



Tabel 4. 1. Optimasi Konsentrasi Dapar Natrium Dihidrogen Fosfat

Parameter	Konsentrasi Dapar Natrium Dihidrogen Fosfat (Glimepirida)		
	6 mM	8 mM	10 mM
Waktu Retensi (menit)	11,18767	12,47833	10,38533
Area ($\mu\text{V.s}$)	291506,33	305140,66	279972,66
Faktor Ikutan (T_f)	0,96	0,94	0,98
Pelat Teoritis (N)	5174	4802,66	5314,66
HETP	28,99	31,29	28,252
Parameter	Konsentrasi Dapar Natrium Dihidrogen Fosfat (Glipizida)		
	6 mM	8 mM	10 mM
Waktu Retensi (menit)	3,819	3,870333	3,563667
Area ($\mu\text{V.s}$)	586064	584744,33	565853
Faktor Ikutan (T_f)	0,92	0,90	0,94
Pelat Teoritis (N)	2250,33	2161	2318
HETP	66,68	69,42	64,78

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μm ; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 2. Optimasi pH Dapar Natrium Dihidrogen Fosfat

Parameter	pH Dapar Natrium Dihidrogen Fosfat (Glimepirida)		
	pH 3,0	pH 3,5	pH 4,0
Waktu Retensi (menit)	10,6183	11,4237	10,3253
Area ($\mu\text{V.s}$)	285793	281951	285987
Faktor Ikutan (T_f)	0,99	0,96	0,98
Pelat Teoritis (N)	5482,67	5224,67	5368
HETP	27,41	28,73	27,98

Parameter	pH Dapar Natrium Dihidrogen Fosfat (Glipizida)		
	pH 3,0	pH 3,5	pH 4,0
Waktu Retensi (menit)	3,62433	3,80767	3,54933
Area ($\mu\text{V.s}$)	607454	564399	574347
Faktor Ikutan (T_f)	0,96	0,92	0,95
Pelat Teoritis (N)	2211,67	2233,67	2339,67
HETP	68,46	67,16	64,18

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu, $5\ \mu\text{m}$, $150 \times 4,6\ \text{mm}$); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 3. Optimasi Komposisi Fase Gerak

Parameter	Komposisi Fase Gerak (Glimepirida)		
	40:60	50:50	60:40
Waktu Retensi (menit)	13,6673	10,392	5,204
Area ($\mu\text{V.s}$)	334245	290206	286314
Faktor Ikutan (T_f)	0,93	0,99	1,05
Pelat Teoritis (N)	684,33	5490,33	4252,67
HETP	219,64	27,36	35,00

Parameter	Komposisi Fase Gerak (Glipizida)		
	40:60	50:50	60:40
Waktu Retensi (menit)	6,860333	3,562333	2,529
Area ($\mu\text{V.s}$)	447231,7	587094	582631
Faktor Ikutan (T_f)	0,83	0,96	1,07
Pelat Teoritis (N)	3031,33	2365,66	2221
HETP	49,54	62,85	67,54

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu, $5\ \mu\text{m}$, $150 \times 4,6\ \text{mm}$); Elusi Isokratik; Laju alir $1\text{mL}/\text{menit}$; Detektor *UltraViolet* 228nm ; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan $20\ \mu\text{L}$; Konsentrasi Glimepirida $10\mu\text{g}/\text{mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida $10\mu\text{g}/\text{mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 4. Optimasi Laju Alir

Parameter	Laju Alir (Glimepirida)		
	0,9 mL/menit	1,0mL/menit	1,1mL/menit
Waktu Retensi (menit)	11.478	10,372	9,501333
Area (μ V.s)	321093.7	306567	316302,7
Faktor Ikutan (T_f)	0,97	1,00	1,02
Pelat Teoritis (N)	5387	5519,33	5658,333
HETP	27,84	27,17	26,52

Parameter	Laju Alir (Glipizida)		
	0,9 mL/menit	1,0mL/menit	1,1mL/menit
Waktu Retensi (menit)	3,940333	3,555667	3,248333
Area (μ V.s)	653677,3	623712,7	64543,7
Faktor Ikutan (T_f)	0,93	0,97	0,99
Pelat Teoritis (N)	2319,667	2391,333	2488,667
HETP	64,66	62,73	60,32

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 5. Uji Kesesuaian Sistem

Data	Area/Luas Puncak		Waktu retensi (menit)	
	GLM	GLP	GLM	GLP
1	309904.000	454406.000	10.567	3.589
2	326000.000	482987.000	10.589	3.593
3	316473.000	472542.000	10.663	3.618
4	308636.000	456327.000	10.653	3.613
5	316613.000	470796.000	10.673	3.618
Rata-rata	315525.200	467411.600	10.629	3.606
SD	6178.382	10599.367	0.043	0.013
%KV	1.958	2.289	0.350	2.289

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 6. Optimasi Volume Penotolan

Volume Penotolan (μ L)	Area (μ V.s)		Waktu retensi (menit)	
	GLM	GLP	GLM	GLP
20	61349.5	316284	10.4595	3.5715
30	103481.5	352047	10.4125	3.55
50	161247	315137.5	10.4075	3.536

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 7. Optimasi Volume Larutan Pengekstraksi

Volume Larutan Pengekstraksi (μL)	Area ($\mu\text{V.s}$)		Waktu retensi (menit)	
	GLM	GLP	GLM	GLP
100	83691.5	544591	10.422	3.5615
200	60892	407590	10.4542	3.573
500	33038.5	222996	10.3945	3.5785

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μm ; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 8. Optimasi Waktu Vortex

Waktu Vortex (menit)	Area ($\mu\text{V.s}$)		Waktu retensi (menit)	
	GLM	GLP	GLM	GLP
0,5	104544	641848	10.352	3.5325
1,0	103357	655153	10.3635	3.534
1,5	99494	663073	10.354	3.5335

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μm ; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 9. Optimasi Waktu Sonikasi

Waktu Sonikasi (menit)	Area ($\mu\text{V.s}$)		Waktu retensi (menit)	
	GLM	GLP	GLM	GLP
10	97152.5	650299	10.472	3.5665
15	96802.5	650299	10.481	3.5665
20	101951	685651	10.3995	3.5565

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μm ; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitri (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 10. Optimasi Waktu Sentrifugasi

Waktu Sentrifugasi (menit)	Area ($\mu\text{V.s}$)		Waktu retensi (menit)	
	GLM	GLP	GLM	GLP
15	90736.5	725715	10.5175	3.5595
20	100080	730454	10.443	3.556
25	87342	741727	10.381	3.538

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μm ; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitri (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 11. Data hasil penentuan LLOQ pada glimepirida

Konsentrasi sebenarnya ($\mu\text{g/mL}$)	Area ($\mu\text{V.s}$)			Konsentrasi terukur				
	Analit (GLM)	Baku Dalam (GLP)	PAR	Konsentra si terukur ($\mu\text{L/mL}$)	Rata- rata	SD	KV (%)	%diff
0.10	2882	648014	0.0044	0.12	0.11	0.01	6.12	15.34
	2880	652315	0.0044	0.11				10.78
	2908	662062	0.0044	0.11				7.58
	2895	665975	0.0043	0.10				1.20
	2919	673157	0.0043	0.10				-0.31
0.05	9367	696633	0.0134	1.38	1.35	0.11	8.02	2663.40
	8480	686103	0.0124	1.23				2357.62
	9163	673463	0.0136	1.40				2708.35
	9014	633789	0.0142	1.49				2881.90
	7809	621594	0.0126	1.26				2414.81

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μm ; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3.5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 12. Data kurva kalibrasi glimepirida

Konsentrasi sebenarnya ($\mu\text{g/mL}$)	Area ($\mu\text{V.s}$)		PAR	Konsentrasi terukur ($\mu\text{L/mL}$)	%diff
	Analit	Baku dalam (glipizida)			
0.10	2576.33	583420	0.0044	0.11	14.68
0.50	4473.33	595416	0.0075	0.55	9.35
1.00	6409.66	573743.33	0.0112	1.06	6.16
5.00	24909.3	615464	0.0405	5.19	3.70

10.00	45464.7	589616	0.0771	10.34	3.41
20.00	80828.7	580330	0.1393	19.09	-4.55
50.00	224757	622801	0.3609	50.28	0.55

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 13. Data kurva kalibrasi antahari (replika)

Konsentrasi (μ g/mL)	0,10	0,50	1,00	5,00	10,00	20,00	50,00	Slope (b)	Intercept (a)	R
Replika	Konsentrasi terukur (μ L/mL)									
1	0,12	0,57	1,07	5,18	10,30	19,18	50,55	0,0071	0,0035	0,9997
2	0,11	0,56	1,07	5,19	10,41	19,28	51,08	0,0072	0,0033	0,9997
3	0,11	0,57	1,04	5,18	10,32	18,88	49,14	0,0069	0,0044	0,9997
Rata-rata	0,11	0,55	1,06	5,19	10,34	19,09	50,28			

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 14. Data hasil uji selektivitas glimepirida

Konsentrasi sebenarnya (μ L/mL)	DBS	Area (μ V.s)		Interferensi (%)
		Analit	Blanko	
	A	8212	0	0
		9126	0	0
	B	8325	0	0

