

Identifikasi

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

B. Spektrum serapan ultraviolet larutan zat (1 dalam 10.000) dalam larutan *asam hidroklorida P* (1 dalam 120) menunjukkan maksimum dan minimum pada panjang gelombang yang sama seperti pada *Dekstrometorfan BPFI*. Daya serap masing-masing, dihitung sebagai anhidrat pada panjang gelombang serapan maksimum lebih kurang 278 nm, berbeda tidak lebih dari 3,0%.

Jarak lebur <1021> *Metode I* Antara 109,5° dan 112,5°.

Rotasi jenis <1081> Lakukan penetapan menggunakan larutan 1 g zat dalam 10 mL *kloroform P* dan larutan baku *Dekstrometorfan BPFI* yang diperlakukan sama, sebagai anhidrat berbeda tidak lebih dari 1,0%.

Air <1031> *Metode I* Tidak lebih dari 0,5%.

Sisa pemijaran <301> Tidak lebih dari 0,1%.

Logam berat <371> *Metode III* Tidak lebih dari 20 bpj.

N,N-Dimetilanilin Tidak lebih dari 0,001%.

Larutan baku Timbang saksama lebih kurang 50 mg N,N-dimetilanilin masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL, tambahkan 70 mL air, tutup rapat, kocok secara mekanik selama 20 menit, encerkan dengan air sampai tanda. Pipet 1 mL larutan ini ke dalam labu tentukur 100-mL, encerkan dengan air sampai tanda. Pipet 1 mL larutan ini ke dalam labu tentukur 25-mL tambahkan 19 mL air.

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 500 mg zat masukkan ke dalam labu tentukur 25-mL, tambahkan 19 mL air dan 1 mL *asam hidroklorida 3 N*, hangatkan di atas tangas uap hingga larut dan dinginkan.

Prosedur Tambahkan 2 mL *asam asetat 1 N* dan 1 mL larutan *natrium nitrit P* (1 dalam 100) ke dalam *Larutan uji*, encerkan dengan air sampai tanda: warna larutan kuning sampai kuning kehijauan yang terjadi pada *Larutan uji* tidak lebih kuat dari warna *Larutan baku* yang diperlakukan sama.

Senyawa fenol Larutkan lebih kurang 10 mg zat dalam 2 mL *asam hidroklorida 3 N*, tambahkan 2 tetes *besi(III) klorida LP*. Campur, tambahkan 2 tetes *kalium heksasianoferat(III) LP*, tidak terjadi warna hijau biru setelah 2 menit.

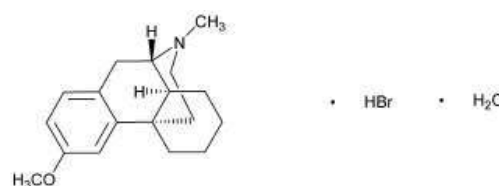
Penetapan kadar Timbang saksama lebih kurang 700 mg zat, larutkan dalam 60 mL *asam asetat glasial P*,

jika perlu hangatkan sebentar agar larut. Tambahkan 2 tetes *kristal violet LP* dan titrasi dengan *asam perklorat 0,1 N LV* hingga terjadi warna hijau biru. Lakukan penetapan blangko.

Tiap mL asam perklorat 0,1 N setara dengan 27,14 mg C₁₈H₂₅NO

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

DEKSTROMETORFAN HIDROBROMIDA Dextromethorphan Hydrobromide



3-Metoksi-17-metil-9α,13α,14α-morfinan hidrobromida monohidrat [6700-34-1]

C₁₈H₂₅NO·HBr·H₂O BM 370,32
Anhidrat [125-69-9] BM 352,32

Dekstrometorfan Hidrobromida mengandung tidak kurang dari 98,0% dan tidak lebih dari 102,0% C₁₈H₂₅NO·HBr, dihitung sebagai anhidrat.

Pemerian Hablur hampir putih atau serbuk hablur; bau lemah. Melebur pada suhu lebih kurang 126° disertai peruraian.

Kelarutan Agak sukar larut dalam air; mudah larut dalam etanol dan dalam kloroform; tidak larut dalam eter.

Baku pembanding *Dekstrometorfan Hidrobromida BPFI*; tidak boleh dikeringkan. Simpan dalam wadah tertutup rapat. *Levomettorfan BPFI*.

Identifikasi

A. Serapan inframerah zat yang telah dikeringkan pada hampa udara di atas *Silika gel P* selama 4 jam dan didispersikan dalam *kalium bromida P*, menunjukkan maksimum hanya pada bilangan gelombang yang sama seperti pada *Dekstrometorfan Hidrobromida BPFI*.

B. Levometorfan Tidak lebih dari 0,10%. Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Dapar Timbang lebih kurang 1,54 g *amonium asetat P*, larutkan dan encerkan dengan 1 L air. Atur pH hingga 4,1 dengan penambahan *asam fosfat P*.

