

ANHUI PROVINCE YIFAN SPICE CO., LTD. ✓

SECTION B, TAIHE INDUSTRIAL DISTRICT TAIHE, ANHUI, CHINA

CERTIFICATE OF ANALYSIS

Product name:	PEPPERMINT OIL 50% ✓		
Factory name:	ANHUI PROVINCE YIFAN SPICE CO., LTD		
Prod. Date	03 APR, 2024	Batch Number	PPO-1/24032 ✓
Expiry date:	02 APR, 2027 ✓	Spaces (NET)	50KG/Drum (10drums)
Test standard:	USP43	Quantity	500KGS
Invoice No.:	YIFAN24038		
Item:	Standard / Analytical method USP43		Test Result:
Appearance:	Slightly Yellow Clear Liquid, Color No.6 Max / Sensory analysis		Conformed
Odor:	Have a Characteristic Odor Of Menthol Arvensis / Sensory analysis		Conformed
Identification:	Conform USP43		Conformed
Relative Density(20/20°C):	0.896-0.908 The same volume of peppermint oil and distilled water of quality ratio(20°C)		0.896
Refractive Index(20°C):	1.459-1.465 / Join the samples after test to read data(20°C)		1.460
Optical Rotation(20°C):	-18 ° ~ -32 ° Join the samples after test to read data(20°C)		-20.8°
Ester Content: (Menthylacetate %)	>5.0 The samples after acetylation, and then ester content accounting again		5.1
Acid Value(mg KOH/g)	1.0 Max Using the sodium hydroxide standard solution to neutralize the free acid in the samples		0.7
Solubility(20°C 70% Ethanol):	1ml:3ml 1 Volume Soluble In 3 Volumes of 70%(V/V) Alcohol, Forming Clear Solution		Conformed
Heavy Metals:	Not more than 20 ppm		0.3ppm
Limit of Dimetil Sulfide	Conform USP43		Conformed
Total Menthol content:	50.0% Min After acetylation to calculate the free alcohol and specify the alcohol, and then checking the total alcohol content in the samples		51.2%
L-Menthol Content:	28%-40% / By GC		34.38%
α-pinene	/ By GC		2.84%
β-pinene	/ By GC		4.11%
Limonene	/ By GC		7.68%
Total Water Content:	Not more than 0.05%		Conformed
RESULT:	THE ABOVE MATERIALS CONFORM TO USP43		

Analysed by:

李雪梦

Rechecked by:

周强

Q.C. In-charge

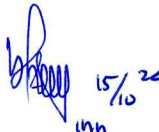
安徽一帆香料有限公司
ANHUI PROVINCE YIFAN SPICE CO., LTDButuh pengesahan
terlampir

STANDARISASI CERTIFICATE OF ANALYSIS API PRODUK

No	Nama Bahan	Manufaktur	Referensi pada CoA Manufacturer saat ini	Referensi pada CoA yang diusulkan	Penyesuaian Parameter			Nomor SPBB	Keterangan
					Parameter yang Dihilangkan	Parameter yang Ditambah	Parameter yang direvisi		
1	Peppermint oil	Anhui Province Yifan Spice Co	USP 43	USP47/ FI VI	Acid Value		Pemerian disesuaikan dengan	15/10 24 USP 47 2400 RD.02-SBC/023.01	Penyesuaian CoA dari Manufacturer
					L-Menthol Content		Identifikasi menyesuaikan USP 47		
					alfa-pinene		Logam Berat : ≤ 40 bpj (FI VI)		
					beta-pinene		Dimetil sulfat disesuaikan dengan USP 47		
					Limonene				
					Total water content				

Diperiksa Oleh


15/10 24
VSD
Koordinator QC


15/10 24
inn
Koordinator TS


15/10 24
mur
Koordinator QA

Disetujui Oleh,


15/10 24
SN
Manager QA

Pectin: Coarse or fine powder, yellowish-white in color, almost odorless, and having a mucilaginous taste. Soluble in 20 parts of water, forming a viscous, opalescent, colloidal solution that flows readily and is acid to litmus; practically insoluble in alcohol or in diluted alcohol and in other organic solvents. Pectin dissolves in water more readily if first moistened with alcohol, glycerin, or simple syrup, or if first mixed with 3 or more parts of sucrose. *NF category:* Suspending and/or viscosity-increasing agent; emulsifying agent; film-forming agent.

