



PT. PHAROS INDONESIA

Nomor Metoda Analisa Bahan Baku : AD.BB.01.102620.00

Judul Metoda Analisa Bahan Baku : Metoda Analisa Bahan Baku Hydrochloric Acid 1 Mol/L

Tanggal Berlaku : 06 JUL 2021

Nomor Metoda Analisa Bahan Baku : -
Edisi Sebelumnya

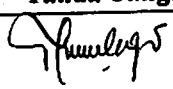
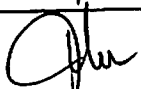
Tanggal Berlaku Edisi Sebelumnya : -

Jumlah Halaman : 6 Halaman (diluar halaman lembar pengesahan ini)

Referensi :

1. FI VI, 2020, Direktorat Jenderal Bina Kefarmasian dan Alat Kesehatan, Kementreian Kesehatan, RI, Jakarta
2. *Certificate Analysis of Hydrochloric Acid 1 mol/L EMPROVE® Expert by Merck*
3. *Internal Procedures.*
4. *Internal Spesifications.*

Pengesahan Dokumen

	Nama	Jabatan	Tanda Tangan	Tanggal
Disusun Oleh	Putri Wulan Sari	AD Staff		30/06-21
	Meyllisa Eka Putri	Micro Staff		01/07-21
Diperiksa Oleh	Agung Dimas Jatmiko	AD Manager		02/07-21
	Siswati Ika Daliana	QC Manager		05/07-21
Disahkan Oleh	Kristin Yunita	QA Manager		06/07 2021

SEJARAH PERUBAHAN

No. Dokumen	Alasan Perubahan
AD.BB.01.052052.00	Bahan Baku Baru Ex Merck

Catatan Khusus :

Metode analisa ini dapat digunakan untuk kode bahan baku berikut ini :

Hydrochloric Acid 1 mol/L

102620



METODA ANALISA BAHAN BAKU

HYDROCHLORIC ACID 1 MOL/L

KODE : 102620

No : AD.BB.01.102620.00

Tanggal Berlaku :

06 JUL 2021

Mengganti No: -

Tgl: -

Hal 1 dari 6

1. TUJUAN

Sebagai acuan dalam melakukan pemeriksaan Produk Jadi sehingga mengurangi kelalaian maupun kesalahan dalam bekerja.

2. PENANGGUNG JAWAB

- 2.1 *Staff dan Supervisor Departemen Analytical Development dan Quality Control*, bertanggung jawab dalam melaksanakan metode analisa ini.
- 2.2 *Manager Departement Analytical Development dan Quality Control* bertanggung jawab atas pelaksanaan metode analisa ini.

3. TATA LAKSANA

3.1. RUMUS MOLEKUL ¹

HCl

BM 36,46

3.2. SINONIM ¹

Asam Hidroklorida

3.3. PEMERIKSAAN PARAMETER FISIKA DAN KIMIA

3.3.1. Pemeriksaan Pemerian ³

1. Pindahkan 5,0 mL sampel ke dalam vial bening volume 10 mL.
 2. Periksa pemerian sampel, bandingkan dengan pembanding.
- Syarat ¹ : Sampel harus berupa cairan tidak berasap, bau merangsang.

3.3.2. Pemeriksaan Identifikasi ¹

1. Masukkan 2 mL sampel kedalam tabung reaksi 10 mL.
2. Tambahkan beberapa tetes perak nitrat LP*, amati yang terjadi pada larutan (1).
3. Tambahkan beberapa tetes asam nitrat P, amati yang terjadi pada larutan (2).
4. Tambahkan ammonium hidroksida 6 N* sedikit berlebih.
5. Amati yang terjadi pada larutan (3).

Syarat ¹ : (1) Terbentuk endapan putih seperti dadih.

(2) Endapan putih tidak larut.

(3) Endapan putih larut



METODA ANALISA BAHAN BAKU

HYDROCHLORIC ACID 1 MOL/L

KODE : 102620

No : AD.BB.01.102620.00

Tanggal Berlaku :

06 JUL 2021

Mengganti No: -

Tgl: -

Hal 2 dari 6

3.3.3. Pemeriksaan Logam Berat ¹

Larutan stok timbal nitrat

1. Dalam beaker 250 mL, masukkan 100 mL *purified water*.
2. Tambahkan 1 mL asam nitrat pekat.
3. Timbang seksama 159,8 mg timbal (II) nitrat P. Masukkan dalam labu ukur 1000 mL.
4. Larutkan dengan 100 mL *purified water* yang telah ditambah 1 mL asam nitrat pekat. Kocok sampai larut.
5. Encerkan dengan *purified water* sampai di peroleh 1000 mL larutan. Kocok hingga homogen.

