



PT. PHAROS INDONESIA

Nomor Metoda Analisa Bahan Baku : **AD.BB.01.018590.01**

Judul Metoda Analisa Bahan Baku : Zinc Sulfas 1 H₂O

Tanggal Berlaku : **21 FEB 2023**

Nomor Metoda Analisa Bahan Baku Edisi Sebelumnya : AD.BB.01.018590.00

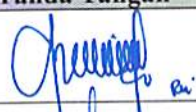
Tanggal Berlaku Edisi Sebelumnya : 22 Oktober 2020

Jumlah Halaman : 7 Halaman (di luar halaman lembar pengesahan ini dan lembar sejarah perubahan)

Referensi :

1. FI V1, Hal 1804 – 1805, 2020, Direktorat Jenderal Bina Kefarmasian dan Alat Kesehatan, Kementerian Kesehatan, RI, Jakarta
2. *Internal Procedures.*
3. *Internal Spesifications.*

Pengesahan Dokumen

	Nama	Jabatan	Tanda Tangan	Tanggal
Disusun Oleh	Dinar Putri K	AD Staff		16/2
Diperiksa Oleh	Asep Mulyadi	AD Manager		17/2
	Siswati Ika Daliana	QC Manager		20/2
Disahkan Oleh	Jusuf Hasan	QA Manager		21.02.23

SEJARAH PERUBAHAN

No. Dokumen	Alasan Perubahan
AD.BB.01.018590.00	- Perubahan format dan penomoran dokumen - Penambahan pemeriksaan alkali dan alkali tanah dan timbal sesuai dengan FI VI dalam "Zink Sulfat"
AD.BB.01.018590.01	- Penambahkan pemeriksaan identifikasi Metode Raman Spectroscopy - Perubahan pemerian dengan sampel aktual

Catatan Khusus :

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

Zinc Sulfas 1 H₂O

018590



Metode Analisa
(MoA)

METODA ANALISA BAHAN BAKU

ZINC SULFAS 1 H₂O

No : AD.BB.01.018590.01

Tanggal Berlaku :

21 FEB 2023

Mengganti : AD.BB.01.018590.00

Tgl : 22 Oktober 2020

Hal 1 dari 7

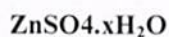
1. TUJUAN

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

BM 179.46

3.2. SINONIM ¹*Zink sulfat monohidrat*

3.3. PEMERIKSAAN PARAMETER FISIKA DAN KIMIA

3.3.1. Pemeriksaan Pemerian ²

1. Pindahkan 1,0 g sampel ke dalam cawan petri dengan diameter 15 cm.
2. Periksa pemerian sampel, bandingkan dengan pembanding.

Syarat ¹ : Sampel harus berupa hablur transparan atau jarum-jarum kecil, serbuk hablur atau butir, tidak berwarna atau berwarna putih, tidak berbau dan larutan memberi reaksi asam terhadap lakmus.

3.3.2. Pemeriksaan Identifikasi

3.3.2.1 Metode Raman Spectroscopy ³

Pemeriksaan identifikasi bahan baku dengan Trascan gp-Raman Spectroscopy.

Syarat ⁴ : *Positive match* (p-value $\geq 0,05$)

3.3.2.2 Identifikasi Zink ¹

1. Larutkan 100 mg sampel dengan 2 mL *purified water*.
2. Tambahkan beberapa tetes Kalium heksasianoferat (II) LP, amati yang terjadi pada larutan. (1)
3. Tambahkan 1 mL HCl 3 N dan amati yang terjadi. (2)



METODA ANALISA BAHAN BAKU

ZINC SULFAS 1 H₂O

No : AD.BB.01.018590.01

Tanggal Berlaku :

21 FEB 2023

Mengganti : AD.BB.01.018590.00

Tgl : 22 Oktober 2020

Hal 2 dari 7

Syarat¹ : (1) Terbentuk endapan putih

(2) Endapan tidak larut

3.3.2.3 Identifikasi Sulfat¹3.3.2.3.1 Identifikasi Sulfat A¹

1. Larutkan 1 g sampel dengan *purified water* hingga diperoleh 10 mL larutan.
2. Bagi larutan menjadi 2 bagian.
3. Tambahkan barium klorida LP pada tiap tabung, amati yang terjadi pada larutan tiap tabung. (1)
4. Tambahkan HCl pada tabung I, amati larutan. (2)
5. Tambahkan Asam Nitrat pada tabung II, amati yang terjadi pada larutan. (3)

Syarat¹ : (1) Terbentuk endapan putih

(2) Endapan tidak larut

(3) Endapan tidak larut

3.3.2.3.2 Identifikasi Sulfat B¹

1. Larutkan 500 mg sampel dengan 5 mL *purified water*.
2. Tambahkan timbal (II) asetat LP, amati yang terjadi pada larutan. (1)
3. Tambahkan larutan amonium asetat LP.

