

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LAB OBAT TRADISIONAL	No Dokumen	: IKLOT 02-09 /BBPOM BDG/06
	Terbitan/Revisi	: 3/3
	Tanggal terbit	: 8 Oktober 2012
IDENTIFIKASI DEKSTROMETORFAN HBR	Halaman	: 1 dari 3
	Setuju diterbitkan	: Manajer Mutu

g
ASLI

1. Tujuan

Mengidentifikasi Dekstrometorfan hidrobromida dalam sediaan obat tradisional

2. Ruang Lingkup

Prosedur ini digunakan untuk mengidentifikasi Dekstrometorfan hidrobromida dalam obat tradisional sediaan cair dan padat secara KLT, Spektrofotometri dan KCKT

3. Acuan

MA PPOM 08/OT/01, 53/OT/95, 34/OT/92, FI IV

4. Prosedur

4.1. Sediaan Cair

1. Ekstraksi Dekstrometorfan

Satu dosis jamu dipipet 25 mL dan dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL, kemudian dibasakan dengan larutan NaOH 0,1 N sampai pH 9 dan diekstraksi 3 kali setiap kali dengan 30 mL dikloretan. Ekstrak dikloretan dikumpulkan dalam cawan uap dan diuapkan. Sisa penguapan dilarutkan dalam 5 mL etanol (A).

Dengan cara yang sama diekstraksi jamu yang telah ditambah 10 mg Dekstrometorfan HBr (B).

Dibuat larutan baku Dekstrometorfan HBr 0,1% b/v dalam etanol (C).

2. Identifikasi

Cara KLT

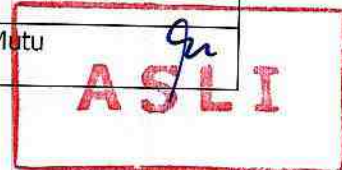
Larutan A, B, dan C ditotol secara terpisah dan dilakukan kromatografi lapis tipis sebagai berikut:

Fase Diam : Silika gel 60F 254

Fase Gerak : i. metanol – amonia 25%(100:1.5)
ii. dikloretan – metanol (80:20)

Disiapkan oleh:  Wieke Nurwathoni	Diverifikasi oleh :  Dra. Ami Damilah, Apt Deputi Manajer Teknis	Disahkan oleh :  Dra. Budi Astuti, Apt Manajer Teknis
--	--	---

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LAB OBAT TRADISIONAL	No Dokumen	: IKLOT 02-09 /BBPOM BDG/06
	Terbitan/Revisi	: 3/3
	Tanggal terbit	: 8 Oktober 2012
IDENTIFIKASI DEKSTROMETORFAN HBR	Halaman	: 2 dari 3
	Setuju diterbitkan	: Manajer Mutu



Penjenuhan : Kertas saring
 Jarak rambat : 15 cm
 Volume penotolan : Larutan A, B, dan C masing-masing $\pm 10 \mu\text{L}$
 Penampak bercak : Cahaya ultraviolet 254 nm, terjadi peredaman fluorescensi

4.2. Sediaan Padat

1. Ekstraksi Dekstrometorfan

Satu dosis jamu dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 125 mL dan ditambah 50 mL air serta beberapa tetes asam klorida 3 N hingga pH 3-4. Campuran dikocok 15 menit dan disaring. Filtrat dimasukkan ke dalam corong pisah dibasakan dengan ammonia hingga pH 9-10, dan diekstraksi 3 kali, setiap kali dengan 30 mL eter. Ekstrak eter dikumpulkan dan diuapkan dengan penguap rotasi sampai kering. Sisa penguapan dilarutkan dengan methanol sampai diperoleh 5,0 mL larutan (A).

Dengan cara yang sama diekstraksi jamu yang telah ditambah 10 mg Dekstrometorfan HBr (B).

Dibuat larutan baku Dekstrometorfan HBr setara dengan 10 mg Dekstrometorfan dalam metanol (C).

2. Identifikasi

Cara KLT

Larutan A, B, dan C masing-masing ditotolkan secara terpisah dan dilakukan kromatografi lapis tipis sebagai berikut:

Fase Diam : Silika gel 60F 254
 Fase Gerak : i. Metanol – ammonia (100:1,5)
 ii. Metanol – aseton - ammonia (50:50:1)
 iii. Kloroform – aseton - ammonia (50:50:1)

Penjenuhan : Kertas saring
 Jarak rambat : 15 cm
 Volume penotolan : Larutan A dan B masing-masing $\pm 15 \mu\text{L}$, larutan C $\pm 15 \mu\text{L}$
 Penampak bercak : i. Cahaya ultraviolet 254 nm, bercak berfluoresensi biru
 ii. Pereaksi Dragendorff, bercak berwarna coklat jingga
 iii. Pereaksi iodoplatinat, bercak berwarna biru ungu

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LAB OBAT TRADISIONAL IDENTIFIKASI DEKSTROMETORFAN HBR	No Dokumen	: IKLOT 02-09 /BBPOM BDG/06
	Terbitan/Revisi	: 3/3
	Tanggal terbit	: 8 Oktober 2012
	Halaman	: 3 dari 3
	Setuju diterbitkan	: Manajer Mutu

ASLI

Cara Spektrofotometri

Bercak baku dan senyawa yang mempunyai Rf sama ditandai dan dikerok. Hasil kerokan dikocok secara terpisah dalam 5 mL air selama 10 menit dan disaring. Filtrat diukur pada panjang gelombang antara 200 nm dan 300 nm. Dekstrometorfane HBr akan menunjukkan serapan maksimum pada panjang gelombang lebih kurang 278 nm.

Cara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Bercak baku dan senyawa yang mempunyai Rf sama ditandai dan dikerok. Hasil kerokan dikocok secara terpisah dalam 5 mL metanol. Larutan A, B, dan C masing-masing disaring dengan penyaring membran berukuran 0,45 µm. Sejumlah 100 µL larutan A, B, dan C masing-masing disuntikkan ke dalam alat kromatografi cair kinerja tinggi dengan kondisi sebagai berikut :

- Kolom : Baja tahan karat, panjang 4,6 mm x 25 cm berisi bahan pengisi oktadesilsilana dengan ukuran partikel 5 µm
- Suhu : Ruang
- Fase Gerak : Larutan yang mengandung Na-dokusat 0,007 M dan amonium nitrat 0,007 M dilarutkan dalam campuran asetonitril P dan air (70:30), saring dan awaudarakan, tambahkan asam asetat glasial P hingga pH 3,4 (catatan larutkan Na-dokusat P dalam asetonitril P dan air sebelum ditambahkan amonium nitrat P)
- Laju aliran : 1,0 mL per menit
- Detektor : Ultraviolet pada 280 nm

Persyaratan

Dekstrometorfane HBr tidak boleh ada dalam obat tradisional

5. Prosedur terkait

POB 01-09/BBPOM BDG/07
 POB 01-12/BBPOM BDG/11
 POB 01-10/BBPOM BDG/09
 Form K 02
 Form K 13
 Form K 16

\\pusatdata\\File_Bidang_I\\Ami\\Akreditasi - wieke\\IKRevisi\\Obat tradisional\\02-09 Dekstrometorfane.doc