



## VALIDATION METHOD OF ULTRAVIOLET SPECTROPHOTOMETRY DETERMINATION OF CONTENT IN AMBROXOL HCl TABLET

Tedy Kurniawan Bakri<sup>1</sup>, Fathur Rahman Harun<sup>2</sup>, Misrahanum<sup>1</sup>, Sadli<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Farmasi, Fakultas MIPA, Universitas Syiah Kuala, Darussalam - Banda Aceh

<sup>2</sup>Jurusan Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Sumatera Utara, Medan – Sumut

\*E-mail: sadli\_zhafara@unsyiah.ac.id

**Abstract.** *Ambroxol Hydrochloride (Ambroxol HCl) is one of mucolytic drugs that is commonly used to dilute the secretion within the respiratory tract. This process is completed by lowering the viscosity of mucopolysaccharides, in which its characteristic which is mucolytic within the respiratory tract. This research aims to conduct a validation of the UV spectrophotometry method in determining the level of ambroxol HCl in tablets. This method is also used to obtain the level of ambroxol HCl in tablets that are available in the market. The parameters of the validation are accuracy, precision, limit of detection (LOD), and limit of qualification (LOQ). The samples of ambroxol HCl consisted of one (1) generic tablet and five (5) from branded tablets from the market. The results of the validation tested gave an accuracy of 99.58% in recovery percentage and Relative Standard Deviation (RSD) of 1.14%. These results showed that this method gave good precision and exactness, with the limit of detection (LOD) 0,1505 µg/ml and limit of quantification (LOQ) 0,5018 µg/ml. These numbers are obtained from tablets with brands namely Lapimuc<sup>®</sup> (PT. Lapi) with its level of ambroxol HCl of 99,71 ± 0,64%; Epexol<sup>®</sup> (PT. Sanbe) with levels of ambroxol HCl of 99,78 ± 0,52%; Mucera<sup>®</sup> (PT. Otto) with levels of ambroxol HCl of 99,76 ± 0,5239%; Mucos<sup>®</sup> (PT. Meprofarm) with levels of ambroxol HCl of 99,8 ± 0,75%; Mucopect<sup>®</sup> (PT. Boehringer Ingelheim) with levels of ambroxol HCl of 99,5 ± 0,70%; and finally a generic tablet with the level of ambroxol HCl (PT. Phapros) of 99,6 ± 0,59%. All tablets used within this research have conform to the general levels of ambroxol HCl in a tablet which is not less than 90.0% and not more than 110% from the number written in the regulation.*

**Keyword:** Validation, Spectrophotometry, Ambroxol Hydrochloride.

### I. PENDAHULUAN

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penelitian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Tujuan utama dari validasi metode analisis yaitu untuk memastikan bahwa prosedur dapat diterapkan secara objektif, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Dalam perdagangan sediaan tablet ambroxol HCl terdapat dalam sediaan tablet generik dan nama dagang. Obat dengan nama generik harganya jauh lebih murah

dibandingkan obat dengan nama dagang. Sementara masyarakat cenderung menilai bahwa kualitas obat identik dengan obat yang lebih mahal dan mutunya lebih baik dari pada obat yang lebih murah harganya [1]. Dilihat dari struktur ambroxol HCl yang mempunyai gugus kromofor dan ausokrom maka senyawa ini dapat menyerap radiasi pada daerah ultraviolet. Ambroxol HCl memberikan serapan maksimum dalam pelarut HCl 0,1 N pada panjang gelombang 245 nm ( $A_1^{259}$ ), sehingga kadarnya dalam sediaan tablet dapat ditentukan secara spektrofotometri ultraviolet [2]. Dalam Farmakope Indonesia Edisi IV dan *The United States Pharmacopeia* (USP) tidak terdapat