Catatan : Larutan dibuat dan disimpan dalam wadah gelas yang bebas garam timbal yang larut.

Larutan standar timbal

Dalam labu ukur 100 mL, masukkan 10 mL larutan stok timbal nitrat. Encerkan dengan *purified water* sampai 100 mL.

Catatan : Buat larutan pada waktu akan digunakan. Tiap 1 mL larutan standar timbal mengandung 10,0 µg timbal.

Larutan standar

1. Pipet 0,5 mL larutan standar timbal (5 µg Pb).
2. Masukkan ke dalam tabung Nessler.
3. Encerkan dengan *purified water* sampai volume 25 mL.
4. Atur pH dengan asam asetat 1 N atau amonium hidroksida 6 N sampai tercapai pH larutan antara 3,0 – 4,0.
5. Cek pH larutan menggunakan kertas indikator pH rentang pendek.
6. Encerkan dengan *purified water* sampai 40 ml, campur sampai homogen.

Larutan sampel

1. Larutkan 4,0 g sampel dengan 20 mL *purified water* dalam tabung nessler 50 mL.
2. Atur pH antara 3,0 – 4,0 dengan asam asetat 1 N atau NH₄OH 6 N. Encerkan dengan *purified water* sampai 40 mL.

Larutan Monitor

1. Larutkan 4,0 g sampel dengan 20 mL *purified water* dalam tabung nessler 50 mL.
2. Tambahkan 2,0 mL larutan standar timbal.
3. Atur pH antara 3,0 dan 4,0 dengan asam asetat 1N atau NH₄OH 6N. .
4. Encerkan dengan *purified water* sampai volume 40 mL.

METODA ANALISA BAHAN BAKU
HYDROCHLORIC ACID 1 MOL/L

KODE : 102620

No : AD.BB.01.102620.00

Tanggal Berlaku :

06 JUL 2021

Mengganti No: -

Tgl: -

Hal 3 dari 6

Cara pengukuran logam berat

1. Ke dalam 3 buah tabung nessler yang masing-masing tabung berisi larutan standar, larutan sampel, dan larutan monitor.
2. Tambahkan 2,0 mL Buffer asetat pH 3,5 dan 1,2 mL Tioasetamide glycerin basa LP, encerkan sampai 50 mL.
3. Campur, dan diamkan selama 5 menit.
4. Amati permukaan dari atas pada dasar putih.

Syarat ¹: Warna larutan sampel tidak lebih gelap dibanding warna larutan standar (≤ 5 ppm)

3.3.4. Pemeriksaan Uji Spesifik ¹

Larutan sampel

Encerkan 10,0 mL sampel dengan 20 mL *purified water*.

3.3.4.1 Pemeriksaan Bromine atau Chlorine

Masukkan 10 mL sampel dalam tabung reaksi. Tambahkan dengan 1 mL kalium iodida LP* dan 1 mL kloroform P, kocok kuat. Amati yang terjadi pada lapisan kloroform.

Syarat ¹: Lapisan kloroform tidak berwarna ungu sekurangnya selama 1 menit.

3.3.4.2 Pemeriksaan Sulfat

Masukkan 10 mL sampel dalam tabung reaksi. Tambahkan dengan 5 mL *purified water* dan 5 tetes barium klorida LP*, kocok kuat. Amati yang terjadi pada larutan sebelum dan sesudah dibiarkan selama 1 jam. Simpan larutan pemeriksaan ini untuk pemeriksaan sulfit.

Syarat ¹: Tidak terjadi kekeruhan atau endapan dalam waktu 1 jam.

3.3.4.3 Pemeriksaan Sulfit

Pada larutan yang digunakan untuk pemeriksaan sulfat tambahkan 2 tetes iodium 0,1 N*. Amati yang terjadi pada larutan.

Syarat ¹: Tidak timbul warna biru.

3.3.5. Pemeriksaan Sisa Pemijaran ¹

(Lakukan pemanasan dalam lemari asam berventilasi baik, tetapi terlindung dari aliran udara, dan pada suhu serendah mungkin agar terjadi pembakaran karbon sempurna. Untuk pemijaran akhir pada suhu $800 \pm 25^\circ\text{C}$ gunakan tanur)

1. Lakukan penetapan bobot tetap pada wadah krus porselen.
2. Panaskan krus selama 10 menit, dinginkan di desikator, lalu timbang (sampai diperoleh bobot tetap).



