

## **TABLET DEKSAMETASON DAN DEKSKLORFENIRAMIN MALEAT**

### **Dexamethasone and Dexchlorpheniramine maleate Tablets**

Tablet Deksametason dan Deksklorfeniramin maleat mengandung deksametason,  $C_{22}H_{29}FO_5$  dan deksklorfeniramin maleat,  $C_{16}H_{19}ClN_2.C_4H_4O_4$ , tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 110,0% dari jumlah yang tertera pada etiket.

**Baku pembanding** *Deksametason BPFi*; tidak boleh dikeringkan sebelum digunakan, simpan dalam wadah tertutup rapat. *Deksklorfeniramin maleat BPFi*; tidak boleh dikeringkan, simpan dalam wadah tertutup rapat, terlindung cahaya, dalam lemari pendingin. *Asam maleat BPFi*; tidak boleh dikeringkan, simpan dalam wadah tertutup rapat, terlindung cahaya.

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

#### **Disolusi** <1231>

*Media disolusi*: 500 mL asam hidroklorida 0,12 N

*Alat tipe 1*: 100 rpm

*Waktu* : 45 menit

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

*Larutan baku asam maleat* Timbang saksama lebih kurang 5 mg *Asam Maleat BPFi*, masukkan ke dalam labu tentukur 100 mL, larutkan dalam 10 mL *metanol P*, sonikasi selama 5 menit dan encerkan dengan campuran *metanol P* - air (1:1) sampai tanda. Saring larutan menggunakan penyaring membran dengan porositas 0,45  $\mu$ m. Kadar akhir larutan lebih kurang 0,05 mg per mL. [Catatan *Larutan ini digunakan untuk mengidentifikasi waktu retensi asam maleat yang terbentuk dari senyawa deksklorfeniramin maleat*]

*Larutan baku persediaan deksametason* Timbang saksama lebih kurang 5 mg *Deksametason BPFi* masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL, larutkan dengan 10 mL *metanol P*, sonikasi selama 5 menit dan encerkan dengan

campuran *metanol P* - air (1:1) sampai tanda. Saring larutan menggunakan penyaring membran dengan porositas 0,45  $\mu\text{m}$ . Kadar akhir larutan lebih kurang 0,05 mg per mL.

*Larutan baku deksametason* Pipet 2 mL *Larutan baku persediaan deksametason* ke dalam labu tentukur 100-mL, encerkan dengan *Media disolusi* sampai tanda. Saring larutan menggunakan penyaring membran dengan porositas 0,45  $\mu\text{m}$ . Kadar akhir larutan lebih kurang 0,001 mg per mL.

*Larutan baku persediaan deksklorfeniramin maleat* Timbang saksama lebih kurang 20 mg *Dekschlorfeniramin Maleat BPF1*, masukkan ke dalam labu tentukur 100-mL, larutkan dalam 10 mL *metanol P*, sonikasi selama 5 menit dan encerkan dengan campuran *metanol P* - air (1:1) sampai tanda. Saring larutan menggunakan penyaring membran dengan porositas 0,45  $\mu\text{m}$ . Kadar akhir larutan lebih kurang 0,2 mg per mL.

*Larutan baku deksklorfeniramin maleat* Pipet 2 mL *Larutan baku persediaan deksklorfeniramin maleat* ke dalam labu tentukur 100-mL, encerkan dengan *Media disolusi* sampai tanda. Saring larutan menggunakan penyaring membran dengan porositas 0,45  $\mu\text{m}$ . Kadar akhir larutan lebih kurang 0,004 mg per mL.

*Larutan baku campuran* Pipet masing-masing 2 mL *Larutan baku persediaan deksametason* dan *Larutan baku persediaan deksklorfeniramin maleat*, dan masukkan ke dalam labu tentukur-100 mL, encerkan dengan *Media disolusi* sampai tanda. Saring larutan menggunakan penyaring membran dengan porositas 0,45  $\mu\text{m}$ .

*Larutan uji* Pipet lebih kurang 20 mL alikot.

*Fase gerak* Lakukan seperti tertera pada *Penetapan kadar*.

*Sistem kromatografi* Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 254 nm dan kolom 4,6 mm x 25 cm berisi bahan pengisi L1 dengan ukuran partikel 5  $\mu\text{m}$ . Laju alir lebih kurang 1 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku campuran*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: resolusi, *R* antara puncak deksametason dan deksklorfeniramin maleat lebih dari 1,5; faktor

ikutan tidak lebih dari 2,0 dan simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2,0%.

*Prosedur* Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 50 µL) Larutan baku deksametason, Larutan baku deksklorfeniramin maleat, Larutan baku asam maleat dan Larutan uji ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase deksametason,  $C_{22}H_{29}FO_5$  dan deksklorfeniramin maleat,  $C_{16}H_{19}ClN_2.C_4H_4O_4$ , yang terlarut.

