BBPOM DI BANDUNG	No. Dokumen	: 6.5/POB 12/BBPOM BDG/18
PROSEDUR OPERASIONAL BAKU	Terbitan/ Revisi	: 1 / 1
	Tanggal Terbit	: 7 Oktober 2019
PEMBUATAN BAKU KERJA	Halaman	: 1 dari 6
	Setuju diterbitkan	: Tim Mutu

ASLI

1. TUJUAN

Untuk menjamin validitas dan ketertelusuran Baku Kerja (*working standard*) dan Larutan Baku Kerja.

2. RUANG LINGKUP

Prosedur ini digunakan untuk melakukan pembuatan, penanganan dan penyimpanan baku kerja dan larutan baku kerja di Laboratorium Pengujian Balai Besar POM di Bandung.

Baku Kerja adalah baku pembanding yang dibuat dengan cara menstandarisasi dari baku pembanding primer

Larutan Baku Kerja adalah larutan baku yang dibuat dengan cara mengencerkan dari larutan baku induk atau larutan baku.

3. ACUAN

ISO/ IEC 17025:2017

Prosedur Teknis Jaminan Mutu BBPOM di Bandung No. Dokumen : 7.7/PTJM-01/BBPOM BDG/18 tentang Jaminan Mutu Hasil Pengujian.

4. PROSEDUR

4.1. Baku Kerja (Working Standard)

Pembuatan baku kerja dilakukan dengan melakukan uji pemerian, uji identifikasi, uji kemurnian (susut pengeringan atau kadar air dan senyawa sejenis) dan uji penetapan kadar sebagai berikut :

4.1.1. PEMERIAN

Lakukan pemerian sesuai dengan bahan baku yang akan diuji (lihat bentuk, warna, bau dan konsistensi).

Disiapkan oleh:	Diverifikasi/ Disahkan oleh :
Tri Winarsih Nuryani, S.Si., Apt	Leni Maryati, Apt., M.Si. Kepala Seksi Pengujian Kimia

Dokumen ini tidak dikendalikan jika diunduh / Uncontrolled when downloaded

ASLI

4.1.2. **UJI IDENTIFIKASI**

Uji identifikasi dilakukan sesuai dengan monografi dari masing-masing bahan baku. Jika dalam monografi seharusnya menggunakan spektrofotometri infra merah tetapi tidak dapat dilakukan dengan metode ini, maka dilakukan dengan metode lain minimal dua metode, yaitu Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan Spektrofotometri UV/Vis atau dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT).

4.1.3. **UJI KEMURNIAN**

1) Uji Susut Pengeringan atau Kadar Air

   Uji susut pengeringan atau kadar air dilakukan sesuai dengan monografi bahan baku yang akan dibuat baku kerja.

2) Uji Senyawa Sejenis

   Uji senyawa sejenis dilakukan sesuai dengan monografi bahan baku yang akan dibuat baku kerja.

Catatan : uji senyawa sejenis dilakukan jika memiliki baku pembanding senyawa sejenisnya.

4.1.4. **UJI PENETAPAN KADAR**

Uji penetapan kadar dilakukan sesuai dengan monografi bahan baku yang akan dibuat baku kerja. Apabila menggunakan KCKT atau spektrofotometri, adapun metode pengujiannya adalah sebagai berikut :

1) Spesifisitas
   - Buat larutan uji dengan konsentrasi 100%
   - Suntikkan pelarut dan larutan uji secara terpisah
2) Linearitas
   - Buat larutan stok (satu kali penimbangan) dari baku kerja dengan konsentrasi larutan 50%, 60%, 70%, 80%, 90%, 100%, 110%, 120%, 130%, 140% dan 150%.
   - Suntikkan masing-masing konsentrasi minimal dua kali atau lebih.
   - Hitung SBR dan persamaan regresi.
   - Syarat : SBR ≤ 2.0% dan nilai R ≥ 0.995

Dokumen ini tidak dikendalikan jika diunduh / Uncontrolled when downloaded

ASLI

3) Akurasi

Larutan A (Larutan Baku)

- Dibuat larutan baku primer dengan tiga konsentrasi (tiga kali penimbangan), yaitu konsentrasi 80%, 100% dan 120%.
- Suntikkan masing-masing konsentrasi minimal dua kali atau lebih.
- Hitung SBR (Syarat : SBR ≤ 2.0%)

Larutan B

- Suntikkan larutan baku kerja dengan konsentrasi 100% minimal dua kali atau lebih.
- Hitung SBR (Syarat : SBR ≤ 2.0%)
- Buat persamaan garis y = bx + a
- Perhitungan :

$$X_2 = \frac{y-a}{b}$$

$$Kadar\ Larutan\ B = \frac{X_2}{X} \times nb$$

$$Akurasi = \frac{(nb - nh)}{nb} \times 100\%\ , syarat\ akurasi \leq 2\ \%$$

Keterangan :

nb = Kadar baku primer pada etiket/sertifikat

nh = Kadar baku kerja

4) Homogenitas

Presisi Sistem

- Suntikkan larutan baku primer 100% sebanyak 6 kali (UKS)
- Hitung SBR

Presisi Metode

- Dilakukan dua kali penetapan kadar dengan mengambil secukupnya baku kerja ke dalam 10 vial.
  a. Penetapan kadar pertama