METODA ANALISA BAHAN BAKU

HYDROCHLORIC ACID 1 MOL/L

KODE : 102620

No : AD.BB.01.102620.00

Tanggal Berlaku :

06 JUL 2021

Mengganti No: -
Tgl: -

Hal 4 dari 6

3. Timbang seksama 1 g sampel dalam krus porselen yang telah dibobottetapkan.
4. Panaskan mula-mula dengan suhu rendah, kemudian teruskan sampai sampel mengarang sempurna.
5. Dinginkan. Basahi residu dengan 1 mL H_2SO_4 P, panaskan pelan-pelan sampai asap putih hilang.
6. Pijarkan pada suhu $800 \pm 25^\circ C$ sampai arang habis terbakar.
7. Dinginkan dalam desikator, timbang.
8. Hitung persentase sisa pemijaran. Jika lebih besar dari 0,1%, basahi lagi dengan 1 mL sampai 2 mL H_2SO_4 P.
9. Panaskan dan pijarkan lagi seperti cara di atas. Hitung persentase sisa pemijaran. Lanjutkan pemijaran sampai diperoleh bobot tetap.
10. Hitung persentase sisa pemijaran dengan rumus :

$$\text{Sisa Pemijaran} = \frac{\text{Bobot sampel setelah pemijaran}}{\text{Bobot sampel sebelum pemijaran}} \times 100\%$$

Syarat¹ : $\leq 2,0$ mg sisa residu (sekitar 0,008%)

3.3.6. Pemeriksaan Kadar¹

Metode Titrasi^{1,3}

Catatan : Lakukan pemeriksaan bobot jenis pada suhu $20^\circ C$.

1. Pipet 3,0 mL sampel, masukkan ke dalam labu tersumbat kaca berisi lebih kurang 20 mL *purified water*, yang telah ditara.
2. Encerkan dengan lebih kurang 25 mL *purified water*.
3. Titrasi dengan natrium hidroksida 1 N LV* menggunakan indikator Fenolftalein LP. Gunakan buret volume 50 mL.

Catatan : Tiap 1 mL natrium hidroksida 1 N setara dengan 536,46 mg HCl.

Hitung kadar as is HCl dengan rumus :

$$\text{Normalitas (N)} = (1000 \times \text{BJ} \times \text{Konsentrasi}) / (\text{Mr} \times 100)$$

Syarat² : 0,95 – 1,05 N

3.3.7. Pemeriksaan Endotoksin¹

Prosedur pemeriksaan endotoksin mengacu pada protap dengan nomor PSI-F038.

Syarat² : $\leq 2,5$ EU/mL



METODA ANALISA BAHAN BAKU

HYDROCHLORIC ACID 1 MOL/L

KODE : 102620

No : AD.BB.01.102620.00

Tanggal Berlaku :

06 JUL 2021

Mengganti No: -

Tgl: -

Hal 5 dari 6

3.4 PENYIMPANAN BAHAN BAKU DAN KEMASAN

Simpan dalam wadah tertutup rapat.

3.5 CARA PEMBUATAN LARUTAN**3.5.1 Air bebas CO₂**

Didihkan kuat – kuat air selama 5 menit atau lebih dan diamkan sampai dingin dan tidak menyerap karbon dioksida dari udara.

3.5.2 Amonium Hidroksida 6 N (Catatan : NH₃ pekat mengandung 32 %/, NH₃; Bj = 0,88)

Dalam labu ukur 100 mL, encerkan 36,5 mL NH₃ pekat dengan *purified water* sampai diperoleh 100,0 mL larutan.

3.5.3 Gliserin basa LP

Timbang 200 g gliserin. Tambahkan 35 mL *purified water*. Tambahkan 142,5 mL NaOH 1 N dan 47,5 mL *purified water*.

3.5.4 Barium klorida LP

Dalam labu ukur 100 mL, larutkan 12 gram barium klorida P dalam *purified water* hingga tanda batas, kocok homogen.

3.5.5 HCl 3 N

Dalam labu ukur 100 mL, encerkan 25,5 mL HCl pekat ke dalam *purified water* sampai volume 100,0 mL.

3.5.6 Fenolftalin LP

Timbang seksama 1,0 gram fenolftalin masukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Larutkan dan encerkan dengan etanol (etanol 96%) sampai tanda batas. Kocok homogen.

3.5.7 NaOH 1 N

Timbang seksama 4 gram NaOH masukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Larutkan dan encerkan dengan *purified water* sampai tanda batas, kocok homogen.

