

UNJUK KERJA SPEKTROFOTOMETER UNTUK ANALISA ZAT AKTIF KETOPROFEN

Dwi Warono¹⁾, Syamsudin²⁾

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik
Universitas Muhammadiyah Jakarta
Syamsudin_ab@gmail.com

ABSTRAK. Unjuk kerja spektrofotometer dapat dilihat secara tidak langsung dari beberapa pengulangan data yang di dapat dari sampel dan standar ketoprofen yang di analisa secara berkesinambungan, sekaligus menentukan baik tidaknya hasil yang didapat untuk kemudahan digunakan dalam analisa harian.

Unjuk kerja spektrofotometer Shimadzu 1700 dengan menggunakan standar baku primer ketoprofen standar USP yang telah diketahui kadarnya dengan pasti pada proses pengujian.

Unjuk kerja alat spektrophotometer dapat dikatakan dalam keadaan baik, hal ini dapat dilihat dari enam kali data pengulangan pengukuran yang konsisten selama tiga hari berturut-turut dengan menggunakan sampel ketoprofen injeksi 100 mg/mL.

Unjuk kerja spektrofotometer Shimadzu 1700 dikatakan baik dengan nilai galat kurang dari 2,0%. parameter yang diuji seperti ketepatan dan ketelitian lebih dari 98% (hasil yang di dapat 99.787%), linearitas dengan nilai regresi diatas 0.995 (hasil yang didapat 0.9995), ketelitian, perolehan kembali, selektivitas, dan kapabilitas memberikan hasil yang baik karena telah memenuhi persyaratan yang ditetapkan untuk setiap parameter.

PENDAHULUAN

Latar Belakang

Kebutuhan masyarakat akan masalah kesehatan sangat penting, baik masyarakat ekonomi lemah ataupun masyarakat ekonomi kuat. Dengan semakin meningkatnya kemakmuran yang diikuti dengan semakin meningkatnya kemajuan ilmu pengetahuan dan teknologi, maka tuntutan terhadap pelayanan kesehatan makin meningkat termasuk dengan mutu obat yang dipasarkan. Oleh sebab itu, tanpa memandang strata sosial pengguna obat, obat harus disiapkan untuk tujuan kesehatan manusia secara umum dan setiap industri farmasi harus menerapkan cara pembuatan obat yang baik untuk menjamin mutu dan keamanan. Obat merupakan komoditas untuk digunakan pada manusia secara langsung terutama manusia yang berada dalam kondisi yang sedang mengalami gangguan kesehatan.

Salah satu upaya yang dilakukan untuk menjamin bahwa obat yang dipasarkan bermutu dan baik adalah dengan melakukan pengujian terhadap metode analisis untuk memastikan bahwa metode analisis dan peralatan yang tersedia dapat digunakan untuk senantiasa mencapai hasil yang diinginkan. Validasi pengujian terhadap metode analisis yang digunakan dalam menetapkan identifikasi, kekuatan, kualitas, dan kemurnian dari obat yang dihasilkan.

Proses validasi dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis yang diterapkan absah sehingga tidak mempengaruhi ketelitian dan ketepatan hasil pengujian untuk pemeriksaan rutin. Menurut *Basic of Good Manufacturing Practices for Pharmaceutical Product* dari *The Pharmaceutical Inspection Convention (PIC)*, validasi merupakan upaya untuk mendapatkan dan mendokumentasikan bukti yang menyatakan bahwa suatu metode dapat dipercaya dalam batas yang sudah ditetapkan sebelumnya. Adapun sasaran validasi dalam praktik adalah untuk menjamin prosedur produksi yang

aman, menjamin reproduibilitas dari proses yang dihasilkan, dan untuk menekan serendah-rendahnya risiko penyimpangan yang mungkin timbul, pengan demikian, validasi adalah tindakan yang diperlukan agar obat yang dihasilkan memenuhi persyaratan mutu yang telah ditetapkan.

Tujuan penelitian

Tujuan penelitian adalah mengetahui kemampuan unjuk kerja alat spectrophotometer untuk digunakan dalam penentuan validitas atau keabsahan dari metode analisis ketoprofen dalam ketoprofen 100 mg/2 mL injeksi.

