

	PROTAP Alat KCKT Perkin Elmer	No : PKVK083
		Revisi : 01
		Berlaku : 25 SEP 2019
		Paraf : 

1 Tujuan

Untuk memastikan ketelitian dan ketepatan hasil pengukuran alat

2 Cakupan

Protap ini sebagai panduan untuk melakukan kalibrasi alat KCKT Perkin Elmer di Bidang Pengawasan Mutu dengan parameter:

- 2.1 Tes Kebocoran Pompa dan Injektor.
- 2.2 Tes Akurasi *Flow rate* pompa.
- 2.3 Tes *Overall System Performance* KCKT.

3 Penanggung Jawab

- 3.1 Pelaksana Kalibrasi
- 3.2 QA Spesialis Kalibrasi-Kualifikasi.

4 Bahan dan Alat

- 4.1 *Stopwatch* terkalibrasi
- 4.2 Kolom C-18
- 4.3 Labu tentukur 10 ml
- 4.4 Labu tentukur 25 ml
- 4.5 *Column end plug*
- 4.6 *Union adaptor*
- 4.7 Methanol HPLC grade
- 4.8 Air DIW
- 4.9 Metil paraben
- 4.10 Propil paraben

5 Prosedur

- 5.1 Pastikan kalibrator terkalibrasi dan masih berlaku.
- 5.2 Ukur suhu dan kelembapan ruangan pada saat melaksanakan kalibrasi, lalu catat dalam Formulir Catatan Hasil Kalibrasi Internal

5.3 Kalibrasi Pompa

5.3.1 Persiapan

- 5.3.1.1 Cek posisi PSI meter.
- 5.3.1.2 Hidupkan pompa dan controller, lalu set *flow rate* = 0,0 ml/min, PSI meter harus menunjukkan 0 PSI.
- 5.3.1.3 Cek pembacaan PSI meter pada 1000 PSI. Tutup *reference valve* lalu set tombol pembatas tekanan = 1000 PSI.
- 5.3.1.4 Set *flow rate* metanol = 0,2 ml/min. Pompa akan otomatis berhenti setelah mencapai tekanan 1000 PSI.
- 5.3.1.5 Bila pompa berhenti pada tekanan lebih besar atau lebih kecil dari 1000 PSI, atur potensiometer paling bawah pada *pump drive board* sampai PSI meter menunjukkan 1000 PSI.

5.3.2 Tes Kebocoran Pompa pada 5000 PSI

- 5.3.2.1 Lepaskan *tubing* pada *outlet* pompa.
- 5.3.2.2 Tutup *outlet* pompa dengan *column end plug*.

 indofarma	PROTAP Alat KCKT Perkin Elmer	No : PKVK083
		Revisi : 01
		Berlaku : 23 SEP 2019
		Paraf : 

5.3.2.3 Set *flow rate* metanol = 1 ml/min. Pompa akan berhenti secara otomatis setelah mencapai 5000 PSI.

5.3.2.4 Amati tekanan pada 1 menit setelah pompa berhenti. Tekanan tidak boleh turun lebih kecil dari 4500 PSI.

5.3.2.5 Buka *reference valve* untuk menghilangkan tekanan.

5.3.2.6 Bila pompa gagal, amati apakah ada kebocoran pada setiap sambungan, *seal plunger* dan lakukan perbaikan atau penggantian *sparepart* bila diperlukan, lalu ulangi langkah 5.2.2.1 sampai dengan 5.2.2.5.

5.3.3 Tes Akurasi *Flow rate* Pompa.

5.3.3.1 Ganti *outlet* pompa dengan *tubing stainless steel*.

5.3.3.2 Arahkan tubing dari pompa ke dalam labu tentukur 10 ml. Set *flow rate* = 1 ml/min. Dengan menggunakan *stopwatch*, catat waktu yang diperlukan untuk menampung 10 ml. Set *flow rate* 0,0 ml/min.

5.3.3.3 Arahkan tubing dari pompa ke dalam labu tentukur 10 ml. Set *flow rate* = 0,5 ml/min. Dengan menggunakan *stopwatch*, catat waktu yang diperlukan untuk menampung 10 ml. Set *flow rate* 0,0 ml/min.

5.3.3.4 Hitung akurasi *flow rate* dengan rumus=

$$1/2 ((A/300)+(B/600)) \times 100\% , \text{ di mana}$$

A = penyimpangan waktu (dalam detik) dari waktu 5 menit

B = penyimpangan waktu (dalam detik) dari waktu 10 menit

5.4 Tes Overall System Performance KCKT dengan Detektor UV/Vis.

5.4.1 Penyiapan Fasa Gerak

Untuk membuat 1000 ml fasa Gerak Metanol/Air 50/50, tambahkan 500 ml metanol ke dalam 500 ml air. Aduk sampai rata dan saring dengan penyaring organik 0.22 μm , kemudian lakukan *degassing*.