0,1

		8289	0	0
C		8048	0	0
		8203	0	0
D		8217	0	0
		8021	0	0
E		9109	0	0
		7968	0	0
F		8540	0	0
		8631	0	0

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu, 5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 15. Data hasil uji selektivitas glipizida

Konsentrasi sebenarnya (μ L/mL)	DBS	Area (μ V.s)		Interferensi (%)
		Analit	Blanko	
0,1	A	598738	2207	0.37
		674073	2598	0.39
	B	640023	3044	0.48
		639086	2675	0.42
	C	620169	2431	0.39
		639052	3194	0.50
	D	623461	3995	0.64
		614420	5469	0.89
	E	674999	1008	0.15
		589005	3384	0.57
	F	709990	3220	0.45

702810

3449

0.49

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μm ; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 16. Data hasil uji akurasi dan presisi *with-in* run glimepirida

Konsentrasi sebenarnya ($\mu\text{L/mL}$)	Area ($\mu\text{V.s}$)		Konsentrasi terukur					
	Analit	Baku dalam (glipizida)	PAR	Konsent rasi terukur ($\mu\text{L/mL}$)	Rata-rata	SD	KV (%)	%diff
0.10	2543	594408	0.0043	0.12	0.12	0.00	1.82	15.42
	2185	507974	0.0043	0.12				18.67
	2232	523429	0.0043	0.11				13.46
	2648	616237	0.0043	0.12				18.06
	2190	510376	0.0043	0.12				17.20
0.30	3819	664452	0.0057	0.32	0.33	0.01	2.57	7.01
	3381	584478	0.0058	0.33				8.74
	4052	698555	0.0058	0.33				9.48
	3863	655984	0.0059	0.34				13.60
	3489	593742	0.0059	0.34				13.01
25.00	126014	623220	0.2022	27.81	27.66	0.48	1.74	11.24
	107584	531177	0.2025	27.86				11.43
	122258	626605	0.1951	26.82				7.27
	116435	571444	0.2038	28.03				12.11
	120083	593788	0.2022	27.81				11.25
37.50	165052	548032	0.3012	41.66	41.89	0.24	0.58	11.09

193561	635437	0.3046	42.14	12.37
175457	583405	0.3007	41.60	10.93
182108	599266	0.3039	42.04	12.10
194387	640277	0.3036	42.00	11.99

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 17. Data hasil uji akurasi dan presisi *between-run* glimepirida

Konsentrasi sebenarnya (μ L/mL)	Area (μ Ws)			Konsentrasi terukur				
	Analit	Baku dalam (glipizida)	PAR	Konsent rasi terukur (μ L/mL)	Rata-rata	SD	KV (%)	%diff
0.10	2529	591150	0.0043	0.12	0.11	0.00	2.02	15.41
	2518	586745	0.0043	0.12				17.28
	2387	560400	0.0043	0.11				12.80
	2512	590564	0.0043	0.11				11.97
	2540	592576	0.0043	0.12				16.56
0.30	3543	603390	0.0059	0.34	0.34	0.00	0.87	12.80
	4056	691883	0.0059	0.34				12.36
	3690	631998	0.0058	0.33				11.25
	3676	623602	0.0059	0.34				13.87
	3526	602276	0.0059	0.34				11.99
25.00	119089	596476	0.1997	27.45	27.32	0.21	0.77	9.81
	112399	572101	0.1965	27.01				8.03
	119262	596666	0.1999	27.48				9.94

	128135	647721	0.1978	27.20				8.79
	119843	600323	0.1996	27.45				9.80
	195011	661248	0.2949	40.78				8.75
	184220	635095	0.2901	40.10				6.94
37.50	211353	714841	0.2957	40.89	40.63	0.32	0.78	9.03
	198530	672659	0.2951	40.81				8.84
	201581	687414	0.2932	40.55				8.13

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 18. Data hasil uji akurasi dan presisi *between-run* ke-2 glimepirida

Konsentrasi sebenarnya (μ L/mL)	Area (μ V/s)		Konsentrasi terukur					%diff
	Analit	Baku dalam (glipizida)	PAR	Konsent rasi terukur (μ L/mL)	Rata-rata	SD	KV (%)	
0.10	2264	528810	0.0043	0.12				15.86
	2655	623508	0.0043	0.11				12.62
	2610	611002	0.0043	0.11	0.12	0.00	1.90	14.51
	2229	520327	0.0043	0.12				16.21
	2459	571787	0.0043	0.12				18.55
0.30	3452	589661	0.0059	0.34				11.98
	3600	616336	0.0058	0.33				11.36
	3908	664012	0.0059	0.34	0.34	0.00	0.87	13.44
	3538	600647	0.0059	0.34				13.66
	3627	618712	0.0059	0.34				12.35

25.00	126976	615847	0.2062	28.37	28.23	0.30	1.08	13.47
	122870	595625	0.2063	28.38				13.52
	111234	552080	0.2015	27.71				10.83
	123914	603687	0.2053	28.24				12.95
	115581	558647	0.2069	28.47				13.86
37.50	184438	598899	0.3080	42.61	42.45	0.28	0.65	13.62
	198992	647210	0.3075	42.54				13.43
	183252	595057	0.3080	42.61				13.62
	198184	644795	0.3074	42.52				13.40
	186612	615204	0.3033	41.96				11.89

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 19. Data hasil uji carry-over glimepirida

No.	Area DBS blanko (μ V.s)	Area ULOQ (μ V.s)	Carry-over (%)
1	0	8212	0.0000
2	0	8217	0.0000
3	0	8325	0.0000
4	0	8203	0.0000
5	0	8289	0.0000

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 20. Data hasil uji *carry-over* glipizida

No.	Area plasma blanko ($\mu\text{V/s}$)	Area ULOQ ($\mu\text{V/s}$)	<i>Carry-over</i> (%)
1	3038	598738	0.5074
2	2407	623461	0.3861
3	1093	640023	0.1708
4	1182	639052	0.1850
5	3129	639086	0.4896

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu, 5 μm ; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 21. Data hasil uji integritas pengenceran glimepirida

Konsentrasi sebenarnya ($\mu\text{L/mL}$)	Area Analit	Area Baku Dalam	FAR	Konsentrasi terukur ($\mu\text{L/mL}$)	Konsentrasi terukur Rata-rata	SD	KV (%)	%diff
75.00	284122	509880	0.5572	80.86	79.91	2.84	3.56	7.81
	334689	597249	0.5604	81.32				8.43
	355545	629964	0.5644	81.91				9.21
	320082	576527	0.5552	80.56				7.41
	334885	648174	0.5167	74.91				-0.12
37.50	143061	553384	0.2585	37.06	37.20	0.34	0.92	-1.17
	169265	658808	0.2569	36.83				-1.80
	160183	614628	0.2606	37.37				-0.35
	163533	621900	0.2630	37.71				0.56

	158436	612867	0.2585	37.06				-1.17
	92229	729173	0.1265	17.70				-5.60
	71188	604372	0.1178	16.43				-12.40
18.75	86300	729755	0.1183	16.49	16.89	0.65	3.84	-12.03
	83248	665543	0.1251	17.50				-6.69
	87117	742840	0.1173	16.35				-12.80

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 22. Data hasil uji perolehan kembali glimepirida

Konsentrasi sebenarnya (μ L/mL)	Area (μ V/s)		% UPK	Rata- rata UPK	SD	KV (%)
	Tanpa ekstraksi	Dengan ekstraksi				
0,30	2652	2229	84,05	89,63	5,37	5,99
	2431	2190	90,09			
	2306	2185	94,75			
25,00	131902	116435	88,27	94,61	5,91	6,25
	112560	107584	95,58			
	112426	112399	99,98			
37,50	181314	165052	91,03	91,14	4,76	5,23
	210690	182108	86,43			
	182845	175457	95,96			

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 23. Data hasil uji perolehan kembali glipizida

Konsentrasi sebenarnya ($\mu\text{L/mL}$)	Area ($\mu\text{V/s}$)		% UPK	Rata- rata UPK	SD	KV (%)
	Tanpa ekstraksi	Dengan ekstraksi				
25,00	647480	571444	88.26	91,12	2,49	2,73
	574694	531177	92.43			
	617258	572101	92.68			

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μm ; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH (3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 24. Data hasil uji stabilitas larutan induk glimepirida jangka pendek pada suhu ruang/kamar 25°C selama 24 jam

Jam	Area GLM	Rata-rata area	SD	KV (%)	%diff
0	324918	318917.00	5198.15	1.63	
	315808				
	316025				
6	330994	339243.67	7144.69	2.11	3.79
	343430				7.69
	343307				7.65
24	343228	336077.67	8288.55	2.47	7.62
	326993				2.53
	338012				5.99

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μm ; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium

Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 25. Data hasil uji stabilitas larutan induk glipizida jangka pendek pada suhu ruang/kamar 25°C selama 24 jam

Jam	Area GLP	Rata-rata area	SD	KV (%)	%diff
0	472899	465593.67	6327.15	1.36	
	461858				
	462024				
6	479510	483543.00	3523.70	0.73	2.99
	485093				4.19
	486026				4.39
24	487528	487706.67	503.37	0.10	4.71
	487317				4.67
	488275				4.87

