

mL. Tambahkan 30 mL air, kocok, dan tambahkan air sampai tanda. Sentrifus, saring beningan melalui membran dengan porositas tidak lebih dari 0,45 µm, buang 10 mL filtrat pertama. Gunakan filtrat.

Sistem kromatografi Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 220 nm dan kolom 6 mm x 25 cm berisi bahan pengisi *L1* dengan ukuran partikel 5 µm. Pertahankan suhu kolom pada 35°. Atur laju alir hingga waktu retensi asam traneksamat lebih kurang 16 menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan kesesuaian sistem*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: resolusi, *R*, antara puncak asam traneksamat dan asam 4-(aminometil) benzoat tidak kurang dari 3,0; Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: simpangan baku relatif pada enam kali penyuntikan ulang tidak lebih dari 1,0%.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 30 µL) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase asam traneksamat, C₈H₁₅NO₂, dalam serbuk kapsul dengan rumus:

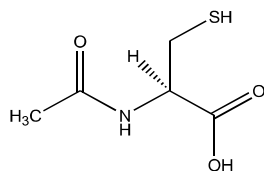
$$\left(\frac{r_U}{r_S}\right) \times \left(\frac{C_S}{C_U}\right) \times 100$$

r_U dan *r_S* berturut-turut adalah respons puncak *Larutan uji* dan *Larutan baku*; *C_S* adalah kadar Asam Traneksamat BPF1 dalam mg per mL *Larutan baku*; *C_U* adalah kadar asam traneksamat dalam mg per mL *Larutan uji* berdasarkan jumlah yang tertera pada etiket.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

ASETILSISTEIN

Acetylcysteine



N-Asetil-L-sisteina [616-91-1]

C₅H₉NO₃S

BM 163,19

Asetilsistein mengandung tidak kurang dari 98,0% dan tidak lebih dari 102,0%, C₄H₉NO₃S, dihitung terhadap zat kering.

Pemerian Serbuk hablur putih; berbau asetat.

Kelarutan Mudah larut dalam air dan dalam etanol; praktis tidak larut dalam eter dan dalam kloroform.

Baku pembanding *Asetilsistein BPF1*; lakukan pengeringan pada tekanan lebih kurang 50 mmHg sebelum digunakan. Simpan dalam wadah tertutup rapat. *L-Fenilalanin BPF1*; lakukan pengeringan pada suhu 105° selama 3 jam sebelum digunakan. Simpan dalam wadah tertutup rapat.

Identifikasi Spektrum serapan inframerah zat yang telah dikeringkan dan didispersikan dalam *kalium bromida P* menunjukkan maksimum hanya pada bilangan gelombang yang sama seperti pada *Asetilsistein BPF1*.

Rotasi jenis <1081> Antara +21° dan +27°; lakukan penetapan sebagai berikut: Dalam labu tentukur 25-mL, campur 1,25 g zat dengan 1 mL larutan *dinatrium edetat P* (1 dalam 100), tambahkan 7,5 mL larutan *natrium hidroksida P* (1 dalam 25), campur sampai larut. Encerkan sampai tanda dengan dapar pH 7,0 yang dibuat dengan mencampur 29,5 mL *natrium hidroksida 1 N*, 50 mL *kalium fosfat monobasa 1 M* dan air secukupnya hingga 100 mL. Atur pH 7,0 ± 0,1; menggunakan pH meter, jika perlu dengan penambahan salah satu dari kedua larutan: rotasi jenis dihitung terhadap zat kering, bandingkan dengan blangko yang dibuat dengan jumlah dan pereaksi yang sama.

pH <1071> Antara 2,0 dan 2,8; lakukan penetapan menggunakan larutan zat (1 dalam 100).

Susut pengeringan <1121> Tidak lebih dari 1,0%; lakukan pengeringan pada tekanan lebih kurang 50 mmHg pada suhu 70° selama 4 jam.

Sisa pemijaran <301> Tidak lebih dari 0,5%; lakukan pemijaran dengan cara sebagai berikut: Timbang saksama lebih kurang 2 g zat, masukkan ke dalam cawan silika yang telah ditara, panaskan pada lempeng pemanas hingga memijar, dinginkan, tambahkan 1 mL *asam sulfat P* dan panaskan perlahan-lahan hingga tidak keluar asap lagi. Pijarkan pada suhu 600° hingga karbon terbakar habis.

Logam berat <371> *Metode III* tidak lebih dari 10 bpj; lakukan penetapan dengan menambahkan tetes demi tetes 2 mL *asam nitrat P* untuk membasahi zat dan selanjutnya lakukan seperti pada *Larutan uji*. [Catatan Hati-hati saat pengerjaan, karena dapat terjadi ledakan].

Hilangkan persyaratan:

Cemaran senyawa organik mudah menguap <471> *Metode I* Memenuhi syarat.

