

Pengembangan dan validasi metode analisis asetosal dan asam salisilat dalam plasma secara kromatografi cair kinerja tinggi = Development and validation of acetosal and salicylic acid analytical method in plasma by high performance liquid chromatography

Nazila Anjani, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20474788&lokasi=lokal>

Abstrak

Asetosal ASA merupakan salah satu obat yang sering digunakan dalam terapi antiplatelet. Asetosal cepat terhidrolisis menjadi asam salisilat AS dan mempunyai kadar yang sangat rendah di dalam plasma sehingga perlu dikembangkan metode analisis yang sensitif dan selektif. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan metode analisis ASA dan AS dalam sampel plasma, mulai dari kondisi kromatografi optimum, metode preparasi sampel optimum, dan validasi metode bioanalisis. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah Kromatografi Cair Kinerja Tinggi fase terbalik dengan detektor UV-Vis menggunakan kolom C18 Waters, Reliant trade; 5 m; 250 x 4,6 mm. Kondisi kromatografi optimum yang diperoleh dari penelitian ini adalah dengan menggunakan fase gerak asetonitril dan dapar fosfat 20 mM pH 2,5 35 : 65 ; laju alir 1,0 mL/menit; suhu kolom 35 C; deteksi pada panjang gelombang 230 nm; waktu analisis selama 14 menit; dan furosemid sebagai baku dalam. Preparasi sampel menggunakan metode pengendapan protein menggunakan asam perklorat 15 dengan kombinasi ekstraksi cair-cair menggunakan etil asetat. Hasil validasi terhadap metode analisis ASA dan AS yang dilakukan memenuhi persyaratan validasi berdasarkan EMEA pada tahun 2011. Metode yang diperoleh linear pada rentang konsentrasi 0,05 dan 1,5 g/mL dengan nilai $r = 0,9980$ untuk asetosal dan rentang konsentrasi 0,2-5,0 g/mL dengan nilai $r = 0,9997$ untuk asam salisilat.

.....

Acetosal ASA is one of the drugs used in antiplatelet therapy. Acetosal is rapidly hydrolyzed to salicylic acid SA and has very low levels in plasma that a sensitive and selective analysis method needs to be developed. This study aims to develop an analytical method of ASA and SA in plasma starting from optimum chromatography condition, optimum sample preparation method, and bioanalytical method validation. The method used in this study is Reversed Phase High Performance Liquid Chromatography with UV Vis detector using C18 column Waters, Reliant trade 5 m 250 x 4.6 mm. The optimum chromatographic conditions in this study were obtained using acetonitril and phosphate buffer 20 mM pH 2.5 35 65 as mobile phase flow rate was 1.0 mL min column temperature was 35 C which was detected at wavelength of 230 nm time of analysis was 14 minutes and furosemide as internal standard. The optimum preparation method was done by protein precipitation method using 15 percloric acid in combination with liquid liquid extraction method using ethyl acetate. The validation result of ASA and SA analytical method fulfilled the validation requirement of EMEA Bioanalytical Guideline in the year 2011. The method obtained linear at concentration range of 0.05-1.5 g mL with $r 0.9980$ for acetosal and concentration range of 0.2-5.0 g mL with $r 0.9997$ for salicylic acid.