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu) 5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor Ultra Violet 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 26. Data hasil uji stabilitas larutan induk glimepirida jangka panjang pada suhu 4°C selama 30 hari

Jam	Area Analit	Rata-rata area	SD	KV (%)	%diff
0	324918	318917	5198.15	1.63	

	315808				
	316025				
15	333720	333776.3333	1448.32	0.43	4.64
	332357				4.21
	335252				5.12
30	325735	326001.3333	2751.19	0.84	2.14
	323393				1.40
	328876				3.12

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 27. Data hasil uji stabilitas larutan induk glipizida jangka panjang pada suhu 4°C selama 30 hari

Jam	Area Analit	Rata-rata area	SD	KV (%)	%diff
0	472899	465593.6667	6327.149	1.36	
	461858				
	462024				
15	441673	443261	2371.483	0.54	-5.14
	445987				-4.21
	442123				-5.04
30	450716	449619.6667	1392.409	0.31	-3.20
	450090				-3.33
	448053				-3.77

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L;

Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 28. Data hasil uji stabilitas jangka pendek glimepirida pada suhu kamar/ruang 25°C jam ke-0

Konsentrasi sebenarnya (μ L/mL)	Area		PAR	Konsentrasi terukur				
	Analit	Baku dalam (glipizida)		Konsentrasi terukur (μ L/mL)	Rata- rata	SD	KV (%)	%diff
0.30	4139	701024	0.0059	0.32				6.78
	4199	708285	0.0059	0.32	0.32	0.01	2.77	7.92
	3781	650753	0.0058	0.31				2.37
37.50	162508	552976	0.2939	40.85				8.92
	170664	564019	0.3026	42.07	41.55	0.63	1.53	12.19
	197166	656671	0.3003	41.74				11.32

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 29. Data hasil uji stabilitas jangka pendek glimepirida pada suhu kamar/ruang 25°C jam ke-6

Konsentrasi sebenarnya (μ L/mL)	Area		PAR	Konsentrasi terukur				
	Analit	Baku dalam (glipizida)		Konsentrasi terukur (μ L/mL)	Rata- rata	SD	KV (%)	%diff
0.30	3769	623468	0.0060	0.34				13.40
	4072	675688	0.0060	0.34	0.34	0.00	0.51	12.52

	4698	776610	0.0060	0.34				13.59
	170786	564641	0.3025	42.06				12.15
37.50	179925	590341	0.3048	42.38	41.98	0.44	1.05	13.02
	201263	674011	0.2986	41.51				10.70

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 30. Data hasil uji stabilitas jangka pendek glimepirida pada suhu kamar/ruang 25°C jam ke-24

Konsentrasi sebenarnya (μ L/mL)	Area		Konsentrasi terukur					
	Analit	Baku dalam (glipizida)	PAR	Konsentrasi terukur (μ L/mL)	Rata-rata	SD	KV (%)	%diff
0.30	4320	717036	0.0060	0.34				12.44
	4474	738833	0.0061	0.34	0.34	0.01	1.82	13.88
	4102	687115	0.0060	0.33				9.86
37.50	161172	545852	0.2953	41.04				9.44
	179522	594507	0.3020	41.98	41.66	0.54	1.29	11.96
	199633	661402	0.3018	41.97				11.91

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 31. Data hasil uji stabilitas jangka panjang glimepirida pada suhu 25°C hari ke-0

Konsentrasi sebenarnya ($\mu\text{L/mL}$)	Area		PAR	Konsentrasi terukur				
	Analit	Baku dalam (glipizida)		Konsentrasi terukur ($\mu\text{L/mL}$)	Rata-rata	SD	KV (%)	%diff
0.30	4139	701024	0.0059	0.32				6.78
	4199	708285	0.0059	0.32	0.32	0.01	2.77	7.92
	3781	650753	0.0058	0.31				2.37
37.50	162508	552976	0.2939	40.85				8.92
	170664	564019	0.3026	42.07	41.55	0.63	1.53	12.19
	197166	656671	0.3003	41.74				11.32

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μm , 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μL ; Konsentrasi Glimepirida 10 $\mu\text{g/mL}$; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 $\mu\text{g/mL}$; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 32. Data hasil uji stabilitas jangka panjang glimepirida pada suhu 25°C hari ke-15

Konsentrasi sebenarnya ($\mu\text{L/mL}$)	Area		PAR	Konsentrasi terukur				
	Analit	Baku dalam (glipizida)		Konsentrasi terukur ($\mu\text{L/mL}$)	Rata-rata	SD	KV (%)	%diff
0.30	4389	735783	0.0060	0.33				9.64
	3851	641824	0.0060	0.33	0.33	0.00	0.74	11.28
	4193	700631	0.0060	0.33				10.55
37.50	143012	564417	0.2534	35.15				-6.27
	159979	629019	0.2543	35.28	35.36	0.27	0.75	-5.92

167717	652525	0.2570	35.66	-4.91
--------	--------	--------	-------	-------

Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

Tabel 4. 33. Data hasil uji stabilitas jangka pangka glimepiride pada suhu 25 °C hari ke-30

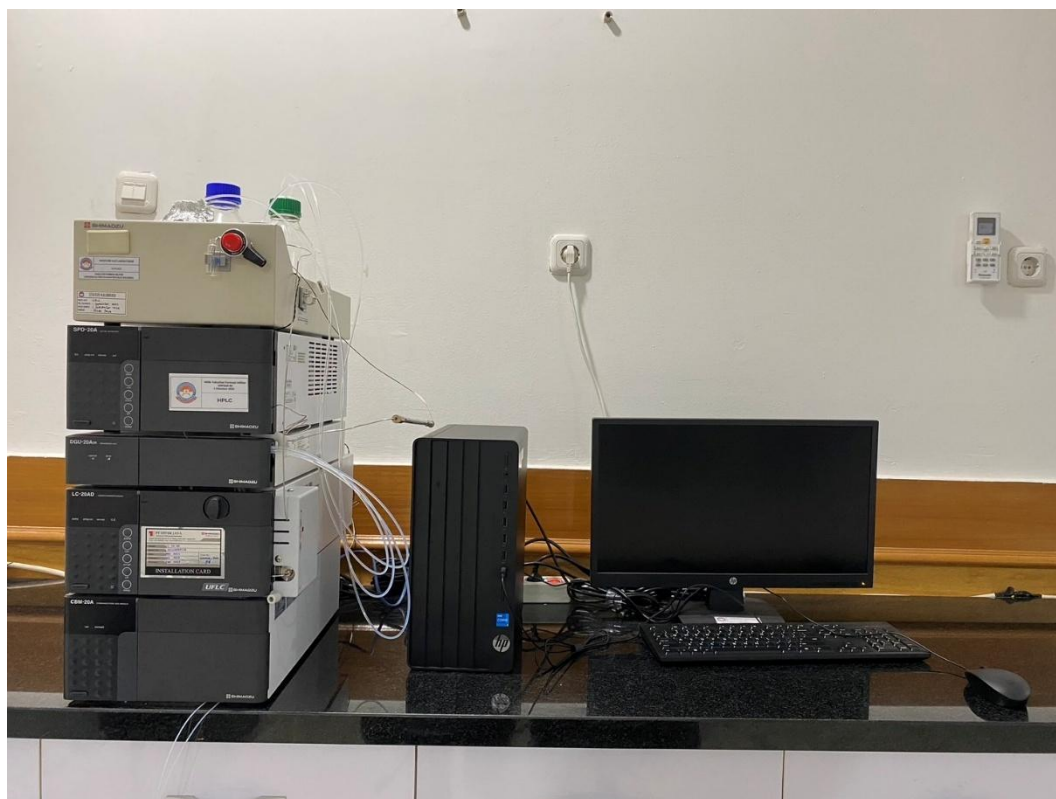


Konsentrasi sebenarnya (μ L/mL)	Area		Konsentrasi terukur					
	Analit	Baku dalam (glipizida)	PAR	Konsentrasi terukur (μ L/mL)	Rata-rata	SD	KV (%)	%diff
0.30	4360	722243	0.0060	0.34	0.34	0.00	0.73	13.00
	3941	655691	0.0060	0.34				11.77
	4545	751985	0.0060	0.34				13.34
37.50	182162	710653	0.2563	35.56	35.49	0.14	0.41	-5.17
	166498	649108	0.2565	35.59				-5.10
	185723	729337	0.2546	35.33				-5.80

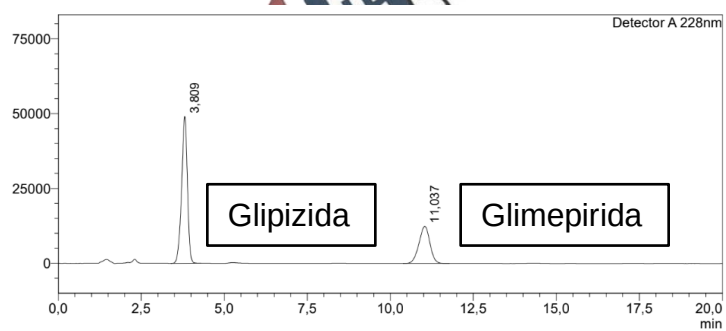
Keterangan: Kondisi analisis: Kolom C18 (Shimadzu ,5 μ m; 150 x 4,6 mm); Elusi Isokratik; Laju alir 1mL/menit; Detektor *UltraViolet* 228nm; Fase Gerak Natrium Dihidrogen Fosfat 8mM pH 3,5 – Asetonitril (50:50); Volume Penyuntikan 20 μ L; Konsentrasi Glimepirida 10 μ g/mL; Konsentrasi Baku Dalam Glipizida 10 μ g/mL; Waktu Analisis 20 menit.