monografi dari ambroxol HCl tetapi pada *European Pharmacopoeia* monografinya terdapat dalam bentuk bahan baku dan dalam sediaan tablet yang penetapan kadarnya dilakukan secara titrasi potensiometri menggunakan pelarut NaOH 0,1 M dan dengan cara HPLC menggunakan kolom C<sub>18</sub>, dengan fase gerak asetonitril ammonium pH 7, panjang gelombang 240 nm [3]. Pada pembuatan obat, pemeriksaan kadar zat aktif merupakan persyaratan yang harus dipenuhi untuk menjamin mutu sediaan obat. Sediaan obat yang berkualitas baik akan menunjang tercapainya efek terapeutik yang diharapkan dan salah satu parameter persyaratan mutu adalah kadar zat berkhasiatnya harus memenuhi persyaratan kadar seperti yang tercantum dalam Farmakope Indonesia dan buku standar lainnya [4]. Berdasarkan hal tersebut di atas, peneliti mencoba menggunakan metode spektrofotometri ultraviolet untuk menentukan kadar ambroxol HCl dalam sediaan tablet dan untuk menguji keabsahan dari metode ini dilakukan uji validasi dengan parameter akurasi, presisi, limit deteksi dan limit kuantitasi. Metode ini memiliki banyak keuntungan antara lain pengerjaannya mudah, sederhana, cukup sensitif, biayanya relatif murah dan mempunyai kepekaan analisis cukup tinggi.

## II. METODE PENELITIAN

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah spektrofotometer ultraviolet/visible (UV mini 1240 Shimadzu), neraca analitik (Shimadzu), dan alat-alat gelas. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah HCl pekat (E. Merck), akuades (CV. Rudang Jaya), ambroxol HCl BPFI, tablet ambroxol HCl 30 mg dengan nama dagang Lapimuc<sup>®</sup> (PT. Lapi), Epexol<sup>®</sup> (PT. Sanbe), Mucera<sup>®</sup> (PT. Otto), Mucos<sup>®</sup> (PT. Meprofarm), Mucopect<sup>®</sup> (PT. Boehringer Ingelheim), dan tablet ambroxol HCl generik 30 mg dari (PT. Phapros). Pengambilan sampel dilakukan secara *purposif sampling* yaitu tanpa membandingkan antara tempat pengambilan sampel yang satu dengan tempat pengambilan sampel yang lain, karena tempat pengambilan sampel dianggap homogen. Sampel yang digunakan adalah sediaan tablet ambroxol HCl generik, dan sediaan tablet nama dagang. Proses pengambilan sampel dilakukan dengan menggunakan persamaan (1) [5].

$$n = \sqrt{N} + 1 \quad (1)$$

dimana  $n$  adalah jumlah sampel yang diteliti dan  $N$  adalah jumlah populasi. Dari survey yang dilakukan, terdapat 25 produk tablet yang mengandung ambroxol HCl (N), dengan demikian jumlah yang diteliti adalah 6 sampel ( $n$ ), yaitu 5 sampel nama dagang dan satu sampel nama generik. Adapun sampel yang diambil yaitu tablet ambroxol HCl 30 mg dengan nama dagang Lapimuc<sup>®</sup> (PT. Lapi), Epexol<sup>®</sup> (PT. Sanbe), Mecera<sup>®</sup> (PT. Otto), Mucos<sup>®</sup> (PT. Meprofarm), Mucopect<sup>®</sup> (PT. Boehringer Ingelheim), dan nama generik tablet ambroxol HCl 30 mg (PT. Phapros).

Pembuatan Pereaksi HCl 0,1 N dilakukan dengan cara mengencerkan 8,5 ml HCl pekat dalam akuades hingga 1000 ml [6]. Pembuatan larutan induk baku Ambroxol HCl BPFI dilakukan dengan prosedur sebagai berikut: ditimbang 50 mg ambroxol HCl BPFI, dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, ditambahkan 20 ml HCl 0,1 N, dikocok hingga larut, lalu dicukupkan dengan HCl 0,1 N sampai garis tanda sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 1000 µg/ml. Dari larutan induk baku I dipipet 5,0 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml secara kuantitatif, tambahkan HCl 0,1 N sampai garis tanda sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 100 µg/ml.

