

Penetapan kadar

Larutan baku Timbang saksama lebih kurang 50 mg *Menadion BPFI*, masukkan ke dalam labu tentukur 250-mL, larutkan dan encerkan dengan *kloroform P* sampai tanda. Pipet 2 mL ke dalam labu tentukur 100-mL, encerkan dengan *etanol mutlak P* sampai tanda hingga kadar lebih kurang 4 µg per mL.

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 1 g, masukkan ke dalam labu tentukur 200-mL, larutkan dan encerkan dengan air sampai tanda. Pipet 20 mL ke dalam corong pisah, tambahkan 40 mL *kloroform P* dan 5 mL larutan *natrium karbonat monohidrat P* (1 dalam 10), kocok kuat-kuat selama 30 detik, biarkan memisah. Saring lapisan *kloroform* melalui kapas yang telah dibasahi dengan *kloroform P* ke dalam labu tentukur 200-mL. Bilas segera penyaring dengan 40 mL *kloroform P*. Campur bilasan ke dalam ekstrak yang terdapat dalam labu tentukur. Ekstraksi lapisan air dua kali, tiap kali dengan 20 mL *kloroform P*, saring tiap ekstrak, cuci segera penyaring tiap kali dengan 20 mL *kloroform P*. Campur semua filtrat dan cairan cucian ke dalam ekstrak yang terdapat dalam labu tentukur. Encerkan dengan *kloroform P* sampai tanda. Pipet 2 mL ke dalam labu tentukur 100-mL, encerkan dengan *etanol P* sampai tanda.

Prosedur Ukur serapan *Larutan baku* dan *Larutan uji* pada panjang gelombang serapan maksimum lebih kurang 250 nm terhadap blangko campuran *kloroform P-etanol mutlak P* (1:50). Hitung jumlah dalam mg $C_{11}H_9NaO_5S_3H_2O$, menadion natrium bisulfit dengan rumus:

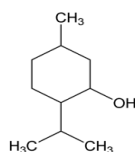
$$100 \left(\frac{330,28}{172,18} \right) \left(C \frac{A_u}{A_s} \right)$$

C adalah kadar *Menadion Bisulfit BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*; A_u dan A_s berturut-turut adalah serapan *Larutan uji* dan *Larutan baku*.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat, terlindung cahaya.

MENTOL

Menthol



Sikloheksanol, 5-Metil-2-(1-metiletil) [1490-04-6]

$C_{10}H_{20}O$

BM 156,27

Mentol adalah alkohol yang diperoleh dari bermacam-macam minyak permen atau yang dibuat secara sintetik. Mentol dapat berupa levorotatori (*l*-mentol) yang berasal dari alam atau sintetik, atau rasemat (*dl*-

mentol). Mengandung, $C_{10}H_{20}O$, tidak kurang dari 98,0% dan tidak lebih dari 102,0%.

Pemerian Hablur heksagonal atau serbuk hablur, tidak berwarna, biasanya berbentuk jarum, atau massa yang melebur; bau enak seperti minyak permen.

Kelarutan Sukar larut dalam air; sangat mudah larut dalam etanol, dalam *kloroform*, dalam eter, dan dalam heksan; mudah larut dalam asam asetat glasial, dalam minyak mineral, dalam minyak lemak, dan dalam minyak atsiri.

Baku pembanding *Mentol BPFI*; tidak boleh dikeringkan. Simpan dalam wadah tertutup rapat, terlindung cahaya.

Identifikasi

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

B. Memenuhi persyaratan *Rotasi optik* <1081>.

Jarak lebur *l*-mentol <1021> Antara 41° dan 44°.

Jarak beku *dl*-mentol <1101> Lakukan penetapan sebaiknya dalam ruangan dengan suhu di bawah 30° dan kelembapan relatif di bawah 50%. Masukkan lebih kurang 10 g mentol rasemat, yang sebelumnya telah dikeringkan dalam desikator di atas silika gel selama 24 jam, ke dalam tabung reaksi kering dengan diameter dalam 18 - 20 mm, dan lelehkan isinya pada suhu lebih kurang 40°. Masukkan tabung reaksi dalam air dengan suhu antara 23°-25°, dan aduk isi tabung terus menerus dengan termometer, atur ujung termometer tetap terendam dalam cairan. Mentol rasemat membeku pada suhu antara 27° - 28°. Setelah suhu beku stabil, tambahkan beberapa mg mentol rasemat yang telah dikeringkan ke dalam massa yang membeku, dan lanjutkan pengadukan: setelah beberapa menit suhu naik dengan cepat menjadi 30,5° hingga 32,0°.

Rotasi jenis <1081> Antara -51° dan -45° untuk *l*-mentol; antara -2° dan +2° untuk *dl*-mentol; lakukan penetapan menggunakan larutan 100 mg zat per mL *etanol P*.

Residu tidak mudah menguap Tidak lebih dari 0,05%. Timbang saksama lebih kurang 2 g zat, uapkan dalam cawan porselen terbuka yang telah ditara, di atas tangas uap, dan keringkan residu pada suhu 105° selama 1 jam.