Validasi Metode

Validasi adalah proses atau tindakan pembuktian dengan cara yang sesuai untuk menunjang bahwa prosedur analisis sesuai dengan tujuan yang diharapkan. Validasi metode analisis adalah suatu proses pembelajaran laboratorium melalui penetapan serangkaian unjuk kerja yang khas untuk menerapkan metode analisis yang ingin dicapai. Parameter-parameter penting yang digunakan dalam validasi metode analisis bahan aktif ketoprofen dalam Ketoprofen 100 mg/2 mL injeksi adalah ketepatan (*accuracy*), linearitas, ketelitian (*precision*), perolehan kembali (*recovery*), selektivitas, dan kapabilitas metode analisis.

Akurasi metode adalah ukuran kedekatan antara hasil yang benar secara teoretis dari hasil yang didapat. Ketepatan dilaporkan dalam persen perolehan kembali dengan menepatkan kadar analit yang ditambahkan pada sampel atau sebagai perbedaan antara nilai rata-rata dan nilai sebenarnya yang dapat diterima bersama-sama dengan interval kepercayaannya. Ketepatan harus dinilai sekurang-kurangnya tiga konsentrasi yang meliputi rentang yang ditetapkan, untuk standar digunakan sekurang-kurangnya tiga titik, yaitu standar 80%, 100%, dan 120%.

Linearitas adalah kemampuan dari suatu

metode analisis untuk menunjukkan hasil konsentrasi yang linear terhadap kepekatan analit dalam jangkauan kepekatan tertentu. Hasil yang didapatkan harus linear terhadap konsentrasi larutan baku dengan nilai koefisien korelasi mendekati 1.00.

Presisi atau ketelitian dari suatu metode analisis adalah kedekatan hasil pengukuran analisis contoh yang sama yang dilakukan secara berulang-ulang. Ketentuan prosedur analisis biasanya dinyatakan sebagai varian, simpangan baku, atau simpangan baku relatif dari segi pengukuran.

Perolehan kembali adalah kemampuan metode preparasi sampel yang digunakan untuk bahan aktif dalam matriks atau plasebonya sehingga didapatkan kembali kadar yang mendekati nilai sebenarnya.

Selektivitas menunjukkan kemampuan metode analisis untuk mengukur secara akurat dan spesifik respons dalam lingkungan senyawa pengganggu yang mungkin ada dalam sampel. Absorbans matriks harus < 1 %.

Kapabilitas metode analisis menunjukkan kapasitas atau kemampuan metode analisis yang digunakan untuk pemeriksaan kadar bahan aktif dalam sampel. Ketentuan umum kapabilitas berdasarkan CPOB adalah

- $Kp > 2.5$ = Kapabilitas sangat baik
- $Kp 2.4 - 1.0$ = Kapabilitas baik hingga buruk
- $Kp < 1$ = Kapabilitas tidak dapat diterima 7'

Dengan perhitungan sesuai persamaan berikut

$$Kp = \frac{(BAS - BBS) - (2 \times RSD)}{(6 \times SD)}$$

Keterangan:

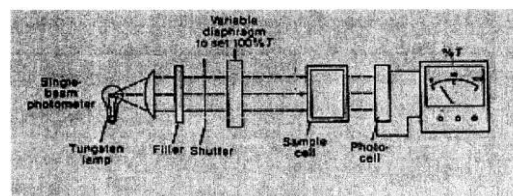
- Kp - Kapabilitas metode analisis
- BAS = Batas atas spesifikasi
- BBS = Batas bawah spesifikasi
- SD = Standar deviasi
- RSD = Relatif standar deviasi

Instrumen Spektrofotometer UV-VIS

Spektrofotometer UV-VIS atau spektrofotometer ultraviolet-sinar tampak memanfaatkan sinar dengan panjang

gelombang 180-380 nm untuk daerah UV dan 380-780 nm untuk daerah *visible* atau sinar tampak. Spektrofotometer ini jenisnya terdiri Was berkas tunggal (*single beam*) dan berkas rangkap (*double beam*). Perbedaan pada keduanya adalah pada spektrofotometer *double beam* pengukuran dapat dilakukan secara bersamaan antara kuvet yang berisi larutan contoh atau standar dan kuvet yang berisi blanko dalam satu ruang sehingga pembacaan serapan zat tidak dipengaruhi oleh perubahan tegangan listrik karena blanko dan zat diukur pada saat yang bersamaan. Secara umum sistem spektrofotometer terdiri atas sumber radiasi, monokromator, sel, foto sel, detektor, dan tampilan (*display*). Seperti terlihat pada gambar 1.