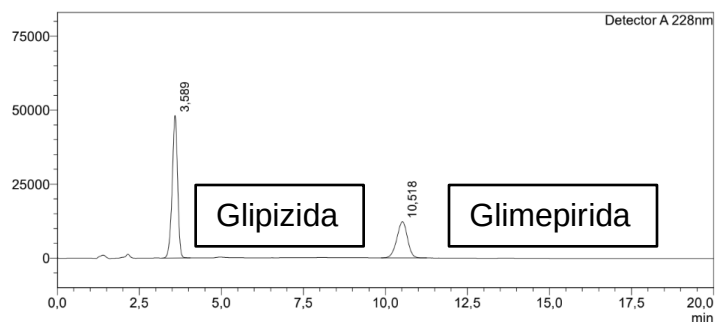
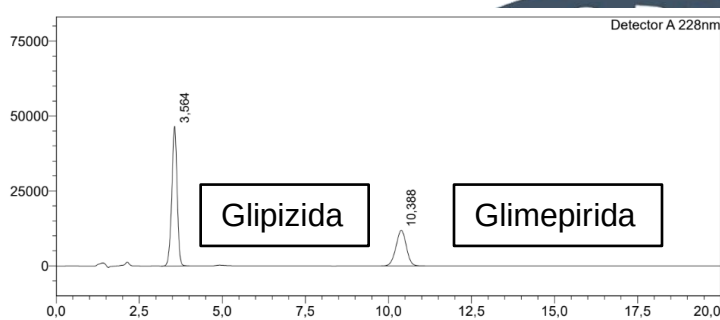
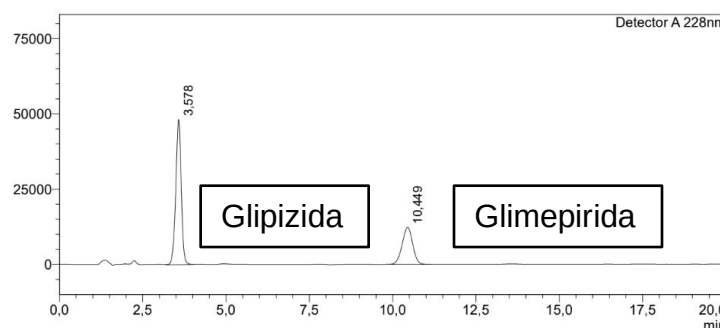
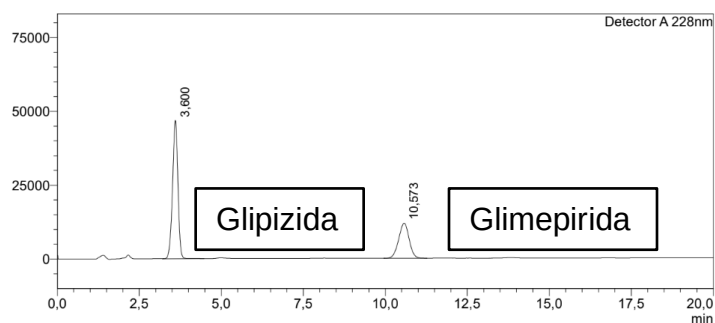


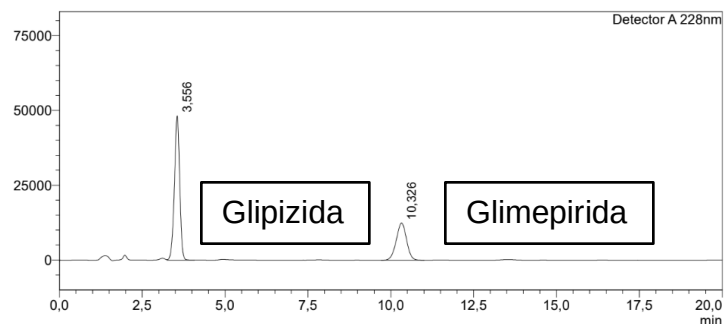
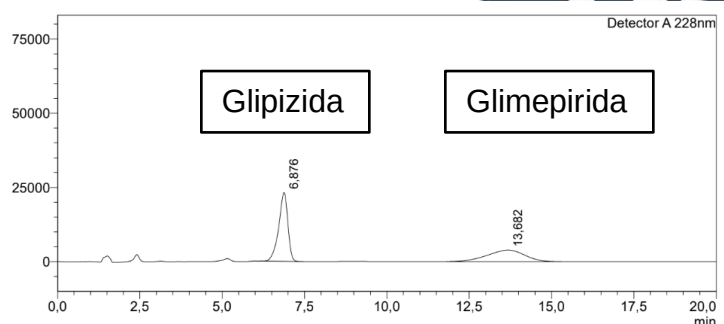
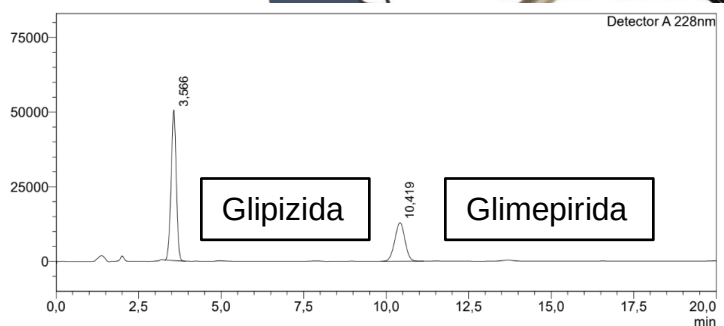
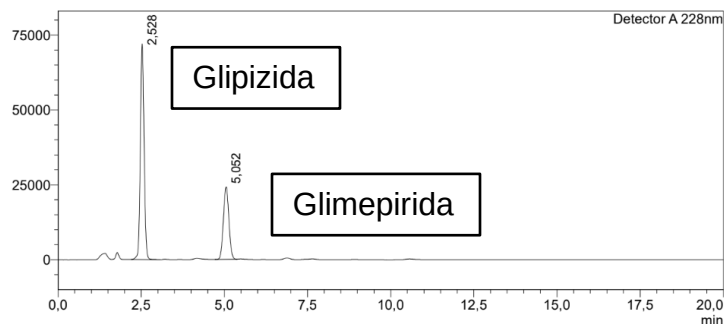
Gambar 4. 1. Gambar Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

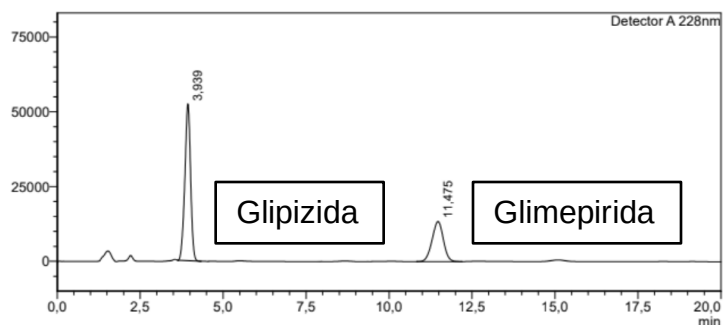
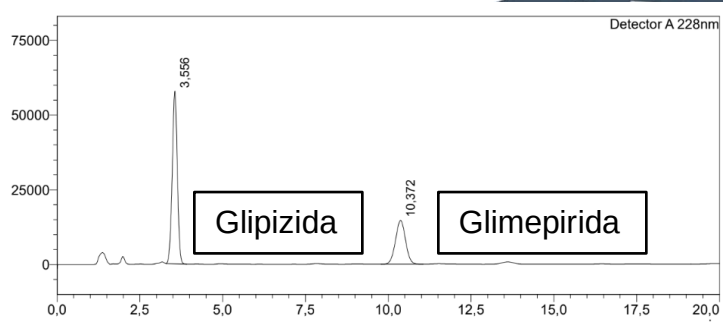
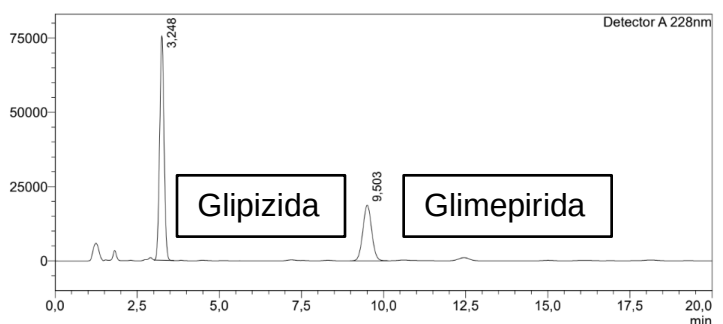
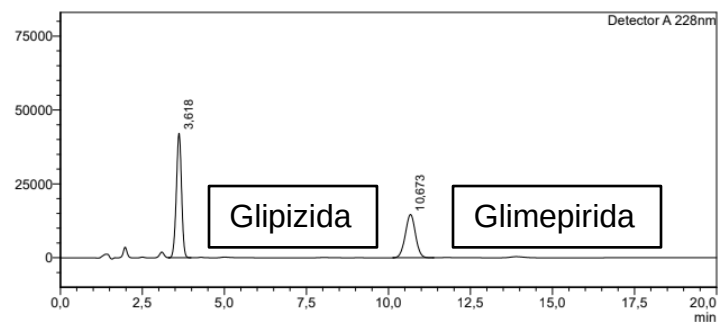