Penentuan panjang gelombang serapan maksimum dilakukan dengan cara sebagai berikut: dipipet 8,0 ml Larutan Induk Baku II, dimasukkan ke dalam labu tentukur 25 ml, diencerkan dengan HCl 0,1 N hingga garis tanda, lalu dikocok sampai homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 16,0 µg/ml, kemudian diukur serapannya pada rentang panjang gelombang 200-400 nm. Pembuatan dan penentuan linieritas kurva kalibrasi dilakukan dengan cara sebagai berikut: dipipet larutan induk baku berturut-turut, 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml; 6,0 ml masing-masing dimasukkan ke dalam labu tentukur 25 ml, diencerkan dengan HCl 0,1 N hingga garis tanda. Lalu dikocok sampai homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 8,0 µg/ml; 12,0 µg/ml; 16,0 µg/ml; 20,0 µg/ml; 24,0 µg/ml. Kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh, sebagai blanko digunakan HCl 0,1 N, kemudian dihitung persamaan garis regresi dan koefisien korelasi.

Penentuan kadar Ambroxol HCl dalam sediaan tablet dilakukan sebagai berikut: ditimbang dan

diserbukkan tidak kurang dari 20 tablet. Timbang seksama sejumlah serbuk setara dengan 25 mg ambroxol HCl (penimbangan serbuk dilakukan sebanyak 6 kali pengulangan), dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml dan ditambah sedikit HCl 0,1 N, dikocok dan diencerkan dengan HCl 0,1 N sampai garis tanda. Kemudian disaring, 5,0 ml filtrat pertama dibuang. Dipipet 5,0 ml filtrat, dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, dicukupkan dengan HCl 0,1 N sampai garis tanda. Dipipet 8,0 ml filtrat, dimasukkan ke dalam labu tentukur 25 ml, dicukupkan dengan HCl 0,1 N sampai garis tanda dan dikocok homogen. Diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh. Penetapan kadar ditentukan dengan menggunakan persamaan regresi yaitu:

$$Y = aX + b \quad (2)$$

dimana,  $Y$  menurupakan absorbansi,  $X$  adalah konsentrasi dimana  $a$  adalah Koefisien regresi (juga menyatakan slope/kemiringan) dan  $b$  adalah tetapan regresi dan juga disebut dengan intersep. Uji validasi metode dilakukan pada sampel ambroxol HCl dalam sediaan tablet dengan nama dagang Epexol<sup>®</sup> (PT. Sanbe). Uji akurasi dengan parameter persen perolehan kembali (*% recovery*) dilakukan secara penambahan bahan baku dengan membuat tiga konsentrasi analit dan bahan baku pembanding yang rentang sesifik 80%, 100%, 120% dan setiap rentang mengandung 70% analit sampel dan 30% baku pembanding, dengan perlakuan yang sama dengan perlakuan sampel.

#### **Rentang spesifik 80%**

Prosedur kerja sebelum penambahan baku pembanding adalah menggunakan prosedur sebagai berikut: ditimbang serbuk Epexol<sup>®</sup> (PT. Sanbe) dengan berat 145,5 mg setara dengan 16,8 mg, dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml, ditambahkan pelarut HCl 0,1 N lalu dikocok, kemudian disaring & dibuang 5,0 ml filtrat pertama. Dipipet 5,0 ml filtrat dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml, dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Dipipet 8,0 ml filtrat dimasukkan kedalam labu tentukur 25 ml, dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Larutan tersebut kemudian diukur serapannya sebelum penambahan baku pada panjang gelombang maksimum ambroxol HCl sehingga diperoleh konsentrasi Epexol. Dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