Larutan uji Buat larutan dengan kadar 20 mg per mL.

Larutan baku Buat larutan dengan kadar dua kali dari kadar yang tertera pada penetapan.

Penetapan kadar Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi <931>*. [Catatan Buat larutan *natrium metabisulfat P* (1 dalam 2000) pada saat akan digunakan].

Fase gerak Larutkan 6,8 g kalium fosfat monobasa *P* dalam 1000 mL air, atur pH hingga 3,0 dengan penambahan asam fosfat *P*. Saring melalui penyaring membran dengan porositas 0,45 µm dan awaudarakan.

Larutan baku internal Timbang lebih kurang 1 g *L-Fenilalanin BPFI*, masukkan ke dalam labu tentukur 200-mL, tambahkan larutan segar *natrium metabisulfat P* (1 dalam 2000) sampai tanda.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Asetilsistein BPFI*, larutkan dalam larutan *natrium metabisulfat P* (1 dalam 2000) hingga kadar lebih kurang 10 mg per mL. Pipet 10 mL larutan ini dan 10 mL *Larutan baku internal* ke dalam labu tentukur 200-mL, encerkan dengan larutan *natrium metabisulfat P* (1 dalam 2000) sampai tanda, hingga kadar *Asetilsistein BPFI* lebih kurang 0,5 mg per mL.

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 1000 mg zat, masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL, larutkan dan encerkan dengan larutan *natrium metabisulfat P* (1 dalam 2000), sampai tanda. Pipet 10 mL larutan ini dan 10 mL *Larutan baku internal* ke dalam labu tentukur 200-mL, encerkan dengan larutan *natrium metabisulfat P* (1 dalam 2000) sampai tanda.

Sistem kromatografi Lakukan seperti tertera pada *Kromatografi <931>*. Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 214 nm dan kolom 3,9 mm x 30 cm berisi bahan pengisi *L1*. Laju alir lebih kurang 1,5 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: waktu retensi relatif *asetilsistein* dan *L-fenilalanin* berturut-turut adalah lebih kurang 0,5 dan 1,0; resolusi, *R*, antara puncak *asetilsistein* dan puncak *L-fenilalanin* tidak kurang dari 6 dan simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2,0%.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 5 µl) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf; rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase *asetilsistein*, $C_5H_9NO_3S$, 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 perbandingan respons puncak *asetilsistein* terhadap respons puncak *L-fenilalanin* dari *Larutan uji* dan *Larutan*

baku. C_S adalah kadar *Asetilsistein BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*; C_U adalah kadar *Asetilsistein* dalam mg per mL *Larutan uji* berdasarkan bobot yang ditimbang.

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

TABLET ATORVASTATIN KALSIUM Atorvastatin Calcium Tablets

Tablet Atorvastatin Kalsium mengandung atorvastatin, tidak kurang dari 90,0 % dan tidak lebih dari 110,0%, $C_{33}H_{35}FN_2O_5$, dari jumlah yang tertera pada etiket.

Baku pembanding *Atorvastatin Kalsium BPFI*; tidak boleh dikeringkan, simpan dalam wadah tertutup rapat, terlindung cahaya, pada suhu ruang terkendali.

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

Disolusi <1231>

Media disolusi: 900 mL *Dapar fosfat pH 6,8* yang dibuat sebagai berikut: Timbang saksama lebih kurang 6,8 g kalium dihidrogen fosfat *P* dan 0,9 g *natrium hidroksida P*, masukkan ke dalam labu tentukur 1000-mL, larutkan dan encerkan dengan air sampai tanda. Atur pH hingga 6,8 dengan penambahan asam fosfat *P* atau *natrium hidroksida P*, saring.

Alat tipe 2: 75 rpm.

Waktu: 30 menit.

Lakukan penetapan jumlah, $C_{33}H_{35}FN_2O_5$, yang terlarut dengan cara *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi <931>*. **Fase gerak** dan **Sistem kromatografi** Lakukan seperti tertera pada *Penetapan kadar*.

Larutan uji Gunakan sejumlah alikot, encerkan dengan *Media disolusi* jika diperlukan.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Atorvastatin Kalsium BPFI*, larutkan dalam *metanol P* dan encerkan secara kuantitatif dengan *Media disolusi* hingga kadar lebih kurang sama dengan *larutan uji*.

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 atorvastatin. Hitung persentase, $C_{33}H_{35}FN_2O_5$, yang terlarut.

Toleransi Dalam waktu 30 menit harus larut tidak kurang dari 70% (Q) $C_{33}H_{35}FN_2O_5$ dari jumlah yang tertera pada etiket.

Keseragaman sediaan (untuk tablet 10 mg atau kurang) Lakukan penetapan dengan cara