Gambar 1. Bagan alat spektrofotometer



Sumber radiasi berfungsi memberikan energi radiasi pada daerah panjang gelombang yang tepat untuk pengukuran dan mempertahankan intensitas sinar yang tetap pada pengukuran. Sumber radiasi untuk spektrofotometer UV-VIS adalah lampu hidrogen atau deuterium dan lampu filamen. Lampu hidrogen digunakan untuk mendapatkan radiasi di daerah ultraviolet sampai 350 nm. Lampu filamen digunakan untuk daerah sinar tampak sampai inframerah dekat dengan panjang gelombang 350 nm sampai sekitar 250 nm.

Monokromator berfungsi menghasilkan radiasi monokromatis yang diperoleh dilewatkan melalui kuvet yang berisi sampel dan blanko secara bersamaan dengan bantuan cermin berputar.

Sel atau kuvet adalah tempat bahan yang akan diukur serapannya. Kuvet harus dibuat dari bahan yang tidak menyerap radiasi pada daerah yang digunakan, umumnya terbuat dari kaca tembus sinar tetapi bisa pula terbuat dari plastik. Sel yang terbuat dari kuarsa baik untuk

spektroskopi UV-VIS. Kuvet dari bahan kaca silikat biasa tidak dapat digunakan untuk spektroskopi ultraviolet karena bahan kaca silikat dapat menyerap ultraviolet.

Fotosel berfungsi menangkap cahaya yang diteruskan zat dan kemudian mengubahnya menjadi energi listrik yang kemudian akan disampaikan ke detektor. Detektor adalah material yang dapat menyerap energi dari foton dan mengubahnya dalam bentuk lain, yaitu energi listrik.

Display atau tampilan mengubah sinar listrik dari detektor menjadi pembacaan yang berupa meter atau angka yang sesuai dengan hasil yang dianalisis. Prinsip kerja spektrofotometer adalah berdasarkan hukum Lambert-Beer, yaitu seberkas sinar dilewatkan suatu larutan pada panjang gelombang tertentu, sehingga sinar tersebut sebagian ada yang diteruskan dan sebagian lainnya diserap oleh larutan. Besarnya sinar (A) berbanding lurus dengan konsentrasi zat penyerap (C) dan jarak yang ditempuh sinar (a) dalam larutan (tebal larutan, b).

Hukum Lambert-Beer

$$A = a \cdot b \cdot C$$

Keterangan:

A = Serapan (absorbans)

C = Konsentrasi

a = Koefisiensi serapan spesifik

b = Tebal larutan

Pada spektrofotometer UV-VIS, zat diukur dalam bentuk larutan. Analit yang dapat diukur dengan spektrofotometer sinar tampak adalah analit berwarna atau yang dapat dibuat berwarna. Analit berwarna adalah analit yang memiliki sifat menyerap cahaya secara alami. Analit yang dibuat berwarna adalah analit yang tidak berwarna sehingga harus direaksikan dengan zat tertentu untuk membentuk senyawa yang menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu. Pembentukan warna untuk zat atau senyawa yang tidak berwarna dapat dilakukan dengan pembentukan kompleks atau dengan cara oksidasi sehingga analit menjadi berwarna.

Masalah-masalah dalam pengukuran spektrofotometer

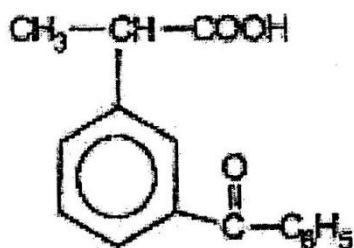
Sumber-sumber masalah dalam pengukuran secara spektrofotometri menurut Christian (1994) adalah