Prosedur kerja setelah penambahan baku pembanding adalah sebagai berikut: ditimbang serbuk Epexol<sup>®</sup> (PT. Sanbe) dengan berat 145,5 mg setara dengan 16,8 mg dan ditambahkan 7,2 mg baku pembanding (BPFI), dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml kemudian ditambahkan pelarut HCl 0,1 N lalu dikocok, kemudian disaring & dibuang 5,0 ml filtrat pertama. Dipipet 5,0 ml dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Dipipet 8,0 ml dimasukkan kedalam labu tentukur 25 ml dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Larutan tersebut kemudian diukur serapannya setelah penambahan baku pada panjang gelombang maksimum ambroxol HCl sehingga diperoleh konsentrasi Epexol. Dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

#### **Rentang Spesifik 100%**

Prosedur kerja sebelum penambahan baku pembanding dilakukan sebagai berikut: ditimbang serbuk Epexol<sup>®</sup> (PT. Sanbe) dengan berat 181,9 mg setara dengan 21,0 mg, dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml, ditambahkan pelarut HCl 0,1 N lalu dikocok, kemudian disaring & dibuang 5,0 ml filtrat pertama. Dipipet 5,0 ml dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Dipipet 8,0 ml filtrat dimasukkan kedalam labu tentukur 25 ml, dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Larutan tersebut kemudian diukur serapannya sebelum penambahan baku pada panjang gelombang maksimum ambroxol HCl sehingga diperoleh konsentrasi Epexol. Dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

Prosedur kerja setelah penambahan baku pembanding dilakukan sebagai berikut: ditimbang serbuk Epexol<sup>®</sup> (PT. Sanbe) dengan berat 181,9 mg setara dengan 21,0 mg, ditambahkan 9,0 mg baku pembanding BPFI, dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml kemudian ditambahkan pelarut HCl 0,1 N lalu dikocok, kemudian disaring & dibuang 5,0 ml filtrat pertama. Dipipet 5,0 ml dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Dipipet 8,0 ml dimasukkan kedalam labu tentukur 25 ml dicukupkan dengan pelarut sampai garis tanda. Larutan tersebut kemudian diukur serapannya setelah penambahan baku pada panjang gelombang maksimum ambroxol HCl sehingga

diperoleh konsentrasi Epexol. Dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

### Rentang Spesifik 120 %

Prosedur kerja sebelum penambahan baku pembanding dilakukan sebagai berikut: ditimbang serbuk Epexol® (PT. Sanbe) dengan berat 218,3 mg setara dengan 25,2 mg, dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml, ditambahkan pelarut HCl 0,1 N lalu dikocok, kemudian disaring & dibuang 5,0 ml filtrat pertama. Dipipet 5,0 ml dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Dipipet 8,0 ml filtrat dimasukkan kedalam labu tentukur 25 ml, dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Larutan tersebut kemudian diukur serapannya sebelum penambahan baku pada panjang gelombang maksimum ambroxol HCl sehingga diperoleh konsentrasi Epexol. Dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

Prosedur kerja setelah penambahan baku pembanding dilakukan sebagai berikut: ditimbang serbuk Epexol® (PT. Sanbe) dengan berat 218,3 mg setara dengan 25,2 mg, ditambahkan 10,8 mg baku pembanding BPF1, dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml, ditambahkan pelarut HCl 0,1 N lalu dikocok, kemudian disaring & dibuang 5,0 ml filtrat pertama. Dipipet 5,0 ml dimasukkan kedalam labu tentukur 50 ml dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Dipipet 8,0 ml filtrat dimasukkan kedalam labu tentukur 25 ml, dicukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai garis tanda. Larutan tersebut kemudian diukur serapannya setelah penambahan baku pada panjang gelombang maksimum ambroxol HCl sehingga diperoleh konsentrasi Epexol. Dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan. Penentuan Uji Akurasi dengan Parameter Persen Perolehan Kembali dengan Menggunakan Metode Penambahan Bahan Baku (*Standard Addition Method*). Persen perolehan kembali dapat dihitung dengan persamaan (3) [7].