Syarat¹ : (1) Terbentuk endapan putih

(2) Endapan larut

3.3.2.3.3 Identifikasi Sulfat C¹

1. Larutkan 500 mg sampel dengan 5 mL *purified water*.
2. Tambahkan asam klorida P, amati yang terjadi pada larutan.

Syarat¹ : Tidak terbentuk endapan

ZINC SULFAS 1 H₂O

No : AD.BB.01.018590.01

Tanggal Berlaku :

21 FEB 2023

Mengganti : AD.BB.01.018590.00

Tgl : 22 Oktober 2020

Hal 3 dari 7

3.3.3. Pemeriksaan Kelarutan

3.3.3.1 *Purified Water*¹

Masukkan 1,0 g sampel ke dalam tabung reaksi 10 mL. Tambahkan 3,0 mL *purified water*. Kocok kuat. Amati larutan.

Syarat¹ : Sampel mudah larut dalam *purified water*

3.3.3.2 Gliserol¹

Masukkan 1,0 g sampel dalam tabung reaksi 10 mL. Tambahkan 3,0 mL gliserol. Kocok kuat. Amati larutan.

Syarat¹ : Sampel mudah larut dalam gliserol

3.3.3.3 Etanol¹

Masukkan 10,0 mg sampel dalam beaker glass 100 mL. Tambahkan 100,0 mL etanol. Kocok kuat. Amati larutan.

Syarat¹ : Sampel tidak larut dalam etanol.

3.3.4. Pemeriksaa Keasamaan¹

1. Timbang dengan seksama 280 mg sampel, larutkan dengan 10 mL *purified water*.
2. Tambahkan merah metil LP, amati yang terjadi pada larutan.

Syarat¹ : Tidak terbentuk warna merah muda

3.3.5. Pemeriksaan Alkali dan Alkali Tanah¹

1. Larutkan 1,12 g ZnSO₄ dengan 150 mL *purified water*, masukkan ke dalam labu ukur 200 mL.
2. Tambahkan 10 mL amonium sulfat 40%, encerkan dengan *purified water* sampai tanda batas, kocok homogen.
3. Saring larutan dengan menggunakan kertas saring Whatman, buang sejumlah filtrat pertama.
4. Pada 100 mL filtrat berikutnya, tambahkan ± 3 tetes asam sulfat P.
5. Uapkan dalam cawan yang telah ditara hingga kering, pijarkan.

Syarat¹ : Bobot residu tidak lebih dari 5 mg

3.3.6 Pemeriksaan Arsen¹

Metode I

Larutan Arsen Trioksida Persediaan

Timbang seksama 132,0 mg arsen trioksida P, yang sudah dikeringkan pada 105 °C selama 1 jam, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang berisi 5 mL larutan natrium hidroksida P

ZINC SULFAS 1 H₂O

No : AD.BB.01.018590.01

Tanggal Berlaku :

21 FEB 2023

Mengganti : AD.BB.01.018590.00

Tgl : 22 Oktober 2020

Hal 4 dari 7

(1 dalam 5). Netralkan larutan dengan asam sulfat 2 N, tambahkan kembali 10 mL asam sulfat 2 N berlebih kemudian tambahkan air bebas CO₂ P sampai tanda batas.

Larutan Baku Arsen

Pipet 10 mL larutan arsen trioksida persediaan ke dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan 10 mL asam sulfat 2 N, kemudian tambahkan air bebas CO₂ P sampai tanda batas dan campur. Setiap mL laruta baku arsen mengandung setara dengan 1 µg Arsen. Simpan larutab ke dalam wadah kaca dan gunakan dalam waktu 3 hari.

Larutan Baku

Pipet 3,0 mL larutan baku arsen ke dalam labu generator dan encerkan dengan *purified water* sampai 35 mL.