5.4.2 Penyiapan Sampel

5.4.2.1 Buat larutan stok Metil Paraben dan Propil Paraben (dicampur), sehingga konsentrasinya 1,0 mg/ml.

5.4.2.2 Untuk membuat larutan Metil Paraben dan Propil Paraben 0,05 mg/ml, pipet 5 ml larutan stok dan masukkan ke dalam labu tentukur 100 ml.

5.4.2.3 Add sampai tanda batas dengan menggunakan fasa gerak.

5.4.2.4 Aduk sampai rata dan saring dengan penyaring Millex 0,45 μm .

5.4.3 Pengujian Sampel

5.4.3.1 Alirkan fasa gerak dengan *flow rate* 1-2 ml/min selama 0,5 -1 jam sampai detektor stabil.

5.4.3.2 Lakukan Injeksi 20 μl sampel sebanyak 6 kali.

5.4.3.3 Catat area, waktu retensi dan resolusi untuk tiap peak dari setiap kali suntikan.

5.4.3.4 Hitung % RSD waktu retensi dan area

 indofarma	PROTAP Alat KCKT Perkin Elmer	No : PKVK083
		Revisi : 01
		Berlaku : 25 SEP 2019
		Paraf : 

Parameter Pengujian/ Test Parameters

Kolom	Kolom C-18 (Khusus Kalibrasi)
Fasa Gerak	50/50 metanol/air
Flow rate	1 – 2 ml/min
Panjang gelombang	254 nm
Sampel	0.05 mg/ml metil dan propil paraben (dari larutan stok 1 mg/ml)
Volume injeksi	20 µl

5.5 Catat kegiatan kalibrasi pada Log Book Pemakaian Alat.

5.6 Persyaratan

5.6.1 Untuk Pompa :

5.6.1.1 Setelah 1 menit pompa berhenti, tekanan tidak boleh turun lebih kecil dari 4500 PSI.

5.6.1.2 Akurasi flow rate harus < 3%.

5.6.2 Untuk Tes *Overall System Performance* KCKT :

5.6.2.1 Presisi untuk Waktu Retensi, % RSD harus < 1,0%.

5.6.2.2 Presisi untuk Area, % RSD harus < 1,0%.

5.6.2.3 Resolusi $\geq 1,5$

6 Tindak Lanjut

6.1 Jika ada penyimpangan hasil pengukuran di luar spesifikasi :

6.1.1 Lakukan *adjustment* pada alat jika memungkinkan, atau

6.1.2 Tentukan faktor koreksi, atau

6.1.3 Tempelkan label rusak/TMS pada alat dan ajukan WO perbaikan ke Bidang Teknik dan Pemeliharaan

7 Lampiran

7.1 Formulir Catatan Hasil Kalibrasi Internal KCKT

8 Pustaka

-

9 Catatan Perubahan

Revisi	Berlaku	Perubahan
00	11 Sep 2017	Terbitan pertama
01	25 SEP 2019	1. Perbaikan format dokumen sesuai dengan Ketentuan Umum Penyusunan Dokumen 2. Penambahan pemastian status kalibrator pada butir 5.1 3. Penambahan pencatatan kegiatan kalibrasi pada butir 5.5

 indofarma	PROTAP Alat KCKT Perkin Elmer	No : PKVK083
		Revisi : 01
		Berlaku : 25 SEP 2019
		Paraf : 

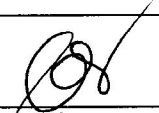
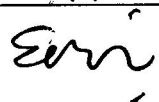
10 Tinjauan Ulang

Protap ini akan ditinjau ulang setiap 2 tahun (atau kurang jika perlu) oleh Manajer Pemastian Mutu

11 Distribusi

Secara umum, salinan protap ini didistribusikan ke Bidang Pemastian Mutu

12 Pengesahan

Keterangan	Jabatan	Kode Bidang	Tanda tangan	Tanggal
Disusun oleh	QA Spesialis Kalibrasi-Kualifikasi	PM		25 SEP 2019
Diperiksa oleh	Asman Kalibrasi, Kualifikasi dan Validasi	PM		25 SEP 2019
Disetujui oleh	Manajer Pemastian Mutu	PM		25 SEP 2019

13 Tinjauan

No.	Peninjau	Tgl. Tinjauan	Tanda tangan	Rekomendasi
1	Manajer Pemastian Mutu	13 Agu 2021		Protap masih sesuai 
2	Manajer Pemastian Mutu			