$$\text{Persen perolehan kembali} = \frac{A-B}{C} \times 100\% \quad (3)$$

dimana A adalah konsentrasi yang diperoleh setelah penambahan bahan baku, B adalah konsentrasi sebelum penambahan bahan baku, sedangkan C adalah konsentrasi bahan baku yang ditambahkan. Sebelum ditentukan uji presisi dengan parameter RSD (*Relative*

*Standard Deviation*), terlebih dahulu dilakukan perhitungan SD dari 9 replikasi % perolehan kembali, selanjutnya dihitung RSD dengan persamaan (4) [7]:

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (4)$$

dimana RSD adalah *relative standard deviation*, SD adalah standard deviation dan  $\bar{X}$  adalah kadar rata-rata dalam sampel. Untuk menentukan batas deteksi (*Limit Of Detection*, LOD) dan batas kuantitas (*Limit Of Quantification*, LOQ) dapat dihitung dari persamaan regresi yang diperoleh dari kurva kalibrasi. Konsentrasi masing-masing dari kurva kalibrasi disubstitusikan pada persamaan regresi. Selanjutnya dihitung simpangan baku residual. Standard Deviation residual  $S^{y/x}$  dengan persamaan (5)[7].

$$S^{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(Y-Y_i)^2}{n-2}} \quad (5)$$

kemudian dihitung LOD dan LOQ dengan persamaan (6) dan (7) [7].

$$LOD = \frac{3 \times S^{y/x}}{\text{Slope}} \quad (6)$$

$$LOQ = \frac{10 \times S^{y/x}}{\text{Slope}} \quad (7)$$

dimana  $S^{y/x}$  adalah simpangan baku residual, LOD adalah batas deteksi dan LOQ adalah batas kuantitas. Perhitungan kadar dianalisis secara statistik menggunakan Uji t. Persamaan (8) digunakan untuk menghitung Standard Deviation (SD) [7] dan persamaan (9) untuk Uji-t..

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X-\bar{X})^2}{n-1}} \quad (8)$$

Dimana SD adalah Standart Deviation/ simpangan baku, X adalah kadar sampel,  $\bar{X}$  adalah kadar rata-rata dalam satu sampel dan n adalah jumlah perlakuan.

$$t \text{ hitung} = \frac{[X-\bar{X}]}{SD/\sqrt{n}} \quad (9)$$

dengan dasar penolakan apabila t hitung t tabel, pada taraf kepercayaan 99% dengan Nilai = 0,01, dk = n-1 [7]. Kadar dapat dihitung dengan persamaan garis regresi dan untuk menentukan data diterima atau ditolak digunakan dengan persamaan (10) [7]:

$$\mu = \bar{X} \pm t_{(1/2) dk} X \frac{SD}{\sqrt{n}} \quad (10)$$

dimana  $\mu$  adalah rentang kadar,  $\bar{X}$  kadar rata-rata sampel,  $X$  adalah kadar sampel,  $n$  adalah jumlah perlakuan,  $t$  adalah harga t-tabel sesuai dengan  $dk = n-1$ ,  $dk$  adalah derajat kebebasan, adalah tingkat kepercayaan dan  $SD$  adalah *Standart Deviation* (simpangan baku).

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pemilihan metode spektrofotometri ultraviolet untuk penetapan kadar, berdasarkan terdapatnya gugus kromofor dan ausokrom dalam struktur ambroxol HCl. Ambroxol HCl mempunyai panjang gelombang 245 nm dalam pelarut HCl 0,1 N dengan  $A_1^{259}$  [2]. Penentuan panjang gelombang ini dilakukan pada konsentrasi yang memberikan serapan dengan kesalahan fotometrik terkecil, yaitu  $\pm 0,4343$ . Untuk mendapatkan konsentrasi tersebut dapat dihitung menggunakan nilai  $A_1^{259}$  yang tertera di literatur kurva dan data serapan dapat dilihat pada Gambar 1 dan Tabel 1.