Dokumen ini tidak dikendalikan jika diunduh / Uncontrolled when downloaded

ASLI

- Dibuat larutan baku primer dengan kadar 100%, lalu disuntikkan sebanyak enam kali.
- Dari 5 vial pertama baku kerja masing-masing ditimbang duplo dengan kadar masing-masing 100%, lalu disuntikkan masing-masing sebanyak minimal dua kali.

b. Penetapan kadar kedua : dilakukan seperti pada penetapan kadar pertama.

c. Hitung SBR masing-masing penetapan kadar dengan syarat ≤ 2.0%.

d. Hitung rata-rata kadar dan SBR dari dua penetapan kadar tersebut.

4.1.5. **PENGEMASAN**

Baku kerja yang sudah ditetapkan kadarnya diambil ± 200 mg dan dimasukkan ke dalam vial dalam kondisi dituutp rapat dan disimpan di dalam eksikator atau dalam ruangan terkendali. Selanjutnya dipergunakan sebagai baku stok. Sisa baku kerja yang berada dalam kemasan asli ditutup rapat dan disimpan di ruangan terkendali, digunakan sebagai baku persediaan.

4.1.6. **PELABELAN**

Pada label tertera logo Badan POM, tulisan Balai Besar POM Bandung, nomor kontrol, kadar baku kerja, kadar air atau susut pengeringan dan alamat Balai Besar POM Bandung.

Contoh nomor kontrol baku kerja : T4/10/13

T : Inisial baku kerja yang telah ditetapkan kadarnya

4 : Urutan nomor baku kerja yang ditetapkan kadarnya

10 : Bulan dilakukannya penetapan kadar

13 : Tahun dilakukannya penetapan kadar

CATATAN :

a. Hitung ketidakpastian dari masing-masing penetapan kadar dan dari kadar air atau susut pengeringan.

Dokumen ini tidak dikendalikan jika diunduh / Uncontrolled when downloaded

ASLI

b. Untuk baku kerja yang sudah lebih dari 5 tahun, jika jumlah yang tersisa memungkinkan harus dilakukan uji ulang, yaitu :
   - Uji kemurnian menggunakan metode KLT atau KCKT
   - Uji Penetapan Kadar

c. Sebagai perbandingan lihat sertifikat Analisis BBP PPOMN

d. Jika tidak memungkinkan jumlah baku kerja yang akan dibakukan sesuai dengan prosedur di atas maka ditimbang sebanyak enam kali penimbangan dan dibandingkan terhadap dua penimbangan baku.

4.2. Larutan Baku Kerja

4.2.1. Baku Kerja yang dapat dibuat di laboratorium adalah baku yang frekuensi penggunaannya tinggi dan bersifat stabil.

4.2.2. Buat Baku kerja dari bahan baku pembanding primer yang memiliki ketertelusuran kepada standard di atasnya (memiliki sertifikat bahan baku pembanding)

4.2.3. Buat baku kerja secukupnya dan tempatkan pada wadah yang sesuai, beri identitas pada wadah yang mencakup minimal informasi sebagai berikut :
   1) Nama Baku Kerja
   2) No. Sertifikat Baku Primer
   3) Kadar Baku Kerja
   4) Tanggal Pembuatan
   5) Nama Pembuat

4.2.4. Data pembuatan baku kerja didokumentasikan pada buku pembuatan baku kerja.

4.2.5. Simpan Baku Kerja pada tempat sesuai dengan tata cara penyimpanan baku primer, kecuali dinyatakan lain dalam sertifikat

4.2.6. Apabila akan digunakan, lakukan pengecekan secara visual. Apabila terjadi perubahan secara fisik (warna, bau, konsistensi) maka baku kerja tidak boleh digunakan. Lakukan pemusnahan sesuai prosedur pemusnahan limbah

Dokumen ini tidak dikendalikan jika diunduh / Uncontrolled when downloaded

ASLI

5. RIWAYAT PERUBAHAN

Terb/Rev	Perubahan	Tanggal Efektif
1/1	– Poin 4 PERALATAN : ditambah alat electronic melting point dan spektrofotometer infra merah – Poin 5.3 UJI SUSUT PENGERINGAN : diganti dan disesuaikan – Poin 5.5 UJI PENETAPAN KADAR : diganti menjadi poin 5.4 dan disesuaikan – Menambahkan Poin 5.5 PENGEMASAN – Menambahkan Poin 5.6 PELABELAN – Menambahkan Poin 6 RIWAYAT PERUBAHAN	19 September 2013
1/0	– Mengubah penomoran sesuai klausul ISO 17025:2017	19 Oktober 2018
1/1	– Perubahan tujuan dan ruang lingkup – Penambahan prosedur pembuatan larutan baku kerja	7 Oktober 2019

Dokumen ini tidak dikendalikan jika diunduh / Uncontrolled when downloaded