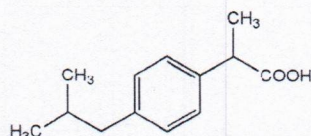


C adalah kadar *Homatropin Hidrobromida BPFI* dalam µg per mL *Larutan baku*; A_U dan A_S berturut-turut adalah serapan dari *Larutan uji* dan *Larutan baku*.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

IBUPROFEN

Ibuprofen



(±)-2-(*p*-Isobutylfenil)asam propionat [15687-27-1]

(±)Campuran [58560-75-1]

$C_{13}H_{18}O_2$

BM 206,28

Ibuprofen mengandung tidak kurang dari 97,0% dan tidak lebih dari 103,0% $C_{13}H_{18}O_2$, dihitung terhadap zat anhidrat.

Pemerian Serbuk hablur; putih hingga hampir putih; berbau khas lemah.

Kelarutan Sangat mudah larut dalam etanol, metanol, aseton dan kloroform; sukar larut dalam etil asetat; praktis tidak larut dalam air.

Baku pembanding *Ibuprofen BPFI*; tidak boleh dikeringkan.

Identifikasi

A. Spektrum serapan inframerah zat yang didispersikan dalam *minyak mineral P* menunjukkan maksimum hanya pada bilangan gelombang yang sama seperti pada *Ibuprofen BPFI*.

B. Spektrum serapan ultraviolet larutan (1 dalam 4000) dalam *natrium hidroksida 0,1 N* menunjukkan maksimum dan minimum pada panjang gelombang yang sama seperti pada *Ibuprofen BPFI*; daya serap masing-masing dihitung terhadap zat anhidrat pada panjang gelombang serapan maksimum lebih kurang 264 dan 273 nm berbeda tidak lebih dari 3,0%.

C. Waktu retensi relatif puncak utama terhadap baku internal dari *Larutan uji* sesuai dengan *Larutan baku* yang diperoleh pada *Penetapan kadar*.

Air <1031> *Metode I* Tidak lebih dari 1,0%.

Sisa pemijaran <301> Tidak lebih dari 0,5%.

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

Cemaran organik Masing-masing cemaran tidak lebih dari 0,3% dan *total cemaran* tidak lebih dari

1,0%. Lakukan *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Fase gerak Buat campuran air yang diatur pH nya hingga 2,5 dengan penambahan *asam fosfat P-asetonitril P* (1340:680), saring dan awaudarakan. Jika perlu lakukan penyesuaian menurut *Kesesuaian sistem* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Larutan uji Timbang saksama sejumlah zat, larutkan dalam *asetonitril P* hingga kadar lebih kurang 5 mg per mL.

Larutan resolusi Timbang saksama sejumlah ibuprofen dan valerofenon, larutkan dalam *asetonitril P* hingga kadar masing-masing lebih kurang 5 mg per mL.

Sistem kromatografi Lakukan seperti tertera pada *Kromatografi* <931>. Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 214 nm, kolom 4 mm x 15 cm berisi bahan pengisi *LI* dengan ukuran partikel 5 µm. Pertahankan suhu kolom pada $30^\circ \pm 0,2^\circ$. Laju alir lebih kurang 2 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan resolusi*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: waktu retensi relatif valerofenon dan ibuprofen berturut-turut adalah lebih kurang 0,8 dan 1,0; resolusi, R , antara puncak

Prosedur Suntikkan lebih kurang 5 µL *Larutan uji* ke dalam kromatograf, ukur luas puncak. Hitung persentase masing-masing cemaran dengan rumus:

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

r_i adalah luas masing-masing puncak, selain puncak pelarut dan puncak utama; r_T adalah jumlah respons seluruh puncak, selain puncak pelarut.

Senyawa sejenis C ibuprofen Tidak lebih dari 0,1%. Menggunakan kromatogram *Larutan uji* dan *Larutan baku senyawa sejenis C ibuprofen*, seperti yang diperoleh dari *Penetapan kadar*, hitung persentase senyawa sejenis C ibuprofen, $C_{12}H_{16}O$, dengan rumus:

$$10.000 \left(\frac{C}{W} \right) \left(\frac{R_U}{R_S} \right)$$

C adalah kadar *Senyawa Sejenis C Ibuprofen BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku senyawa sejenis C ibuprofen*; W adalah bobot zat dalam mg *Larutan uji*; R_U dan R_S berturut-turut adalah perbandingan respons puncak senyawa sejenis C ibuprofen dengan valerofenon yang diperoleh dari *Larutan uji* dan *Larutan baku senyawa sejenis C ibuprofen*.

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

Fase gerak Larutkan 4,0 g asam kloroasetat P dalam 400 mL air, atur hingga pH 3,0 dengan penambahan amonium hidroksida P, tambahkan 600 mL asetonitril P, saring dan awaudarakan. Jika perlu lakukan penyesuaian menurut *Kesesuaian sistem* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Larutan baku internal Timbang sejumlah valerofenon, larutkan dalam *Fase gerak* hingga kadar lebih kurang 0,35 mg per mL.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Ibuprofen BPFI*, larutkan dalam *Larutan baku internal* hingga kadar lebih kurang 12 mg per mL.