3.5.8 Buffer asetat pH 3,5

Larutkan 25,0 g amonium asetat dengan 25 mL *purified water*. Tambahkan HCl 6 N sebanyak 38,0 mL. Atur pH larutan dengan amonium hidroksida 6 N atau HCl 6 N sampai diperoleh pH larutan 3,5. Encerkan dengan *purified water* sampai diperoleh 100 mL larutan. Campur sampai homogen.

3.5.9 HCl 6 N

Dalam labu ukur 100 mL, encerkan 51 mL HCl pekat ke dalam *purified water* sampai volume 100,0 mL.

3.5.10 Perak Nitrat LP

Timbang 1,75 g AgNO₃ P, larutkan dalam 1000 mL *purified water*.

PT. PHAROS INDONESIA

Metode Analisa
(MoA)

METODA ANALISA BAHAN BAKU HYDROCHLORIC ACID 1 MOL/L

KODE : 102620

No : AD.BB.01.102620.00

Tanggal Berlaku :

06 JUL 2021

Mengganti No: -

Tgl: -

Hal 6 dari 6

3.5.11 Tioasetamid gliserin basa LP

Campur 0,2 mL tioasetamid LP dan 1,0 mL gliserin basa LP. Panaskan dalam tangas air mendidih selama 20 detik. Gunakan campuran dengan segera.

3.5.12 Tioasetamid LP

Larutkan 4 g tioasetamid dengan 100 mL *purified water*.

3.6. EXPIRE DATE

Sesuai dengan ED yang tercantum dalam etiket dan / Atau CoA.

3.7. KETERANGAN

-

4 JADWAL PENILAIAN KEMBALI

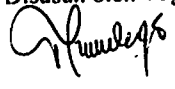
Metoda analisa ditinjau setiap 2 tahun, jika ada perubahan *new version* dari acuan monografi namun tidak ada perubahan isi maka cukup ditambahkan *addendum* yang berisi hasil *review* tidak ada perubahan tersebut.

Tanggal	Nama	Usulan	TTD

5. DISTRIBUSI

No.	DEPARTEMEN
1	AD PT. Pharos Indonesia
2	QC PT. Pharos Indonesia

6. AKHIR DARI METODA ANALISA INI

PT. PHAROS INDONESIA  Pharos	Spesifikasi Bahan Baku HYDROCHLORIDE ACID 1 MOL/L		No. : SBB.01.102620.00 Tanggal Berlaku : 06 JUL 2021 Mengganti : - Tgl : -		
Disusun oleh /Tgl  (Putri Wulan Sari) <i>Analytical Development Staff</i>	Disetujui oleh /Tgl  (Agung Dimas Jatmiko) <i>Analytical Development Manager</i>	Hal 1 dari 1			
1. PUSTAKA 1. FI VI, 2020, Direktorat Jenderal Bina Kefarmasian dan Alat Kesehatan, Kementreian Kesehatan, RI, Jakarta 2. <i>Certificate Analysis of Hydrochloric Acid 1 mol/L EMPROVE ® Expert by Merck</i>					
2. SPESIFIKASI BAHAN BAKU					
Jenis Pengujian	Satuan	Persyaratan	Acuan Metode Analisa		
Pemerian ¹	-	Sampel harus berupa cairan tidak berasap, bau merangsang.	AD.BB.01.102620.00		
Identifikasi ¹	-	Identifikasi (1) Terbentuk endapan putih seperti dadih. (2) Endapan putih tidak larut. (3) Endapan putih larut	AD.BB.01.102620.00		
Logam Berat ¹	-	Warna larutan sampel tidak lebih gelap dibanding warna larutan standar (≤ 5 ppm)	AD.BB.01.102620.00		
Pemeriksaan Uji Spesifik a. Bromine atau Chlorine ¹ b. Sulfat ¹ c. Sulfit ¹	-	Pemeriksaan Uji Spesifik a. Lapisan kloroform tidak berwarna ungu sekurangnya selama 1 menit b. Tidak terjadi kekeruhan atau endapan dalam waktu 1 jam c. Tidak timbul warna biru	AD.BB.01.102620.00		
Sisa Pemijaran ¹	-	≤ 2 mg sisa residu(sekitar 0,008%)	AD.BB.01.102620.00		
Kadar ²	N	0,95 – 1,05 N	AD.BB.01.102620.00		
Endotoksin ²	EU/mL	$\leq 2,5$ EU/mL	AD.BB.01.102620.00		
3. RIWAYAT PERUBAHAN					
No. Dokumen	Perubahan				
SBB.01.102620.00	Bahan baku baru ex Merck				



