

dinginkan pada desikator, timbang. Jika abu bebas karbon tidak diperoleh, basahkan arang dengan air panas, kumpulkan residu yang tidak larut dalam kertas penyaring bebas abu. Pijarkan kembali residu dan kertas penyaring hingga abu berwarna putih atau hampir putih, saring. Tambahkan filtrat, uapkan hingga kering. Pijarkan hingga suhu lebih kurang $675 \pm 25^\circ$. Jika abu bebas karbon tetap tidak diperoleh, dinginkan krus, tambahkan 15 ml *etanol P*, hancurkan arang dengan pengaduk kaca, bakar etanol dan pijarkan kembali hingga suhu lebih kurang $675 \pm 25^\circ$, dinginkan dalam desikator, timbang abu dan hitung persentase abu total dari bobot zat yang digunakan.

Propilen glikol Tidak lebih dari 2,0%. Lakukan penetapan seperti yang tertera pada *Penetapan kadar*

Fase gerak, Larutan uji, dan Sistem kromatografi seperti tertera pada *Penetapan Kadar*.

Larutan baku persediaan Larutkan *Propilen glikol BPF1* dalam *tetrahidrofuran P* hingga kadar 4 mg per mL.

Larutan baku Pipet 0,25; 0,5; 1,0; dan 2,5 mL *Larutan baku persediaan* masukkan ke dalam empat labu 15-mL terpisah, dan encerkan dengan *tetrahidrofuran P* hingga 5 mL. Pada labu kelima, pipet 5,0 mL *Larutan baku persediaan*.

Prosedur Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku* dan *Larutan uji*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak. Buat kurva kalibrasi respon puncak *Larutan baku* terhadap kadar propilen glikol dalam mg per mL. Dari kurva yang diperoleh hitung kadar propilen glikol dalam mg per mL *Larutan uji*.

Bilangan asam Tidak lebih dari 4. Lakukan penetapan seperti tertera pada *Lemak dan minyak lemak <491>*.

Komposisi asam lemak Menunjukkan komposisi asam lemak seperti tertera pada *tabel*. Lakukan penetapan seperti tertera pada *Lemak dan minyak lemak <491>*.

Tabel

Asam Lemak	Panjang Rantai-Karbon	Persentase (%)
Asam kaprilat	C8	Tidak lebih dari 0,5
Asam kaprat	C10	Tidak lebih dari 2,0
Asam laurat	C12	Tidak kurang dari 95,0
Asam miristat	C14	Tidak lebih dari 3,0
Asam palmitat	C16	Tidak lebih dari 1,0

Bilangan iodum Tidak lebih dari 1. Lakukan penetapan seperti tertera pada *Lemak dan minyak lemak <491>*.

Bilangan penyabunan Antara 230 dan 250. Lakukan penetapan seperti tertera pada *Lemak dan minyak lemak <491>*.

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

Fase gerak Tetrahidrofuran P.

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 200 mg zat masukkan ke dalam wadah yang sesuai. Larutkan dengan 5 mL *tetrahidrofuran P*.

Sistem kromatografi Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor indeks refraksi dan kolom 7 mm x 60 cm yang berisi bahan pengisi L21 dengan ukuran partikel 5 μ m 100 Å. [Catatan: Dua atau tiga kolom 7-mm x 30-cm L21 dapat digunakan sebagai pengganti kolom berukuran 60-cm, asalkan persyaratan kesesuaian sistem dipenuhi.] Pertahankan suhu detektor dan kolom pada 40° dan laju alir 1 mL per menit.

Kesesuaian sistem Lakukan kromatografi terhadap 40 μ L *larutan uji*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama seperti tertera pada *Prosedur*: simpangan baku relatif tidak lebih dari 1,0% dihitung terhadap puncak monoester. Diester tereluasi lebih dahulu, diikuti monoester dan propilen glikol.

Prosedur Lakukan kromatografi terhadap 40 μ L *larutan uji*, rekam kromatogram ukur respons puncak utama. Hitung persentase monoester atau diester dalam bagian zat yang diambil:

$$\left(\frac{r_U}{r_T} \right) \times (100 - D)$$

r_U adalah respons puncak untuk monoester atau diester, r_T adalah jumlah respons puncak monoester dan diester, D adalah jumlah persentase kadar propilen glikol dan asam lemak bebas. Hitung persentase asam lemak bebas dengan rumus:

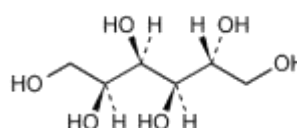
$$\frac{A}{561,1} \times 200$$

A adalah bilangan asam.

Wadah dan penyimpanan Simpan dalam wadah yang tertutup baik dan terlindung dari kelembaban.

SORBITOL

Sorbitol



D-glucitol [50-70-4]

C₆H₁₄O₆

BM 182,17

Sorbitol mengandung tidak kurang dari 91,0% dan tidak lebih dari 100,5% C₆H₁₄O₆, dihitung terhadap zat anhidrat.