Pemetrexed Disodium: White or almost white powder. Freely soluble in water; very slightly soluble in dehydrated alcohol; practically insoluble in methylene chloride.

Penicillamine: White or practically white, crystalline powder, having a slight, characteristic odor. Freely soluble in water; slightly soluble in alcohol; insoluble in chloroform and in ether.

Penicillin G Benzathine: White, odorless, crystalline powder. Sparingly soluble in alcohol; very slightly soluble in water.

Penicillin G Potassium: Colorless or white crystals, or white, crystalline powder. Is odorless or practically so, and is moderately hygroscopic. Its solutions are dextrorotatory. Its solutions retain substantially full potency for several days at temperatures below 15°, but are rapidly inactivated by acids, by alkali hydroxides, by glycerin, and by oxidizing agents. Very soluble in water, in saline TS, and in dextrose solutions; sparingly soluble in alcohol.

Penicillin G Procaine: White crystals or white, very fine, microcrystalline powder. Is odorless or practically odorless, and is relatively stable in air. Its solutions are dextrorotatory. Is rapidly inactivated by acids, by alkali hydroxides, and by oxidizing agents. Soluble in alcohol and in chloroform; slightly soluble in water.

Penicillin G Sodium: Colorless or white crystals or white to slightly yellow, crystalline powder. Is odorless or practically odorless, and is moderately hygroscopic. Its solutions are dextrorotatory. Is relatively stable in air, but is inactivated by prolonged heating at about 100°, especially in the presence of moisture. Its solutions lose potency fairly rapidly at room temperature, but retain substantially full potency for several days at temperatures below 15°. Its solutions are rapidly inactivated by acids, by alkali hydroxides, by oxidizing agents, and by penicillinase.

Penicillin V: White, odorless, crystalline powder. Freely soluble in alcohol and in acetone; very slightly soluble in water; insoluble in fixed oils.

Penicillin V Potassium: White, odorless, crystalline powder. Very soluble in water; slightly soluble in alcohol; insoluble in acetone.

Pentamidine Isethionate: White or almost white powder or colorless crystals, hygroscopic. Freely soluble in water; sparingly soluble in alcohol; practically insoluble in methylene chloride.

Pentazocine: White or very pale, tan-colored powder. Freely soluble in chloroform; soluble in alcohol, in acetone, and in ether; sparingly soluble in benzene and in ethyl acetate; practically insoluble in water.

Pentazocine Hydrochloride: White, crystalline powder. It exhibits polymorphism, one form melting at about 254° and the other at about 218°. Freely soluble in chloroform; soluble in alcohol; sparingly soluble in water; very slightly soluble in acetone and in ether; practically insoluble in benzene.

Pentetic Acid: White, odorless or almost odorless powder. Melts with foaming and degradation at 220°. *NF category:* Chelating and/or complexing agent; antimicrobial preservative; sequestering agent.

Pentobarbital: White to practically white, fine, practically odorless powder. May occur in a polymorphic form that melts

at about 116°. This form gradually reverts to the more stable higher-melting form upon being heated at about 110°. Very soluble in alcohol, in methanol, in ether, in chloroform, and in acetone; soluble in benzene; very slightly soluble in water and in carbon tetrachloride.

Pentobarbital Sodium: White, crystalline granules or white powder. Is odorless or has a slight characteristic odor, and has a slightly bitter taste. Its solutions decompose on standing, heat accelerating the decomposition. Very soluble in water; freely soluble in alcohol; practically insoluble in ether.

Pentoxifylline: White to almost white crystalline powder. Freely soluble in chloroform and in methanol; soluble in water; sparingly soluble in alcohol; slightly soluble in ether.

Peppermint: Has an aromatic, characteristic odor and a pungent taste, and produces a cooling sensation in the mouth. *NF category:* Flavors and fragrance.