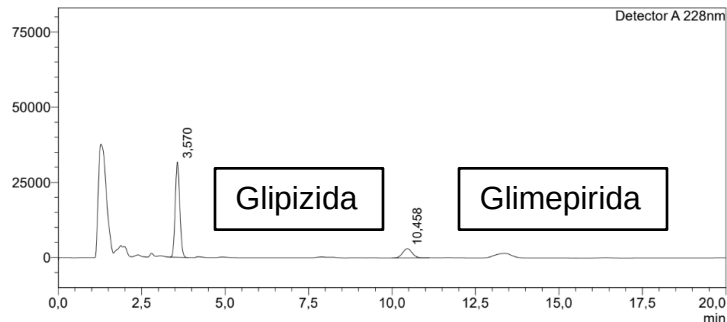
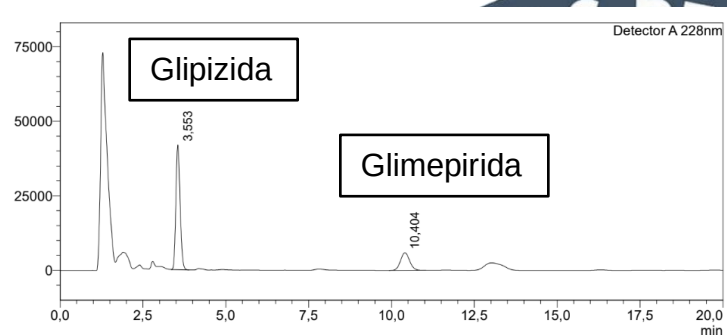
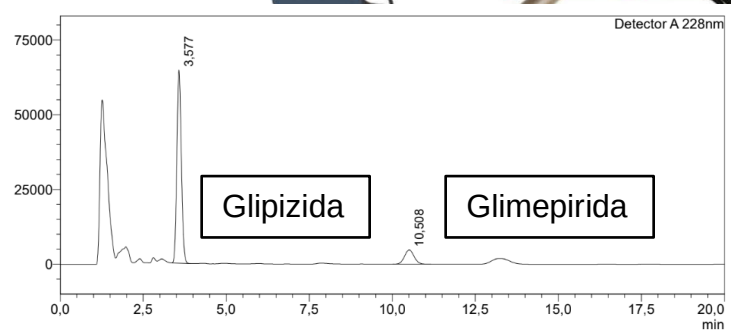
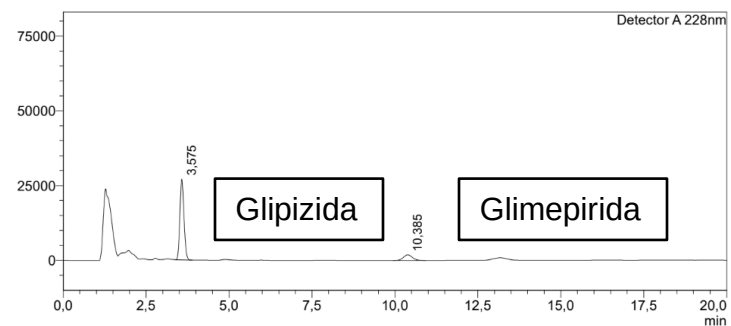
Gambar 4. 2. Kromatogram Optimasi Konsentrasi Dapar 6mM

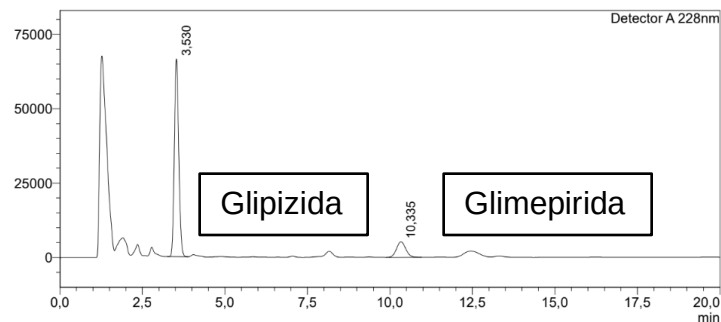
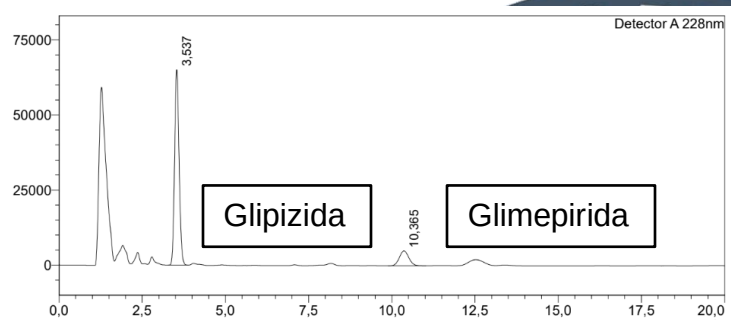
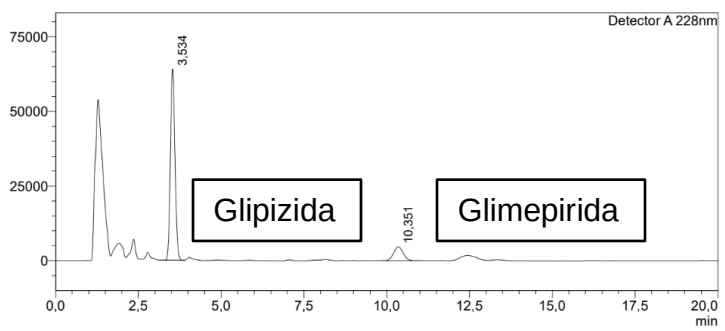
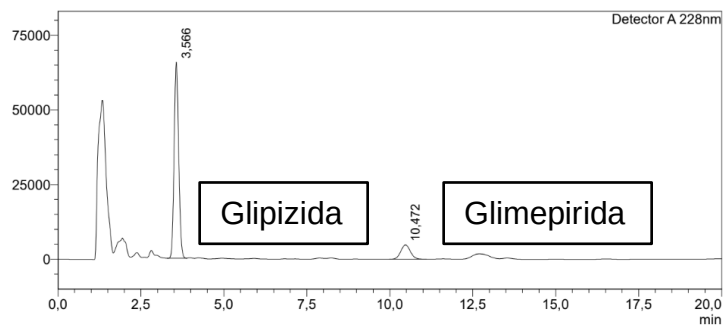


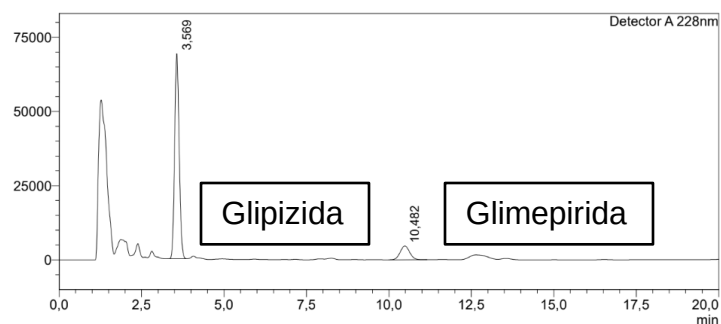
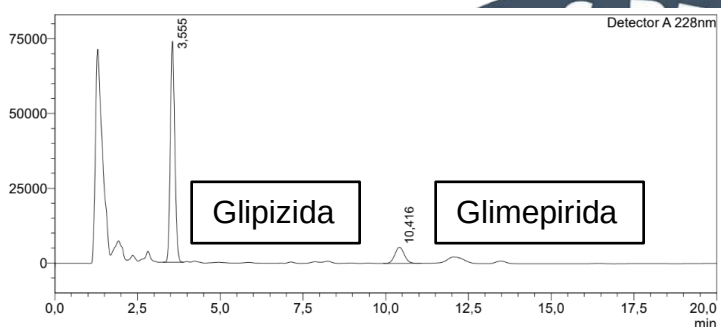
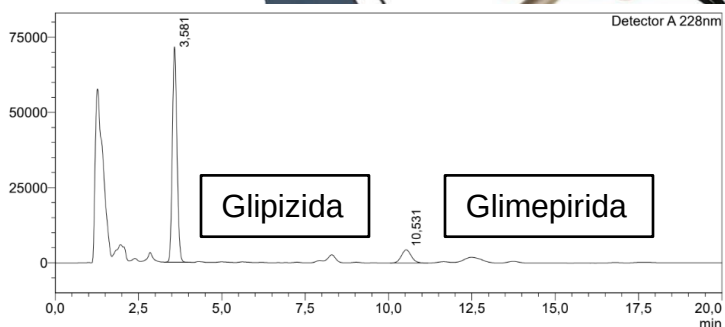
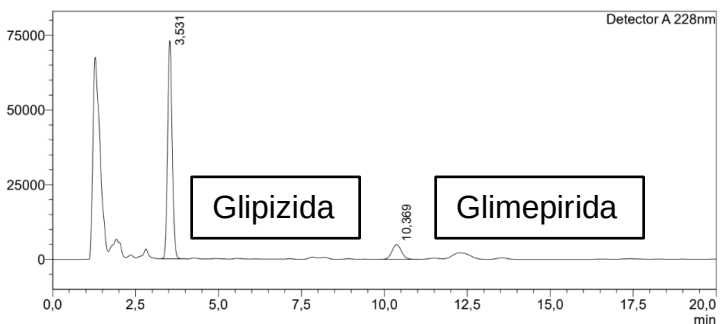
Gambar 4. 3. Kromatogram Optimasi Konsentrasi Dapar 8mM**Gambar 4. 4.** Kromatogram Optimasi Konsentrasi Dapar 10mM**Gambar 4. 5.** Kromatogram Optimasi Dapar pH 3,0**Gambar 4. 6.** Kromatogram Optimasi Dapar pH 3,5

