

TABLET SIPIROFLOKSASIN

Ciprofloxacin Tablets

Tablet Sipiroflokasin mengandung sipiroflokasin hidroklorida, setara dengan sipiroflokasin, $C_{17}H_{18}FN_3O_3$, tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 110,0% dari jumlah yang tertera pada etiket.

Baku pembandingan *Sipiroflokasin Hidroklorida BPFI*; tidak boleh dikeringkan. Simpan dalam wadah tertutup rapat, terlindung cahaya. *Analog Sipiroflokasin Etilendiamina BPFI*; $C_{17}H_{16}FN_3O_3 \cdot HCl$; 341,77.

Perubahan

Identifikasi

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

B. Spektrum serapan ultraviolet puncak utama kromatogram *Larutan uji* sesuai dengan *Larutan baku* seperti yang diperoleh pada *Penetapan kadar*.

Disolusi <1231>

Media disolusi: 900 mL asam hidroklorida 0,01 N.

Alat tipe 2: 50 rpm.

Waktu: 30 menit.

Larutan baku Gunakan larutan *Sipiroflokasin Hidroklorida BPFI* dalam *Media disolusi*.

Larutan uji Pipet sejumlah alikot, saring melalui penyaring yang sesuai. Jika perlu encerkan dengan *Media disolusi* hingga kadar mendekati *Larutan baku*.

Prosedur Lakukan penetapan jumlah, sipiroflokasin hidroklorida, $C_{17}H_{18}FN_3O_3 \cdot HCl$, yang terlarut dengan mengukur serapan *Larutan baku* dan *Larutan uji* pada panjang gelombang serapan maksimum lebih kurang 276 nm.

Toleransi Dalam waktu 30 menit sipiroflokasin hidroklorida terlarut setara tidak kurang dari 80% (Q), sipiroflokasin, $C_{17}H_{18}FN_3O_3$, dari jumlah yang tertera pada etiket.

Keseragaman sediaan <911> Memenuhi syarat.

Tambahkan persyaratan

Cemaran Organik Masing-masing cemaran dan total cemaran tidak lebih dari yang tertera pada *Tabel*. Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi <931>*.

Larutan C dan *Fase gerak* Lakukan seperti tertera pada *Penetapan kadar*.

Larutan kesesuaian sistem Timbang saksama sejumlah *Siprofloksasin Hidroklorida BPFI* dan *Analog Siprofloksasin Etilendiamina BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *Fase gerak* hingga kadar masing-masing 0,5 mg per mL.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Siprofloksasin Hidroklorida BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *Fase gerak* hingga kadar lebih kurang 1,0 µg per mL.

Larutan uji Serbuk haluskan tidak kurang dari 20 tablet, timbang saksama sejumlah serbuk tablet masukkan ke dalam labu tentukur yang sesuai. Tambahkan *Fase gerak* sebanyak 50% volume akhir, dan jika perlu sonikasi. Encerkan dengan *Fase gerak* sampai tanda. Saring larutan melalui penyaring yang sesuai dengan porositas 0,45 µm. Larutan ini mengandung siprofloksasin lebih kurang 0,45 mg per mL.

Sistem kromatografi Lakukan seperti tertera pada *Penetapan kadar*. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan kesesuaian sistem*, rekam kromatogram, dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: resolusi, *R*, antara puncak analog siprofloksasin etilendiamin dan puncak siprofloksasin tidak kurang dari 6,0. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram, dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 10,0%.

Prosedur Suntikkan (lebih kurang 10 µL) *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur semua respons puncak. Hitung persentase masing-masing cemaran dalam tablet yang digunakan dengan rumus:

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

r_i adalah respons puncak masing-masing cemaran pada *Larutan uji*;
r_T adalah total semua respons puncak pada *Larutan uji*;

Tabel

Nama	Waktu retensi relatif	Batas (%)
Analog siprofloksasin etilendiamin	0,68	0,5
Siprofloksasin	1,0	-
Analog 7-kloro-6-piperazinil	1,2	0,3
Klorosiprofloksasin	2,0	0,3

Nama	Waktu retensi relatif	Batas (%)
Cemaran lain tidak spesifik	-	0,2
Total cemaran	-	1,0

Abaikan cemaran dengan puncak kurang dari 0,05%

Perubahan

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

Larutan A Gunakan *asam fosfat 0,025 M*, atur pH hingga $2,0 \pm 0,1$ dengan penambahan *triethylamina P*.

Larutan B Buat campuran *asetonitril P – Larutan A* (13:87).

Larutan C Gunakan *asam fosfat 0,025 M*, atur pH hingga $3,0 \pm 0,1$ dengan penambahan *triethylamina P*.

Fase gerak Buat campuran *asetonitril P–Larutan C* (13:87), saring dan awaudarakan.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Siprofloksasin Hidroklorida BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *Larutan B* hingga kadar lebih kurang 0,2 mg per mL.

Larutan kesesuaian sistem Larutkan sejumlah *Siprofloksasin Etilendiamin Analog BPFI* dalam *Larutan baku* hingga kadar 0,05 mg per mL.

Larutan uji Masukkan 5 tablet ke dalam labu tentukur 500-mL, tambahkan lebih kurang 400 mL *Larutan B* dan sonikasi selama lebih kurang dari 20 menit. Encerkan dengan *Larutan B* sampai tanda. Saring melalui penyaring membran dengan porositas 0,45-µm. Encerkan sejumlah volume larutan dengan *Larutan B* hingga kadar siprofloksasin lebih kurang 0,20 mg per mL.

Sistem kromatografi Kromatograf cair dilengkapi dengan detektor 278 nm. Untuk *Identifikasi B* gunakan detektor “*diode array*” pada panjang gelombang 200-400 nm. Kolom 4,6 mm x 25 cm berisi bahan pengisi *L1* dengan ukuran partikel 5 µm. Pertahankan suhu kolom pada 30°. Laju alir lebih kurang 1,5 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan kesesuaian sistem*, rekam kromatogram, dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: resolusi, *R*, antara puncak analog siprofloksasin etilendiamin dan puncak siprofloksasin tidak kurang dari 6. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram, dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: faktor ikutan puncak siprofloksasin tidak lebih dari 2,0; dan simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 1,5%. [Catatan Waktu retensi untuk siprofloksasin adalah antara 6,4 dan 10,8 menit.

Waktu retensi relatif untuk analog siprofloksasin etilendiamina dan siprofloksasin berturut turut adalah 0,7 dan 1,0]

Prosedur Suntikkan secara terpisah masing-masing sejumlah volume sama (lebih kurang 10 µL) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase siprofloksasin, C₁₇H₁₈FN₃O₃, dalam tablet yang digunakan dengan rumus:

$$\left(\frac{r_U}{r_S}\right) \left(\frac{C_S}{C_U}\right) \left(\frac{331,34}{367,81}\right) \times 100$$

r_U dan r_S berturut-turut adalah respons puncak *Larutan uji* dan *Larutan baku*; C_S adalah kadar *Siprofloksasin Hidroklorida BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*; C_U adalah kadar siprofloksasin dalam mg per mL *Larutan uji* berdasarkan jumlah yang tertera pada etiket; 331,34 dan 367,81 berturut-turut adalah bobot molekul siprofloksasin dan siprofloksasin hidroklorida.

Perubahan

Wadah dan penyimpanan. Dalam wadah tertutup baik. Simpan dalam suhu ruang terkendali.