Peppermint Oil: Colorless or pale yellow liquid, having a strong, penetrating, characteristic odor and a pungent taste, followed by a sensation of cold when air is drawn into the mouth. *NF category:* Flavors and fragrance.

Peppermint Spirit: A clear, colorless liquid with a peppermint fragrance. Freely soluble in methanol and in diethyl ether; soluble in water. *NF category:* Flavors and fragrance.

Peppermint Water: *NF category:* Vehicle (flavored and/or sweetened).

Perflubron: Clear, colorless, practically odorless liquid.

Pergolide Mesylate: White to off-white powder. Sparingly soluble in methanol; slightly soluble in water, in dehydrated alcohol, and in chloroform; very slightly soluble in acetone; practically insoluble in ether.

Perindopril Erbumine: White or off-white, crystalline powder; freely soluble in water and in alcohol; sparingly soluble in methylene chloride.

Perphenazine: White to creamy white, odorless powder. Freely soluble in alcohol and in chloroform; soluble in acetone; practically insoluble in water.

Petrolatum: Unctuous yellowish to light amber mass, having not more than a slight fluorescence even after being melted. Is transparent in thin layers. Is free or practically free from odor and taste. Freely soluble in benzene, in carbon disulfide, in chloroform, and in turpentine oil; soluble in ether, in solvent hexane, and in most fixed and volatile oils; practically insoluble in cold and hot alcohol and in cold dehydrated alcohol; insoluble in water. *NF category:* Ointment base; emollient.

Hydrophilic Petrolatum: *NF category:* Ointment base.

White Petrolatum: White or faintly yellowish, unctuous mass, transparent in thin layers even after cooling to 0°. Freely soluble in benzene, in carbon disulfide, and in chloroform; soluble in ether, in solvent hexane, and in most fixed and volatile oils; slightly soluble in cold or hot alcohol, and in cold dehydrated alcohol; insoluble in water. *NF category:* Ointment base.

Phenazopyridine Hydrochloride: Light or dark red to dark violet, crystalline powder. Is odorless, or has a slight odor. Melts at about 235°, with decomposition. Slightly soluble in water, in alcohol, and in chloroform.

Phendimetrazine Tartrate: White, odorless, crystalline powder. Freely soluble in water; sparingly soluble in warm alcohol; insoluble in chloroform, in acetone, in ether, and in benzene. Phendimetrazine base is extracted by organic solvents from alkaline solution.

Phenelzine Sulfate: White to yellowish white powder, having a characteristic odor. Freely soluble in water; practically insoluble in alcohol, in chloroform, and in ether.

Pheniramine Maleate: White, crystalline powder having a faint amine-like odor. Soluble in water and in alcohol.

Peppermint Oil

DEFINITION

Peppermint Oil is the volatile oil distilled with steam from the fresh overground parts of the flowering plant of *Mentha piperita* L. (Fam. Labiatae), rectified by distillation and neither partially nor wholly dementholized. It yields NLT 5.0% of esters, calculated as menthyl acetate ($C_{12}H_{22}O_2$), and NLT 50.0% of total menthol ($C_{10}H_{20}O$), free and as esters.

IDENTIFICATION

• A.

Sample: 6 drops of Oil

Analysis: Place the *Sample* in a dry test tube and mix with 5 mL of a 1-in-300 solution of nitric acid in glacial acetic acid, and place the tube in a beaker of boiling water.

Acceptance criteria: Within 5 min the liquid develops a blue color that, on continued heating, deepens and shows a copper-colored fluorescence and then fades, leaving a golden-yellow solution.

ASSAY

• TOTAL ESTERS

Sample: 10 g of Oil

Analysis: Place the *Sample* in a 250-mL conical flask, add 10 mL of neutralized alcohol and 2 drops of phenolphthalein TS, then add, dropwise, 0.1 N sodium hydroxide until a faint pink color appears. Add 25.0 mL of 0.5 N alcoholic potassium hydroxide VS, connect the flask to a reflux condenser, and heat on a boiling water bath for 1 h. Allow the mixture to cool, add 20 mL of water, and add phenolphthalein TS.