Tabel 1 Data absorbansi dari kurva serapan

Wavelength	Abs.
244.60	0.3745

Dari hasil perhitungan didapatkan konsentrasi pengukuran 16  $\mu\text{g/ml}$  dan dari hasil pengukuran diperoleh panjang gelombang ambroxol HCl adalah 244.60 nm dengan serapan 0,3745 pada pelarut HCl 0,1 N. Panjang gelombang yang diperoleh ini dapat diterima karena masih dalam batas penerimaan penentuan panjang gelombang yaitu  $\pm 2$  dari panjang gelombang yang tertera dalam literatur. Selanjutnya untuk penentuan kurva kalibrasi dan kadar ambroxol HCl dilakukan pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh [2]. Penentuan linieritas kurva kalibrasi dilakukan pada rentang konsentrasi 8  $\mu\text{g/ml}$ ; 12  $\mu\text{g/ml}$ ; 16  $\mu\text{g/ml}$ ; 20  $\mu\text{g/ml}$ ; dan 24  $\mu\text{g/ml}$  pada panjang gelombang maksimum 245 nm dengan menggunakan HCl 0,1 N sebagai blanko. Kurva dan data kurva kalibrasi dapat dilihat pada Gambar 2 dan Tabel 2. Dari hasil pembuatan kurva kalibrasi ambroxol HCl BPFI diperoleh hubungan yang linier antara konsentrasi dan serapan dengan koefisien korelasi ( $r$ ) = 0,99998. Koefisien korelasi ini memenuhi syarat kriteria penerimaan yaitu  $r \geq$

0,995 [2] dan dari perhitungan diperoleh persamaan regresi  $Y = 0,02385 X - 0,0003$ .

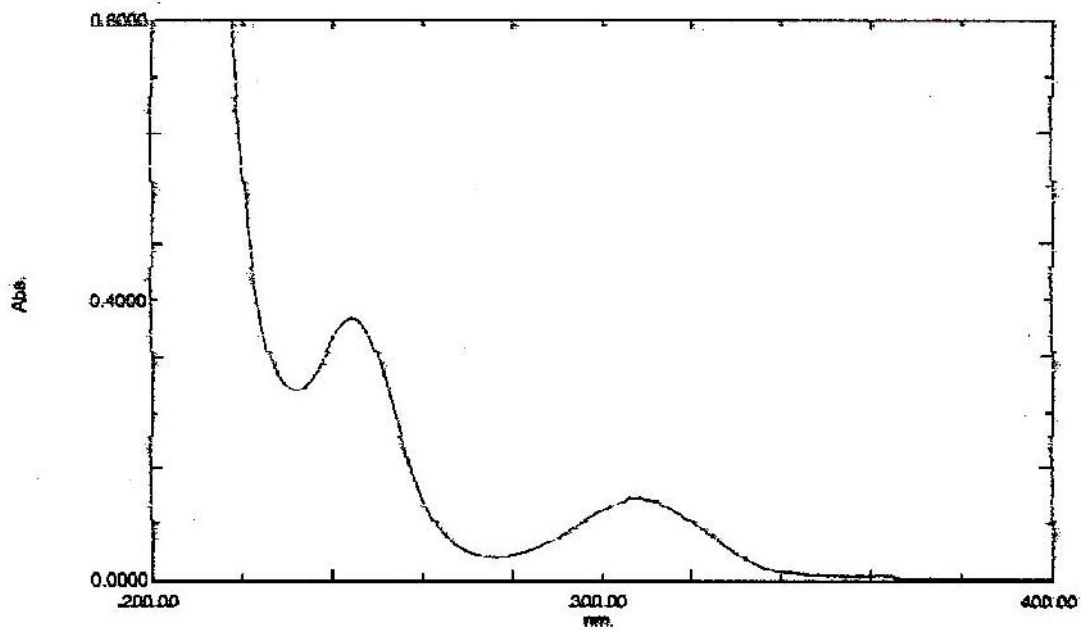
Tabel 2 Data serapan kurva kalibrasi dari ambroxol HCl BPFI