1. Penyimpangan kimia dapat terjadi bila ada perubahan-perubahan akibat proses kimia, seperti senyawaan yang dianalisis bereaksi dengan senyawaan lain atau pelarut yang digunakan.
2. Penyimpangan alat dapat diakibatkan oleh kemungkinan masih adanya sinar yang bersifat polikromatik. Tuntutan ini sukar dipenuhi karena monokromator kurang mampu mengisolasi panjang gelombang yang benar-benar monokromatik. Di samping kelemahan monokromator, juga ada pengaruh sinar sesatan. Sinar ini terjadi karena pantulan permukaan alat optis yang digunakan dan hamburan sinar oleh dinding dalam peralatan untuk kemudian menerobos celah tanpa lewat monokromator menuju detektor.
3. Penyimpangan terhadap hukum Lambert Beer
Hukum Lambert Beer berlaku untuk konsentrasi media yang encer dan jika ' terlalu pekat maka fungsi absorbans terhadap konsentrasi menjadi tidak linear.

Ketoprofen

Ketoprofen merupakan kelompok analgesik bukan narkotik yang dibagi berdasarkan struktur kimia, di antaranya adalah turunan asam propionat. Golongan obat analgesik umumnya digunakan sehari-hari, yaitu untuk mengurangi rasa sakit, untuk menurunkan suhu tubuh, dan juga dapat memberikan efek antiinflamasi dengan menghambat pembentukan prostaglandin. Definisi analgesik sendiri adalah obat-obat yang dapat meringankan atau menghilangkan rasa nyeri tanpa menghilangkan kesadaran. Salah satu contoh dari golongan ini adalah ketoprofen. Ketoprofen merupakan zat aktif yang terdapat dalam obat ketoprofen 100 mg/2

mL injeksi. Ketoprofen merupakan turunan asam propionat, yaitu suatu *antiinflamasi nonsteroid* (AINS). Ketoprofen mempunyai aktivitas antiinflamasi, antipiretik, dan analgesik secara sentral dan perifer. Rumus stuktur kimia ketoprofen dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Stuktur Kimia Ketoprofen

Ketoprofen memiliki nama lain seperti ketoprofenum, asam-2-(3-benzoilfenil) propionat, dan asam m-benzoihidratropik. Ketoprofen memiliki rumus molekul C₁₆H₁₄O₃ dan bobot molekul 254.3.

Kandungan Ketoprofen 100 mg/2 mL injeksi

Ketoprofen 100 mg/2 mL injeksi merupakan salah satu obat generik yang mengandung ketoprofen 100 mg setiap 2 mL injeksi. Fungsinya adalah untuk mengurangi rasa nyeri akibat peradangan pada berbagai keadaan rematik dan kelainan degeneratif pada sistem otot rangka.

Identifikasi

Ketoprofen mengandung tidak kurang dari 98.5% b/b dan tidak lebih dari 100.5% b/b C₁₆H₁₄O₃ dihitung terhadap zat yang telah dikeringkan; berbentuk serbuk atau habrur; berwarna putih atau hampir putih; tidak atau hampir berbau; mudah larut dalam etanol, kloroform, eter, dan tidak larut dalam air; suhu lebur 9396 C; susut pengeringan kurang dari 0.5%; sisa pengijaran kurang dari 0.1%; logam berat kurang dari 0.0002%. Identifikasi untuk analisis kualitatif dan kuantitatif dapat dilakukan secara spektrofotometri serapan inframerah dan serapan UV (FI, 1995).

Cara Kerja Obat

Secara farmakodinamik, mekanisme kerja ketoprofen yang merupakan zat aktif antiinflamasi yang akan menghambat pembentukan prostaglandin (suatu polipeptida) dan agregasi trombosit sehingga akan menghalangi penempelan trombosit dari cairan vaskuler.

Secara farmakokinetik, ketoprofen diserap secara cepat dan sempurna dalam saluran cerna. Kadar maksimum dalam plasma dicapai dalam waktu 60 hingga 90 menit setelah pemberian oral (45 hingga 60 menit setelah pemberian melalui rektal), 99% ketoprofen terikat dengan protein plasma.

Kontraindikasi dan Efek Samping

Kontraindikasi dari obat ketoprofen 100 mg/2 mL injeksi adalah terhadap pasien-pasien gangguan fungsi ginjal dan hati yang berat, *peptic ulcer*, serta pasien yang hipersensitif terhadap ketoprofen, asam asetil salisilat, dan AINS lain. Efek samping yang dapat ditimbulkan oleh obat ketoprofen 100 mg/2 mL injeksi adalah dapat menyebabkan mual, muntah, diare, konstipasi, pusing, sakit kepala, gangguan fungsi ginjal, dan konsistensi tinja lunak.