Larutan Uji

Larutkan 215 mg sampel dalam 35 mL *purified water*.

Prosedur

1. Pelakukan sama antara larutan baku dengan larutan uji.
2. Tambahkan 20 mL asam sulfat 7 N, 2 mL kalium iodida LP, 0,5 mL timah (II) klorida pekat LP dan 1 mL isopropanol P dan campurkan.
3. Diamkan pada suhu kamar selama 30 menit.
4. Masukkan 2 gumpalan kapas yang sudah dicelupkan ke dalam larutan timbal (II) asetat P yang telah dihilangkan kelebihan larutan dengan diperas dan dikeringkan dengan vakum pada suhu kamar.
5. Masukkan ke dalam tabung pembersih (c) dengan jarak 2 mm diantara kedua gumpalan.
6. Beri pelumas pada kedua sambungan (b) dan (d) dengan pelumas yang sesuai untuk pelarut organik dan sambung unit pembersih dengan tabung penjerap (e).
7. Pindahkan 3 mL perak dietilditiokarbamat LP kedalam tabung penjerap.
8. Tambahkan 3,0 g zink granul (20 mesh) ke dalam campuran di dalam labu, segera sambung unit pembersih dan biarkan pelepasan hidrogen dan pengembangan warna terjadi pada suhu ruang selama 45 menit.
9. Putar labu secara perlahan dengan interval waktu selama 10 menit.
10. Lepaskan tabung penjerap dari generator dan unit pembersih dan pindahkan larutan absorpsi kedalam sel absorpsi 1 cm.
11. Warna merah yang dihasilkan oleh larutan uji tidak lebih intensif dari yang dihasilkan dari larutan baku.
12. Bila diperlukan atau diinginkan, ukur absorpsi pada panjang gelombang serapan maksimum antara 535 nm dan 540 nm menggunakan spektrofotometer sesuai atau Kolorimeter, menggunakan perak dietilditiokarbamat LP sebagai blanko.

Syarat¹ : ≤ 14 ppm

ZINC SULFAS 1 H₂O

21 FEB 2023

3.3.7 Pemeriksaan Timbal¹

1. Lakukan penetapan menggunakan sejumlah zat setara dengan 250 mg ZnSO₄ yang dilarutkan dalam 5 mL *purified water*, masukkan ke dalam tabung pembanding warna A.
2. Tambahkan 10 mL larutan kalium sianida P (1 dalam 10), campur dan biarkan hingga jernih.
3. Pada tabung pembanding warna B, masukkan 5 mL *purified water*, tambahkan 0,5 mL Larutan Baku Timbal dan 10 mL kalium sianida P (1 dalam 10).
4. Pada masing-masing tabung tambahkan 0,1 mL Natrium sulfida LP, campur dan kocok masing-masing tabung.
5. Birkan selama 5 menit dan amati dengan arah gerak lurus tabung dengan latarbelakang dasar putih.
6. Warna larutan dalam tabung A tidak lebih gelap dari warna larutan dalam tabung B.

Syarat¹ : ≤ 20 ppm3.3.8 Pemeriksaan Kadar¹

1. Timbang seksama 170 mg sampel, larutkan dengan 100 mL *purified water*.
2. Tambahkan dengan 5 mL dapar amonium hidroksida-amonium klorida LP dan 0,1 mL hitam eriokrom LP.
3. Titrasi dengan dinatrium edetat 0,05 M LV hingga warna biru tua.

Catatan : Tiap 1 mL dinatrium edetat 0,05 M setara dengan 8,072 mg ZnSO₄. Diperlukan sekitar 23,4 mL volume titran.

Perhitungan

Hitung kadar ZnSO₄ dalam sampel dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar as is (\%)} = \frac{V_{\text{dinatrium edetat}} \times N_{\text{dinatrium edetat}} \times 8,072}{w \times 0,05} \times 100\%$$

Hitung kadar ZnSO₄.H₂O dalam sampel dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O (\%)} = \frac{BM \text{ ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}}{BM \text{ ZnSO}_4} \times 100\%$$

Syarat¹ : 99,0 – 100,5%, dihitung sebagai ZnSO₄.H₂O

4. PENYIMPANAN BAHAN BAKU DAN KEMASAN

Simpan dalam wadah tertutup rapat.