No.	Konsentrasi ( $\mu\text{g/ml}$ )	Serapan (A)
1	0,000	0,000
2	8,000	0,191
3	12,000	0,284
4	16,000	0,381
5	20,000	0,478
6	24,000	0,572

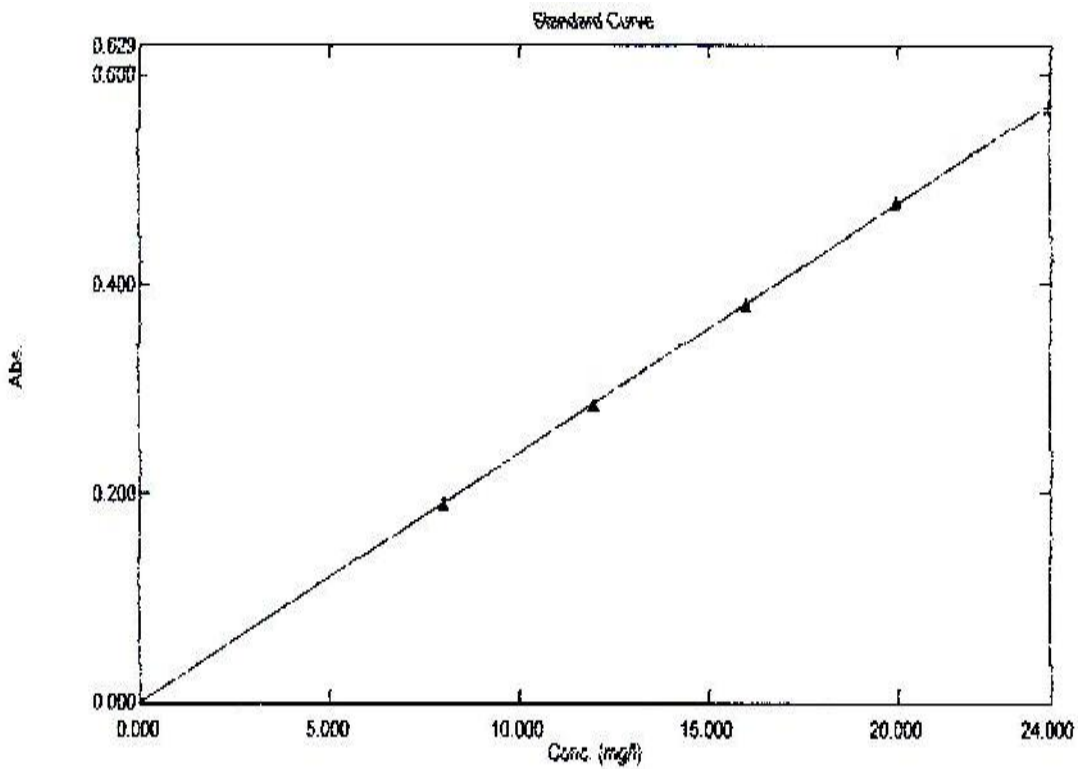
Pada penelitian ini dilakukan uji validasi dengan metode penambahan baku (*Standard Addition Method*) terhadap sampel ambroxol HCl dengan nama dagang Epexol<sup>®</sup> (PT. Sanbe), meliputi uji akurasi dengan parameter persen perolehan kembali (*% recovery*), uji presisi dengan parameter RSD (*Relative Standard Deviation*), batas deteksi (LOD), batas kuantitasi (LOQ).

Dari data di atas didapatkan persen perolehan kembali (*% recovery*) rata-rata 99,58%. Persen perolehan kembali ini dapat diterima karena memenuhi persyaratan uji akurasi dimana rentang rata-rata hasil persen perolehan kembali adalah 98-102% [8]. Nilai standar deviasi (SD) sebesar 1,14. Nilai RSD yang diizinkan adalah  $\leq 2\%$  sedangkan hasil RSD yang diperoleh yaitu 0,54%. Maka dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan mempunyai akurasi dan presisi yang baik. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) yang diperoleh dari penelitian ini sebesar 0,1505  $\mu\text{g/ml}$  dan 0,5018  $\mu\text{g/ml}$ , semua konsentrasi pengukuran sampel berada diatas konsentrasi LOD dan LOQ.