LAPORAN PEMERIKSAAN BAHAN BAKU

HYDROCHLORIC ACID
1 MOL/L

No: LBB.01.102620.00

Tgl berlaku :

06 JUL 2021

Mengganti :-

Tgl :-

Hal 1 dari 1

PT PHAROS INDONESIA

Nama Etiket :

Manufacturer :

Supplier :

No. Batch/Lot :

Keadaan kemasan :

Reassay Date :

Exp. Date :

Jumlah Diterima :

Jumlah wadah yang disampling :

Jumlah Sampling :

No. LPB :

Tgl LPB :

No. Analisa :

No. LSA :

Tgl LSA :

Storage :

No.	JENIS PEMERIKSAAN	HASIL	SYARAT
1.	Pemerian ¹		Sampel harus berupa cairan tidak berasap, bau merangsang.
2.	Identifikasi ¹	Identifikasi (1) (2) (3)	Identifikasi (1) Terbentuk endapan putih seperti dadih. (2) Endapan putih tidak larut. (3) Endapan putih larut
3.	Logam Berat ¹		Warna larutan sampel tidak lebih gelap dibanding warna larutan standar (≤ 5 ppm)
4.	Pemeriksaan Uji Spesifik a. Bromine atau Chlorine ¹ b. Sulfat ¹ c. Sulfit ¹	Pemeriksaan Uji Spesifik a. b. c.	Pemeriksaan Uji Spesifik a. Lapisan kloroform tidak berwarna ungu sekurangnya selama 1 menit b. Tidak terjadi kekeruhan atau endapan dalam waktu 1 jam c. Tidak timbul warna biru
4.	Sisa Pemijaran ¹		≤ 2 mg sisa residu (sekitar 0,008%)
5.	Kadar ²		0,95 – 1,05 N
6.	Endotoksin ²	EU/mL	$\leq 2,5$ EU/mL

Catatan :

1. FI VI, 2020, Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, Direktorat Jenderal Kefarmasian dan Alat Kesehatan, Jakarta.
2. Certificate Analysis of Hydrochloric Acid 1 mol/L EMPROVE® Expert by Merck

SAMPLER

Nama :

Paraf :

Tgl :

ANALIS

Nama :

Paraf :

Tgl :

DITERIMA / DITOLAK

Nama :

Paraf :

Tgl :

Larutan 1 Masukkan sejumlah tetes mata ke dalam labu yang sesuai, encerkan dengan *Pengencer* hingga kadar asam fusidat anhidrat lebih kurang 0,075 mg per mL. Kocok kuat selama 15 menit, tambahkan 0,5 g kalium nitrat P, dan kocok selama 1 menit. Saring melalui kertas saring yang sesuai, buang beberapa mL filtrat pertama. Encerkan 10 bagian volume filtrat dengan 2,5 bagian volume asam fosfat 0,05 M.

Larutan 2 Pipet 1 mL *Larutan 1*, masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL, encerkan dengan *Fase gerak* sampai tanda.

Larutan 3 Pipet 30 µL *Larutan 1*, masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL, encerkan dengan *Fase gerak* sampai tanda.

Sistem kromatografi Seperti tertera pada *Penetapan kadar*. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan 2*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: efisiensi kolom puncak asam fusidat tidak kurang dari 2000 lempeng teoritis; faktor ikutan tidak lebih dari 2,0. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan 3*, rekam kromatogram, dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: perbandingan *signal to noise* tidak kurang dari 3. [Catatan waktu retensi asam fusidat lebih kurang 5,1 menit dan waktu retensi relatif asam 3-ketofusidat terhadap asam fusidat lebih kurang 0,7.]

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 20 µL) *Larutan 1*, *Larutan 2*, dan *Larutan 3* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram 3,5 kali waktu retensi puncak utama dan ukur semua respons puncak: total respons puncak lain tidak lebih besar dari 4 kali respons puncak asam fusidat dari *Larutan 2* (4%). Abaikan respons puncak kurang dari respons puncak *Larutan 3* (0,03%).

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

Fase gerak Buat campuran metanol P-asam fosfat 0,05 M-asetonitril P (10:40:50). Saring dan awaudarakan. Jika perlu lakukan penyesuaian menurut *Kesesuaian sistem* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

Pengencer Campuran metanol P-asam asetat glasial P 1%-asetonitril P (10:30:60).