Fase gerak Campuran *metanol P-Dapar*(90:10), saring dan awaudarakan. Jika perlu lakukan

penyesuaian menurut *Kesesuaian Sistem* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Pengencer Campuran *metanol P*-air (90:10).

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Dekstrometorfan Hidrobromida BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *Pengencer* hingga kadar lebih kurang 10 µg per mL.

Larutan uji Timbang saksama sejumlah zat, larutkan dan encerkan dengan *Pengencer* hingga kadar lebih kurang 10 µg per mL.

Larutan kesesuaian sistem Timbang saksama sejumlah *Levometorfan BPFI* dan *Dekstrometorfan BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *Pengencer* hingga kadar berturut-turut lebih kurang 10 µg per mL dan 10,0 mg per mL.

Sistem kromatografi Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 225 nm dan kolom 4,6 mm x 25 cm berisi bahan pengisi *L88* dengan ukuran partikel 5 µm. Laju alir lebih kurang 1 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan kesesuaian sistem*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: resolusi, *R*, antara deksstrometorfan dan levometorfan tidak kurang dari 2,0. 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%. [Catatan Waktu retensi relatif puncak deksstrometorfan dan levometorfan adalah 1,0 dan 1,28.]

Prosedur Suntikan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 4 µL) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase levometorfan dalam deksstrometorfan hidrobromida, dengan rumus:

$$\left(\frac{r_U}{r_S}\right) \times \left(\frac{C_S}{C_U}\right) \times \left(\frac{271,40}{352,32}\right) \times 100$$

r_U adalah respons puncak levometorfan *Larutan uji*; r_S adalah respons puncak deksstrometorfan *Larutan baku*; C_S adalah kadar *Dekstrometorfan Hidrobromida BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*; C_U adalah kadar deksstrometorfan hidrobromida dalam mg per mL *Larutan uji* berdasarkan bobot yang ditimbang; 271,40 dan 352,32 berturut-turut adalah bobot molekul deksstrometorfan dan deksstrometorfan hidrobromida.

pH <1071> Antara 5,2 dan 6,5; lakukan penetapan menggunakan larutan zat 10 mg per mL.

Air <1031> *Metode I* Antara 3,5% dan 5,5%.

Sisa pemijaran <301> Tidak lebih dari 0,1%.

N,N-Dimetilanilin Tidak lebih dari 0,001%.

Larutan baku Timbang lebih kurang 50 mg N,N-dimetilanilin masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL, tambahkan 70 mL air, tutup rapat, kocok secara mekanik selama 20 menit, encerkan dengan air sampai tanda. Pipet 1 mL larutan ini ke dalam labu tentukur 100-mL, encerkan dengan air sampai tanda. Pipet 1 mL larutan ini ke dalam labu tentukur 25-mL tambahkan 19 mL air.

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 500 mg zat masukkan ke dalam labu tentukur 25-mL, tambahkan 19 mL air dan 1 mL *asam hidroklorida 3 N*, hangatkan di atas tangas uap hingga larut dan dinginkan.

Prosedur Tambahkan 2 mL *asam asetat 1 N* dan 1 mL larutan *natrium nitrit P* (1 dalam 100) ke dalam *Larutan uji*, encerkan dengan air sampai tanda; warna larutan kuning sampai kuning kehijauan yang terjadi pada *Larutan uji* tidak lebih kuat dari warna *Larutan baku* yang diperlakukan sama.

Senyawa fenol Pada lebih kurang 5 mg zat tambahkan 1 tetes *asam hidroklorida 3 N*, 1 mL air dan 2 tetes *besi(III) klorida LP*, campur, tambahkan 2 tetes *kaliun heksasianoferat(III) LP*, amati setelah 2 menit: tidak terjadi warna hijau biru.

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

Fase gerak Buat larutan yang mengandung *natrium dokusat P* 0,007 M dan *amonium nitrat P* 0,007 M dalam campuran *asetonitril P*-air (70:30), saring dan awaudarkan, tambahkan *asam asetat glasial P* hingga pH 3,4. [Catatan Larutkan *natrium dokusat P* dalam campuran *asetonitril P* dan air sebelum ditambahkan *amonium nitrat P*].

Larutan baku persediaan Timbang saksama sejumlah *Dekstrometorfan Hidrobromida BPFI*, larutkan dan encerkan dengan air hingga kadar lebih kurang 1 mg per mL.

Larutan baku Pipet sejumlah *Larutan baku persediaan* ke dalam labu tentukur yang sesuai, encerkan dengan *Fase gerak* sampai tanda hingga kadar lebih kurang 0,1 mg per mL.

Larutan uji persediaan Timbang saksama lebih kurang 100 mg zat, masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL, larutkan dan encerkan dengan air sampai tanda.