ZINC SULFAS 1 H₂O

21 FEB 2023

5. CARA PEMBUATAN LARUTAN

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.

5.2 Amonium asetat LP

Larutkan 10 g Amonium asetat P dalam 10 mL *purified water*, aduk sampai homogen.

5.3 Ammonium sulfat 40% LP

Larutkan ammonium sulfat 40 g dalam 100 mL *purified water*, aduk sampai homogen.

5.4 Barium Klorida LP

Larutkan 12 g Barium Klorida P dalam 100 mL *purified water*, aduk sampai homogen.

5.5 Dapar amonium hidroksida-amonium klorida LP

Larutkan 67,5 g amonium klorida P dalam *purified water*, tambahkan 570 mL ammonium hidroksida P dan encerkan dengan *purified water* hingga 1000 mL, aduk sampai homogen.

5.6 Dinatrium edetat 0,05 M LV

Larutkan 18,6 g dinatrium etilendiaminatetraasetat dalam *purified water* hingga 1000,0 mL larutan.

Pembakuan :

Timbang seksama lebih kurang 200 mg kalsium karbonat P yang sebelumnya telah dikeringkan pada suhu 110°C selama 2 jam dan didinginkan dalam desikator, masukkan ke dalam gelas piala 400 mL, tambahkan 10 mL *purified water* dan goyangkan hingga terbentuk bubur. Tutup gelas piala dengan kaca arloji dan masukkan 2 mL HCl encer dengan pipet, yang dimasukkan diantara bibir gelas piala dan tepi kaca arloji. Goyangkan isi gelas piala untuk melarutkan kalsium karbonat. Cuci dinding gelas piala, permukaan luar pipet dan kaca arloji dengan *purified water* dan encerkan dengan *purified water* hingga lebih kurang 100 mL. Sambil diaduk, sebaiknya dengan pengaduk magnetik, tambahkan lebih kurang 30 mL larutan dinatrium etilendiaminatetraasetat 0,05 M LV melalui buret 50 mL. Tambahkan 15 mL larutan NaOH LP dan 300 mg indikator biru hidroksi naftol P dan lanjutkan titrasi dengan larutan standar dinatrium etilendiaminatetraasetat 0,05 M LV sampai terjadi titik akhir warna biru.

Catatan : Volume titran yang diperlukan sekitar 39,96 mL.

Hitung molaritas larutan standar dinatrium etilendiaminatetraasetat 0,05 M LV dengan rumus:

$$M = \frac{W}{100,9 \times V}$$

Keterangan :

W : Bobot kalsium karbonat P (mg)

V : Volume dinatrium etilendiaminatetraasetat (mL)

100,9 : Kesetaraan kalsium karbonat P dengan dinatrium etilendiaminatetraasetat 0,05 M LV



Metode Analisa
(MoA)

METODA ANALISA BAHAN BAKU

ZINC SULFAS 1 H₂O

No : AD.BB.01.018590.01

Tanggal Berlaku :

21 FEB 2023

Mengganti : AD.BB.01.018590.00
Tgl : 22 Oktober 2020

Hal 7 dari 7

5.7 HCl 3 N

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

5.8 Hitam Eriokrom LP

Larutkan 200 mg hitam eriokrom dan 2 g hidroksilamin hidroklorida dalam metanol hingga 50 mL, aduk sampai homogen.

5.9 Kalium Heksasianoferrat (II) LP

Larutkan 1 g Kalium Heksasianoferrat (II) P dalam 10 mL *purified water*, larutan dibuat segar.

5.10 Merah metil LP

Larutkan 100 mg merah metil P dalam 100 mL etanol P, saring jika perlu.

5.11 Natrium Sulfida LP

Larutkan 1 g Natrium sulfida P dalam 10 mL *purified water*, kocok homogen. Larutan dibuat segar.

6. KETERANGAN

-

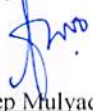
7. JADWAL PENILAIAN KEMBALI

Metoda analisa ditinjau setiap 3 tahun. Jika ada perubahan *new version* dari acuan monografi namun tidak ada perubahan isi maka cukup ditambahkan dengan mengisi form penilaian kembali dokumen metode analisa sesuai lampiran protap No. P-AD-368.