METODOLOGI PENELITIAN

Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan pada tanggal 5 Maret sampai 4 Mei 2007, di Laboratorium Unit Pengawasan Mutu PT Novell Pharmaceutical Laboratories.

Deskripsi Proses

Validasi metode analisis dilakukan dengan urutan pembuatan matriks atau plasebo, pembuatan sampel simulasi, dan pengukuran kadar sampel simulasi. Prosedur dilakukan duplo untuk setiap konsentrasi dan ditetapkan pada tiga hari yang berbeda.

Matriks atau plasebo dibuat dengan mencampurkan bahan-bahan lain yang tidak bereaksi dengan bahan aktif dengan komposisi yang berbeda tanpa adanya penambahan bahan aktif dengan jumlah sesuai kebutuhan.

Sampel simulasi dibuat dengan menambahkan sejumlah bahan aktif (ketoprofen), dengan jumlah tertentu

sehingga didapatkan konsentrasi yang berbeda-beda dalam simulasi sampel. Komposisi simulasi dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1 Komposisi sampel simulasi

Simulasi (%)	Ketoprofen (gram)	Matriks (mL)
80	2.012	50.00
90	2.264	50.00
100	2.515	50.00
,110	2.767	50.00
120	3.018	50.00

Larutan standar dibuat dengan tiga titik konsentrasi, yaitu 80% b/b, 100% b/b, dan 120% bib. Konsentrasi larutan standar 80% b/b, 100% bib, dan 120% bib secara berturut-turut dibuat dengan melarutkan 20.2 mg, 25.2 mg, 30.7 mg standar ketoprofen (potensi 99.10% bib) ke dalam labu ukur 50.0 mL kemudian ditambahkan pelarut hingga tanda batas. Larutan disonikasi selama 10 menit. Dipipet 1.0 mL larutan standar ketoprofen kemudian dimasukkan ke labu ukur 50.0 mL ditambahkan pelarut hingga tanda batas, dikocok homogen.

Pembuatan larutan sampel. Dipipet 1.0 mL larutan simulasi, dimasukkan ke dalam labu ukur 100.0 mL kemudian ditambahkan pelarut hingga tanda batas. Dipipet 1.0 mL simulasi yang telah diencerkan ke dalam labu ukur 50.0 mL kemudian ditambahkan pelarut hingga tanda batas.

Larutan sampel dan standar diperiksa kadarnya dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang yang memberikan serapan terbesar pada hasil *scanning* larutan sampel dan standar pada konsentrasi 100% b/b.

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam pengukuran sampel ketoprofen 100 mg/2 mL injeksi adalah spektrofotometer berkas rangkap dengan merk Shimadzu 1700, kuvet, neraca analitik, labu ukur 50.0 mL, labu ukur 100.0 mL, pipet tetes, pipet volumetrik 1.0 mL, dan spatula.

Bahan yang digunakan dalam pembuatan matriks atau plasebo adalah campuran bahan yang telah diatur komposisinya tanpa ada penambahan bahan aktif (ketoprofen), ketoprofen sebagai bahan aktif, dan metanol sebagai pelarut.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil yang diperoleh dari beberapa parameter yang dikerjakan pada percobaan dibandingkan dengan syarat yang telah ditetapkan. Syarat dari beberapa parameter validasi metode penetapan kadar ketoprofen (FI 1995) dapat dilihat pada Tabel 2.

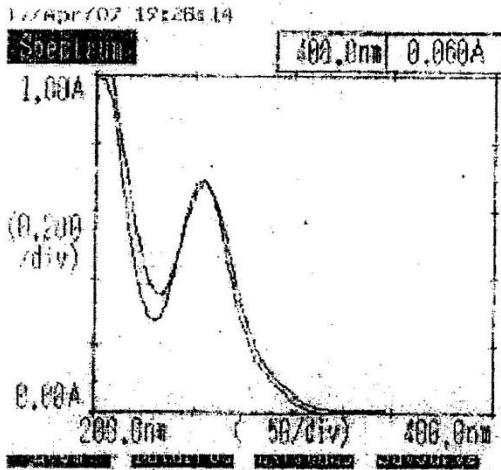
Tabel 2. Parameter validasi metode penetapan kadar ketoprofen.