Titrate the excess alkali with 0.5 N hydrochloric acid VS. Perform a blank determination, disregarding the 0.1 N sodium hydroxide (see *Titrimetry* <541>, *Residual Titrations*). Each mL of 0.5 N alcoholic potassium hydroxide consumed in the saponification is equivalent to 99.15 mg of total esters calculated as $C_{12}H_{22}O_2$.

Acceptance criteria: NLT 5.0% of esters, calculated as $C_{12}H_{22}O_2$

• TOTAL MENTHOL

Sample: 10 mL of Oil

Analysis: Place the *Sample* in an acetylation flask of 100-mL capacity, and add 10 mL of acetic anhydride and 1 g of anhydrous sodium acetate. Boil the mixture gently for 1 h, accurately timed, cool, disconnect the flask from the condenser, transfer the mixture to a small separator, rinsing the acetylation flask with three 5-mL portions of warm

water, and add the rinsings to the separator. When the liquids have completely separated, discard the water layer, and wash the remaining oil with successive portions of sodium carbonate TS, diluted with an equal volume of water, until the last washing is alkaline to phenolphthalein TS. Dry the resulting oil with anhydrous sodium sulfate, and filter. Transfer 5 mL of the dry acetylated oil to a tared, 100-mL conical flask, and weigh. Add 50.0 mL of 0.5 N alcoholic potassium hydroxide VS, connect the flask to a reflux condenser, and boil the mixture on a steam bath for 1 h, accurately timed. Allow the mixture to cool, and add 10 drops of phenolphthalein TS.

Titrate the excess alkali with 0.5 N hydrochloric acid VS.

Perform a blank determination (see *Titrimetry* <541>, *Residual Titrations*).

Calculate the percentage of total menthol in the Oil tested:

$$\text{Result} = 7.813 \times A \times (1 - 0.0021 \times E) / (W - 0.021 \times A)$$

A = result obtained by subtracting the number of mL of 0.5 N hydrochloric acid required in the above titration from the number of mL of 0.5 N hydrochloric acid required in the residual titration blank

E = percentage of esters calculated as menthyl acetate ($C_{12}H_{22}O_2$)

W = weight of acetylated Oil taken (g)

Acceptance criteria: NLT 50.0% of $C_{10}H_{20}O$, free and as esters

IMPURITIES

• LIMIT OF DIMETHYL SULFIDE

Analysis: Distill 1 mL from 25 mL of Oil, and carefully superimpose the distillate on 5 mL of mercuric chloride TS in a test tube.

Acceptance criteria: A white film does not form at the zone of contact within 1 min.

SPECIFIC TESTS

• **SPECIFIC GRAVITY** <841>: 0.896–0.908

• **OPTICAL ROTATION**, *Angular Rotation* <781A>: -18° to -32°

• **REFRACTIVE INDEX** <831>: 1.459–1.465 at 20°

• **SOLUBILITY IN 70% ALCOHOL:** One volume dissolves in 3 volumes of 70% alcohol, with NMT slight opalescence.

ADDITIONAL REQUIREMENTS

• **PACKAGING AND STORAGE:** Preserve in tight containers, and prevent exposure to excessive heat.

Batas senyawa polinuklir

Metil sulfoksida Gunakan metil sulfoksida yang mempunyai serapan tidak lebih dari 1,0 pada 264 nm dan tidak ada puncak lain sampai pada daerah 350 nm, menggunakan air sebagai pembanding.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *naftalena P*, larutkan dalam *isooktana P* hingga kadar 7,0 µg per mL. Ukur serapan pada panjang gelombang serapan maksimum lebih kurang 275 nm, menggunakan *isooktana P* sebagai blangko.

