

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LAB OBAT TRADISIONAL	No Dokumen	: IKLOT 02-30/BBPOM BDG/03
	Terbitan/Revisi	: 2/2
	Tanggal terbit	: 22 Juni 2016
IDENTIFIKASI PAPAVERIN HIDROKLORIDA	Halaman	: 1 dari 3
	Setuju diterbitkan	: Manajer Mutu

ASLI

1. Tujuan

Untuk identifikasi Papaverin Hidroklorida dalam sediaan Obat Tradisional

2. Ruang Lingkup

Prosedur ini digunakan untuk mengidentifikasi Papaverin Hidroklorida dalam Obat Tradisional sediaan padat secara KLT, Spektrofotodensitometri, Spektrofotometri dan KCKT PDA

3. Pustaka

MA PPOM No. 19/OT/14 (KLT, Spektrofotodensitometri), 36/OT/92 (Spektrofotometri), 20/OT/14 (KCKT PDA)

4. Prosedur

4.1 Penyiapan Larutan Uji

Penetapan bobot rata-rata terlebih dahulu dilakukan terhadap minimal 10 bungkus/kapsul/tablet. Sejumlah obat tradisional dihomogenkan kemudian ditimbang saksama setara dengan satu atau dua dosis, dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL, ditambah 40 mL air, diasamkan dengan larutan asam klorida 3N sampai pH 1-2, lalu dikocok selama 30 menit, kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL, kemudian diekstraksi 3 kali, tiap kali dengan 50 mL kloroform. Ekstrak kloroform dikumpulkan, kemudian diuapkan di atas tangas air sampai kering. Ekstrak kering dilarutkan dengan metanol hingga 5,0 mL (A).

4.2 Penyiapan Larutan Baku

Timbang saksama sejumlah 10 mg baku Papaverin Hidroklorida dan dimasukkan ke dalam labu tentukur 5 mL, kemudian ditambahkan 2 mL metanol, disonikasi hingga larut, dan diencerkan sampai tanda (B).

4.3 Penyiapan Larutan *Spiked Sample*

Dengan cara yang sama seperti pada penyiapan larutan uji, diekstraksi satu dosis sampel yang ditambah sejumlah 10 mg baku Papaverin Hidroklorida yang ditimbang seksama (C).

Disiapkan oleh:  Wiwiet Yuniati, S.Si., Apt	Diverifikasi oleh :  Puji Astuti, S.Farm. Penyelia	Disahkan oleh :  Dra. Ami Damilah, Apt Manajer Teknis
--	--	---

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LAB OBAT TRADISIONAL	No Dokumen	: IKLOT 02-30/BBPOM BDG/03
	Terbitan/Revisi	: 2/2
	Tanggal terbit	: 22 Juni 2016
IDENTIFIKASI PAPAVERIN HIDROKLORIDA	Halaman	: 2 dari 3
	Setuju diterbitkan	: Manajer Mutu

ASLI

4.4 Identifikasi secara Kromatografi Lapis Tipis

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

- Fase diam : Silika gel 60 F₂₅₄
- Fase gerak : Eluen A : Toluena : Dietilamin (90 : 10)
Eluen B : Kloroform : Dietilamin (90 : 10)
Eluen C : Sikloheksana : Kloroform : Dietilamin (20 : 70 : 10)
- Volume penotolan : Masing-masing ±10 µL (otomatis), ±50 µL (manual)
- Penampak bercak : Cahaya ultraviolet 254 nm atau alat visualizer
- Eluasi :

	Otomatis	Manual
Jarak rambat	7.5 cm	15 cm
Waktu penjuanan	20 menit	Deteksi dengan kertas saring
Waktu pengeringan	5 menit	Suhu ruang

Bercak diamati dan direkam. Bercak yang sejajar dengan larutan baku, kemudian dihitung nilai R_f masing-masing.

4.5 Identifikasi secara Spektrofotodensitometri

Lempeng KLT hasil eluasi diamati profil spektrum dan panjang gelombang serapannya dengan menggunakan alat *TLC Scanner* dengan spesifikasi sebagai berikut :

- Slit dimensions* : 4.00 x 0.30 mm, Macro atau disesuaikan
- Scanning speed* : 40 mm/s atau disesuaikan
- Data resolution* : 100 µm/step
- Lamp* : D2
- Wavelength* : 200 – 400 nm

Profil spektrum dan panjang gelombang serapan maksimum direkam

4.6 Identifikasi secara Spektrofotometri

Bercak baku dan senyawa yang mempunyai R_f sama ditandai dan dikerok. Hasil kerokan dikocok secara terpisah dengan HCl 1N dan disaring. Papaverin Hidroklorida akan memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang kurang lebih 250 nm, 284 dan 310 nm.

BBPOM DI BANDUNG INSTRUKSI KERJA LAB OBAT TRADISIONAL	No Dokumen	: IKLOT 02-30/BBPOM BDG/03
	Terbitan/Revisi	: 2/2
	Tanggal terbit	: 22 Juni 2016
IDENTIFIKASI PAPAVÉRIN HIDROKLORIDA	Halaman	: 3 dari 3
	Setuju diterbitkan	: Manajer Mutu

ASLI

4.7 Identifikasi secara KCKT PDA

Lempeng KLT yang memberikan hasil eluasi terbaik, dilanjutkan ke KCKT. Bercak yang sejajar dengan bercak baku dan *spiked sample* dikerok dan dilarutkan dalam 3 mL metanol. Larutan tersebut disaring dengan menggunakan penyaring membrane, selanjutnya larutan-larutan tersebut dan pelarut disuntikkan secara terpisah ke dalam alat KCKT dengan kondisi sebagai berikut :

Kolom : C18

Fase Gerak : Air : Asetonitril (60 : 40)

Laju Alir : 0,8 mL/menit atau disesuaikan

Volume Penyuntikan : 20 µL

Detektor : PDA pada panjang gelombang 200 – 400 nm, kromatogram pada panjang gelombang 238 nm

Kromatogram diamati dan direkam untuk waktu retensi, panjang gelombang maksimum, dan profil spektrumnya.

Persyaratan

Obat tradisional tidak boleh mengandung Papaverin Hidroklorida

5. Dokumen Terkait

LCP-K-02, K-13, K-15, K-16

6. Riwayat Perubahan

Terb/Rev	Perubahan	Tanggal Efektif
2/2	Mengganti acuan untuk metode KLT dan menambahkan metode Spektrofotodensitometri (19/OT/14), KCKT PDA (20/OT/14)	22 Juni 2016