Perubahan

Pemerian Serbuk, granul atau masa hablur; warna putih; tidak berbau dan mempunyai rasa manis dengan sensasi dingin; higroskopis.

Perubahan

Kelarutan Sangat mudah larut dalam air; sukar larut dalam etanol, dan praktis tidak larut dalam etil eter.

Perubahan

Baku pembanding Sorbitol BPFI; bersifat higroskopis. Kerjakan di tempat kering. Simpan pada wadah tertutup rapat. Endotoksin BPFI; [Catatan Bersifat pirogenik, penanganan vial dan isi harus hati-hati untuk menghindari kontaminasi]. Rekonstitusi seluruh isi, simpan larutan dalam lemari pendingin dan gunakan dalam waktu 14 hari. Simpan vial yang belum dibuka dalam lemari pembeku.

Perubahan

Identifikasi

A. Larutkan 1 g zat dalam 75 mL air. Pipet 3 mL larutan ke dalam tabung reaksi 15-cm tambahkan 3 mL larutan *katekol P* (1 dalam 10) yang dibuat segar, campur. Tambahkan 6 mL *asam sulfat P*, campur. Panaskan perlahan di atas api selama 30 detik: terjadi warna merah muda gelap atau merah anggur.

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

Perubahan

Air <1031> *Metode I* Tidak lebih dari 1,5%.

Tambahan persyaratan

Endotoksin bakteri <201> [Jika digunakan untuk sediaan parenteral] Tidak lebih dari 4 unit Endotoksin FI per liter sorbitol, untuk bentuk sediaan parenteral yang memiliki kadar sorbitol kurang dari 100 g per L, dan tidak lebih dari 2,5 unit Endotoksin FI per liter sorbitol yang memiliki kadar sorbitol 100 g per L atau lebih.

Tambahan persyaratan

Kejernihan dan warna larutan [Jika digunakan untuk sediaan parenteral] Larutkan 10 g zat dalam 100 mL *air bebas karbon dioksida P*: larutan jernih dan praktis tidak berwarna.

Tambahan persyaratan

pH <1071> Antara 3,5 dan 7,0; lakukan penetapan menggunakan larutan zat 10% (b/b) dalam *air bebas karbon dioksida P*.

Perubahan

Sisa pemijaran <301> Tidak lebih dari 0,1%; lakukan penetapan menggunakan 1,5 g zat.

Hilangkan persyaratan

Arsen <321> *Metode II* Tidak lebih dari 3 bpj.

Perubahan

Klorida <361> [Jika digunakan untuk sediaan parenteral] Tidak lebih dari 0,005%; lakukan penetapan menggunakan 1,5 g zat dan bandingkan kekeruhan dengan 0,10 mL *asam hidroklorida 0,02N*.

Perubahan

Sulfat <361> [Jika digunakan untuk sediaan parenteral] Tidak lebih dari 0,01%; lakukan penetapan menggunakan 1,0 g zat dan bandingkan kekeruhan dengan 0,10 mL *asam sulfat 0,02 N*.

Hilangkan persyaratan

Logam berat <371> Tidak lebih dari 10 bpj; lakukan penetapan dengan melarutkan 2 g dalam 25 mL air

Tambahan persyaratan

Nikel Tidak lebih dari 1 bpj. Lakukan penetapan menggunakan *Spektrofotometer serapan atom* seperti tertera pada *Spektrofotometri dan hamburan cahaya* <1191>

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 20,0 g zat, masukkan dalam labu tentukur 150-mL, larutkan dan encerkan *asam asetat encer LP* sampai tanda.

Larutan blangko Gunakan 150 mL *asam asetat encer LP*

Larutan baku nikel LP Timbang saksama lebih kurang 4,78 g *nikel(II) sulfat heptahidrat P*, masukkan dalam labu tentukur 1000-mL. Larutkan dan encerkan dengan air sampai tanda. Segera sebelum digunakan, pipet 10,0 mL larutan ini ke dalam labu tentukur 1000-mL. Larutkan dan encerkan dengan air sampai tanda. [Larutan baku nikel LP juga tersedia secara komersial]

Larutan baku Buat tiga seri larutan baku. Pipet secara terpisah masing-masing 0,5; 1,0; dan 1,5 mL *Larutan baku nikel LP*, masukkan ke dalam labu tentukur 150-mL, masing-masing tambahkan 20,0 g zat, larutkan dan encerkan dengan *asam asetat encer LP* sampai tanda.

Prosedur Pada tiap *Larutan uji*, *Larutan blangko* dan *Larutan baku*, tambahkan 2,0 mL larutan jenuh *amonium pirolidinditiokarbamat P* (lebih kurang 10 g per liter) dan 10,0 mL *metil isobutil keton P*, kocok selama 30 detik terlindung dari cahaya

terang. Biarkan lapisan memisah, gunakan lapisan metil isobutil keton.