Prosedur Masukkan 25,0 mL minyak mineral dan 25,0 mL *n-heksana P* ke dalam corong pisah 125 mL, campur [Catatan Gunakan *n-heksana* yang telah dibilas dengan mengocok dua kali dengan metil sulfoksida *P*, tiap kali dengan seperlima volume metil sulfoksida. Tidak boleh menggunakan pelincir selain air pada kran, atau gunakan corong pisah dengan kran polimer yang sesuai.] tambahkan 5,0 mL metil sulfoksida *P* dan kocok kuat selama 1 menit. Diamkan hingga lapisan bawah jernih, dan pindahkan lapisan bawah ke dalam corong pisah 125 mL lain, tambahkan 2 mL *n-heksana P* dan kocok kuat. Pisahkan lapisan bawah dan ukur serapan dalam rentang panjang gelombang 260 nm sampai 350 nm, menggunakan blangko metilsulfoksida *P* yang sebelumnya telah dikocok kuat selama 1 menit dengan *n-heksana P* dengan perbandingan 5 mL metil sulfoksida *P* dan 25 mL *n-heksana P*. Serapan pada rentang panjang gelombang tersebut tidak lebih besar dari sepertiga dari serapan Larutan baku pada 275 nm.

Parafin padat Keringkan minyak mineral pada suhu 105° selama 2 jam dalam gelas piala, dinginkan hingga suhu ruang di atas silika gel dalam desikator. Masukkan ke dalam botol contoh minyak berbentuk silinder tinggi dari kaca tidak berwarna dengan volume lebih kurang 120 mL. Tutup botol, dan celupkan dalam campuran es dan air selama 4 jam, minyak cukup jernih, hingga garis hitam selebar 0,5 mm pada latar belakang putih, yang diletakkan vertikal dibelakang botol akan terlihat jelas.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

MINYAK PERMEN Peppermint Oil

Minyak Permen adalah minyak atsiri yang diperoleh dengan destilasi uap dari bagian di atas tanah tanaman berbunga *Mentha piperita* Linné (Familia *Labiatae*) yang segar, dimurnikan dengan cara destilasi dan tidak didementolisasi sebagian ataupun keseluruhan. Mengandung tidak kurang dari 5,0% ester dihitung sebagai mentil asetat ($C_{12}H_{22}O_2$), dan tidak kurang dari 50,0% mentol total ($C_{10}H_{20}O$) sebagai mentol bebas dan sebagai ester.

Pemerian Cairan tidak berwarna atau kuning pucat, bau khas kuat menusuk; rasa pedas diikuti rasa dingin jika udara dihirup melalui mulut.

Kelarutan dalam etanol 70% Satu bagian volume dilarutkan dalam 3 bagian volume etanol 70%; tidak terjadi opalesensi.

Identifikasi Dalam tabung reaksi kering, campur 6 tetes dengan 5 mL larutan asam nitrat *P* (1 dalam 300) dalam asam asetat glasial *P*, masukkan tabung ke dalam gelas piala berisi air mendidih: dalam waktu 5 menit cairan berwarna biru, yang pada pemanasan lebih lanjut berwarna lebih tua dan menunjukkan fluoresensi warna tembaga yang akan memudar dan meninggalkan cairan berwarna kuning keemasan.

Bobot jenis <981> Antara 0,896 dan 0,908.

Rotasi optik <1081> Antara -18° dan -32° dalam tabung 100 mm.

Indeks bias <1001> Antara 1,495 dan 1,465; lakukan penetapan pada suhu 20°.

Logam berat <371> Metode III Tidak lebih dari 40 bpj.

Dimetil sulfida Destilasi sejumlah 25 mL hingga diperoleh lebih kurang 1 mL destilat, tampung hati-hati destilat pada permukaan 5 mL raksa(II) klorida *LP* dalam tabung reaksi: tidak terbentuk lapisan warna putih pada daerah kontak dalam 1 menit.

Penetapan kadarester total Timbang saksama lebih kurang 10 g, masukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL, tambahkan 10 mL etanol netral *P* yang tidak dinetralkan dan 2 tetes fenolftalein *LP*, kemudian tambahkan tetes demi tetes natrium hidroksida 0,1 *N* hingga timbul warna merah muda lemah. Tambahkan 25,0 mL kalium hidroksida etanol 0,5 *N* LV, refluks di atas tangas air mendidih selama 1 jam. Biarkan dingin, tambahkan 20 mL air dan fenolftalein *LP*, titrasi kelebihan basa dengan asam hidroklorida 0,5 *N* LV. Lakukan penetapan blangko, dengan mengabaikan natrium hidroksida 0,1 *N* seperti tertera pada Titrasi residual dalam Titrimetri <711>.