Senyawa mudah teroksidasi dalam *dl*-mentol

Masukkan 500 mg zat ke dalam tabung reaksi yang bersih dan kering, tambahkan 10 mL larutan kalium permanganat, yang dibuat dengan mengencerkan 3 mL *kalium permanganat 0,1 N* dengan air hingga 100 mL. Masukkan tabung reaksi ke dalam gelas piala yang

berisi air dengan suhu antara 45°-50°. Angkat tabung dari tangas air pada selang waktu 30 detik, campur cepat dengan pengocokan: warna ungu kalium permanganat masih tampak setelah 5 menit.

Cemaran organik Masing-masing cemaran tidak lebih dari 0,1%, total cemaran tidak lebih dari 2,0%. Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi gas* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Larutan baku internal, *Larutan baku*, *Sistem kromatografi*, dan *Kesesuaian sistem* lakukan seperti tertera pada *Penetapan kadar*.

Larutan uji Timbang sejumlah zat, larutkan dan encerkan dengan *heksan P* hingga kadar lebih kurang 5 mg per mL.

Prosedur Suntikkan lebih kurang 1 µL *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram, dan ukur semua respons puncak. Hitung persentase masing-masing cemaran dalam zat dengan rumus :

$$\left(\frac{r_i}{r_T}\right) \times 100$$

r_i adalah respon puncak masing-masing cemaran pada *Larutan uji* dan r_T adalah total semua respons puncak dari *Larutan uji*.

Penetapan kadar Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi gas* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Larutan baku internal Timbang sejumlah anetol, larutkan, dan encerkan dengan *heksan P* hingga kadar lebih kurang 0,5 mg per mL.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Mentol BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *Larutan baku internal* hingga kadar lebih kurang 0,5 mg per mL.

Larutan uji Timbang sejumlah zat, masukkan ke dalam labu tentukur yang sesuai, larutkan dan encerkan dengan *Larutan baku internal* hingga kadar lebih kurang 0,5 mg per mL.

Sistem kromatografi Kromatograf gas dilengkapi dengan detektor ionisasi nyala, kolom leburan silika 0,53 mm x 30 m dilapisi 1 µm fase diam *G16*. Gunakan *helium P* sebagai gas pembawa, laju alir lebih kurang 10 mL per menit dan sistem injeksi dengan “*split ratio*” 10:1. Pertahankan suhu injektor, kolom, dan detektor berturut-turut pada 250°, 130° dan 250°. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram, dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: waktu retensi relatif untuk mentol dan anetol berturut-turut adalah 0,5 dan 1,0; faktor ikutan tidak lebih besar dari 2,0 dan simpangan baku perbandingan relatif respons puncak mentol terhadap anetol pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2,0%.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 1 µL) *Larutan uji* dan *Larutan baku* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase mentol, $C_{10}H_{20}O$, dalam zat dengan rumus:

$$\left(\frac{R_U}{R_S}\right) \left(\frac{C_S}{C_U}\right) \times 100$$

R_U dan R_S berturut-turut adalah perbandingan respons puncak mentol terhadap anetol pada *Larutan uji* dan *Larutan baku*; C_S adalah kadar *Mentol BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku* dan C_U adalah kadar mentol dalam mg per mL *Larutan uji* berdasarkan bobot yang ditimbang.

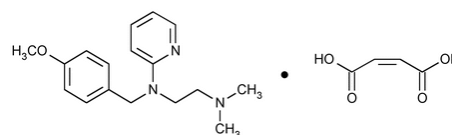
Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat, sebaiknya pada suhu ruang terkendali.

Penandaan Pada etiket harus tertera mentol rasemat atau mentol-levorotatori.

MEPIRAMIN MALEAT

Pirilamin Maleat

Mepyramin Maleat



2-[[2-(Dimetilamino)etil](p-metoksibenzil)-amino]-piridin maleat (1:1) [59-33-6]

$C_{17}H_{23}N_3O \cdot C_4H_4O_4$

BM 401,46

Mepiramin Maleat mengandung tidak kurang dari 98,0% dan tidak lebih dari 100,5% $C_{17}H_{23}N_3O \cdot C_4H_4O_4$, dihitung terhadap zat kering.

Pemerian Serbuk hablur putih, biasanya berbau lemah. Larutan bersifat asam terhadap lakmus.

Kelarutan Sangat mudah larut dalam air; mudah larut dalam etanol dan dalam kloroform; sukar larut dalam eter dan dalam benzen.

Baku pembanding *Mepiramin Maleat BPFI*; simpan dalam wadah tertutup rapat, terlindung cahaya.

Identifikasi

A. Spektrum serapan inframerah zat kering dan didispersikan dalam *kalium bromida P*, menunjukkan maksimum hanya pada bilangan gelombang yang sama seperti pada *Mepiramin Maleat BPFI*.

B. Spektrum serapan ultraviolet larutan 10 µg per mL dalam *asam sulfat 0,5 N*, menunjukkan maksimum dan minimum pada panjang gelombang yang sama seperti pada *Mepiramin Maleat BPFI*; daya serap masing-masing dihitung terhadap zat kering pada panjang gelombang lebih kurang 236 nm dan 312 nm, berbeda tidak lebih dari 3,0%.

Suhu lebur <1021> *Metode I* Antara 99° dan 103°.