Larutan baku senyawa sejenis C ibuprofen Timbang saksama sejumlah *Senyawa Sejenis C Ibuprofen BPFI*, larutkan dalam *asetonitril P* hingga kadar lebih kurang 0,6 mg per mL. Pipet 2 mL larutan ini ke dalam labu tentukur 100-mL, encerkan dengan *Larutan baku internal* sampai tanda, larutan ini mengandung *Senyawa Sejenis C Ibuprofen BPFI* lebih kurang 0,012 mg per mL.

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 1200 mg zat, masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL, tambahkan *Larutan baku internal* sampai tanda.

Sistem kromatografi Lakukan seperti tertera pada *Kromatografi* <931>. Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 254 nm dan kolom 4,6 mm x 25 cm berisi bahan pengisi L1. Laju alir lebih kurang 2 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: waktu retensi relatif baku internal dan *ibuprofen* berturut-turut adalah lebih kurang 1,4 dan 1,0; resolusi, *R*, antara puncak analit dan puncak baku internal tidak kurang dari 2,5 dan simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2,0%. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku senyawa sejenis C ibuprofen* dan rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: waktu retensi relatif valerofenon dan senyawa sejenis C *ibuprofen* lebih kurang 1,0 dan 1,2; resolusi, *R*, antara puncak valerofenon dan senyawa sejenis C *ibuprofen* tidak kurang dari 2,5; faktor ikutan masing-masing puncak tidak lebih dari 2,5 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, ukur respons puncak utama. Hitung jumlah dalam mg *ibuprofen*, $C_{13}H_{18}O_2$, dalam zat yang digunakan dengan rumus:

$$100C \left(\frac{R_U}{R_S} \right)$$

C adalah kadar *Ibuprofen BPFI* dalam mg per mL *Larutan baku*; R_U dan R_S berturut-turut adalah perbandingan respons puncak *ibuprofen* dan baku internal dalam *Larutan uji* dan *Larutan baku*.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

SUSPENSI ORAL IBUPROFEN

Ibuprofen Oral Suspension

Suspensi Oral *Ibuprofen* mengandung *Ibuprofen*, $C_{13}H_{18}O_2$, tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 110,0% dari jumlah yang tertera pada etiket.

Baku pembanding *Ibuprofen BPFI*; tidak boleh dikeringkan, simpan dalam wadah tertutup rapat. *Senyawa Sejenis C Ibuprofen BPFI*.

Identifikasi

A. Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi lapis tipis* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Fase gerak Buat campuran *n-heksana P-butiril asetat P-asam asetat glisial P* (17:3:1).

Larutan baku Timbang sejumlah *Ibuprofen BPFI*, larutkan dan encerkan dengan *kloroform P* hingga kadar lebih kurang 20 mg per mL.

Larutan uji Pipet sejumlah volume suspensi oral setara dengan lebih kurang 200 mg *ibuprofen*, masukkan ke dalam corong pisah yang berisi 10 mL *kloroform P* dan kocok selama 1 menit. Biarkan hingga lapisan memisah dan saring lapisan *kloroform* menggunakan penyaring yang mengandung lebih kurang 2 g *natrium sulfat anhidrat P*. Gunakan filtrat sebagai larutan uji. [Catatan *Sisa larutan ini digunakan untuk uji identifikasi B.*]

Prosedur Totolkan secara terpisah masing-masing 10 µL *Larutan uji* dan *Larutan baku* pada lempeng kromatografi silika gel setebal 0,25 mm yang telah diaktivasi dengan pemanasan pada suhu 105° selama 30 menit dan biarkan bercak mengering. Masukkan lempeng ke dalam *Bejana kromatograf* yang telah dijenuhkan dengan *Fase gerak* dan biarkan *Fase gerak* merambat hingga tiga per empat tinggi lempeng. Angkat lempeng, tandai batas rambat dan keringkan dengan aliran udara. Amati bercak di bawah cahaya ultraviolet 254 nm: harga R_f bercak utama dari *Larutan uji* sesuai dengan yang diperoleh dari *Larutan baku*.

B. Uapkan lebih kurang 20 tetes *Larutan uji* dan sisa dari *Larutan baku* pada *Identifikasi A*, hingga kering dengan aliran udara, tanpa pemanasan. Spektrum serapan inframerah residu yang didispersikan dalam *kalium bromida P* menunjukkan maksimum hanya pada bilangan gelombang yang sama seperti pada *Ibuprofen BPFI*.

Disolusi <1231>

Media disolusi: 900 mL *dapar fosfat pH 7,2*.

Alat tipe 2: 50 rpm.

Waktu: 60 menit.

Prosedur: Lakukan penetapan jumlah $C_{13}H_{18}O_2$ yang terlarut dengan cara *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Fase gerak dan *Sistem kromatografi* Lakukan seperti tertera pada *Penetapan kadar*.