

**Keseragaman sediaan** <911> Memenuhi syarat.

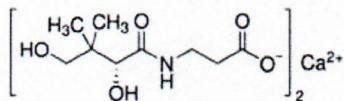
**Penetapan kadar** Timbang dan serbukkan tidak kurang dari 20 tablet. Timbang saksama sejumlah serbuk tablet setara dengan lebih kurang 350 mg  $C_6H_{10}CaO_6 \cdot 5H_2O$ , masukkan ke dalam labu Erlenmeyer, tambahkan 150 mL air dan 2 mL *asam hidroklorida* 3 N, aduk menggunakan pengaduk magnetik selama 3 sampai 5 menit. Sambil diaduk, tambahkan lebih kurang 20,0 mL *dinatrium edetat* 0,05 M *LV* melalui buret 50 mL, tambahkan 15 mL *natrium hidroksida* 1 N dan 300 mg indikator *biru hidroksinaftol P* dan lanjutkan titrasi sampai titik akhir berwarna biru.

*Tiap mL dinatrium edetat 0,05 M setara dengan 15,42 mg  $C_6H_{10}CaO_6 \cdot 5H_2O$*

**Wadah dan penyimpanan** Dalam wadah tertutup rapat.

**Penandaan** Jumlah kalsium laktat yang dicantumkan dalam etiket adalah kalsium laktat pentahidrat.

## KALSIUM PANTOTENAT Calcium Pantothenate



*Kalsium D-pantotenat(1:2)* [137-08-6]

$C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$

BM 476,53

Kalsium Pantotenat adalah garam kalsium isomer asam pantotenat yang memutar bidang polarisasi ke kanan. Kalsium pantotenat mengandung nitrogen (N) tidak kurang dari 5,7% dan tidak lebih dari 6,0% dan mengandung kalsium (Ca) tidak kurang dari 8,2% dan tidak lebih dari 8,6%, keduanya dihitung terhadap zat kering.

**Pemerian** Serbuk; putih; agak hidroskopis; tidak berbau; rasa pahit.

**Kelarutan** Mudah larut dalam air; larut dalam gliserin; praktis tidak larut dalam etanol, dalam kloroform dan dalam eter.

**Baku pembanding** *Kalsium Pantotenat BPFI*; lakukan pengeringan pada suhu 105° selama 3 jam sebelum digunakan. Simpan dalam wadah tertutup rapat, dalam lemari pendingin. *Beta Alanin BPFI*.

### Identifikasi

A. Spektrum serapan inframerah zat kering dan didispersikan dalam *kalium bromida P*, menunjukkan

maksimum hanya pada bilangan gelombang yang sama seperti pada *Kalsium Pantotenat BPFI*.

B. Larutan zat (1 dalam 20) menunjukkan reaksi *Kalsium* cara A dan B seperti tertera pada *Uji Identifikasi Umum <291>*.

**Kebasaan** Larutkan 1,0 g zat dalam 15 mL *air bebas karbon dioksida P* dalam labu kecil. Segera setelah melarut sempurna, tambahkan 1,0 mL *asam hidroklorida* 0,10 N dan 0,05 mL *fenolftalein LP*, campur; tidak terjadi warna merah muda dalam waktu 5 detik.

**Rotasi jenis** <1081> Antara +25,0° dan +27,5°; lakukan penetapan menggunakan larutan 50 mg per mL.

**Susut pengeringan** <1121> Tidak lebih dari 5,0%; lakukan pengeringan pada suhu 105° selama 3 jam.

**Logam berat** <371> Tidak lebih dari 20 bpj; lakukan penetapan menggunakan larutan 1,0 g zat dalam 25 mL air.

**Cemaran organik** <481> Tidak lebih dari 1,0%.

*Larutan uji* Gunakan pelarut air.

*Larutan baku* Gunakan pelarut air. Gunakan *Beta Alanin BPFI* sebagai pengganti baku *Kalsium Pantotenat BPFI*.

*Fase gerak* Campuran *etanol P-air* (13:7).

*Penampak bercak* Gunakan teknik penampak bercak nomor 4.

**Penetapan kadar nitrogen** <581> *Metode I* Lakukan penetapan menggunakan zat yang ditimbang saksama lebih kurang 500 mg.

**Penetapan kadar kalsium** Timbang saksama lebih kurang 800 mg zat, larutkan dalam 150 mL air yang mengandung 2 mL *asam hidroklorida* 3 N. Tambahkan 15 mL *natrium hidroksida* 1 N dan 300 mg indikator *biru hidroksinaftol P*. Titrasi dengan *dinatrium edetat* 0,05 M *LV* sampai titik akhir berwarna biru. Lakukan penetapan blangko.

Hitung persentase kalsium (Ca) dalam zat dengan rumus:

$$\frac{[(V_S - V_B) \times M \times F]}{W} \times 100$$

$V_S$  adalah volume titran dalam mL yang digunakan untuk titrasi zat uji;  $V_B$  adalah volume titran dalam mL yang digunakan untuk titrasi blangko;  $M$  adalah molaritas titran dalam mmol per mL;  $F$  adalah faktor ekivalensi (40,08 mg per mmol) dan  $W$  adalah bobot zat uji dalam mg.

**Wadah dan penyimpanan** Dalam wadah tertutup rapat.

## PENETAPAN KADAR NITROGEN <581>

Beberapa alkaloid dan senyawa organik lain yang mengandung nitrogen tidak dapat melepaskan seluruh nitrogen setelah ekstraksi dengan *asam sulfat P*; karena itu metode ini tidak dapat digunakan untuk penetapan nitrogen dalam semua senyawa organik.