Dari hasil pengujian akurasi dan presisi yang diperoleh ini dapat disimpulkan bahwa metode analisis dengan metode spektrofotometri memenuhi persyaratan validasi metode sehingga dapat digunakan untuk penetapan kadar ambroxol HCl dalam sediaan tablet secara spektrofotometri ultraviolet. Dalam perdagangan sediaan tablet ditemukan dengan nama generik dan nama dagang dengan komposisi 30 mg/tablet. Pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah ambroxol HCl dengan nama generik dan nama dagang dengan komposisi 30 mg/tablet. Hasil penentuan kadar ambroxol HCl dalam sediaan tablet dapat dilihat pada Table 3.



Gambar 1 Kurva serapan maksimum ambroxol HCl BPFi (konsentrasi 16 µg/ml) dalam pelarut HCl 0,1 N.



Gambar 2 Kurva kalibrasi ambroxol HCl BPFi dalam pelarut HCl 0,1 N pada panjang gelombang 245 nm.

No.	Nama Sediaan	Kadar rata-rata (%)	Kadar Sebenarnya (%)
1	Epexol <sup>®</sup> (PT. Sanbe)	99,7	99,78 ± 0,52
2	Mucera <sup>®</sup> (PT. Otto)	99,6	99,6 ± 0,52
3	Lapimuc <sup>®</sup> (PT. Lapi)	99,7	99,7 ± 0,64
4	Mucos <sup>®</sup> (PT. Meprofarm)	99,8	99,8 ± 0,75
5	Mucopect <sup>®</sup> (PT.Boehringer Ingelheim)	99,5	99,5 ± 0,70
6	Ambroxol HCl generik (PT. Phapros)	99,6	99,6 ± 0,59

Dari data di atas menunjukkan bahwa kadar ambroxol HCl dalam sediaan tablet dengan nama generik dan dagang yang beredar di pasaran memenuhi persyaratan kadar umum, yaitu tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 110,0% dari jumlah yang tertera pada etiket.

## KESIMPULAN

Penerapan validasi metode spektrofotometri ultraviolet pada penetapan kadar ambroxol HCl dalam sediaan tablet memberikan uji validasi dengan parameter akurasi dan presisi yang memenuhi syarat dengan batas deteksi (LOD) 0,1505 µg/ml dan batas kuantitas (LOQ) 0,5018 µg/ml. Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa semua tablet yang diperiksa baik generik maupun nama dagang memenuhi persyaratan kadar umum tablet, yaitu tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 110% dari jumlah yang tertera pada etiket.

## REFERENSI

1. Depkes RI. (1989). *The Validation of Analytical Procedures Used in the Examination of Pharmaceutical Materials*. WHO Tehnical Report Series.
2. Moffat, A.C.; Osselton, M.D.; Widdop, B. (2004). *Clarke's Analysis Of Drug And Poisons*. Thirth edition London: Pharmaceutical Prss. Electronic Version.
3. European Pharmacopoeia, (2008). *Published In Accordance With The Convention On The Elaboration Of European Pharmacopoeia*. Edisi 6,0 volume 2 (A).
4. Depkes RI. (2009). *Undang – Undang RI No.36 Tentang Kesehatan*. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta. Hal. 40.
5. Torbeck L.D. (2009). *Statistical Solution; Square Root Of (N) + One Sampling Plan*. Pharmaceutical Technology. Halaman 33,128.
6. Ditjen POM. (1995). *Farmakope Indonesia*. Edisi IV. Departemen Kesehatan RI. Jakarta.
7. Rohman, A. dan Gandjar, I.G. (2012). *Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi*. Cetakan pertama. Yogyakarta. Pustaka Pelajar. Halaman 468-482.
8. Harmita (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungan*. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Vol I, No.3. Hal 117-135.