

## Validasi metode analisis sefiksime dalam plasma in vitro secara kromatografi cair kinerja tinggi = Validation of analytical method of cefixime in plasma in vitro by high performance liquid chromatography.

Nurul Afiani, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20386617&lokasi=lokal>

---

### Abstrak

Sefiksime merupakan antibiotika sefalosporin generasi ketiga yang konsentrasinya dalam darah sangat kecil sehingga diperlukan metode analisis yang sensitif, selektif dan valid untuk analisis dalam plasma manusia. Penelitian ini dilakukan untuk optimasi kondisi analisis dan validasi metode analisis sefiksime dalam plasma. Kondisi kromatografi yang optimum untuk analisis terdiri dari kolom C18 Sunfire™ (5m, 250 x 4,6 mm) suhu 35°C; fase gerak trietilamin 2,0% pH 5,0 - asetonitril (84:16, v/v); laju alir 1,00 mL/menit; dan dideteksi pada panjang gelombang 291 nm. Sebagai baku dalam digunakan siprofloksasin hidroklorida. Proses ekstraksi plasma dilakukan dengan metode pengendap protein menggunakan metanol (1/1, v/v) kemudian dikocok dengan vorteks selama 1 menit dan disentrifugasi pada kecepatan 4000 rpm selama 5 menit. Hasil metode yang diperoleh valid dan linear pada rentang konsentrasi 100,0 ? 2500,0 ng/mL dengan nilai  $r > 0,9956$ . Akurasi dan presisi intra-hari dan antar-hari memenuhi persyaratan yaitu nilai koefisien variasi 20% (LLOQ) dan 15% (sampel QC) dengan nilai perolehan kembali relatif antara 85,55% - 112,15%. Pada uji stabilitas, sefiksime stabil dalam plasma suhu -20°C minimal selama 17 hari. Metode analisis yang diperoleh memenuhi persyaratan EMEA bioanalytical guideline.

.....

Cefixime is third generation of cephalosporin antibiotic which its concentration in human plasma is very low so it requires sensitive, selective and valid method for analysis. This study aims to optimize the analytical conditions and validation for the analysis of cefixime in plasma. Optimal chromatography condition for analysis was performed using C18 Sunfire™ column (5m, 250 x 4.6 mm) temperature 35°C; the mobile phase contains a mixture of 2.0% triethylamine adjusted to pH 5.0 ? acetonitrile (84:16, v/v); flow rate of 1.00 mL/min; and detected at UV wavelength of 291 nm. Ciprofloxacin HCl was used as internal standard. Plasma extraction was done by protein precipitation method using methanol (1:1, v/v), and then be shaken with vortex for 1 minute and centrifuged at 4000 rpm for 5 minutes. The method was valid and linear at concentration range of 100.0 ? 2500.0 ng/mL with  $r > 0,9956$ . Accuracy and precision withinrun and between-run fulfill the acceptance criteria, coefficient of variation 20% (LLOQ) and 15% (QC samples) with relative recovery of cefixime in plasma were obtained between 85.55% to 112.15%. For stability study, cefixime in plasma was stable at least for 17 days when stored at -20°C. This method fulfill the acceptance criteria based on EMEA bioanalytical guideline.