Tiap mL kalium hidroksida etanol 0,5 *N*
setara dengan 99,15 mg ester total
dihitung sebagai metil asetat ($C_{12}H_{22}O_2$)

Penetapan kadar mentol total Pipet 10 mL ke dalam labu asetilasi 100 mL, tambahkan 10 mL anhidrida asetat *P* dan 1 g natrium asetat anhidrida *P*. Didihkan campuran perlahan-lahan selama tepat 1 jam, dinginkan, lepaskan kondensor, pindahkan campuran ke corong pisah kecil, bilas labu asetilasi tiga kali, tiap kali dengan 5 mL air hangat, masukkan air bilasan ke

dengan perbandingan *split* 10:1. Pertahankan suhu kolom 110° pada 4 menit pertama dan naikan hingga 200° dengan kenaikan 8° per menit, pertahankan suhu 200° selama 5 menit. Suhu injektor 250°. Lakukan kromatografi pada *Larutan baku*. Rekam kromatogram dan ukur semua respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*. Waktu retensi relative dimetilnilin dan naftalen, berturut-turut 1,0 dan 1,3. Perbandingan *signal-to-noise* respon puncak dimetilnilin tidak kurang dari 10.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama 1 µl *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Perbandingan respons puncak dimetilnilin terhadap puncak naftalena yang diperoleh dari *Larutan uji* tidak lebih besar dari *Larutan baku* (0,002 %).

UJI BATAS LOGAM BERAT <371>

Pengujian ini dimaksudkan untuk menunjukkan bahwa cemaran logam yang dengan ion sulfida menghasilkan warna pada kondisi penetapan, tidak melebihi batas logam berat yang tertera pada masing-masing monografi, dinyatakan dalam % (bobot) timbal dalam zat uji, ditetapkan dengan membandingkan secara visual seperti tertera pada perbandingan visual dalam *Spektrofotometri dan Hamburan Cahaya* <1191> dengan pembanding *Larutan baku timbal*. [Catatan Senyawa-senyawa yang memberikan respons pada uji ini adalah timbal, raksa, bismut, arsen, antimon, timah, kadmium, perak, tembaga, dan molibdenum].

Kecuali dinyatakan lain dalam masing-masing monografi, tetapkan jumlah logam berat menggunakan *Metode I*. *Metode I* digunakan untuk zat yang pada kondisi penetapan memberikan larutan jernih dan tidak berwarna pada kondisi uji. *Metode III* digunakan untuk zat yang pada kondisi *Metode I* tidak menghasilkan larutan jernih dan berwarna, atau senyawa yang karena sifatnya mengganggu pengendapan logam oleh ion sulfida atau minyak lemak dan minyak menguap. *Metode V* suatu metode digesti basah, hanya digunakan bila *Metode I* dan *Metode III* tidak dapat digunakan.

Pereaksi khusus

Larutan timbal(II) nitrat persediaan Larutkan 159,8 mg *timbal(II) nitrat P* dalam 100 mL air yang telah ditambah 1 mL *asam nitrat P*, kemudian encerkan dengan air hingga 1000,0 mL. Buat dan simpan larutan ini dalam wadah kaca yang bebas dari garam-garam timbal yang larut.

Larutan baku timbal Buat larutan segar dengan mengencerkan 10,0 mL *Larutan timbal(II) nitrat persediaan* dengan air hingga 100,0 mL. Tiap mL

Larutan baku timbal setara dengan 10 µg timbal. Larutan pembanding yang dibuat dari 100 µl *Larutan baku timbal* dalam 1 gram zat uji setara dengan 1 bpj timbal.

Metode I

Dapar asetat pH 3,5 Larutkan 25,0 g *amonium asetat P* dalam 25 mL air dan tambahkan 38,0 mL *asam hidroklorida 6 N*. Jika perlu atur pH hingga 3,5 dengan penambahan *amonium hidroksida 6 N* atau *asam hidroklorida 6 N*, encerkan dengan air hingga 100 mL, campur.

Larutan baku Pipet 2 mL *Larutan baku timbal* (20 µg Pb) ke dalam tabung pembanding warna 50 mL, dan encerkan dengan air hingga 25 mL. Atur pH antara 3,0 dan 4,0 dengan penambahan *asam asetat 1 N* atau *amonium hidroksida 6 N*, encerkan dengan air hingga 40 mL, campur.