### Metode I

**Tanpa Nitrat dan Nitrit** Timbang saksama lebih kurang 1 g zat, masukkan ke dalam labu Kjeldahl 500 mL dari kaca borosilikat keras. Jika zat padat atau setengah padat, dapat dibungkus dengan sehelai kertas saring bebas nitrogen untuk memudahkan pemindahan ke dalam labu. Tambahkan 10 g serbuk *kalium sulfat P* atau *natrium sulfat anhidrat P*, 500 mg serbuk *tembaga(II) sulfat P* dan 20 mL *asam sulfat P*. Miringkan labu pada posisi dengan sudut lebih kurang 45°, panaskan campuran dengan hati-hati, jaga suhu di bawah titik didih sampai tidak berbuah lagi. Tingkatkan pemanasan sampai asam mendidih secara cepat dan teruskan pemanasan sampai larutan berwarna hijau jernih atau hampir tak berwarna selama 30 menit. Biarkan hingga dingin, tambahkan 150 mL air, campur dan dinginkan lagi. Tambahkan hati-hati 100 mL larutan *natrium hidroksida P* (2 dalam 5) melalui dinding sebelah dalam labu hingga terbentuk lapisan di bawah larutan asam. Segera tambahkan beberapa butir *zink P* dan segera hubungkan labu ke bola (perangkap) penghubung Kjeldahl, yang sebelumnya telah dihubungkan dengan kondensor, yang pipa penyalurnya tercelup di bawah permukaan larutan 100 mL larutan *asam borat P* (1 dalam 25) dalam labu Erlenmeyer 500 mL. Campur isi labu Kjeldahl dengan memutar hati-hati dan destilasi sampai lebih kurang empat perlama isi labu terdestilasi. Titrasi dengan *asam sulfat 0,5 N LV*. Tetapkan titik akhir secara potensiometrik. Lakukan penetapan blangko.

*Tiap mL asam sulfat 0,5 N  
setara dengan 7,003 mg nitrogen*

Jika kandungan nitrogen dalam zat rendah, *asam sulfat 0,5 N LV* dapat diganti dengan *asam sulfat 0,1 N LV*.

*Tiap mL asam sulfat 0,1 N  
setara dengan 1,401 mg nitrogen*

**Jika Ada Nitrat dan Nitrit** Timbang saksama sejumlah zat setara dengan lebih kurang 150 mg nitrogen, masukkan ke dalam labu Kjeldahl 500 mL dari kaca borosilikat keras, tambahkan larutan 1 g *asam salisilat P* dalam 25 mL *asam sulfat P*. Campur isi labu, biarkan selama 30 menit dan sering dikocok. Tambahkan 5 g serbuk *natrium tiosulfat P*, campur,

tambahkan 500 mg serbuk *tembaga(II) sulfat P*, lakukan seperti tertera pada *Tanpa nitrat dan nitrit*, mulai dengan "Miringkan labu pada posisi dengan sudut lebih kurang 45°".

Jika kandungan nitrogen dalam zat lebih dari 10%, tambahkan 500 mg hingga 1 g *asam benzoat P* sebelum ekstraksi untuk memudahkan peruraian senyawa.

### Metode II

**Peralatan** Pilih satu unit tipe umum alat Kjeldahl semi mikro, mula-mula nitrogen dibebaskan dengan ekstraksi asam dan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam wadah titrasi dengan destilasi uap.

**Prosedur** Timbang saksama atau ukur secara kuantitatif sejumlah zat setara dengan 2 mg hingga 3 mg nitrogen, masukkan ke dalam labu ekstraksi. Tambahkan 1 g campuran serbuk *kalium sulfat P* dan *tembaga(II) sulfat P* (10:1) dan cuci serbuk yang menempel pada leher labu dengan semprotan air. Tambahkan 7 mL *asam sulfat P* melalui dinding untuk membilas, kemudian sambil memutar labu, tambahkan 1 mL *hidrogen peroksida P* dengan hati-hati melalui dinding labu (jangan menambahkan hidrogen peroksida selama ekstraksi).

Panaskan labu di atas api langsung atau pemanas elektrik sampai larutan berwarna biru jernih dan dinding labu bebas dari zat yang mengarang. Tambahkan hati-hati 70 mL air pada campuran ekstrak, dinginkan, lakukan destilasi uap. Tambahkan 30 mL larutan *natrium hidroksida P* (2 dalam 5) dengan corong sedemikian rupa sehingga larutan mengalir melalui dinding sebelah dalam labu hingga terbentuk lapisan di bawah larutan asam, bilas corong dengan 10 mL air, tutup rapat, segera lakukan destilasi uap. Tampung destilat dalam 15 mL larutan *asam borat P* (1 dalam 25) yang telah ditambah dengan 3 tetes merah metil-biru metilen LP dan air secukupnya untuk menutup ujung pipa kondensor. Lanjutkan destilasi hingga destilat mencapai 80 mL hingga 100 mL. Lepaskan labu serap, bilas ujung pipa pendingin dengan sedikit air dan titrasi destilat dengan *asam sulfat 0,01 N LV*. Lakukan penetapan blangko.

*Tiap mL asam sulfat 0,01 N  
setara dengan 140,1 µg nitrogen.*

Jika zat mengandung nitrogen lebih dari 2 mg hingga 3 mg, dapat digunakan *asam sulfat 0,02 N* atau *asam sulfat 0,01 N* dan dibutuhkan tidak kurang dari 15 mL. Jika jumlah bobot bahan kering lebih besar dari 100 mg, jumlah *asam sulfat P* dan *natrium hidroksida P* yang digunakan dinaikkan hingga sebanding dengan bobot bahan.