Larutan uji Masukkan sejumlah tetes mata ke dalam labu yang sesuai, encerkan dengan *Pengencer* hingga kadar asam fusidat anhidrat lebih kurang 0,075 mg per mL. Kocok kuat selama 15 menit, tambahkan 0,5 g kalium nitrat P, dan kocok selama beberapa menit. Saring melalui kertas saring yang sesuai, buang beberapa mL filtrat pertama. Pipet 10 mL filtrat, tambahkan 2,5 mL asam fosfat 0,05 M.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah Dietanolin Fusidat BPFI, larutkan, dan encerkan dengan campuran *Pengencer-asam fosfat* 0,05 M (40:10) hingga kadar lebih kurang 0,075 mg per mL.

Sistem kromatografi Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 235 nm dan kolom 4 mm x 12,5 cm berisi bahan pengisi L1, dengan ukuran partikel 5 µm. Laju alir lebih kurang 2,5 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku*, rekam kromatogram, dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: efisiensi kolom x puncak asam fusidat tidak kurang dari 2000 lempeng teoritis; faktor ikutan tidak lebih dari 2,0.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 20 µL) *Larutan uji* dan *Larutan baku* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram, dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase asam fusidat, C₃₁H₄₅O₆, dalam tetes mata dengan rumus:

$$\left(\frac{r_U}{r_S}\right) \times \left(\frac{C_S}{C_U}\right) \times \left(\frac{516,72}{621,8}\right) \times 100$$

di mana r_U dan r_S berturut-turut adalah respons puncak *Larutan uji* dan *Larutan baku*; C_S adalah kadar Dietanolin Fusidat BPFI dalam mg per mL *Larutan baku*; C_U adalah kadar asam fusidat dalam mg per mL *Larutan uji* berdasarkan jumlah yang tertera pada etiket; 516,72 dan 621,8 adalah bobot molekul asam fusidat anhidrat dan dietanolin fusidat.

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

Penandaan Pada etiket cantumkan jumlah zat aktif setara dengan jumlah asam fusidat anhidrat.

ASAM HIDROKLORIDA Hydrochloric Acid

Asam hidroklorida [7647-01-0]
HCl

Asam hidroklorida mengandung tidak kurang dari 36,5% b/b dan tidak lebih dari 38,0% b/b HCl.

Pemerian Cairan tidak berwarna; berasap; bau merangsang. Jika diencerkan dengan 2 bagian volume air, asap hilang. Bobot jenis lebih kurang 1,18.

Identifikasi Menunjukkan reaksi Klorida cara A, B dan C seperti tertera pada uji *Identifikasi Umum* <291>.

Sisa pengkawat <301> Tidak lebih dari 80 bpg; lakukan penetapan menggunakan 20 mL; tambahkan 2 tetes asam sulfat P, uapkan hingga kering dan pijarkan sisa tidak lebih dari 2 mg.

Bromida atau iodida, Brom atau klor bebas, Sulfat dan Sulfit Encerkan dengan 2 bagian volume air untuk melakukan uji berikut :

Bromida atau iodida Pada 10 mL enceran, tambahkan 1 mL *kloroform P*, tambahkan dengan hati-hati, tetes demi tetes, *klor LP* yang telah diencerkan dengan air volume sama sambil digoyang kuat-kuat: lapisan *kloroform* tidak berwarna kuning, jingga atau ungu.

Brom atau klor bebas Pada 10 mL enceran tambahkan 1 mL *kaliun iodida LP*, goyang dengan kuat: lapisan *kloroform P* tidak berwarna ungu paling tidak selama 1 menit.

Sulfat Pada campuran 3 mL enceran dan 5 mL air, tambahkan 5 tetes *barium klorida LP*: tidak terjadi kekeruhan atau endapan dalam waktu 1 jam.

Sulfit Pada larutan yang telah digunakan untuk uji *Sulfat*, tambahkan 2 tetes *iodum 0,1 N*: tidak terbentuk kekeruhan atau hilangnya warna *iodum*.

Arsen <321>Metode I Tidak lebih dari 1 bpj; lakukan penetapan menggunakan *Larutan uji* yang dibuat sebagai berikut: pada 2,5 mL (3g) zat, tambahkan 2,5 mL *asam hidroklorida P*, encerkan dengan air hingga 55mL; larutan memenuhi *Uji batas arsen* tanpa penambahan 20 mL *asam sulfat 7 N* seperti tertera pada *Prosedur*.

