

BBPOM DI BANDUNG PROSEDUR OPERASIONAL BAKU	No Dokumen : 6.5/POB 02/BBPOM BDG/18
	Terbitan/Revisi : 1/0
	Tanggal terbit : 19 Oktober 2018
VERIFIKASI KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI	Halaman : 1 dari 3
	Setuju diterbitkan : Tim Mutu

ASLI

1. TUJUAN

Prosedur ini digunakan untuk verifikasi alat kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

2. RUANG LINGKUP

Prosedur verifikasi alat KCKT mencakup verifikasi pompa, detektor dan injektor. Di samping hal tersebut, untuk mendapatkan optimasi hasil uji dengan KCKT, diperlukan penilaian terhadap kinerja kolom serta kesesuaian sistem.

3. ACUAN

Manual alat

4. PROSEDUR

4.1. Verifikasi Pompa

Penetapan Laju Aliran

Alirkan fase gerak melalui kolom dengan laju aliran 1 ml per menit, amati tekanan pompa 30 sampai 100 kg/cm². Ukur waktu yang diperlukan untuk kecepatan alir dari pompa dengan menampung fase gerak dalam labu tentukur 10,0 ml atau 5,0 ml yang sudah dikalibrasi dengan menggunakan stopwatch. Lakukan prosedur tersebut sebanyak lima kali. Hitung laju alir dengan rumus :

$$LA = \frac{V}{t}$$

Disiapkan oleh:  Afinna Nurfitri, S.Farm., Apt.	Diverifikasi/ disahkan oleh :  <u>Leni Maryati, Apt., M.Si.</u> Kepala Seksi Pengujian Kimia
--	--

BBPOM DI BANDUNG PROSEDUR OPERASIONAL BAKU	No Dokumen	: 6.5/POB 02/BBPOM BDG/18
	Terbitan/Revisi	: 1/0
	Tanggal terbit	: 19 Oktober 2018
VERIFIKASI KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI	Halaman	: 2 dari 3
	Setuju diterbitkan	: Tim Mutu

ASLI

V = Volume labu yang digunakan (ml)
LA = Laju alir (ml/menit)
t = waktu yang dibutuhkan fase gerak untuk ditampung dalam labu 10 ml (menit)
Hitung simpangan baku relatif laju alir dari lima kali penampungan fase gerak dalam labu tentukur 10 ml. Simpangan baku relatif tidak boleh lebih dari 2,0%

4.2. Verifikasi Detektor

- Linearitas
- Siapkan larutan standar campuran 2 zat, antara lain : sulfametoksazole-trimetoprim, pseudoefedrin-triprolidin, parasetamol-kafein, nipagin-nipasol, dll, dengan minimal 5 konsentrasi yaitu 40%, 60%, 80%, 100%, dan 120% terhadap konsentrasi yang dipakai untuk UKS pada penetapan kadar masing-masing standar.
 - Injeksikan kelima konsentrasi larutan standar tersebut masing-masing duplo.
 - Buat kurva yang antara konsentrasi (sumbu x) dengan luas puncak (sumbu y)
 - Hitung koefisien korelasi dari kurva tersebut.
 - Kriteria penerimaan : Koefisien korelasi (r) ≥ 0,999

4.3. Verifikasi Injektor

- Injeksikan sebanyak 6 kali sejumlah volume sama larutan standar dengan konsentrasi 100% dan catat waktu retensi dan luas area yang diberikan dari kelima data yang diperoleh.
- Hitung simpangan baku relatif untuk waktu retensi dan luas area. Nilai simpangan baku relatif ≤ 2 %.

4.4. Penilaian Kinerja Kolom

- Siapkan larutan baku campur minimal terdiri dari dua komponen yang berbeda, antara lain : sulfametoksazole-trimetoprim, pseudoefedrin-triprolidin, parasetamol-kafein, nipagin-nipasol, dll.
- Injeksikan larutan baku tersebut sebanyak 6 kali penyuntikan kemudian tentukan :

BBPOM DI BANDUNG PROSEDUR OPERASIONAL BAKU VERIFIKASI KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI	No Dokumen : 6.5/POB 02/BBPOM BDG/18
	Terbitan/Revisi : 1/0
	Tanggal terbit : 19 Oktober 2018
	Halaman : 3 dari 3
	Setuju diterbitkan : Tim Mutu

ASLI

No	Parameter	Kriteria Penerimaan
1	Efisiensi kolom (N)	Harga N bergantung pada waktu eluasi, tetapi secara umum harga N yang dapat diterima harus > 2000
2	Resolusi (R)	> 1.5 atau sesuai dengan monografi standar yang digunakan
3	Tailing factor (T)	< 2.0
4	RSD Area dan RT	≤ 2.0 %

4.5. Jadwal Verifikasi

Kromatografi Cair Kinerja Tinggi diverifikasi setiap enam bulan sekali.

5. Dokumen Terkait

Form 6.5/PTJM-02/BBPOM/18 F(04)

6. Riwayat Perubahan

Terb/Rev	Perubahan	Tanggal Efektif
2/1	- Perubahan penomoran terkait implementasi ISO 12075 : 2017 - Perubahan poin 5 Form 5.5/PTJM-02/BBPOM/06 F(04) menjadi Form 6.5/PTJM-02/BBPOM/18 F(04)	25 Juni 2018
1/0	Perubahan terkait Struktur Organisasi Tata Kelola BBPOM di Bandung	19 Oktober 2018