Ukur serapan *Larutan baku* dan *Larutan uji* secara berurutan pada garis emisi 232,0 nm dengan spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan lampu “hollow” katoda nikel, menggunakan nyala asetilen-udara. Lakukan penetapan blangko. Secara berurutan ukur serapan lapisan organik dari *Larutan baku* dan *Larutan uji* masing-masing triplo. Rekam rata-rata pembacaan tetap untuk masing-masing *Larutan baku* dan *Larutan uji*. Di antara setiap pengukuran, bilas dengan lapisan organik *Larutan blangko*, dan pastikan pembacaan kembali ke nol. Buat kurva kalibrasi serapan *Larutan baku* dan *Larutan uji* terhadap jumlah nikel yang ditambahkan. Dari kurva kalibrasi diperoleh kadar nikel, Ni, dalam bpj *Larutan uji*.

Perubahan

Gula mereduksi Timbang 3,3 g zat masukkan ke dalam wadah yang sesuai. Larutkan dengan 3 mL air dengan bantuan pemanasan. Tambahkan 20 mL *tembaga (II) sitrat LP* dan tambahkan beberapa manik kaca. Panaskan dengan mengatur suhu hingga waktu yang dibutuhkan untuk mendidih adalah 4 menit, dan dididihkan selama 3 menit. Dinginkan segera dan tambahkan 40 mL *asam asetat encer LP*, 60 mL air dan 20 mL *iodum 0,05 N LV*. Dengan pengocokan terus menerus, tambahkan 25 mL campuran *asam asetat P*:air (6:94). Jika endapan telah larut, titrasi kelebihan iodum dengan *natrium tiosulfat 0,05 N LV* dan tambahkan 2 mL *kanji LP* pada akhir titrasi sebagai indikator: *natrium tiosulfat 0,05 N LV* yang digunakan tidak kurang dari 12,8 mL; menunjukkan gula mereduksi, terhadap zat anhidrat sebagai glukosa tidak lebih dari 0,3%.

Hilangkan persyaratan

Gula total Masukkan 2,1 g ke dalam labu 250 mL bertutup asah, tambahkan 40 mL *asam hidroklorida 0,1 N*, refluks selama 4 jam. Pindahkan larutan ke dalam gelas piala 400 mL, bilas labu dengan lebih kurang 10 mL air, netralkan dengan *natrium hidroksida 6 N*, dan lanjutkan pengujian seperti tertera pada *Gula mereduksi*, mulai dengan “Tambahkan 50 mL *tembaga (II) tartrat alkali LP*”: bobot *tembaga (I) oksida* tidak lebih dari 50 mg.

Tambahan persyaratan

Penghitungan mikroba <52> dan **Uji mikroba spesifik** <53> Angka Lempeng Total tidak lebih dari 10^3 unit koloni per g; Angka Kapang Khamir tidak lebih dari 10^2 unit koloni per g.

Perubahan

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

Fase gerak Air, awaudarkan.

Larutan resolusi Larutkan manitol dan *Sorbitol BPF* dalam air hingga kadar masing-masing larutan lebih kurang 4,8 mg per mL.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Sorbitol BPF*, larutkan dalam air hingga kadar lebih kurang 4,8 mg per mL.

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 0,10 g zat masukkan ke dalam wadah yang sesuai, larutkan dalam 20 mL air. Timbang bobot akhir dan campur.

Sistem kromatografi Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor indeks refraktif yang suhunya dipertahankan tetap 35° dan kolom 7,8 mm x 10 cm berisi bahan pengisi L34. Suhu kolom dipertahankan $50^\circ \pm 2^\circ$ dan laju alir lebih kurang 0,7 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2,0%. Dengan cara yang sama lakukan kromatografi terhadap *Larutan resolusi*: waktu retensi relatif manitol dan sorbitol berturut-turut 0,6 dan 1,0; resolusi, *R*, antara puncak sorbitol dan manitol tidak kurang dari 2,0.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 10 μ L) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung presentase sorbitol, $C_6H_{14}O_6$, dihitung terhadap zat anhidrat dalam zat yang digunakan dengan rumus:

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

r_U dan r_S berturut-turut adalah respons puncak zat dalam *Larutan uji* dan *Larutan baku*; C_S adalah kadar *Sorbitol BPF* yang digunakan dalam mg per mL *Larutan Baku*; C_U adalah kadar zat dalam mg per mL *Larutan Uji*; *W* adalah hasil perhitungan *Air* dalam persen.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

Tambahan persyaratan

Penandaan Jika digunakan untuk sediaan parenteral, pada etiket dicantumkan untuk penggunaan parenteral.

Tambahan Monografi

LARUTAN SORBITOL Sorbitol Solution

Larutan Sorbitol mengandung tidak kurang dari 64,0% $C_6H_{14}O_6$.