

*Larutan uji* Ukur saksama sejumlah larutan oral ke dalam labu tentukur yang sesuai, tambahkan sejumlah *Pengencer* sebanyak 60% dari volume labu tentukur, sonikasi selama 3 menit, sambil sesekali digoyang, encerkan dengan *Pengencer* sampai tanda, hingga kadar lebih kurang 0,1 mg per mL. Saring dengan penyaring yang sesuai.

*Sistem kromatografi* Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 233 nm dan kolom 4,6 mm × 25 cm berisi bahan pengisi *L10* dengan ukuran partikel 5 µm. Pertahankan suhu kolom pada 50°. Laju alir lebih kurang 2 mL per menit. Kromatograf diprogram sebagai berikut:

Waktu (menit)	Larutan A (%)	Larutan B (%)
0	5	95
15	5	95
22	25	75
35	25	75
40	5	95
50	5	95

Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: faktor ikutan tidak lebih dari 1,5 dan simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 1,0%.

*Prosedur* Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 20 µL) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase setirizin hidroklorida,  $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ , dalam larutan oral yang digunakan dengan rumus:

$$\left(\frac{r_U}{r_S}\right) \times \left(\frac{C_S}{C_U}\right) \times 100$$

$r_U$  dan  $r_S$  berturut-turut adalah respons puncak setirizin dari *Larutan uji* dan *Larutan baku*;  $C_S$  adalah kadar *Setirizin Hidroklorida BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*;  $C_U$  adalah kadar setirizin hidroklorida dalam mg per mL *Larutan uji* berdasarkan jumlah yang tertera pada etiket.

**Wadah dan penyimpanan** Dalam wadah tertutup baik, terlindung dari cahaya. Simpan pada suhu terkendali atau di tempat dingin.

## TABLET SETIRIZIN HIDROKLORIDA Cetirizine Hydrochloride Tablets

Tablet Setirizin Hidroklorida mengandung Setirizin Hidroklorida,  $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ , tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 110,0% dari jumlah yang tertera pada etiket.

**Baku pembanding** *Setirizin Hidroklorida BPFI*;

tidak boleh dikeringkan, simpan dalam wadah tertutup rapat dan terlindung cahaya.

**Identifikasi** Waktu retensi puncak utama kromatogram *Larutan uji* sesuai dengan *Larutan baku* seperti diperoleh pada *Penetapan kadar*.

### Disolusi <1231>

*Media disolusi*: 900 mL air

*Alat tipe 2*: 50 rpm

*Waktu*: 30 menit

*Prosedur* Lakukan penetapan jumlah  $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$  yang terlarut dengan cara *kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi <931>*.

*Dapar* Buat larutan 2,9 mL *asam fosfat P* dalam 1000 mL air.

*Fase gerak* Buat campuran *asetonitril P-Dapar* (2:3), saring dan awaudarakan. Jika perlu lakukan penyesuaian menurut *Kesesuaian sistem* seperti tertera pada *Kromatografi <931>*.

*Larutan baku* Timbang saksama sejumlah *Setirizin Hidroklorida BPFI* larutkan dan encerkan dengan air hingga kadar 11 µg per mL. Larutan dapat disimpan selama 48 jam pada suhu ruang.

*Larutan uji* Gunakan sejumlah alikot, saring dengan penyaring yang sesuai dengan porositas 0.45 µm.

*Sistem kromatografi* Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 230 nm dan kolom 4,6 mm × 25 cm berisi bahan pengisi *L1* dengan ukuran partikel 5 µm. Laju alir lebih kurang 1 mL per menit. [Catatan *Eluasi selama 1,3 kali waktu retensi setirizin*]. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: faktor ikutan tidak lebih dari 2,0 dan simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2,0%.

*Prosedur* Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 50 µL) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase  $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$  yang terlarut dengan rumus:

$$\left(\frac{r_U}{r_S}\right) \times \left(\frac{C_S}{L}\right) \times V \times 100$$

$r_U$  dan  $r_S$  berturut-turut adalah respons puncak setirizin dari *Larutan uji* dan *Larutan baku*;  $C_S$  adalah kadar *Setirizin Hidroklorida BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*;  $L$  adalah kandungan setirizin hidroklorida dalam mg seperti tertera pada etiket;  $V$  adalah volume media disolusi dalam mL.

*Toleransi* Dalam waktu 30 menit harus larut tidak kurang dari 80% (Q)  $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$  dari jumlah yang tertera pada etiket.

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

**Cemaran senyawa organik** Lakukan penetapan dengan cara *kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

*Larutan A* Buat campuran asam sulfat 2 N-air (2:33).