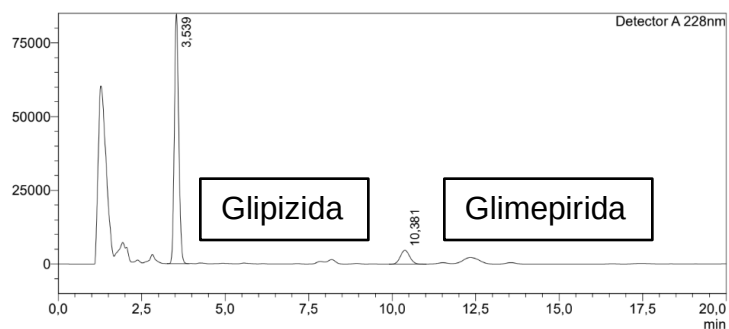
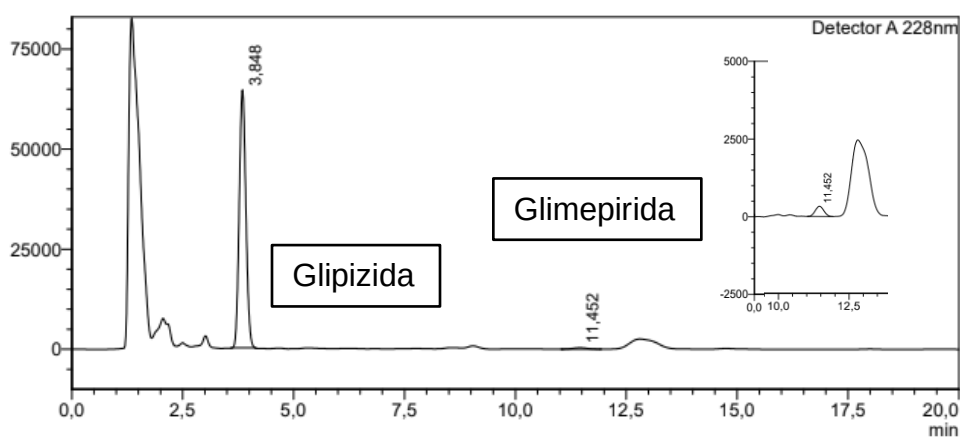
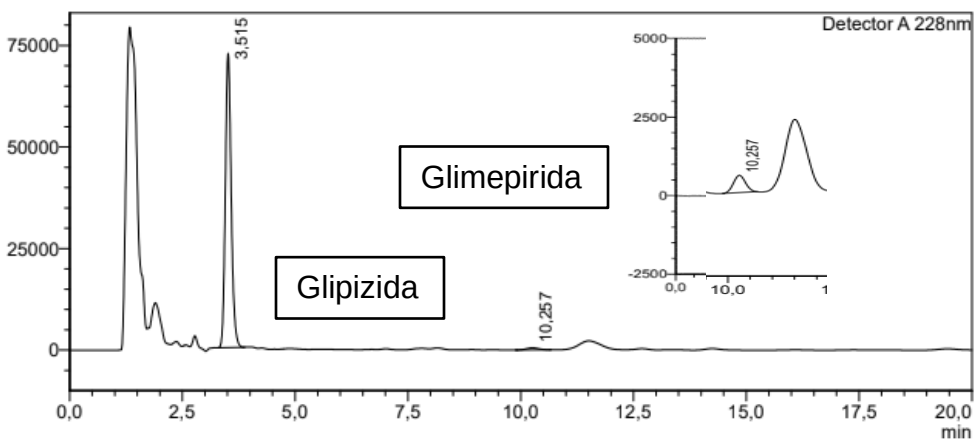
Gambar 4. 7. Kromatogram Optimasi Dapar pH 4,0**Gambar 4. 8.** Kromatogram Optimasi Komposisi Fase Gerak 40:60**Gambar 4. 9.** Kromatogram Optimasi Komposisi Fase Gerak 50:50**Gambar 4. 10.** Kromatogram Optimasi Komposisi Fase Gerak 60:40

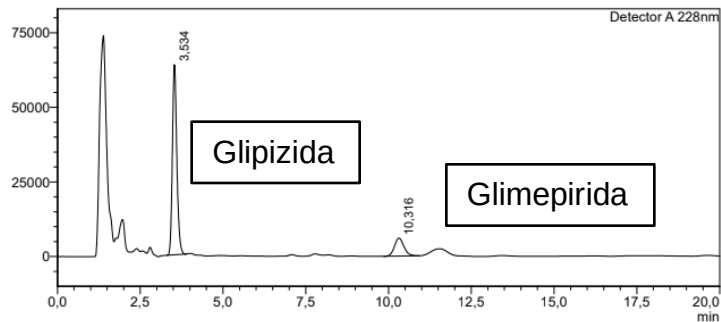
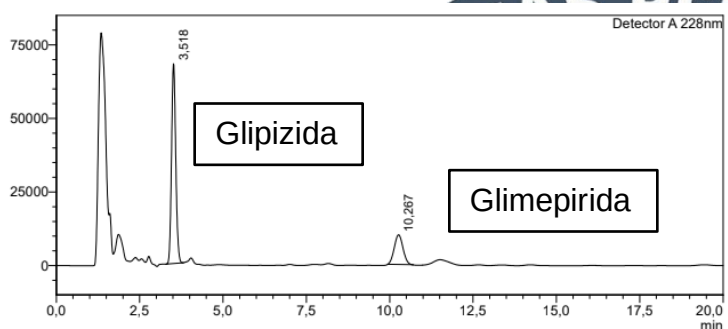
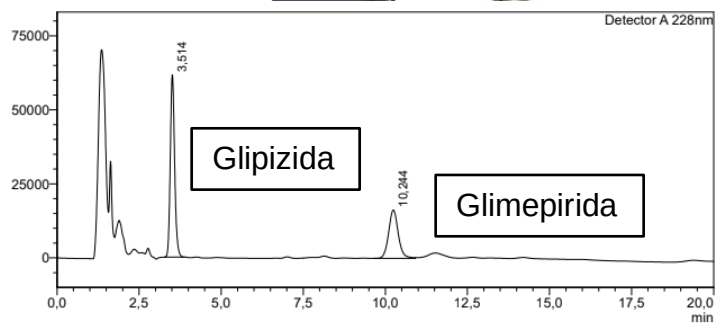
Gambar 4. 11. Kromatogram Optimasi Laju Alir 0,9ml/menit**Gambar 4. 12.** Kromatogram Optimasi Laju Alir 1,0ml/menit**Gambar 4. 13.** Kromatogram Optimasi Laju Alir 1,1ml/menit**Gambar 4. 14.** Kromatogram Uji Kesesuaian Sistem

Gambar 4. 15. Kromatogram Optimasi Volume Total 20 μ L**Gambar 4. 16.** Kromatogram Optimasi Volume Total 30 μ L**Gambar 4. 17.** Kromatogram Optimasi Volume Pengekstraksi 100 μ L**Gambar 4. 18.** Kromatogram Optimasi Volume Pengekstraksi 500 μ L

Gambar 4. 19. Kromatogram Optimasi Waktu Vortex 0,5menit**Gambar 4. 20.** Kromatogram Optimasi Waktu Vortex 1menit**Gambar 4. 21.** Kromatogram Optimas Waktu Vortex 1,5menit**Gambar 4. 22.** Kromatogram Optimasi Waktu Sonikasi 10menit

Gambar 4. 23. Kromatogram Optimasi Waktu Sonikasi 15menit**Gambar 4. 24.** Kromatogram Optimasi Waktu Sonikasi 20menit**Gambar 4. 25.** Kromatogram Optimasi Waktu Sentrifugasi 15menit**Gambar 4. 26.** Kromatogram Optimasi Waktu Sentrifugasi 20menit

