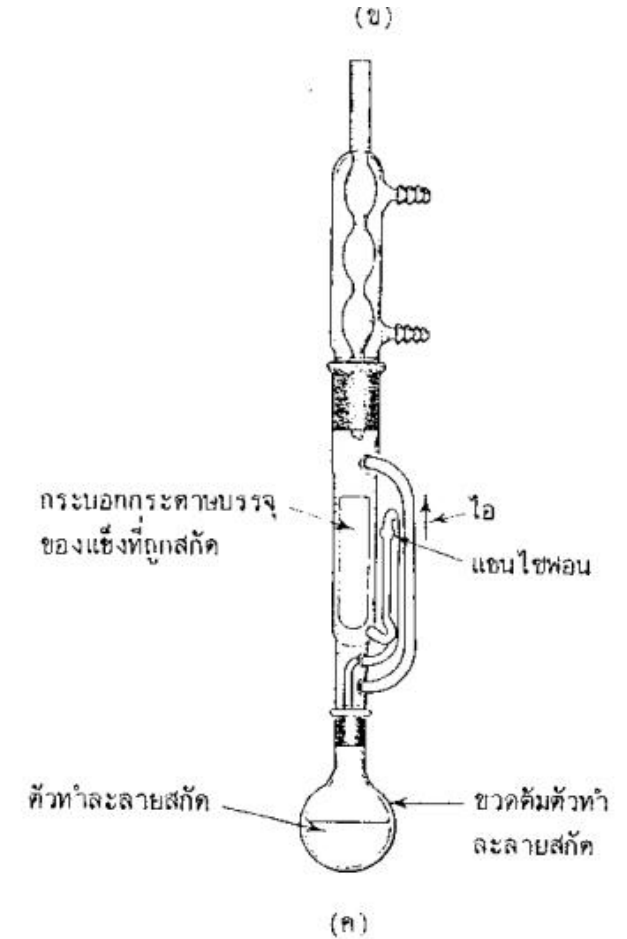
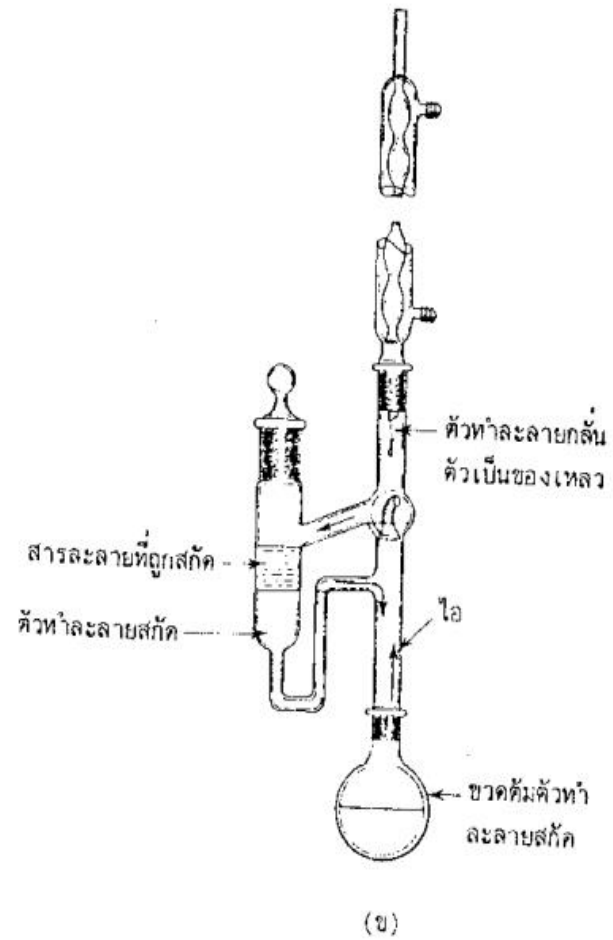
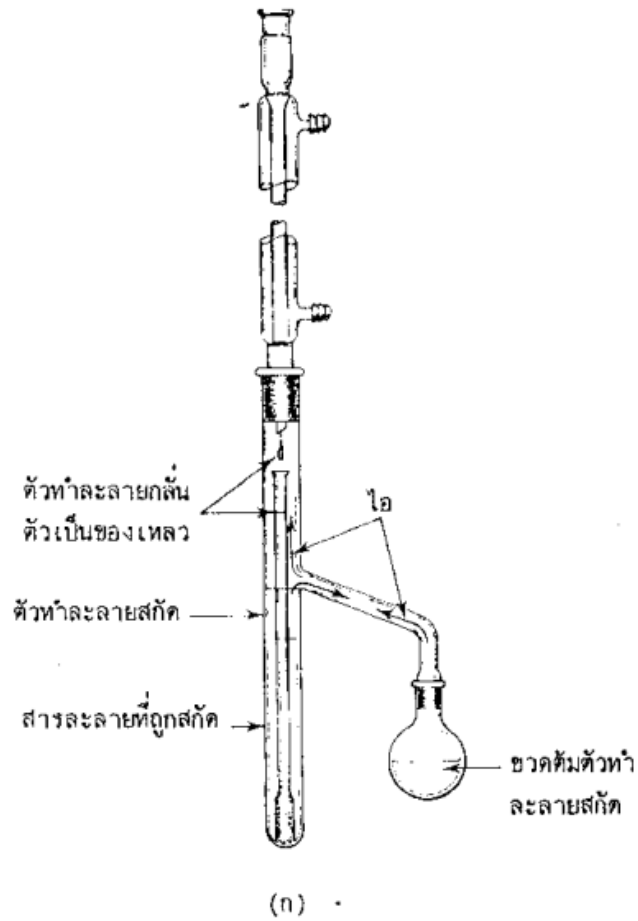