Larutan uji Ke dalam tabung pembanding warna 50 mL masukkan 25 mL *Larutan uji* seperti tertera pada masing-masing monografi atau menggunakan sejumlah volume asam jika dinyatakan dalam masing-masing monografi, larutkan dan encerkan dengan air hingga 25 mL. Gunakan sejumlah zat uji dalam g, yang dihitung dengan rumus :

$$\frac{2,0}{1000L}$$

L adalah batas *Logam berat* dalam persen. Atur pH antara 3,0 dan 4,0 dengan penambahan *asam asetat 1 N* atau *amonium hidroksida 6 N*, encerkan dengan air hingga 40 mL, campur.

Larutan pembanding Masukkan 25 mL larutan yang dibuat sama seperti *Larutan uji* ke dalam tabung pembanding warna 50 mL, dan tambahkan 2,0 mL *Larutan baku timbal*. Atur pH antara 3,0 dan 4,0 dengan penambahan *asam asetat 1 N* atau *amonium hidroksida 6 N*, encerkan dengan air hingga 40 mL, campur.

Prosedur Ke dalam tiap tabung dari 3 tabung yang masing-masing berisi *Larutan baku*, *Larutan uji* dan *Larutan monitor* tambahkan 2 mL *dapar asetat pH 3,5* kemudian tambahkan 1,2 mL *tioasetamida LP*, encerkan dengan air hingga 50 mL, campur, diamkan selama 2 menit. Amati permukaan dari atas pada dasar putih: Warna yang terjadi pada *Larutan uji* tidak lebih gelap dari warna yang terjadi pada *Larutan baku* dan warna yang terjadi pada *Larutan monitor* sama atau lebih gelap dari warna yang terjadi pada *Larutan baku* [Catatan Bila warna pada larutan monitor lebih muda dari warna larutan baku gunakan *Metode III* sebagai pengganti *Metode I* untuk zat uji].

Metode II

Larutan uji 12 mL larutan zat uji seperti tertera pada masing-masing monografi.

Larutan baku Campur 10 mL *Larutan baku timbal* 1 bpj atau 2 bpj sesuai yang ditetapkan dengan 2 mL *Larutan uji*.

Larutan blangko Campur 10 mL air dengan 2 mL *Larutan uji*.

Prosedur Ke dalam tiap larutan tambahkan 2 mL *dapar asetat pH 3,5* dan campur. Tambah 1,2 mL *tioasetamida LP*, campur dengan cepat dan diamkan 2 menit. Amati permukaan dari atas pada dasar putih: uji tidak absah bila *Larutan baku* tidak menunjukkan warna coklat dibanding *Larutan blangko*, warna coklat yang terjadi pada *Larutan uji* tidak lebih intensif dari warna *Larutan baku*. Jika hasil yang diperoleh sulit untuk disimpulkan, saring larutan melalui penyaring membran (ukuran pori 3 µm); lihat gambar alat tanpa prefilter. Lakukan penyaringan secara lambat dan menyeluruh menggunakan tekanan sedang dan konstan. Bandingkan bercak pada penyaring di antara ketiga larutan.

Metode III

[Catatan Metode ini tidak mencakup merkuri.]

Dapar asetat pH 3,5 Buat seperti tertera pada *Metode I*.

Larutan baku Buat seperti tertera pada *Metode I*.

Larutan uji Gunakan sejumlah zat uji dalam g, yang dihitung dengan rumus :