Gambar 4. 27. Kromatogram Optimasi Waktu Sentrifugasi 25menit**Gambar 4. 28.** Kromatogram LLOQ**Gambar 4. 29.** Kromatogram OCL

Gambar 4. 30. Kromatogram QCM**Gambar 4. 31.** Kromatogram QCH**Gambar 4. 32.** Kromatogram ULOQ

LAMPIRAN



Lampiran 1. Cara menghitung persamaan garis linear untuk kurva kalibrasi

Persamaan garis linear: $y = a + bx$

Dengan a dan b sebagai bilangan normal dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$a \text{ (intercept)} = \frac{\sum x_i^2 \cdot \sum y_i - \sum x_i \cdot \sum x_i y_i}{n \cdot \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

$$b \text{ (slope)} = \frac{n \cdot \sum x_i y_i - \sum x_i \cdot \sum y_i}{n \cdot \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

Linearitas ditentukan berdasarkan nilai koefisien korelasi (r) dengan rumus berikut:

$$r \text{ (koefisien korelasi)} = \frac{n \cdot \sum x_i y_i - \sum x_i \cdot \sum y_i}{\sqrt{(n \cdot \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2)(n \cdot \sum y_i^2 - (\sum y_i)^2)}}$$

Pada penelitian ini, digunakan persamaan *weighted linear curve* (w_i) *fit to 1/x* dengan rumus sebagai berikut :

$$a \text{ (intercept)} = \frac{\sum w_i x_i^2 \cdot \sum w_i y_i - \sum w_i x_i \cdot \sum w_i x_i y_i}{\sum w_i \cdot \sum w_i x_i^2 - (\sum w_i x_i)^2}$$

$$b \text{ (slope)} = \frac{\sum w_i \cdot \sum w_i x_i y_i - \sum w_i x_i \cdot \sum w_i y_i}{\sum w_i \cdot \sum w_i x_i^2 - (\sum w_i x_i)^2}$$

$$r \text{ (koefisien korelasi)} = \frac{\sum w_i \cdot \sum w_i x_i y_i - \sum w_i x_i \cdot \sum w_i y_i}{\sqrt{\sum w_i \cdot (\sum w_i x_i^2 - (\sum w_i x_i)^2) \cdot \sum w_i \cdot (\sum w_i y_i^2 - (\sum w_i y_i)^2)}}$$

Keterangan:

Σ : jumlah atau total

w_i : *weighting factor* terpilih, diganti dengan nilai $1/x$ atau $1/\text{konsentrasi sebenarnya}$

x_i : konsentrasi sebenarnya pada titik ke- i

y_i : PAR (*peak area ratio*), merupakan perbandingan area antara analit dan baku dalam,

yang diperoleh dengan rumus : $\frac{\text{area analit}}{\text{area baku dalam}}$

Sumber acuan : Almeida, A.M., M.M. Castel-Branco, A.C., Falcao. (2002). Linear regression for calibration lines revisited: weighting schemes for bioanalytical methods. *Elsevier, Journal of Chromatography B*, 774 (2002): 215-222.

Lampiran 2. Cara menghitung konsentrasi terukur

Persamaan garis linear: $y = a + bx$

Dengan a dan b telah diketahui dari persamaan garis linear dan y sebagai PAR (*peak area ratio*), sehingga konsentrasi terukur (x) = $\frac{y-a}{b}$

Keterangan :

a = intercept

b = slope

y = PAR (*peak area ratio*)



Lampiran 3. Cara menghitung koefisien variasi dan %diff

Rata-rat : $\bar{x} = \frac{\sum x}{n}$

Simpangan baku: $SD = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}}$

Koefisien variasi: $KV = \frac{SD}{\bar{x}} \cdot 100\%$

Bias: $\%diff = \frac{\text{konsentrasi terukur} - \text{konsentrasi sebenarnya}}{\text{konsentrasi sebenarnya}} \cdot 100\%$

Keterangan:

x = nilai yang dihasilkan

n = jumlah data

SD = simpangan baku (*standard deviation*)

x_i = nilai pada titik ke- i

KV = koefisien variasi (%)

Lampiran 4. Cara menghitung selektivitas

Selektivitas dihitung dengan melihat % interferensi dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ interferensi} = \frac{\text{area pada blanko}}{\text{area pada konsentrasi LLOQ}}$$

Lampiran 5. Cara menghitung uji perolehan kembali

Uji perolehan kembali (recovery) dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{area dengan ekstraksi}}{\text{area tanpa ekstraksi}} \cdot 100\%$$

Lampiran 6. Cara menghitung carry-over

Nilai carry-over dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{ carry-over} = \frac{\text{area pada blanko setelah penyuntikan ULOQ}}{\text{area pada konsentrasi LLOQ}}$$

Lampiran 8. Certificate of Analysis Asetonitril



Certificate of Analysis

1.00030.4000 Acetonitrile gradient grade for liquid chromatography LiChrosolv®
 Reag. Ph Eur
 Batch I1256830

Batch Values		
Purity (GC)	≥ 99.9	%
Identity (IR)	conforms	
Evaporation residue	≤ 2.0	mg/l
Water	≤ 0.02	%
Color	≤ 10	Hazen
Density (d 20 °C/20 °C)	0.78	
Refractive index (n 20/D)	1.344	
Boiling range (80-82°C)	≥ 95	% (v/v)
Acidity	≤ 0.0002	meq/g
Alkalinity	≤ 0.0002	meq/g
Gradient grade (at 210 nm)	< 0.1	mAU
Gradient grade (at 254 nm)	< 0.1	mAU
Fluorescence (as quinine at 254 nm)	0.1	ppb
Fluorescence (as quinine at 365 nm)	0.1	ppb
Transmission (at 193 nm)	75	%
Transmission (at 195 nm)	88	%
Transmission (from 230 nm)	≥ 98	%

Filtered by 0.2 µm filter.
 Suitable for UPLC / UHPLC / Ultra HPLC - instruments.
 Conforms to Acetonitrile for chromatography and Acetonitrile R1 according to Reag.Ph Eur;
 conforms to the requirements of ACS for liquid chromatography suitability.

Date of release (DD.MM.YYYY) 06.12.2022
 Minimum shelf life (DD.MM.YYYY) 31.12.2025

Jeannette David
 Responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature.

Merck KGaA
 Corporation with General Partners
 Frankfurter Straße 250
 64293 Darmstadt, Germany

The life science business of Merck KGaA, Darmstadt,
 Germany operates as MilliporeSigma in the U.S. and
 Canada.

Page 1 of 1

SALSA Version 1255780/890000988670/ Date: 06.12.2022

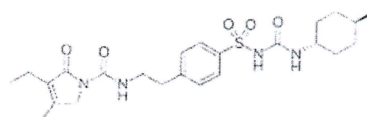
Lampiran 9. Certificate of Analysis Glimepirida

**BADAN PENGAWAS OBAT DAN MAKANAN**

Jl. Percetakan Negara No. 23 Jakarta Pusat 10560 Indonesia
 Telp. (021) 424 4691, 424 4819, 424 5075, Fax : 424 5150, 420 1427
 Email : ppomn@pom.go.id; sekretariatkappomn@gmail.com Website : www.pom.go.id

SERTIFIKAT ANALISIS

NAMA ZAT : **GLIMEPIRIDE/**
GLIMEPIRID BPFI
 NO KONTROL : B0117542
 FORMULA : $C_{24}H_{34}N_4O_5S$
 BOBOT MOLEKUL : 490,619 g/mol



TUJUAN PENGGUNAAN : – Identifikasi secara spektrofotometri inframerah
 – Identifikasi secara kromatografi cair kinerja tinggi
 – Uji senyawa sejenis secara kromatografi cair kinerja tinggi
 – Penetapan kadar secara kromatografi cair kinerja tinggi

WADAH DAN PENYIMPANAN : Dalam wadah tertutup rapat dan terlindung dari cahaya,
 pada suhu kurang dari 25°C

PENGUJIAN	ACUAN/METODE	SPESIFIKASI	HASIL
Pemerian		Serbuk putih atau hampir putih	Memenuhi kriteria
Identifikasi	Spektrofotometri inframerah (FI V Hal. 502)	Sesuai dengan spektrum inframerah baku primer <i>Glimepiride USPRS</i> no. Lot F1H150	Memenuhi kriteria
	Kromatografi cair kinerja tinggi (USP 37 NF 32 Hal. 3147-3148)	Waktu retensi puncak utama pada kromatogram larutan uji sesuai dengan larutan baku	Memenuhi kriteria
Kadar Air	FI V Hal. 502	-	0,51% (n = 12, SD = 0,08%)
Senyawa sejenis	Kromatografi cair kinerja tinggi (USP 37 NF 32 Hal. 3147-3148)	Cemaran B dan C $\leq 0,4\%$ Cemaran D $\leq 0,1\%$ Cemaran D $\leq 0,2\%$ Total cemaran $\leq 0,5\%$	Memenuhi kriteria Total cemaran 0,1%
Penetapan kadar	Kromatografi cair kinerja tinggi (USP 37 NF 32 Hal. 3147-3148)	-	100,70%; Unc = 1,11% k = 2 (n = 6, RSD = 0,14%) dihitung terhadap zat anhidrat

Kepala Pusat Pengujian Obat dan Makanan Nasional
 U.b. Manajer Teknis Laboratorium Bahan Baku Pembanding

Dra. Dini Prapti Karyani, M.Si., Apt.