Parameter	Satuan	Syarat
Ketepatan	%	98.0 - 102.0%
Linearitas	Koefisien Korelasi	Lebih besar dari 0.9950
Perolehan Kembali	%	98.0 - 102.0%
Ketelitian	RSD	RSD < 2%
Selektivitas	Bebas pengotor	Tidak ada senyawa pengganggu
Kapabilitas metode	Kp	Lebih besar dari 2.5

Pada Spektrofotometer UV-VIS, pengukuran zat melibatkan blangko, standar, dan analit. Pada penentuan ketoprofen, selain sebagai blangko metanol juga berfungsi sebagai pelarut karena dapat melarutkan analit dengan baik, relative transparan (*melewatkan*) terhadap daerah spektrum analit yang digunakan untuk pengukuran dan tidak berinteraksi dengan molekul senyawa yang dianalisis.

Penentuan panjang gelombang yang tepat merupakan hal penting untuk dilakukan pada penentuan kadar bahan aktif ketoprofen. Panjang gelombang yang tepat untuk pengukuran zat ialah panjang gelombang yang menunjukkan serapan maksimum suatu zat. Untuk mengetahui hal tersebut maka terlebih dahulu dibuat spektrum serapan dari standar dan sampel pada konsentrasi 100% b/b yang menyatakan hubungan antara absorbans

dan panjang gelombang. Kurva yang berimpitan menunjukkan bahwa sampel dan standar memiliki serapan pada daerah panjang gelombang yang sama. Hasil *scanning* larutan standar dan sampel menunjukkan bahwa panjang gelombang yang memiliki serapan maksimum pada larutan standar dan sampel adalah pada panjang gelombang 254 nm seperti terlihat pada Gambar 3.



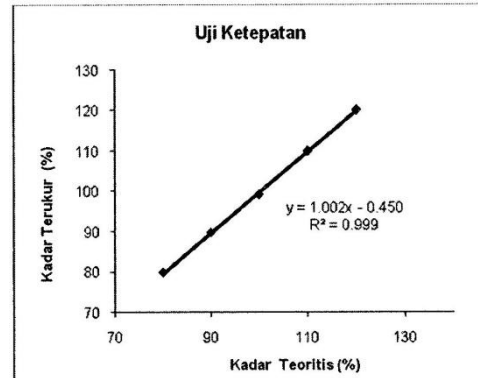
Gambar 3. Kurva hasil *scanning* larutan sampel dan standar pada konsentrasi 100% b/b.

Uji ketepatan

Penetapan ketepatan dimaksudkan untuk mengetahui sejauh mana ketepatan kadar ketoprofen yang dinyatakan dengan persen perolehan kembali. Besarnya perbedaan hasil dengan kadar teoritis menunjukkan adanya ketidaktepatan dalam pengerjaan preparasi sampel ataupun ketidakstabilan bahan yang dianalisis. Hasil penetapan akurasi dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil rata-rata penetapan akurasi metode analisis.

Simulasi	Hari I	Hari II	Hari III	Rata-rata	Persen Bias (%)	Ketepatan (%)
80	79.594	80.171	80.141	79.969	0.000	99.961
90	89.087	89.529	90.915	89.844	-0.002	99.826
100	99.522	99.457	98.521	99.167	-0.008	99.167
110	109.594	109.243	110.986	109.941	-0.001	99.946
120	120.174	119.529	120.423	120.042	0.000	100.035
Rata-rata					-0.002	99.787

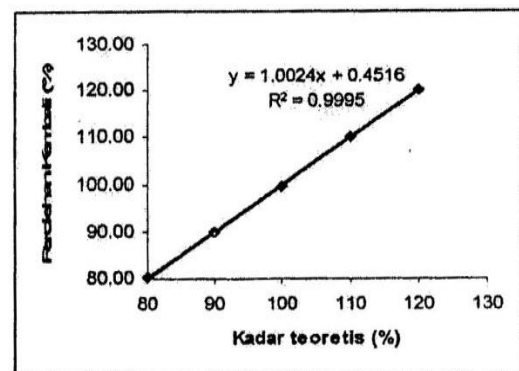


Gambar 4. Kurva hasil uji akurasi.