$$\frac{2,0}{1000L}$$

L adalah batas *Logam berat* dalam persen. Masukkan sejumlah zat yang telah ditimbang ke dalam krus yang sesuai, tambahkan *asam sulfat P* secukupnya untuk membasahi, dan pijarkan hati-hati pada suhu rendah hingga mengarang. Selama pengarangan krus tidak boleh ditutup rapat. Pada bagian yang telah mengarang, tambahkan 2 mL *asam nitrat P* dan 5 tetes *asam sulfat P*, panaskan hati-hati sampai asap putih tidak terbentuk lagi. Pijarkan, sebaiknya dalam tanur, pada suhu 500° hingga 600°, sampai arang habis terbakar. Dinginkan, tambahkan 4 mL *asam hidroklorida 6 N*, tutup, digesti di atas tangas uap selama 15 menit, buka dan uapkan perlahan-lahan di atas tangas uap hingga kering. Basahkan sisa dengan 1 tetes *asam hidroklorida P*, tambahkan 10 mL air panas, dan digesti selama 2 menit. Tambahkan *amonium hidroksida 6 N* tetes demi tetes, hingga larutan bereaksi basa terhadap kertas lakmus, encerkan dengan air hingga 25 mL, dan atur pH antara 3,0 dan 4,0 dengan penambahan *asam asetat 1 N*, menggunakan kertas indikator pH rentang pendek sebagai indikator eksternal. Saring jika perlu, bilas krus dan penyaring dengan 10 mL air. Kumpulkan filtrat dan air bilasan dalam tabung pembanding

warna 50 mL, encerkan dengan air hingga 40 mL, dan campur.

Prosedur Ke dalam tiap tabung yang masing-masing berisi *Larutan baku* dan *Larutan uji* tambahkan 2 mL *dapar asetat pH 3,5* kemudian tambahkan 1,2 mL *tioasetamida LP*, encerkan dengan air hingga 50 mL, campur, diamkan selama 2 menit. Amati permukaan dari atas pada dasar putih: Warna yang terjadi pada *Larutan uji* tidak lebih gelap dari warna yang terjadi pada *Larutan baku*.

Metode IV

Larutan uji Masukkan sejumlah zat (tidak lebih dari 2 g) ke dalam krus silika dan 4 mL larutan *magnesium sulfat P 25%* dalam *asam sulfat 2 N*. Aduk dengan batang pengaduk kaca kecil dan panaskan hati-hati. Jika campuran berbentuk cairan, uapkan perlahan-lahan di atas tangas air hingga kering. Pijarkan dengan cepat, suhu tidak lebih dari 800°, dan lanjutkan pemanasan hingga sisa berwarna putih atau keabu-abuan. Biarkan dingin, basahkan sisa dengan 0,2 mL *asam sulfat 2 N*, uapkan, pijarkan kembali dan biarkan dingin. Lama pemijaran tidak boleh lebih dari 2 jam. Larutkan residu dalam 5 mL *asam hidroklorida 2 N*, dan tambahkan lagi 5 mL *asam hidroklorida 2 N*. Tambahkan 0,1 mL *fenolftalein LP* dan *amonium hidroksida 13 N* tetes demi tetes hingga terjadi warna merah muda. Dinginkan, tambahkan *asam asetat glasial P* hingga larutan tidak berwarna, dan tambahkan lagi 0,5 mL *asam asetat glasial P*. Saring jika perlu dan encerkan larutan dengan air hingga 20 mL.

Larutan baku Buat seperti tertera pada larutan uji menggunakan sejumlah *Larutan timbal* yang ditentukan (10 bpj Pb) untuk mengganti zat yang diuji. Pada 10 mL larutan yang diperoleh tambahkan 2 mL *Larutan uji*.

Larutan blangko Campur 10 mL air dengan 2 mL *Larutan uji*.

Prosedur Ke dalam masing-masing 12 mL larutan tambahkan 2 mL *dapar asetat pH 3,5* dan campur. Tambahkan 1,2 mL *tioasetamida LP*, campur dengan cepat, diamkan 2 menit. Amati permukaan dari atas pada dasar putih: Uji tidak absah bila *Larutan baku* tidak menunjukkan warna coklat dibanding *Larutan blangko*, warna coklat yang terjadi pada *Larutan uji* tidak lebih intensif dari warna *Larutan baku*. Jika hasil yang diperoleh sulit untuk disimpulkan, saring larutan melalui penyaring membran (ukuran pori 3 µm); lihat gambar alat tanpa prefilter. Lakukan penyaringan secara lambat dan menyeluruh menggunakan tekanan sedang dan konstan. Bandingkan bercak pada penyaring di antara ketiga larutan.