

Validasi metode analisis Gliklazid dalam plasma in vitro secara kromatografi cair kinerja ultra tinggi-tandem spektrometri massa = Analytical method validation of Gliclazide in in vitro human plasma using ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

Steffianti Gunawan, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20346408&lokasi=lokal>

Abstrak

Gliklazid merupakan salah satu obat oral antidiabetes golongan sulfonilurea generasi kedua yang bekerja dengan cara menurunkan kadar glukosa darah pada penderita diabetes melitus dengan merangsang sel P pankreas untuk memproduksi lebih banyak insulin. Pada penelitian ini, dilakukan optimasi dan validasi metode analisis gliklazid dalam plasma in vitro dengan kromatografi cair kinerja ultra tinggi - tandem spektrometer massa (UPLC-MS/MS). Pemisahan menggunakan pompa waters acquity UPLC Pump, detektor Waters Triple Quadropole (TQ), dan kolom UPLC BEH C18 1,7 μ m, 2,1 x 50 mm. Fase gerak yang digunakan metanol- asam format 0,1% (90:10, v/v) dengan laju alir 0,15 mL/menit. Baku dalam yang digunakan adalah glibenklamid dengan deteksi MS/MS pada m/z 324,14 >126,99 untuk gliklazid dan 494,10 > 368,94 untuk glibenklamid. Sampel plasma yang digunakan 500 μ L diekstraksi menggunakan benzene-isopropil (98:2,v/v) sebanyak 3 mL dikocok dengan vorteks selama 90 detik dan disentrifugasi pada kecepatan 35000 rpm selama 15 menit. Metode ini linear pada rentang 10 – 4000 ng/mL dengan r = 0,999749 dan nilai LLOQ yang diperoleh untuk gliklazid adalah 10 ng/mL. Nilai % diff dan koefisien variasi (KV) untuk akurasi dan presisi intra hari dan antar hari selama tiga hari tidak lebih dari 15% dan tidak lebih dari 20% pada konsentrasi LLOQ. Nilai perolehan kembali absolut dari gliklazid sebesar 88 – 89%. Hasil uji stabilitas memperlihatkan gliklazid stabil dalam plasma pada suhu -200C selama 30 hari.

.....

Gliclazide is one of oral antidiabetic drugs which include to sulfonylureas second generation. This drugs decrease the blood sugar levels by increasing pancreatic cell ability to produce more insulin. In this research, optimization and analytical method validation were performed to analyze concentration of gliclazide in human plasma using ultra performance liquid chromatography - tandem mass spectrometry. Chromatography was performed on a Acquity UPLC BEH C18 column (1,7 μ m, 2,2 mm \times 50 mm) under isocratic elution with methanol – formic acid (90:10 v/v), and flow rate of 0,15 mL/min. Glibenclamide was used as internal standar in this study and detection point were at m/z 324,14 > 126,99 for gliclazide and 494,10 > 368,94 for glibenclamide. Plasma extraction was performed by liquid-liquid extraction using 3 mL of benzene-isopropil (98:2,v/v), be shaken with vortex for 90 second, then centrifuged on 35000 rpm for 15 minutes. This method fulfill the criteria of linearity in range 10 – 4000 ng/mL with r = 0,999749 and LLOQ for gliclazide 10 ng/mL. This method also fulfill the criteria for accuracy and precision intra and inter day in three days by % diff and coefficient of variation (CV) not more than 15% and not more than 20% for LLOQ concentration. The recovery from plasma is 88-89% and stability in plasma until 30 days in freezer storage condition.