ภาพ 5.4 การระบายความดันในกรวยแยก



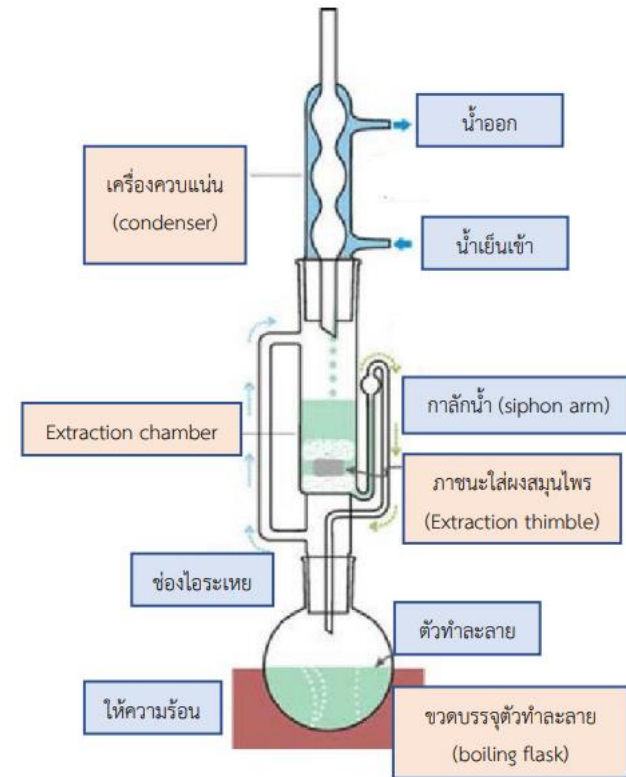
ภาพ 5.5 การใช้สารละลายลงในขวดรองรับ

การสกัดต่อเนื่อง



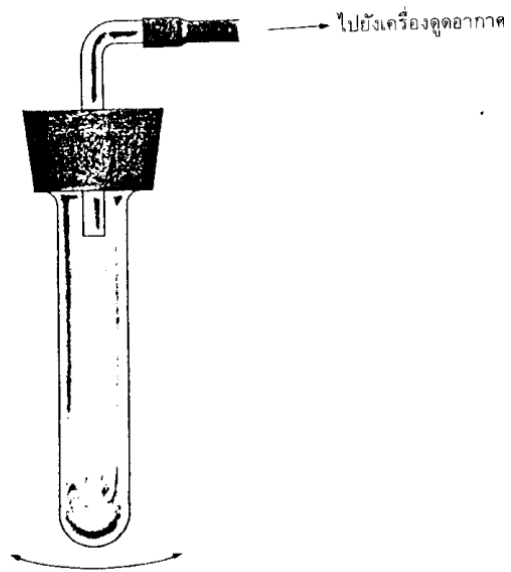
Soxhlet extractor

เป็นการสกัดแบบต่อเนื่องที่สกัดสารสำคัญจากสมุนไพร โดยการใช้ความร้อนและตัวทำละลายที่มีจุดเดือดต่ำ เทคนิคนี้เหมาะสำหรับแยกสารอินทรีย์ที่ไม่เสถียรที่ความร้อนสูงออกจากสารผสมที่เป็นของแข็ง