Larutan uji Pipet sejumlah *Larutan uji persediaan* ke dalam labu tentukur yang sesuai, encerkan dengan *Fase gerak* sampai tanda hingga kadar lebih kurang 0,1 mg per mL.

Sistem kromatografi Lakukan penetapan seperti tertera pada *Kromatografi* <931>. Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 280 nm dan kolom 4,6 mm x 25 cm berisi bahan pengisi *L1* dengan ukuran partikel 5 µm. Laju alir lebih kurang 1 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti

tertera pada *Prosedur*: faktor ikutan puncak utama tidak lebih dari 2,5 dan simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2,0%.

Prosedur Suntikan 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 dekstrometorfan hidrobromida, $C_{18}H_{25}NO.HBr$, dalam zat dengan rumus:

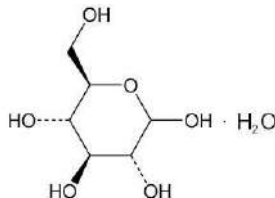
$$\left(\frac{r_U}{r_S}\right) \times \left(\frac{C_S}{C_U}\right) \times 100$$

r_U dan r_S berturut-turut adalah respons puncak dekstrometorfan *Larutan uji* dan *Larutan baku*; C_S adalah kadar *Dekstrometorfan Hidrobromida BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*; C_U adalah kadar dekstrometorfan hidrobromida dalam mg per mL *Larutan uji* berdasarkan bobot yang ditimbang.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

DEKSTROSA

Glukosa
Dextrose



D-Glukosa monohidrat [77938-63-71]

$C_6H_{12}O_6.H_2O$ BM 198,17
Anhidrat [50-99-7] BM 180,16

Dektrosa adalah suatu gula yang diperoleh dari hidrolisis pati. Mengandung satu molekul air hidrat atau anhidrat, tidak kurang dari 97.5% dan tidak lebih dari 102.0% $C_6H_{12}O_6$, dihitung terhadap zat anhidrat.

Pemerian Habur tidak berwarna, serbuk hablur atau serbuk granul putih; tidak berbau; manis.

Kelarutan Sangat mudah larut dalam air mendidih; mudah larut dalam air; larut dalam etanol mendidih; sukar larut dalam etanol.

Baku pembanding *Dekstrosa anhidrat BPFI*; simpan dalam wadah tertutup rapat. Bersifat higroskopik di atas kelembapan relatif 70%.

Identifikasi Tambahkan beberapa tetes larutan zat (1 dalam 20) pada 5 mL *tembaga(II) tartrat alkali LP* panas terbentuk endapan merah tembaga oksida.

Warna larutan Larutkan 25 g zat dalam air hingga 50,0 mL, warna larutan tidak lebih intensif dari larutan yang dibuat sebagai berikut: Campur 1,0 mL *kobalt(II) klorida LK*; 3,0 mL *besi(III) klorida LK* dan 2,0 mL *tembaga(II) sulfat LK* dengan air hingga 10 mL. Encerkan 3,0 mL larutan dengan air hingga 50 mL. Bandingkan warna dengan mengamati larutan tegak lurus dari atas pada alas dasar warna putih dalam tabung pembanding warna yang selaras.

Rotasi jenis <1081> Antara +52,6° dan +53,2°; lakukan penetapan menggunakan larutan 100 mg zat per mL dalam *amonium hidroksida 0,012 N*.

Keasaman Larutkan 5,0 g zat dalam 50 mL *air bebas karbon dioksida P*, tambahkan *fenolftalein LP*, dan titrasi dengan *natrium hidroksida 0,020 N LV* hingga terjadi warna merah muda: diperlukan tidak lebih dari 0,30 mL untuk netralisasi.

Air <1021> *Metode III* Antara 7,5% dan 9,5% untuk bentuk hidrat dan tidak lebih dari 0,5% untuk bentuk anhidrat; lakukan pengeringan pada suhu 105° selama 16 jam.

Sisa pemijaran <301> Tidak lebih dari 0,1% .

Klorida <361> Tidak lebih dari 0,018%; lakukan penetapan menggunakan 2,0 g zat dan bandingkan kekeruhan dengan 0,50 mL *asam hidroklorida 0,020 N*.

Sulfat <361> Tidak lebih dari 0,025%; lakukan penetapan menggunakan 2,0 g zat dan bandingkan kekeruhan dengan 0,50 mL *asam sulfat 0,020 N*.

Arsen <321> *Metode I* Tidak lebih dari 1 bpj.

Logam berat <371> Tidak lebih dari 5 bpj; lakukan penetapan dengan melarutkan 4,0 g zat dalam air hingga 25 mL.

Dekstrin Refluks 1 g zat serbuk halus dengan 20 mL *etanol P*: larut sempurna.

Pati larut, sulfat Larutkan 1 g zat dalam 10 mL air, tambahkan 1 tetes *iodum LP*: larutan berwarna kuning.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup baik.

Penandaan Pada etiket dicantumkan hidrat atau anhidrat.