8. DISTRIBUSI

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

----- 9. AKHIR DARI METODA ANALISA INI -----

PT. PHAROS INDONESIA  Pharos	Spesifikasi Bahan Baku ZINC SULFAS 1 H₂O		No. : SBB.01.018590.01 Tanggal Berlaku : 21 FEB 2023 Mengganti : SBB.01.018590.00 Tgl : 22 Oktober 2020		
Disusun oleh /Tgl  (Dinar Putri K) <i>Analytical Development Staff</i>	Disetujui oleh /Tgl  (Asep Mulyadi) <i>Analytical Development Manager</i>	Hal 1 dari 2			
1. PUSTAKA 1. FI VI, Hal 1804 – 1805, 2020, Direktorat Jenderal Bina Kefarmasian dan Alat Kesehatan, Kementerian Kesehatan, RI, Jakarta 2. <i>Internal Specifications</i>					
2. SPESIFIKASI BAHAN BAKU					
Jenis Pengujian	Satuan	Persyaratan	Acuan Metode Analisa		
Pemerian ¹	-	Sampel harus berupa hablur transparan atau jarum-jarum kecil, serbuk hablur atau butir, tidak berwarna atau berwarna putih, tidak berbau dan larutan memberi reaksi asam terhadap lakmus.	AD.BB.01.018590.01		
Identifikasi a. Metode Raman Spectroscopy ² b. Identifikasi Zink ¹ c. Identifikasi Sulfat ¹	-	Identifikasi a. <i>Positive match</i> (p-value ≥ 0,05) b. (1) Terbentuk endapan putih (2) Endapan tidak larut c. – Identifikasi A (1) Terbentuk endapan putih (2) Endapan tidak larut (3) Endapan tidak larut – Identifikasi B (1) Terbentuk endapan putih (2) Endapan larut – Identifikasi C Terbentuk endapan	AD.BB.01.018590.01		
Kelarutan a. <i>Purified water</i> ¹ b. Gliserol ¹ c. Etanol ¹	-	Kelarutan a. Sampel mudah larut dalam <i>purified water</i> b. Sampel mudah larut dalam gliserol c. Sampel tidak larut dalam etanol.	AD.BB.01.018590.01		
Keasaman ¹	-	Tidak terbentuk warna merah muda	AD.BB.01.018590.01		
Alkali dan Alkali Tanah ¹	-	Bobot residu tidak lebih dari 5 mg	AD.BB.01.018590.01		

PT. PHAROS INDONESIA  Pharos	Spesifikasi Bahan Baku ZINC SULFAS 1 H₂O		No. : SBB.01.018590.01 Tanggal Berlaku : 21 FEB 2023 Mengganti : SBB.01.018590.00 Tgl : 22 Oktober 2020
Disusun oleh /Tgl  (Dinar Putri K.) Analytical Development Staff	Disetujui oleh /Tgl  (Asep Mulyadi) Analytical Development Manager	Hal 2 dari 2	
Jenis Pengujian	Satuan	Persyaratan	Acuan Metode Analisa
Arsen ¹	ppm	≤ 14	AD.BB.01.018590.01
Timbal ¹	ppm	≤ 20	AD.BB.01.018590.01
Kadar ¹	%	99,0 – 100,5%, dihitung sebagai ZnSO ₄ .H ₂ O	AD.BB.01.018590.01
3. RIWAYAT PERUBAHAN			
No. Dokumen	Perubahan		
SBB.01.018590.00	- Perubahan format dan penomoran dokumen - Penambahan pemeriksaan alkali dan alkali tanah dan timbal sesuai dengan FI VI dalam “Zink Sulfat”		
SBB.01.18590.01	- Penambahkan pemeriksaan identifikasi Metode Raman Spectroscopy - Perubahan pemerian dengan sampel aktual		



PT PHAROS INDONESIA

LAPORAN PEMERIKSAAN BAHAN BAKU

No: LBB.01.018590.01

ZINC SULFAS H₂O

Tgl berlaku :

21 FEB 2023

Mengganti : LBB.01.018590.00

Tgl berlaku : 22 Oktober 2020

Hal 1 dari 2

Nama Etiket :	Jumlah Diterima :
Manufacturer :	Jumlah wadah :
Supplier :	yang disampling :
No. Batch/Lot :	Jumlah Sampling :
Keadaan kemasan :	No. LPB :
	Tgl LPB :
Reassay Date :	No. Analisa :
Exp. Date :	No. LSA :
	Tgl LSA :
	Storage :