Hasil pada Tabel 3, menyatakan bahwa rata-rata perolehan kembali pada rentang konsentrasi 80% b/b-120% b/b dengan dua kali pengulangan selama tiga hari berturut-turut adalah sebesar 99.787%. Besarnya nilai ketepatan dapat dilihat berdasarkan persen bias. Semakin kecil persen bias yang didapat maka semakin besar persen ketepatan metode analisis. Hasil penetapan persen bias bisa dilihat pada Tabel 3. Kisaran kerja yang digunakan menunjukkan kisaran yang linear, hal ini dapat dilihat dari koefisien korelasi yang dihasilkan yaitu sebesar 0.9995. Kurva regresi linear akurasi dapat dilihat pada Gambar 4.

Uji Linearitas

Penetapan ini dilakukan untuk menentukan kisaran kerja yang linear. Adapun rentang kerja yang digunakan dalam penetapan ini adalah 80%-120%. Hasil penetapan linearitas dinyatakan dengan koefisien korelasi (r) yang digambarkan dengan persamaan garis lurus yang terlihat pada Gambar



Gambar 5. Kurva hasil uji linearitas.

Berdasarkan Gambar 5, koefisien korelasi

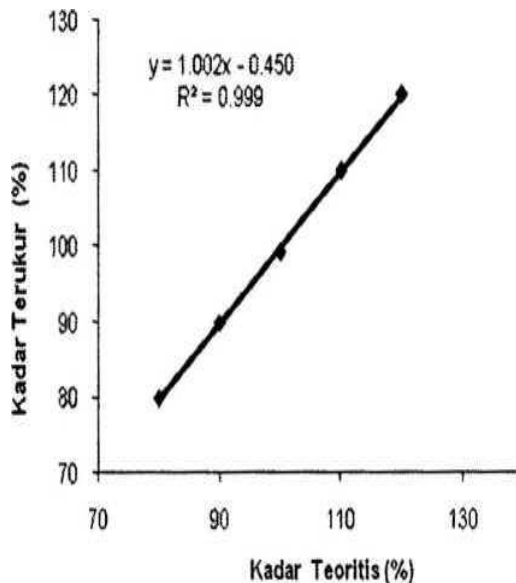
(r) yang diperoleh sebesar 0.9995. Semakin besar nilai koefisien korelasi yang didapat semakin besar kelinearan yang didapat. Kisaran kerja yang dihasilkan menunjukkan kondisi kerja yang linear yang sesuai dengan hukum Lambert Beer.

Uji perolehan kembali

Perolehan kembali menyatakan kadar yang diperoleh kembali dari hasil pengukuran dan membandingkannya dengan nilai teoretis yang telah ditetapkan. Perolehan kembali yang didapatkan pada metode analisis sebesar 99.787%. Hasil yang didapat termasuk baik karena syarat perolehan kembali yang ditetapkan adalah sebesar 98.0%-102.0%. Hal ini menunjukkan kestabilan zat yang dianalisis dan ketepatan metode analisis yang cukup besar. Hasil penetapan perolehan kembali dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil penetapan perolehan kembali metode analisis

Simulasi (%)	Hari I (%)	Hari II (%)	Hari III (%)	Rata-rata (%)	P. kembali (%)
80	79.594	80.171	80.141	79.969	99.961
90	89.087	89.529	90.915	89.844	99.826
100	99.522	99.457	98.521	99.167	99.167
110	109.594	109.243	110.986	109.941	99.946
120	120.174	119.529	120.423	120.042	100.035
Rata-rata					99.787



Gambar 6. Kurva hasil uji perolehan kembali.

Uji ketelitian

Penetapan ketelitian dilakukan untuk melihat sejauh mana ketelitian metode analisis dalam penentuan kadar. Penetapan dilakukan dengan melihat besarnya simpang baku relatif (RSD) data rata-rata selama tiga hari berturut-turut. Semakin kecil nilai RSD yang didapat maka semakin besar ketelitian metode analisis yang digunakan. Hasil penetapan ketelitian metode analisis dapat dilihat pada Tabel 5.