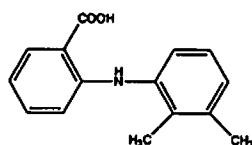
Logam berat <371> Tidak lebih dari 5 bpj; lakukan penetapan menggunakan *Larutan uji* yang dibuat sebagai berikut: Uapkan 3,4 mL (4g) zat di atas tangas uap hingga kering, tambahkan 2 mL *asam asetat 1 N*, kemudian encerkan dengan air hingga 25 mL.

Penetapan kadar Timbang saksama lebih kurang 3 mL zat, di dalam labu bersumbat kaca berisi lebih kurang 20 mL air, yang telah ditara. Encerkan dengan lebih kurang 25 mL air, titrasi dengan *natrium hidroksida 1 N LV* menggunakan indikator merah metil *LP*.

Tiap mL *natrium hidroksida 1 N* setara dengan 36,46 mg *HCl*

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

ASAM MEFENAMAT Mefenamic acid



Asam N-2,3-xililantrannilat [61-68-7]

$C_{15}H_{13}NO_2$

BM 241,29

Asam Mefenamat mengandung tidak kurang dari 98,0% dan tidak lebih dari 102,0%, $C_{15}H_{13}NO_2$, dihitung terhadap zat kering.

Pemerian Serbuk hablur putih atau hampir putih; melebur pada suhu lebih kurang 230° disertai peruraian.

Kelarutan Larut dalam larutan alkali hidroksida; agak sukar larut dalam *kloroform*; sukar larut dalam etanol dan dalam metanol; praktis tidak larut dalam air.

Baku pembandingan Asam Mefenamat BPFI; tidak boleh dikeringkan. Simpan dalam wadah tertutup rapat, terlindung cahaya.

Identifikasi

A. Spektrum serapan inframerah zat yang didispersikan *kaliun bromida P* menunjukkan maksimum hanya pada bilangan gelombang yang sama seperti pada *Asam Mefenamat BPFI*.

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

Susut pengeringan <1121> Tidak lebih dari 10%; lakukan pengeringan pada suhu 105° selama 4 jam.

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

Logam berat<371> Tidak lebih dari 20 bpj.

Cemaran organik Masing-masing cemaran tidak lebih dari 0,1%; dan jumlah semua cemaran tidak lebih dari 0,5%. Lakukan penetapan dengan cara *Kromatografi cair kinerja tinggi* seperti tertera pada *Kromatografi <931>*.

Dapar, Fase gerak dan Sistem kromatografi Lakukan seperti tertera pada *Penetapan Kadar*.

Larutan baku Timbang saksama sejumlah *Asam Mefenamat BPFI*, larutkan dengan *Fase gerak* hingga kadar lebih kurang 10 µg per mL.

Larutan uji Timbang saksama lebih kurang 100 mg zat, masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL. Larutkan dan encerkan dengan *Fase gerak* sampai tanda.

Prosedur Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 10 µL) *Larutan baku* dan *Larutan uji* ke dalam kromatografi. Rekam kromatogram dan ukur semua respons puncak. Hitung persentase masing-masing cemaran dalam zat yang digunakan dengan rumus:

$$100 \left(\frac{C_u}{C_s} \right) \times \left(\frac{r_i}{r_s} \right)$$

Draft HYDROCHLORIDE ACID 1 MOL/L (102620)

Pemeriksaan Pemerian

Pindahkan 5,0 mL sampel ke dalam vial bening volume 10 mL. Periksa pemerian sampel, bandingkan dengan pembanding.

Pemeriksaan Identifikasi

1. Masukkan 2 mL sampel kedalam tabung reaksi 10 mL.
2. Tambahkan beberapa tetes perak nitrat LP*, amati yang terjadi pada larutan (1).
3. Tambahkan beberapa tetes asam nitrat P, amati yang terjadi pada larutan (2).
4. Tambahkan amonium hidroksida 6 N* sedikit berlebih.
5. Amati yang terjadi pada larutan (3).

Syarat : (1) Terbentuk endapan putih seperti dadih.

(2) Endapan putih tidak larut.

(3) Endapan putih larut

Pemeriksaan Logam Berat

Larutan stok timbal nitrat

1. Dalam beaker 250 mL, masukkan 100 mL *purified water*.
2. Tambahkan 1 mL asam nitrat pekat.
3. Timbang seksama 159,8 mg timbal (II) nitrat P. Masukkan dalam labu ukur 1000 mL.
4. Larutkan dengan 100 mL *purified water* yang telah ditambah 1 mL asam nitrat pekat. Kocok sampai larut.
5. Encerkan dengan *purified water* sampai di peroleh 1000 mL larutan. Kocok hingga homogen.