No.	JENIS PEMERIKSAAN	HASIL	SYARAT
1.	Pemerian ¹		Sampel harus berupa hablur transparan atau jarum-jarum kecil, serbuk hablur atau butir, tidak berwarna atau berwarna putih, tidak berbau dan larutan memberi reaksi asam terhadap lakmus.
2.	Identifikasi a. Metode Raman Spectroscopy ² b. Identifikasi Zink ¹ c. Identifikasi Sulfat ¹	Identifikasi a. b. c.	Identifikasi a. <i>Positive match</i> (p-value $\geq 0,05$) b. (1) Terbentuk endapan putih (2) Endapan tidak larut c. – Identifikasi A (1) Terbentuk endapan putih (2) Endapan tidak larut (3) Endapan tidak larut – Identifikasi B (1) Terbentuk endapan putih (2) Endapan larut – Identifikasi C Terbentuk endapan
3.	Kelarutan a. <i>Purified water</i> ¹ b. Gliserol ¹ c. Etanol ¹	Kelarutan a. b. c.	Kelarutan a. Sampel mudah larut dalam <i>purified water</i> b. Sampel mudah larut dalam gliserol c. Sampel tidak larut dalam etanol.
4.	Keasaman ¹		Tidak terbentuk warna merah muda
5.	Alkali dan Alkali Tanah ¹		Bobot residu tidak lebih dari 5 mg
6.	Arsen ¹	ppm	≤ 14 ppm
7.	Timbal ¹	ppm	≤ 20 ppm



PT PHAROS INDONESIA

LAPORAN PEMERIKSAAN BAHAN BAKU

ZINC SULFAS 1 H₂O

No: LBB.01.018590.01

Tgl berlaku :
21 FEB 2023

Mengganti : LBB.01.018590.00
Tgl berlaku : 22 Oktober 2020

Hal 2 dari 2

No.	JENIS PEMERIKSAAN	HASIL	SYARAT
8.	Kadar ¹		99,0 – 100,5%, dihitung sebagai ZnSO ₄ .H ₂ O
Catatan :			
Referensi :			
1. FI V1, Hal 1804 – 1805, 2020, Direktorat Jenderal Bina Kefarmasian dan Alat Kesehatan, Kementerian Kesehatan, RI, Jakarta			
2. <i>Internal Specifications</i>			
SAMPLER		ANALIS	DITERIMA / DITOLAK
Nama :		Nama :	Nama :
Paraf :		Paraf :	Paraf :
Tgl :		Tgl :	Tgl :

dengan latar belakang warna putih: larutan *A* tidak lebih gelap dari larutan *B*.

Penetapan kadar Timbang saksama lebih kurang 12 g zat, masukkan ke dalam labu tentukur 1000-mL, larutkan dalam lebih kurang 500 mL air, tambahkan 12 g amonium klorida *P*, encerkan dengan air sampai tanda. Pipet 25 mL larutan ini ke dalam gelas piala 400 mL, tambahkan 100 mL air, 10 mL *dapar amonium hidroksida-amonium klorida LP* dan 1 mL larutan hitam eriokrom *P* 0,5 mg per mL. Titrasi dengan dinatrium edetat 0,05 *M LV* sampai titik akhir berwarna biru tua.

Tiap mL dinatrium edetat 0,05 *M*
setara dengan 6,815 mg $ZnCl_2$

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

ZINK OKSIDA

Zinc Oxide

Zink Oksida [1314-13-2]
ZnO

BM 81,38

Zink Oksida yang baru dipijarkan mengandung tidak kurang dari 99,0% dan tidak lebih dari 100,5% ZnO.

Pemerian Serbuk amorf, sangat halus, putih atau putih kekuningan; tidak berbau; lambat laun menyerap karbon dioksida dari udara.

Kelarutan Tidak larut dalam air dan dalam etanol; larut dalam asam encer.

Identifikasi

A. Jika dipanaskan dengan kuat, terjadi warna kuning yang akan hilang pada pendinginan.

B. Larutan dalam asam hidroklorida 3 *N* sedikit berlebih, menunjukkan reaksi Zink seperti tertera pada Uji Identifikasi Umum <291>.

Kebasaan Campur 1,0 g zat dengan 10 mL air panas, tambahkan 2 tetes fenolftalein *LP* dan saring : jika terjadi warna merah, diperlukan tidak lebih dari 0,30 mL asam hidroklorida 0,10 *N* untuk menghilangkannya.