*Dapar* Timbang 3,4 g *tetrabutyl amonium hidrogen sulfat P*, larutkan dan encerkan dengan air hingga 1000 mL.

*Pengencer* Buat campuran *asetonitril P-Larutan A*-air (910:27:63).

*Fase gerak* Buat campuran *asetonitril P-Larutan A-Dapar* (93:5:2), saring dan awaudarkan. Jika perlu lakukan penyesuaian menurut *Kesesuaian sistem* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

*Larutan baku* Timbang saksama sejumlah *Setirizin Hidroklorida BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *Pengencer* hingga kadar lebih kurang 1,5 µg per mL.

*Larutan uji* Timbang dan serbukkan tidak kurang dari 20 tablet. Timbang saksama sejumlah serbuk, masukkan ke dalam labu tentukur yang sesuai, larutkan dan encerkan dengan *Pengencer* hingga kadar lebih kurang 0,5 mg per mL. Sonikasi jika perlu. Saring dengan penyaring membran.

*Sistem kromatografi* Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 230 nm dan kolom 4,0 mm × 25 cm berisi bahan pengisi L3 dengan ukuran partikel 5 µm. Laju alir 0,8 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku* rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: faktor ikutan tidak lebih dari 2,0 dan simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 10,0%. [Catatan *Eluasi selama dua setengah kali waktu retensi puncak setirizin*]

*Prosedur* Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 20 µL) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf. Rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase masing-masing cemaran dalam serbuk tablet dengan rumus:

$$\left(\frac{r_i}{r_s}\right) \times \left(\frac{C_s}{C_u}\right) \times \left(\frac{1}{F}\right) 100$$

$r_i$  adalah respons puncak masing-masing cemaran pada *Larutan uji*;  $r_s$  adalah respons puncak setirizin pada *Larutan baku*;  $C_s$  adalah kadar *Setirizin Hidroklorida BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*;  $C_u$  adalah kadar setirizin hidroklorida dalam mg per mL *Larutan uji*;  $F$  adalah faktor respons relatif (seperti tertera pada *Tabel*). Masing-masing cemaran dan total cemaran tidak lebih dari batas seperti tertera pada *Tabel*.

Tabel			
Nama	Waktu retensi relatif	Faktor respons relatif	Batas (%)
Setirizin laktosa ester	0,56	1,0	0,4

Nama	Waktu retensi relatif	Faktor respons relatif	Batas (%)
Setirizin	1,0	-	-
Setirizin etanol	1,67	1,2	0,15
Senyawa produk degradasi lain yang tidak spesifik	-	-	0,2
Total cemaran	-	-	0,8

**Penetapan kadar** Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

*Larutan A* Buat campuran asam sulfat 2 N-air (2:33)

*Dapar* Buat larutan 2,9 mL asam fosfat P dalam 1000 mL air.

*Pengencer* Buat campuran *asetonitril P-Larutan A* - air (100:1:100).

*Fase gerak* Campuran *asetonitril P-Dapar* (3:7), saring dan awaudarkan. Jika perlu lakukan penyesuaian menurut *Kesesuaian sistem* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

*Larutan baku* Timbang saksama sejumlah *Setirizin Hidroklorida BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *Pengencer* hingga kadar 0,2 mg per mL.

*Larutan uji* Timbang dan serbukkan tidak kurang dari 20 tablet. Timbang saksama sejumlah serbuk, masukkan ke dalam labu tentukur yang sesuai, larutkan dan encerkan dengan *Pengencer* hingga kadar 0,2 mg per mL. Jika perlu sonikasi. Saring dengan penyaring membran.

*Sistem kromatografi* Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 230 nm dan kolom 4,6 mm × 25 cm berisi bahan pengisi L1 dengan ukuran partikel 5µm. Laju alir lebih kurang 1,5 mL per menit. [Catatan *Eluasi 1,3 kali waktu retensi setirizin*]. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: faktor ikutan tidak lebih dari 2,0 dan simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2,0%.

*Prosedur* Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 10 µL) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase setirizin hidroklorida,  $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ , dalam tablet dengan rumus:

$$\left(\frac{r_u}{r_s}\right) \times \left(\frac{C_s}{C_u}\right) \times 100$$

$r_u$  dan  $r_s$  berturut-turut adalah respons puncak utama dari *Larutan uji* dan *Larutan baku*;  $C_s$  adalah kadar *Setirizin Hidroklorida BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*;  $C_u$  adalah kadar setirizin hidroklorida dalam mg per mL *Larutan uji* berdasarkan jumlah yang tertera pada etiket.

**Wadah dan penyimpanan** Dalam wadah tertutup baik, pada suhu di bawah 30°.