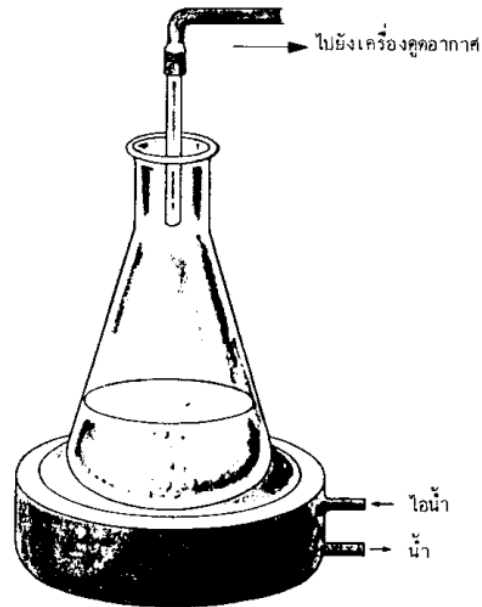


รูป 1 ลักษณะการสกัดแบบใช้เครื่องสกัดซอกซ์เลต ดัดแปลงจาก Daniel et. al, 2006 (3)

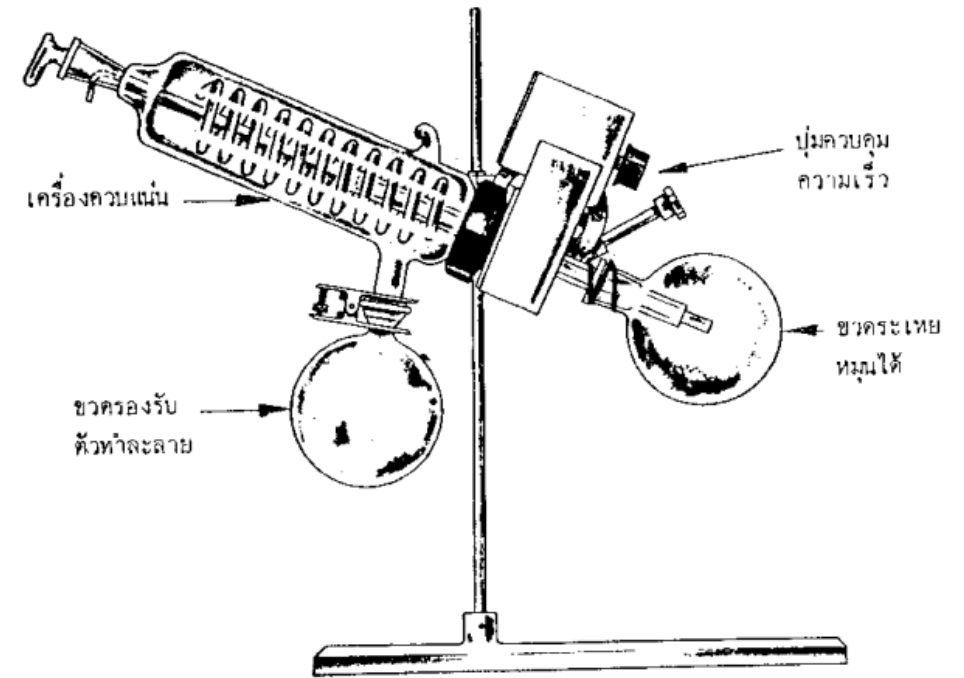
Rotary evaporator



ภาพ 5.6 การกำจัดตัวทำละลายที่มีปริมาณน้อย



ภาพ 5.7 การกำจัดตัวทำละลายโดยใช้เครื่องอังไอน้ำช่วย



ภาพ 5.8 เครื่องมือหมุนระเหยในสุญญากาศ