

	PROTAP Kesesuaian Sistem Kromatografi	No. : PMA15
		Rev. : 04
		Berlaku : 02 FEB 2022
		Paraf : 

1 Tujuan

Protap ini disusun untuk mencapai adanya kesesuaian dan keefektifan sistim operasional didalam penggunaan metoda kromatografi yaitu KCKT dan Kromatografi Gas; sehingga diperoleh kondisi oprasional dan kromatogram yang baik.

2 Cakupan

- 2.1 Uji kesesuaian sistim dilakukan pada saat pengujian menggunakan metoda KCKT atau Kromatografi gas dan pada saat melakukan kalibrasi alat.
- 2.2 Spesifikasi parameter untuk kesesuaian sistim sesuai; monografi dan jika tidak ada gunakan protap ini.

3 Penanggungjawab

Penanggung jawab protap ini adalah Manajer R & D.

4 Definisi

Untuk mencapai keseragaman penelitian, simbol serta definisi berikut ini digunakan dalam rumus-rumus pada kromatografi.

[catatan : Bila dalam persamaan yang sama dijumpai istilah w dan t, keduanya harus dinyatakan dalam satuan yang sama].

α Retensi relative

$$\alpha = \frac{t_2 - t_a}{t_1 - t_a}$$

C_r, C_i, C_u kadar *Baku Perbandingan*, kadar *Baku Internal*, kadar analit dalam larutan tertentu.
 C_A perbandingan kadar analit dan *Baku Internal* dalam *Larutan Uji*.

$$C_A = \frac{C_u}{C_i}$$

C_s perbandingan kadar *Baku Perbandingan* dan *Baku Internal* dalam Larutan Baku.

$$C_s = \frac{C_r}{C_i}$$

f jarak dari maksimum puncak sampai tepi muka puncak, diukur pada titik dengan ketinggian 5 % dari tinggi puncak terhadap garis dasar.

k' faktor kapasitas

$$K' = \frac{\text{banyaknya zat dalam fase diam}}{\text{banyaknya zat dalam fase gerak}}$$

$$K' = \frac{\text{lamanya zat dalam fase diam}}{\text{lamanya zat dalam fase gerak}} = \frac{t}{t_a} - 1$$

 indofarma	PROTAP Kesesuaian Sistem Kromatografi	No. : PMA15
		Rev. : 04
		Berlaku : 02 FEB 2022
		Paraf : 

n jumlah lempeng teoritis dalam suatu kolom kromatografi

$$N = 16 \left(\frac{T}{W} \right)^2 \text{ atau } N = 5,54 \left(\frac{t}{W_{h/2}} \right)^2$$

q_r, q_u, q_i bobot *Baku Pembanding*, *Baku Internal* dan analit dalam larutan tertentu
 Q_A perbandingan kuantitas analit dan *Baku Internal* dalam *Larutan Uji*

$$Q_A = \frac{q_r}{q_i}$$

Q_s perbandingan kuantitas *Baku Pembanding* dan *Baku Internal* dalam *Larutan Baku*

$$Q_s = \frac{q_r}{q_i}$$

r_s respons puncak *Baku Pembanding* pada suatu kromatogram

r_u respons puncak analit pada kromatogram

R resolusi antara dua puncak kromatografi

$$R = \frac{2(t_2 - t_1)}{W_1 + W_2}$$

R_r faktor retardasi kromatografi yang sama besarnya dengan hasil bagi jarak dan titik asal sampai titik pusat bercak dengan jarak dari titik asal sampai garis depan pelarut.

R_r retensi relatif

$$R_r = \frac{\text{Jarak yang ditempuh zat uji}}{\text{Jarak yang ditempuh zat baku}}$$

R_s perbandingan respons puncak untuk *Larutan Baku* yang mengandung *Baku Pembanding* dan *Baku Internal*.

$$R_s = \frac{r_s}{r_i}$$

R_u perbandingan respons puncak *Larutan Uji* yang mengandung analit dan *Baku Internal*

$$R_u = \frac{r_u}{r_i}$$

SR(%) simpangan baku relatif dalam persen

 indofarma	PROTAP Kesesuaian Sistem Kromatografi	No. : PMA15
		Rev. : 04
		Berlaku : 02 FEB 2022
		Paraf : 

$$SR (\%) = RSD = \frac{100}{X} \left(\frac{\sum_{i=1}^N (\chi_i - X)^2}{N - 1} \right)^{1/2}$$

χ_i adalah hasil suatu pengukuran individual dalam suatu perangkat yang terdiri dari N pengukuran

T faktor ikutan (*tailing factor*)

$$T = \frac{W_{0,05}}{2f}$$

t waktu retensi diukur dari saat penyuntikan sampai saat eluasi maksimum puncak.

ta waktu retensi komponen yang tidak mengalami hambatan, seperti udara pada detektor konduktivitas termal.

W lebar puncak diukur dengan jalan ekstrapolasi sisi puncak yang berupa garis yang relatif lurus sampai garis dasar.

$W_{h/2}$ lebar puncak pada setengah tinggi

$W_{0,05}$ lebar puncak pada 5% tinggi

5 Prosedur

5.1 Jika tidak dinyatakan lain menurut monografi (*Metoda Analisis ybs*), suntikkan larutan baku sebanyak 5 kali jika S^R (%) atau RSD dinyatakan $\leq 2,0$ % dan suntikkan larutan baku sebanyak 6 kali jika S^R (%) atau RSD dinyatakan $> 2,0$ %.

5.2 Tentukan parameter yang telah disyaratkan sesuai metoda *ybs*, seperti RSD, faktor ikutan (T), jumlah lempeng teoritis (N), Resolusi (R) jika ada dan lain-lain.

6 Persyaratan

6.1 Sesuai monografi (*Metode Analisis ybs*)

6.2 Persyaratan umum ; RSD : Maks. 2,0 %
Tailing factor : Maks. 2,0
 Jumlah lempeng teoritis : Min. 1000

7 Pustaka

Farmakope Indonesia Edisi VI, 2020

 indofarma	PROTAP Kesesuaian Sistem Kromatografi	No. : PMA15
		Rev. : 04
		Berlaku : 02 FEB 2022
		Paraf : <i>J.</i>

8 Catatan Perubahan

Rev	Berlaku	Perubahan
03	26 April 2019	1. Perubahan format dokumen dan logo indofarma
04	02 FEB 2022	1. Perubahan Pustaka

9 Tinjauan Ulang

Protap ini akan ditinjau ulang setiap 2 tahun (atau kurang jika perlu) oleh Manajer R & D dan Manajer Pemastian Mutu.

10 Distribusi

Bidang R & D

11 Pengesahan

Keterangan	Jabatan	Kode Bidang	Tanda tangan	Tanggal
Disusun oleh	Supervisor Metode Analisis	LB	<i>Joris</i>	28 Jan 2022
Diperiksa oleh	Asman Metode Analisis	LB	<i>UHM</i>	28 Jan 2022
Disetujui oleh 1.	Manajer R & D	LB	<i>Mus</i>	28 Jan 2022
2.	Manajer Pemastian Mutu	PM	<i>h. [Signature]</i>	29 Jan 2022

12 Tinjauan

No.	Peninjau	Tgl. Tinjauan	Tanda tangan	Rekomendasi
1.	Manajer R & D			
	Manajer Pemastian Mutu			
2.	Manajer R & D			
	Manajer Pemastian Mutu			