Sisa pemijaran <301> Tidak lebih dari 1,0%; lakukan pemijaran pada suhu 500° hingga bobot tetap, menggunakan lebih kurang 2 g zat.

Karbonat dan warna larutan Campur 2,0 g zat dengan 10 mL air, tambahkan 30 mL asam sulfat 2 *N*, panaskan di atas tangas uap dengan pengadukan: tidak terjadi gelembung gas, larutan jernih dan tidak berwarna.

Arsen <321> Metode I Tidak lebih dari 6 bpj.

Besi dan logam berat lain Dinginkan 5 mL larutan yang diperoleh pada penetapan Karbonat dan warna larutan, dengan kalium besi(II) sianida *LP* dan dengan natrium sulfida *LP*: terbentuk endapan putih.

Timbal <401> Tambahkan 2 g zat pada 20 mL air, aduk baik-baik, tambahkan 5 mL asam asetat gasial *P* dan hangatkan di atas tangas uap sampai larut, dengan penambahan 5 tetes kalium kromat *LP*: tidak terbentuk kekeruhan atau endapan.

Penetapan kadar Timbang saksama lebih kurang 1,5 g zat yang baru dipijarkan, tambahkan 2,5 g amonium klorida *P*, larutkan dalam 50,0 mL asam sulfat 1 *N LV*, jika perlu bantu dengan pemanasan lemah. Setelah larut sempurna tambahkan jingga metil *LP* dan titrasi kelebihan asam sulfat dengan natrium hidroksida 1 *M LV*.

Tiap mL asam sulfat 1 *N*
setara dengan 40,69 mg ZnO

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup baik.

ZINK SULFAT

Zinc Sulfate

$ZnSO_4 \cdot xH_2O$

Asam sulfat, garam zink (1:1), hidrat

Zink sulfat anhidrat [7733-02-0] BM 161,44

Zink sulfat monohidrat BM 179,46

Zink sulfat heptahidrat [7446-20-0] BM 287,56

Zink Sulfat mengandung satu atau tujuh molekul air hidrat. Zink Sulfat monohidrat mengandung tidak kurang dari 89,0% dan tidak lebih dari 90,4% $ZnSO_4$, setara dengan tidak kurang dari 99,0% dan tidak lebih dari 100,5% $ZnSO_4 \cdot H_2O$, dan zink sulfat heptahidrat mengandung tidak kurang dari 55,6% dan tidak lebih dari 61,0% $ZnSO_4$, setara dengan tidak kurang dari 99,0% dan tidak lebih dari 108,7% $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

Pemerian Hablur transparan atau jarum-jarum kecil; serbuk hablur atau butir; tidak berwarna; tidak berbau; larutan memberikan reaksi asam terhadap lakmus.

Kelarutan Sangat mudah larut dalam air; mudah larut dalam gliserol; tidak larut dalam etanol.

Identifikasi Larutan menunjukkan reaksi Zink dan Sulfat, seperti tertera pada Uji Identifikasi Umum <291>.

Keasaman Penambahan *jingga metil LP* ke dalam larutan yang mengandung setara dengan 28 mg per ml ZnSO_4 : tidak terjadi warna merah muda.

Alkali dan alkali tanah Tidak lebih dari 0,9%; larutkan setara dengan 1,12 g ZnSO_4 dalam lebih kurang 150 mL air, masukkan ke dalam labu tentukur 200-mL. Tambahkan *amonium sulfida LP* secukupnya hingga zink mengendap sempurna, encerkan dengan air sampai tanda. Campur dan saring melalui kertas saring kering, buang sejumlah filtrat pertama. Pada 100 mL filtrat berikutnya, tambahkan beberapa tetes *asam sulfat P*, uapkan dalam cawan yang telah ditara hingga kering, pijarkan: bobot residu tidak lebih dari 5 mg.

Arsen <321> *Metode I* Tidak lebih dari 14 bpj; lakukan penetapan menggunakan larutan setara dengan 215 mg ZnSO_4 dalam 35 mL air.

