

kebiruan, kemudian larutan menjadi berwarna biru tua.

C. Tambahkan *kalium heksasianoferat(II) LP* ke dalam larutan garam tembaga(II): terbentuk endapan coklat kemerahan yang tidak larut dalam asam encer.

Timbal

A. Tambahkan asam sulfat 2 N ke dalam larutan garam timbal: terbentuk endapan putih yang tidak larut dalam asam hidroklorida 3 N atau asam nitrat 2 N, tetapi larut dalam *natrium hidroksida 1 N* hangat dan dalam *amonium asetat LP*.

B. Tambahkan *kalium kromat LP* ke dalam larutan garam timbal bebas atau hampir bebas asam mineral: terbentuk endapan kuning yang tidak larut dalam *asam asetat 6 N* tetapi larut dalam *natrium hidroksida 1 N*.

Tiosianat Tambahkan *besi(III) klorida LP* ke dalam larutan tiosianat: terjadi warna merah yang tidak rusak oleh asam mineral yang cukup pekat.

Tiosulfat

A. Tambahkan *asam hidroklorida P* ke dalam larutan tiosulfat: terbentuk endapan putih yang segera berubah menjadi kuning, dan terbentuk belerang dioksida yang menghitamkan kertas saring yang dibasahi dengan *raksa(I) nitrat LP*.

B. Tambahkan *besi(III) klorida LP* ke dalam larutan tiosulfat: terjadi warna ungu tua yang cepat hilang.

Zink

A. Tambahkan *hidrogen sulfida LP* dan *natrium asetat P* ke dalam larutan garam zink: terbentuk endapan putih, yang tidak larut dalam *asam asetat P*, tetapi larut dalam asam hidroklorida 3 N.

B. Tambahkan *amonium sulfida LP* ke dalam larutan netral atau alkalis: terbentuk endapan putih seperti pada uji A.

C. Tambahkan *kalium heksasianoferat(II) LP* ke dalam larutan garam zink: terbentuk endapan putih yang tidak larut dalam asam hidroklorida 3 N.

PENETAPAN SISA PEMIJARAN <301>

Penetapan sisa pemijaran/abu sulfat ini menggunakan prosedur untuk mengukur jumlah sisa zat yang tidak menguap dari contoh bila contoh dipijarkan dengan penambahan asam sulfat sesuai dengan prosedur yang diuraikan di bawah ini.

Uji ini biasanya digunakan untuk menentukan kandungan cemaran anorganik dalam zat organik

Prosedur Pijarkan krus yang sesuai (sebagai contoh silika, kuarsa atau porselen) pada $600 \pm 50^\circ$ selama 30 menit, dinginkan krus dalam desikator dan timbang saksama. Timbang saksama 1 g sampai 2 g zat atau

sejumlah seperti yang tertera pada masing-masing monografi ke dalam krus.

Basahkan contoh dengan sejumlah kecil, umumnya 1 mL *asam sulfat P*, kemudian panaskan perlahan-lahan sampai contoh mengarang sempurna, dinginkan. Kecuali dinyatakan lain pada masing-masing monografi, basahkan residu dengan sejumlah kecil, umumnya 1 mL *asam sulfat P*, panaskan hati-hati sampai tidak terbentuk asap putih, dan pijarkan pada $600 \pm 50^\circ$ kecuali dinyatakan pada temperatur yang khusus pada masing-masing monografi sampai residu habis terbakar. Pastikan bahwa api tidak diproduksi setiap saat selama prosedur. Dinginkan krus dalam desikator, timbang saksama dan hitung persentasi sisa. Jika jumlah sisa yang diperoleh lebih dari batas yang ditetapkan pada masing-masing monografi, kecuali dinyatakan lain, basahkan lagi sisa dengan *asam sulfat P*, panaskan dan pijarkan seperti sebelumnya selama 30 menit, sehingga perbedaan penimbangan dua berturut-turut tidak lebih dari 0.5 mg atau hingga persen dari sisa memenuhi batas pada masing-masing monografi.

Lakukan pemijaran dalam lemari asam berventilasi baik, tetapi terlindung dari aliran udara dan pada suhu serendah mungkin agar pembakaran karbon terjadi sempurna. Dapat menggunakan tanur, jika diinginkan dan untuk pemijaran akhir direkomendasikan menggunakan suhu pada $600 \pm 50^\circ$.

Kalibrasi tanur dapat dilakukan menggunakan pengukur suhu digital yang sesuai dan termokopel kerja yang dikalibrasi terhadap termokopel baku yang dapat ditelusuri ke National Institute of Standards and Technology.

Periksa ketepatan pengukuran dan pengendalian sirkuit tanur dengan memeriksa posisi di dalam tanur pada suhu kontrol yang ditetapkan untuk penggunaan. Pilih posisi letak zat yang sesuai dengan metode yang digunakan. Toleransi $\pm 25^\circ$ pada setiap posisi yang diukur.

UJI BATAS 4-AMINOFENOL DALAM SEDIAAN MENGANDUNG PARASETAMOL <310>

PENDAHULUAN

Bab ini menjelaskan prosedur dan kriteria keberterimaan (batas) untuk menguji produk degradasi utama dari parasetamol yaitu 4-aminofenol yang merupakan suatu cemaran hasil hidrolisis parasetamol.

PENYIAPAN LARUTAN

Semua larutan yang mengandung parasetamol atau 4-aminofenol harus terlindung dari cahaya dan hanya