Hasil pada Tabel 5, menyatakan bahwa koefisien variansi (% RSD) yang dihasilkan sebesar 0.651 %. Nilai ini menyatakan bahwa ketelitian metode analisis bisa dipercaya karena telah memenuhi persyaratan, yaitu kurang dari 2%. Data perhitungan harian bisa dilihat pada Lampiran 8, 9, 10, dan 11.

Uji selektivitas

Penetapan selektivitas dimaksudkan untuk menunjukkan bahwa metode yang spesifik mempunyai kemampuan untuk mendeteksi dan menentukan zat aktif tanpa adanya gangguan zat asing dalam formula. Pengukuran dilakukan terhadap matriks contoh, yaitu dengan melakukan identifikasi larutan matriks pada panjang gelombang 200 nm hingga 400 nm. Hasil yang didapatkan matriks sampel tidak terdeteksi pada saat identifikasi. Adapun syarat penerimaan pada penetapan

selektivitas adalah spektrogram yang dihasilkan tidak menunjukkan adanya gangguan pada pengukuran absorbans zat asing yang ada dalam formula.

Uji kapabilitas

Kapabilitas menunjukkan kemampuan metode analisis untuk pemeriksaan kadar bahan aktif dalam sampel. Nilai kapabilitas dipengaruhi oleh beberapa faktor, seperti standar deviasi (SD), standar deviasi relatif (RSD), batas atas spesifikasi (BAS) dan batas bawah spesifikasi (BBS). Batas atas bernilai 110 dan batas bawah spesifikasi bernilai 90. Nilai ini berasal dari standar yang berlaku di farmakope bahwa untuk analisis zat aktif dalam obat disyaratkan kadarnya berkisar 90-110% b/b. Apabila di dalam obat BBS kurang dari 90% b/b bahan aktif maka obat tersebut tidak memiliki kemampuan mengobati suatu penyakit. Sebaliknya nilai BAS yang lebih dari 110% b/b bahan aktif akan mengakibatkan over dosis terhadap penggunaannya.

Hasil yang didapat nilai kapabilitas (Kp) metode sebesar 4.836 nilai ini menyatakan bahwa kapabilitas metode sangat baik karena syarat yang ditetapkan adalah lebih besar dari 2.5 sehingga dapat digunakan untuk analisis rutin. Contoh perhitungan data analisis selengkapnya bisa dilihat pada Lampiran 12.

KESIMPULAN

Hasil unjuk kerja spektrofotometer untuk analisis ketoprofen (untuk metode unjuk validasi) menunjukkan bahwa unjuk kerja alat spektrofotometer dalam keadaan baik, hal ini dapat dilihat dari:

- Nilai galat dibawah 2,0%.
- Nilai ketelitian dan ketepatan sebesar 99.787%.
- Nilai regresi pada uji linearitas sebesar 0.9995.
- Kapabilitas sebesar 4.836.
- Perolehan kembali sebesar 99.79%.

Sehingga metode uji dapat digunakan secara rutin untuk analisis.

DAFTAR PUSTAKA

- [Depkes RI] Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 1995. *Farmakope Indonesia*. Ed ke-4. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Badan Pemeriksaan Obat dan Makanan. 2001. *Cara Pembuatan Obat yang Baik*. Jakarta: Badan Pemeriksaaan Obat dan Makanan.
- BP. 1999. Vol 1 *The BP 1999 The British Pharmacopeial*. London: The Stationery Office.
- BP. 1999. Vol 2 *The BP 1999 The British Pharmacopeia*1. London: The Stationery Office.
- Christian GD. 1994. *Analytical Chemistry*. Ed ke-5. Washington: J. Willey
- Mutschler E. 1991. *Dinamika Obat*. Edisi kelima. Mathilda B widianto dan Anra Setiadi Ranti, penerjemah. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Anief M. 2004. *Prinsip Umum dan Dasar Farmakologi*. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Day RA dan Underwood AL. 1992. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Ed ke-5. AH Pudjaatmaka, penerjemah. Jakarta: Erlangga.
- USP NF. 2006. *The USP NF The National Formulary* Ed. Rockville. United States Pharmacopeial Convention.
- USP-24 NF-19. 2000. *The USP-24 The National Formulary* 19. Ed ke-12 Rockville. United States Pharmacopeial Convention.