Catatan : Larutan dibuat dan disimpan dalam wadah gelas yang bebas garam timbal yang larut.

Larutan standar timbal

Dalam labu ukur 100 mL, masukkan 10 mL larutan stok timbal nitrat. Encerkan dengan *purified water* sampai 100 mL.

Catatan : Buat larutan pada waktu akan digunakan. Tiap 1 mL larutan standar timbal mengandung 10,0 µg timbal.

Larutan standar

1. Pipet 0,5 mL larutan standar timbal (5 µg Pb).
2. Masukkan ke dalam tabung Nessler.
3. Encerkan dengan *purified water* sampai volume 25 mL.
4. Atur pH dengan asam asetat 1 N atau amonium hidroksida 6 N sampai tercapai pH larutan antara 3,0 – 4,0.
5. Cek pH larutan menggunakan kertas indikator pH rentang pendek.
6. Encerkan dengan *purified water* sampai 40 mL, campur sampai homogen.

Larutan sampel

1. Larutkan 4,0 g sampel dengan 20 mL *purified water* dalam tabung nessler 50 mL.
2. Atur pH antara 3,0 – 4,0 dengan asam asetat 1 N atau NH_4OH 6 N. Encerkan dengan *purified water* sampai 40 mL.

Larutan Monitor

1. Larutkan 4,0 g sampel dengan 20 mL *purified water* dalam tabung nessler 50 mL.
2. Tambahkan 2,0 mL larutan standar timbal.
3. Atur pH antara 3,0 dan 4,0 dengan asam asetat 1N atau NH_4OH 6N.
4. Encerkan dengan *purified water* sampai volume 40 mL.

Cara pengukuran logam berat

1. Ke dalam 3 buah tabung nessler yang masing-masing tabung berisi larutan standar, larutan sampel, dan larutan monitor.

2. Tambahkan 2,0 mL Buffer asetat pH 3,5 dan 1,2 mL Tioasetamide glycerin basa LP, encerkan sampai 50 mL.
3. Campur, dan diamkan selama 5 menit.
4. Amati permukaan dari atas pada dasar putih.
Syarat : Warna larutan sampel tidak lebih gelap dibanding warna larutan standar (≤ 5 ppm)

Pemeriksaan Uji Spesifik¹

Larutan sampel

Encerkan 10,0 mL sampel dengan 20 mL *purified water*.

3.3.7.1. Pemeriksaan Bromine atau Chlorine

Masukkan 10 mL sampel dalam tabung reaksi. Tambahkan dengan 1 mL kalium iodida LP* dan 1 mL kloroform P, kocok kuat. Amati yang terjadi pada lapisan kloroform.

Syarat¹: Lapisan kloroform tidak berwarna ungu sekurangnya selama 1 menit.

3.3.7.2. Pemeriksaan Sulfat

Masukkan 10 mL sampel dalam tabung reaksi. Tambahkan dengan 5 mL *purified water* dan 5 tetes barium klorida LP*, kocok kuat. Amati yang terjadi pada larutan sebelum dan sesudah dibiarkan selama 1 jam. Simpan larutan pemeriksaan ini untuk pemeriksaan sulfat.

Syarat¹: Tidak terjadi kekeruhan atau endapan dalam waktu 1 jam.

3.3.7.3. Pemeriksaan Sulfit

Pada larutan yang digunakan untuk pemeriksaan sulfat tambahkan 2 tetes iodium 0,1 N*. Amati yang terjadi pada larutan.

Syarat^{1,3}: Tidak timbul warna biru.

3.3.8. Pemeriksaan Kadar

Metode Titrasi^{1,3}

Catatan : Lakukan pemeriksaan bobot jenis pada suhu 20 °C.

1. Pipet 3,0 mL sampel, masukkan ke dalam labu tersumbat kaca berisi lebih kurang 20 mL *purified water*, yang telah ditara.

2. Encerkan dengan lebih kurang 25 mL *purified water*.

3. Titrasi dengan natrium hidroksida 1 N LV* menggunakan indikator Fenoltalein LP. Gunakan buret volume 50 mL.

Catatan : Tiap 1 mL natrium hidroksida 1 N setara dengan 536,46 mg HCl.

Hitung kadar as is HCl dengan rumus :

$$\text{Normalitas (N)} = (1000 \times \text{BJ} \times \text{Konsentrasi}) / (\text{Mr} \times 100)$$

Syarat : 0,95 – 1,05 N

Endotoksin