*Toleransi* Dalam waktu 45 menit harus larut tidak kurang dari 70% (Q), deksametason,  $C_{22}H_{29}FO_5$  dan 75% (Q) deksklorfeniramin maleat,  $C_{16}H_{19}ClN_2.C_4H_4O_4$  dari jumlah yang tertera pada etiket.

**Keseragaman sediaan** <911> Memenuhi syarat.

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

*Dapar* Timbang 6,8 gram kalium dihidrogen fosfat P, masukkan ke dalam labu tentukur 1000-mL, larutkan dan encerkan dengan air sampai tanda.

*Pelarut* Buat campuran *Dapar* – metanol P (45:55).

*Fase gerak* Buat campuran *Dapar* – metanol P (50 : 50), saring dan awaudarakan. Jika perlu lakukan penyesuaian menurut *Kesesuaian sistem* seperti tertera pada *Kromatografi* <931>.

*Larutan baku asam maleat* Timbang saksama lebih kurang 5 mg Asam Maleat BPHI, masukkan ke dalam labu tentukur 10- mL, larutkan dalam 5 mL *Pelarut*, sonikasi selama 5 menit dan encerkan dengan *Pelarut* sampai tanda. Kadar akhir larutan lebih kurang 0,5 mg per mL. [Catatan Larutan ini digunakan untuk mengidentifikasi waktu retensi asam maleat yang terbentuk dari senyawa deksklorfeniramin maleat].

*Larutan baku persediaan deksametason* Timbang saksama lebih kurang 5 mg Deksametason BPHI masukkan ke dalam labu tentukur 10-mL, larutkan dengan 5 mL *Pelarut*, sonikasi selama 10 menit dan encerkan dengan *Pelarut* sampai tanda. Kadar akhir larutan lebih kurang 0,5 mg per mL.

*Larutan baku persediaan deksklorfeniramin maleat* Timbang saksama lebih kurang 10 mg *Deksklorfeniramin Maleat BPHI*, masukkan ke dalam labu tentukur 10-mL, larutkan dalam 5 mL *Pelarut*, sonikasi selama 10 menit dan encerkan dengan *Pelarut* sampai tanda. Kadar akhir larutan lebih kurang 1 mg per mL.

*Larutan baku campuran* Pipet 1 mL *Larutan baku persediaan deksametason*, 2 mL *Larutan baku persediaan deksklorfeniramin maleat* dan 1 mL *Larutan baku asam maleat* ke dalam labu tentukur-10 mL, encerkan dengan *Pelarut* sampai tanda. Saring larutan menggunakan penyaring membran dengan porositas 0,45 µm.

*Larutan uji* Timbang saksama dan serbukkan tidak kurang dari 20 tablet. Timbang saksama sejumlah serbuk tablet setara dengan lebih kurang 2 mg deksklorfeniramin maleat, masukkan ke dalam labu tentukur 10-mL. Larutkan dalam 5 ml *Pelarut*, sonikasi selama 5 menit. Encerkan dengan *Pelarut* sampai tanda dan saring melalui penyaring membran dengan porositas 0,45 m.

*Sistem kromatografi* Kromatograf cair kinerja tinggi dilengkapi dengan detektor 254 nm dan kolom 4,6 mm x 25 cm berisi bahan pengisi L1 dengan ukuran partikel 5 µm. Laju alir lebih kurang 1 mL per menit. Lakukan kromatografi terhadap *Larutan baku campuran*, rekam kromatogram dan ukur respons puncak seperti tertera pada *Prosedur*: resolusi, *R* antara puncak deksametason dan deksklorfeniramin maleat lebih dari 1,5; faktor ikutan tidak lebih dari 2,0 dan simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2,0%.

*Prosedur* Suntikkan secara terpisah sejumlah volume sama (lebih kurang 10 µL) *Larutan baku campuran* dan *Larutan uji* ke dalam kromatograf, rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama. Hitung persentase deksametason,  $C_{22}H_{29}FO_5$  dan deksklorfeniramin maleat,  $C_{16}H_{19}ClN_2.C_4H_4O_4$ , dalam tablet dengan rumus:

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

$r_U$  dan  $r_S$  berturut-turut adalah respons puncak utama deksametason atau deksklorfeniramin maleat dari *Larutan uji* dan *Larutan baku*;  $C_S$  adalah kadar *Deksametason BPF* atau *Deksklorfeniramin maleat BPF* dalam mg per mL *Larutan baku campuran*; dan  $C_U$  adalah kadar deksametason atau deksklorfeniramin maleat dalam mg per mL *Larutan uji* berdasarkan jumlah yang tertera pada etiket.

**Wadah dan penyimpanan** Dalam wadah tertutup rapat dan terlindung dari cahaya, simpan pada suhu antara 25 dan 30°.