Timbal <401> Tidak lebih dari 20 bpj; lakukan penetapan menggunakan larutan sejumlah zat setara dengan 250 mg ZnSO_4 dalam 5 mL air, masukkan ke dalam tabung pembanding warna A. Tambahkan 10 mL larutan *kalium sianida P* (1 dalam 10), campur dan biarkan hingga jernih. Pada tabung pembanding warna yang lain (B) masukkan 5 mL air, tambahkan 0,50 mL *Larutan baku timbal* (seperti tertera pada *Uji Batas Logam Berat* <371> dan 10 mL larutan *kalium sianida P* (1 dalam 10). Pada Masing-masing tabung tambahkan 0,1 mL *natrium sulfida LP*. Campur isi masing-masing tabung, dan biarkan selama 5 menit, amati dengan arah tegak lurus tabung dengan dasar putih: warna larutan dalam tabung A tidak lebih gelap dari warna larutan dalam tabung B.

Penetapan kadar Timbang saksama sejumlah zat setara lebih kurang 170 mg ZnSO_4 , larutkan dalam 100 mL air. Tambahkan 5 mL larutan *Dapar amonium hidroksida-amonium klorida LP* dan 0,1 mL *hitam eriokrom LP*. Titrasasi dengan *dinatrium edetat 0,05 M LV* hingga warna biru tua.

*Tiap mL dinatrium edetat 0,05 M
setara dengan 8,072 mg ZnSO_4*

Wadah dan penyimpanan Dalam wadah tertutup rapat.

Penandaan Pada etiket dinyatakan bentuk monohidrat atau heptahidrat. Pada etiket sediaan oral atau parenteral yang mengandung zink sulfat, cantumkan kandungan zink.

LARUTAN ORAL ZINK SULFAT Zinc Sulfate Oral Solution

Larutan Oral Zink Sulfat mengandung zink sulfat monohidrat, $\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 110,0% dari jumlah yang tertera pada etiket. Dapat mengandung satu atau lebih perisa dan pemanis yang sesuai.

Identifikasi Larutan menunjukkan reaksi Zink dan Sulfat seperti tertera pada *Uji Identifikasi Umum* <291>.

Bobot jenis <981> Antara 1,18 dan 1,24.

pH <1071> Antara 2,5 dan 4,5.

Penetapan kadar Ukur saksama sejumlah volume larutan oral, setara dengan lebih kurang 99 mg zat, masukkan ke dalam labu tentukur 250-mL. Tambahkan 60 mL air, 10 mL *dapar amonia-amonium klorida LP*, dan 0,3 mL *hitam eriokrom LP*. Titrasasi dengan *dinatrium edetat 0,05 M LV* sampai titik akhir berwarna hijau. Gunakan 60 mL air, ditambah dengan 10 mL *dapar amonia-amonium klorida LP* sebagai blangko dan tambahkan indikator 0,1 mL *hitam eriokrom LP*. Hitung persentase zink sulfat monohidrat, $\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, dalam larutan oral dengan rumus :

$$\frac{(V_S - V_B) \times M \times F}{W} \times 100$$

V_S adalah volume titran dalam mL yang digunakan untuk larutan uji; V_B adalah volume titran dalam mL yang digunakan untuk blangko; M adalah molaritas titran; F adalah faktor ekuivalensi, 179,46 mg per mM; W adalah jumlah zink sulfat monohidrat dalam mg berdasarkan jumlah yang tertera pada etiket.

Wadah dan penyimpanan Simpan dalam wadah tertutup baik, di tempat dingin dan kering, terlindung dari cahaya.

Penandaan Cantumkan mengandung zink sebagai zink sulfat monohidrat ($\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

TABLET ZINK SULFAT Zinc Sulfate Tablets

Tablet Zink Sulfat mengandung zink sulfat monohidrat, $\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, tidak kurang dari 95,0% dan tidak lebih dari 105,0% dari jumlah yang tertera pada etiket. Dapat mengandung satu atau lebih perisa dan pemanis yang sesuai.

Identifikasi

A. Sulfat

Larutan uji Larutkan sejumlah serbuk tablet, setara dengan lebih kurang 5 g zink sulfat, dalam 100 mL air,

Zinc Sulfate: Colorless, transparent prisms, or small needles. May occur as a white, granular, crystalline powder. Is odorless and is efflorescent in dry air. Its solutions are acid to litmus. Very soluble in water (heptahydrate); freely soluble in water (monohydrate) and in glycerin (heptahydrate); practically insoluble in alcohol (monohydrate); insoluble in alcohol (heptahydrate).