

BBPOM DI BANDUNG PROSEDUR OPERASIONAL BAKU VERIFIKASI METODE IDENTIFIKASI	No. Dokumen : 7.2/POB 01/BBPOM BDG/18
	Terbitan/Revisi : 1/0
	Tanggal Terbit : 19 Oktober 2018
Halaman : 1 dari 4	
Setuju diterbitkan : Tim Mutu <i>f</i>	

A S L I

1. TUJUAN

Prosedur ini diperlukan sebagai acuan dalam pelaksanaan verifikasi metode identifikasi.

2. RUANG LINGKUP

Prosedur ini meliputi tahapan pelaksanaan verifikasi metode identifikasi secara reaksi warna, kromatografi lapis tipis, kromatografi kertas, spektrofometri UV-Vis dan kromatografi cair kinerja tinggi.

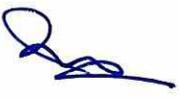
3. ACUAN

- Panduan Mutu

4. PROSEDUR

4.1. Reaksi Warna

- Buat stok sampel plus analit yang diketahui kadarnya.
- Lakukan preparasi sesuai metode masing-masing sampel.
- Lakukan pengenceran sampai didapat beberapa konsentrasi dimulai dari konsentrasi sesuai dengan masing-masing metode ke konsentrasi yang lebih kecil.
- Lakukan pengujian secara reaksi warna.
- Tentukan LOD (Limit of Detection) dengan cara membuat pengenceran sampai tidak terjadi reaksi warna lagi / warna tidak terlihat
- Lakukan masing-masing 3 kali penetapan pada 3 konsentrasi terendah.

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

BBPOM DI BANDUNG PROSEDUR OPERASIONAL BAKU VERIFIKASI METODE IDENTIFIKASI	No. Dokumen : 7.2/POB 01/BBPOM BDG/18
	Terbitan/Revisi : 1/0
	Tanggal Terbit : 19 Oktober 2018
	Halaman : 2 dari 4
	Setuju diterbitkan : Tim Mutu

ASLI

4.2. Kromatografi Lapis Tipis / Kromatografi Kertas

a. LOD

- Buat stok sampel plus analit yang diketahui kadarnya.
- Lakukan preparasi sesuai metode masing-masing sampel.
- Lakukan pengenceran sampai didapat beberapa konsentrasi minimal 5 konsentrasi dimulai dari konsentrasi sesuai masing-masing metode ke konsentrasi yang lebih kecil.
- Lakukan pengujian secara KLT / KK dengan volume penotolan yang sama dengan metode yang digunakan.
- Kerok / gunting bercak, larutkan dalam pelarut yang sesuai dan ukur pada spektrofotometer UV-Vis
- Buat tabel sebagai berikut:

No.	Konsentrasi (X)	Absorban (Y ₁)	Ŷ ₁	(Y ₁ - Ŷ ₁) ²

- Buat persamaan garis regresi:
- $Y = aX + b$
- Tentukan nilai Ŷ₁ dengan memasukkan nilai X pada persamaan garis regresi.
- Tentukan LOD menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$LOD = \frac{3 \times \frac{S_y}{X}}{b}$$

$$\frac{S_y}{X} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - \hat{Y}_i)^2}{N - 2}}$$

BBPOM DI BANDUNG PROSEDUR OPERASIONAL BAKU VERIFIKASI METODE IDENTIFIKASI	No. Dokumen : 7.2/POB 01/BBPOM BDG/18
	Terbitan/Revisi : 1/0
	Tanggal Terbit : 19 Oktober 2018
	Halaman : 3 dari 4
	Setuju diterbitkan : Tim Mutu

ASLI

- Jika tidak didapat hasil yang linier, LOD ditetapkan dengan melakukan pengenceran sampai bercak tidak terlihat.
 - Lakukan masing-masing 3 kali penetapan pada 3 konsentrasi terendah.
- b. Selektivitas / Spesifisitas
- Lakukan pengujian secara KLT / KK terhadap blanko dan larutan baku.
 - Lihat apakah terdapat bercak pada blanko yang sejajar dengan bercak baku.

4.3. Spektrofotometri UV-Vis

- Buat stok sampel plus analit yang diketahui kadarnya.
- Lakukan preparasi sesuai metode masing-masing sampel.
- Lakukan pengenceran sampai didapat beberapa konsentrasi, dimulai dari konsentrasi sesuai dengan masing-masing metode ke konsentrasi yang lebih kecil.
- Ukur pada spektrofotometer UV-Vis
- Buat tabel dan tentukan LOD seperti pada cara kromatografi lapis tipis.
- Jika tidak didapat hasil yang linier, LOD ditetapkan dengan melakukan pengenceran sampai tidak ada absorbansi.
- Lakukan masing-masing 3 kali penetapan pada 3 konsentrasi terendah.

4.4. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

a. LOD

- Buat stok sampel plus analit yang diketahui kadarnya.
- Lakukan preparasi sesuai metode masing-masing sampel.
- Lakukan pengenceran sampai didapat beberapa konsentrasi, dimulai dari konsentrasi sesuai dengan masing-masing metode ke konsentrasi yang lebih kecil.
- Lakukan analisa menggunakan KCKT dengan penyuntikan masing-masing 3 kali. Tentukan nilai rata-ratanya.
- Buat tabel dan tentukan LOD seperti pada cara kromatografi lapis tipis.
- Selain dengan cara diatas, LOD dapat ditentukan dengan cara sebagai berikut:
 - Injek pelarut
 - Injek baku pembanding

BBPOM DI BANDUNG PROSEDUR OPERASIONAL BAKU VERIFIKASI METODE IDENTIFIKASI	No. Dokumen : 7.2/POB 01/BBPOM BDG/18
	Terbitan/Revisi : 1/0
	Tanggal Terbit : 19 Oktober 2018
	Halaman : 4 dari 4
	Setuju diterbitkan : Tim Mutu

ASLI

- o Tentukan tinggi noise (noise faktor) pada kromatogram pelarut pada RT sesuai baku
- o Injek larutan spike sampel (larutan sampel ditambah baku pembanding yang diketahui kadarnya) dan lakukan pengenceran sampai didapat tinggi puncak mendekati tinggi noise
- o Perhitungan :

$$LOD = \frac{3 \times \text{noise faktor}}{\text{tinggi puncak analit}} \times \text{konsentrasi analit}$$

b. Selektivitas / Spesifisitas

- Injek blanko pada HPLC
- Injek blanko plus analit
- Lihat pada kromatogram blanko apakah ada puncak yang sama dengan puncak analit.

5. DOKUMEN TERKAIT

-

6. RIWAYAT PERUBAHAN

Terb/Rev	Perubahan	Tanggal Efektif
1/1	Perubahan Nomor sesuai ISO 17025:2017	25 Juni 2018
1/0	<ul style="list-style-type: none"> • Perubahan terkait Struktur Organisasi dan Tata Kelola BBPOM di Bandung (verifikasi dan pengesahan) 	19 Oktober 2018