Lampiran 10. Certificate of Analysis Glipizida



BADAN PENGAWAS OBAT DAN MAKANAN

Jl. Percetakan Negara No. 23 Jakarta Pusat 10560 Indonesia

Telp. (021) 424 4691, 424 4819, 424 5075, Fax : 424 5150, 420 1427

Email : ppomn@pom.go.id; sekretariatkappomn@gmail.com Website : www.pom.go.id

SERTIFIKAT ANALISIS

Nama produk:

Glipizide/Glipizida BPI

CAS No.

29094-61-9

Nomor kontrol

B0221157

Berat molekul

445,536 g/mol

Suhu penyimpanan

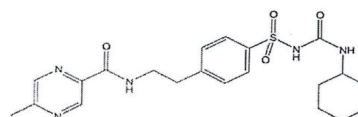
suhu ruang, $\leq 25^{\circ}\text{C}$

Rumus molekul

$\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{N}_5\text{O}_4\text{S}$

Tanggal kedaluwarsa

2 Des 2026



Pemerian

Serbuk hablur berwarna putih atau hampir putih

Informasi produk:

Nilai tersertifikasi:

PENGUJIAN	METODE	SPESIFIKASI	HASIL
Kadar yang ditetapkan (<i>Assigned value</i>) 99,07%; Ketidakpastian $U = 2,79\%$; $k = 2$			

Nilai informatif:

PENGUJIAN	METODE	SPESIFIKASI	HASIL
Identifikasi	Spektrofotometri Inframerah	Sesuai dengan spektrum inframerah baku <i>Glipizide</i> USPRS	Memenuhi syarat
	Kromatografi Cair Kinerja Tinggi	Waktu retensi puncak utama pada kromatogram larutan uji sesuai dengan larutan baku	Memenuhi syarat
Susut pengeringan	Gravimetri	$\leq 1,0\%$	0,49% ($n = 6$, $SD = 0,04\%$)
Residu pelarut	Kromatografi gas	-	Tidak ditemukan adanya residu pelarut
Uji cemaran anorganik	Gravimetri	-	0,23% ($n = 3$; $SD = 0,10\%$)
Titik lebur	<i>Differential Scanning Coulometry</i> (DSC)	-	Titik lebur = $205,17^{\circ}\text{C}$ ($n = 5$; $RSD = 0,38\%$)
Uji kemurnian	Kromatografi Cair Kinerja Tinggi	-	Memenuhi syarat Cemaran total = 0,21%

Ketidakpastian

Nilai tersertifikasi dan ketidakpastian ditentukan sesuai dengan ISO 17034 dengan tingkat kepercayaan 95% ($k=2$). Ketidakpastian didasarkan pada Ketidakpastian Gabungan, termasuk ketidakpastian dari karakterisasi, homogenitas dan pengujian stabilitas.



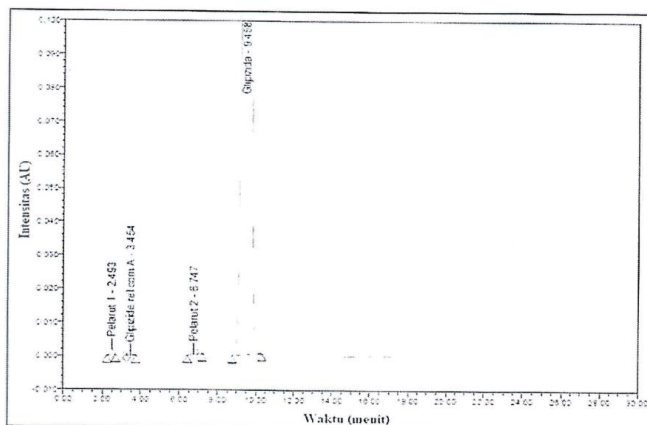
BADAN PENGAWAS OBAT DAN MAKANAN

Jl. Percetakan Negara No. 23 Jakarta Pusat 10560 Indonesia

Telp. (021) 424 4691, 424 4819, 424 5075, Fax : 424 5150, 420 1427

Email : ppomn@pom.go.id; sekretariatkappomn@gmail.com Website : www.pom.go.id

KROMATOGRAM



Instrumen
KCKT

Deteksi
PDA

Kolom
L1; 250 x 4,6 mm i.d.; 5 µm

Detail metode

Larutan dapar pH 6,0 : Sejumlah 17,94 g natrium dihidrogen fosfat dihidrat dilarutkan dalam air hingga 1000 mL, diatur pH hingga 6,0 dengan natrium hidroksida 1M

Fase gerak : Larutan dapar pH 6,0 - metanol (45 : 55)

Inj.-Vol.
20 µL

Laju alir
1,0 mL/menit

Metode Karakterisasi

Kadar yang ditetapkan (*Assigned value*) = 100% - (uji cemaran organik + uji cemaran anorganik + residu pelarut + susut pengeringan (SP))



BADAN PENGAWAS OBAT DAN MAKANAN

Jl. Percetakan Negara No. 23 Jakarta Pusat 10560 Indonesia

Telp. (021) 424 4691, 424 4819, 424 5075, Fax : 424 5150, 420 1427

Email : ppomn@pom.go.id; sekretariatkappomn@gmail.com Website : www.pom.go.id

Penggunaan yang dimaksudkan
Baku Pembanding ini dimaksudkan untuk digunakan di laboratorium sebagai pengendalian mutu atau pengembangan metode untuk teknik analisis. Tindakan keselamatan yang tepat harus diperhatikan saat penanganan.

Ketertelusuran (*traceability*)
Timbangan yang digunakan untuk pengukuran gravimetri terkalibrasi dengan bobot tertelusur ke satuan internasional (SI). Kalibrasi timbangan diverifikasi setiap hari secara internal dan setiap tahun oleh layanan kalibrasi eksternal yang terakreditasi. Metode

kromatografi dapat dilacak ke sistem Satuan Internasional (SI). Pengulangan homogenitas sampel acak dari Baku Pembanding yang telah dikemas di analisa untuk membuktikan homogenitas sesuai dengan ISO 17034.

Penyimpanan
Baku Pembanding harus disimpan di wadah asli yang tertutup pada suhu yang ditunjukkan pada sertifikat ini

Instruksi Penggunaan
Untuk menghindari potensi keraguan terkait integritas dari wadah yang sudah terbuka, disarankan agar calon

pengguna hanya mengambil jumlah Baku Pembanding yang diperlukan untuk memenuhi kebutuhan jangka pendek dan supaya mendapatkan bahan yang masih segar. Hindari penyimpanan Baku Pembanding pada wadah terbuka dalam jangka panjang. Lakukan upaya untuk menghindari kemungkinan degradasi, kontaminasi, dan/atau masuknya uap air selama penggunaan berulang Baku Pembanding dari wadah yang sama. Menjadi tanggung jawab pengguna untuk menjaga kondisi Baku Pembanding.

Sertifikat ini dirancang sesuai dengan ISO 17034 dan ISO Guide 31. Baku Pembanding dirancang, diproduksi dan diverifikasi sesuai dengan ISO/IEC 17025, ISO 17034 dan sistem manajemen mutu terdaftar ISO 9001:2015

Kepala Pusat Pengembangan Pengujian Obat dan Makanan Nasional
u.b. Koordinator Kelompok Substansi Pengembangan Baku Pembanding

Atiek Supardjati Eka, S,
Tanggal Adopsi : 2 Desember 2021

Lampiran 11. Certificate of Analysis Kalium Dihidrogen Fosfat



Certificate of Analysis

1.04873.0000 Potassium dihydrogen phosphate for analysis EMSURE® ISO
Batch AM1090173

	Spec. Values		Batch Values	
Assay (alkalimetric, calculated on dried substance)	99.5 - 100.5	%	100.2	%
Assay (alkalimetric; dried substance)	≥ 99.5	%	100.0	%
pH-value (5 %; water)	4.2 - 4.5		4.2	
Chloride (Cl)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Sulphate (SO ₄)	≤ 0.003	%	≤ 0.003	%
Total nitrogen (N)	≤ 0.001	%	≤ 0.001	%
Heavy metals (as Pb)	≤ 0.0010	%	≤ 0.0010	%
As (Arsenic)	≤ 0.0002	%	≤ 0.0002	%
Cu (Copper)	≤ 0.0003	%	≤ 0.0003	%
Fe (Iron)	≤ 0.0010	%	≤ 0.0010	%
Na (Sodium)	≤ 0.02	%	≤ 0.02	%
Pb (Lead)	≤ 0.001	%	≤ 0.001	%
Reducing substances	passes test		passes test	
Loss on drying (110 °C)	≤ 0.2	%	< 0.1	%
Loss on drying (130 °C)	≤ 0.2	%	< 0.2	%

Corresponds to ISO

Date of release (DD.MM.YYYY) 07.11.2016
Minimum shelf life (DD.MM.YYYY) 30.11.2021

Claudia Wiegand
Responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature.