

Sifat hablur <1091> Memenuhi syarat; lakukan pengujian bila pada etiket dinyatakan sebagai hablur.

pH <1071> Antara 4,5 dan 7,0; lakukan penetapan menggunakan larutan yang mengandung 200 mg per mL; kecuali jika pada etiket dinyatakan untuk penggunaan oral, maka pH adalah antara 3,0 dan 7,0.

Susut pengeringan <1121> Tidak lebih dari 5,0%; lakukan pengeringan dalam botol bersumbat kapiler dalam hampa udara pada suhu 60° selama 3 jam menggunakan lebih kurang 100 mg zat; susut pengeringan tidak lebih dari 14,0%, jika pada etiket dinyatakan untuk penggunaan oral.

Streptomisin Tidak lebih dari 3,0%; tidak lebih dari 1,0% jika pada etiket dinyatakan sebagai hablur; tidak lebih dari 5,0% jika pada etiket dinyatakan hanya untuk penggunaan oral.

Larutan persediaan besi(III) klorida Larutkan 5 g besi(III) klorida P dalam 50 mL asam hidroklorida 0,1 N.

Larutan besi(III) klorida Encerkan 2,5 mL *Larutan persediaan besi(III) klorida* dengan asam hidroklorida 0,01 N hingga 100 mL. Gunakan larutan ini pada hari pembuatan.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Streptomisin Sulfat BPFI*, larutkan dalam air hingga diperoleh larutan persediaan yang mengandung 1,0 mg streptomisin $C_{21}H_{39}N_7O_{12}$ per mL. Pipet masing-masing 1 mL; 2 mL; 3 mL; 4 mL; dan 5 mL larutan ini ke dalam lima labu tentukur 25-mL, tambahkan berturut-turut 9,0 mL; 8,0 mL; 7,0 mL; 6,0 mL; dan 5,0 mL air ke dalam labu secara berurutan.

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 800 mg zat, masukkan ke dalam labu tentukur 25-mL, larutkan dan encerkan dengan air sampai tanda. Pipet 10 mL larutan ini ke dalam labu tentukur 25-mL.

Prosedur Pada masing-masing labu yang berisi *Larutan baku*, *Larutan uji*, dan pada labu tentukur 25-mL ke 7 yang berisi 10,0 mL air sebagai blangko, tambahkan 2,0 mL *natrium hidroksida 1 N*, panaskan dalam tangas air selama 10 menit. Dinginkan labu tentukur dalam air es selama 3 menit, dan tambahkan pada masing-masing labu 2,0 mL *asam hidroklorida 1,2 N* dan 5,0 mL larutan *besi(III) klorida P*. Encerkan dengan air sampai tanda. Ukur serapan *Larutan uji* dan *Larutan baku* pada panjang gelombang serapan maksimum lebih kurang 550 nm terhadap larutan blangko. Buat kurva antara serapan dan kadar streptomisin dalam μg per mL dari kelima larutan yang diperoleh dari *Larutan baku*. Dari kurva yang diperoleh, tetapkan kadar streptomisin, C , dalam μg per mL *Larutan uji*, Hitung persentase streptomisin dengan rumus:

$$\frac{6250C}{WP}$$

W adalah bobot zat dalam mg dan P adalah potensi, dalam μg dihidrostreptomisin per mg zat seperti tertera pada *Penetapan kadar*.

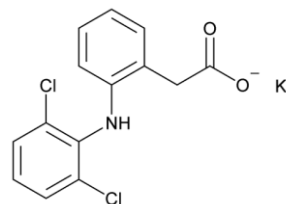
Syarat lain Jika pada etiket tertera dihidrostreptomisin sulfat steril, memenuhi syarat uji *Sterilitas* <71> dan *Endotoksin bakteri* <201> seperti tertera pada *Dihidrostreptomisin Injeksi*. Jika pada etiket tertera dihidrostreptomisin sulfat harus diproses lebih lanjut untuk pembuatan sediaan injeksi, memenuhi syarat uji *Endotoksin bakteri* <201> seperti tertera pada *Dihidrostreptomisin Injeksi*.

Penetapan kadar Lakukan penetapan dengan cara turbidimetri seperti tertera pada *Penetapan Potensi Antibiotik secara Mikrobiologi* <131>.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

DIKLOFENAK KALIUM

Diclofenac Potassium



Kalium [o-(2,6-dikloroanilino)fenil]asetat [15307-81-0]
 $C_{14}H_{10}Cl_2KNO_2$ BM 334,24

Diklofenak Kalium mengandung tidak kurang dari 99,0% dan tidak lebih dari 101,0% $C_{14}H_{10}Cl_2KNO_2$ dihitung terhadap zat kering.

Pemerian Serbuk hablur; putih hingga hampir putih, kekuningan; sedikit higroskopik.

Kelarutan Sukar larut dalam air; mudah larut dalam metanol; larut dalam etanol; sukar larut dalam aseton.

Baku pembanding *Diklofenak Kalium BPFI*; keringkan pada suhu 105° dalam hampa udara selama 3 jam sebelum digunakan. Simpan dalam wadah tertutup rapat terlindung cahaya. *Senyawa Sejenis A Diklofenak BPFI*.

Identifikasi

A. Spektrum serapan inframerah zat yang didispersikan dalam *kalium bromida P*, menunjukkan maksimum hanya pada bilangan gelombang yang sama seperti pada *Diklofenak Kalium BPFI*.

B. Spektrum serapan ultraviolet larutan dalam *metanol P* (0,1 mg dalam 1 mL) menunjukkan

maksimum dan minimum pada panjang gelombang yang sama seperti pada *Diklofenak Kalium BPFI*.

C. Menunjukkan reaksi *Kalium* cara A dan B seperti tertera pada *Uji Identifikasi Umum* <291>

pH <1071> Antara 7,0 dan 8,5; lakukan penetapan menggunakan larutan zat 1% dalam air.

Logam berat <371> *Metode III* Tidak lebih dari 10 bpj.

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

Cemaran organik Senyawa sejenis A diklofenak tidak lebih dari 0,1%; masing-masing cemaran lain tidak lebih dari 0,1% dan jumlah semua cemaran tidak lebih dari 0,3%. Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Pengencer Campuran air-metanol P (30:70).

Dapar fosfat pH 2,5 Buat campuran sejumlah volume sama *asam fosfat 0,01 M* dan *Larutan natrium fosfat monobasa 0,01 M*. Atur pH hingga $2,5 \pm 0,2$ dengan penambahan salah satu komponen yang sesuai.

Fase gerak Buat campuran *metanol P-Dapar fosfat pH 2,5 (70:30)*, saring dan awaudarakan. Jika perlu lakukan penyesuaian menurut *Kesesuaian sistem* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Senyawa Sejenis A Diklofenak BPFI* larutkan dan encerkan dengan *metanol P* hingga kadar lebih kurang 0,25 mg per mL. Encerkan larutan dengan *Pengencer* secara kuantitatif hingga kadar lebih kurang 1,5 µg per mL.

Larutan resolusi Timbang sejumlah **dietil ftalat**, *Diklofenak Kalium BPFI* dan *Senyawa Sejenis A Diklofenak BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *Pengencer* hingga kadar berturut-turut lebih kurang 40 µg per mL, 0,5 mg per mL dan 22,5 µg per mL.

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 50 mg zat, masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL. Larutkan dan encerkan dengan *Pengencer* sampai tanda.

Sistem kromatografi Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 254 nm dan kolom 4,6 mm x 25 cm berisi bahan pengisi L7. Laju alir lebih kurang 1 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan resolusi*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: waktu retensi relatif dietil ftalat, senyawa sejenis A diklofenak dan diklofenak kalium berturut-turut adalah lebih kurang 0,5; 0,7; dan 1,0; resolusi, *R*, antara puncak dietil ftalat dan senyawa sejenis A diklofenak tidak kurang dari 4,0. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera

pada *Prosedur*: simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 5,0%.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 30 µL) *Larutan baku* dan *Larutan uji*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak. Hitung persentase senyawa sejenis A diklofenak dalam zat dengan rumus:

$$\left(\frac{r_U}{r_S}\right)\left(\frac{C}{W}\right)10$$

r_U dan r_S berturut-turut adalah respons puncak senyawa sejenis A diklofenak kalium dari *Larutan uji* dan *Larutan baku*; C adalah kadar *Senyawa Sejenis A Diklofenak BPFI* dalam µg per mL *Larutan baku*; W adalah bobot zat dalam mg yang digunakan dalam *Larutan uji*. Hitung persentase masing-masing cemaran lain dalam zat dengan rumus:

$$\left(\frac{r_i}{r_S}\right)\left(\frac{C}{W}\right)10$$

r_i adalah respons puncak masing-masing cemaran lain yang diperoleh dari *Larutan uji*.

Penetapan kadar Timbang saksama lebih kurang 300 mg zat, larutkan dalam 50 mL *asam asetat glasial P*. Titrasi dengan *asam perklorat 0,1 N LV*, Tetapkan titik akhir secara potensiometrik. Lakukan penetapan blangko.

Tiap mL asam perklorat 0,1 N setara dengan 33,424 mg C₁₄H₁₀Cl₂KNO₂

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah terlindung dari cahaya pada suhu ruang terkendali.

TABLET DIKLOFENAK KALIUM Diclofenac Potassium Tablets

Tablet Diklofenak Kalium mengandung diklofenak kalium, C₁₄H₁₀Cl₂KNO₂, tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 110,0% dari jumlah yang tertera pada etiket.

Baku pembanding *Diklofenak Kalium BPFI*. *Senyawa Sejenis A Diklofenak BPFI* [*N*-(2,6-diklorofenil) indolin-2-on] (C₁₄H₉Cl₂NO₄ BM 278,14); tidak boleh dikeringkan. Simpan dalam wadah tertutup rapat dan terlindung cahaya.

Identifikasi

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

B. Menunjukkan reaksi *Kalium* cara A seperti tertera pada *Uji Identifikasi Umum* <291>.