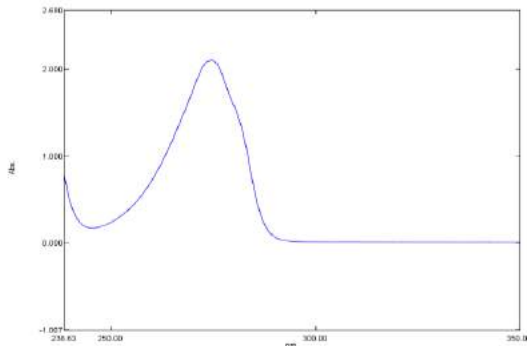


Bab VI Hasil Dan Pembahasan

VI. 1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang dilakukan terhadap masing-masing zat menggunakan spektrofotometer Shimadzu 1700 *Double beam*. Standar gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr masing-masing dipindai pada λ 200-400 nm. Panjang gelombang yang digunakan dipilih yang memiliki respon paling tinggi untuk semua senyawa (Surve, dkk., 2014). Pada monografi panjang gelombang gliseril guaiakolat yaitu 276 nm. Spektrum panjang gelombang gliseril guaiakolat dapat dilihat pada gambar VI.1.



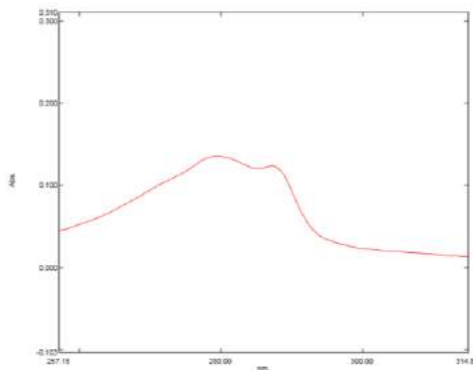
Gambar VI.1 Spektrum λ standar gliseril guaiakolat (20 bpj)

Pengukuran panjang gelombang standar gliseril guaiakolat menunjukkan panjang gelombang gliseril guaiakolat mendekati spektrum yang tertera pada monografi. Panjang gelombang maksimum standar gliseril guaiakolat didapatkan dengan melihat serapan maksimum serapan gliseril guaiakolat ditunjukkan pada tabel VI.1

Tabel VI.1 Serapan gliseril guaiakolat λ 200-400 nm

<i>P/V</i>	<i>Wavelength</i>	<i>Serapan</i>
↑	274,80	2,117

Penentuan λ maksimum didasarkan pada λ yang memiliki serapan yang paling besar. Berdasarkan data pada tabel diatas, λ yang digunakan yaitu pada 274 nm dengan serapan 2,117. Hal tersebut karena pada λ 274 nm menghasilkan kurva yang baik. Hasil pengukuran λ dekstrometorfan HBr dapat dilihat pada gambar VI.2

**Gambar VI.2** Spektrum λ dekstrometorfan HBr (20 bpj)

Menurut *British Pharmacopoeia* (2009), panjang gelombang maksimum yang digunakan untuk menentukan kadar dekstrometorfan HBr yaitu 280 nm. Nilai serapan yang terbaca selama scanning λ ditunjukkan pada tabel V.2

Tabel VI.2 Serapan dekstrometorfan HBr pada λ 200-400 nm

<i>P/V</i>	<i>Wavelength</i>	<i>Serapan</i>
↑	279,40	0,335

Berdasarkan data pada tabel diatas, panjang gelombang yang memiliki serapan paling tinggi yaitu pada 279 nm dengan serapan 0,335. Untuk

panjang gelombang senyawa campuran harus menunjukkan respon yang baik untuk seluruh senyawa yang dianalisis serta memiliki tinggi dan area yang dapat dikuantisasi (Shah dan Jasani, 2014). Pada λ 279 nm terdapat respon yang baik untuk senyawa gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr, dimana pada λ tersebut kedua senyawa dapat terbaca dan dapat dikuantisasi sehingga λ yang digunakan untuk penetapan kadar gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr adalah 279 nm .

VI. 2 Optimasi Kondisi Analisis (OKA)

Penentuan kondisi analisis bertujuan untuk mencari kondisi yang optimum yang selanjutnya akan digunakan untuk validasi metode. Penentuan kondisi analisis terdiri dari pemilihan dan perbandingan fase gerak yang digunakan, laju alir dan λ yang digunakan. Sistem elusi yang dilakukan pada penelitian ini yaitu isokratik. Elusi isokratik dilakukan dengan cara komposisi fase gerak yang digunakan tetap sama selama proses elusi. Kolom yang digunakan yaitu kolom C₁₈ (150 × 4,6 mm). Hasil optimasi kondisi analisis yang digunakan adalah sebagai berikut :

KCKT	: Shimadzu Prominance LC-20AT
Kolom	: ODS-3 C ₁₈ (150 × 4,6 mm)
Elusi	: Isokratik
Volume Injeksi	: 20 μ l
Fase Gerak	: Metanol : Air : Asam ortofosfat 0,1% (60:35:5)

Laju Alir : 0,5 ml/menit

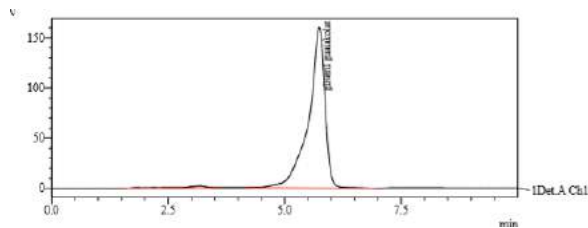
Detektor : UV

Panjang Gelombang : 279 nm

Waktu Pembacaan : 10 menit

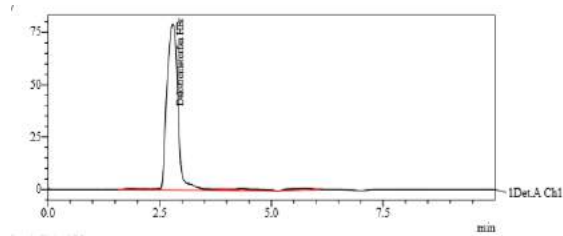
VI.3 Penentuan Waktu Retensi

Waktu retensi adalah waktu antara injeksi sampel dan munculnya respon puncak maksimum dari zona sampel yang dielusi (*First Supplement USP 40-NF 35*, 2017). Setiap zat memiliki waktu retensi yang berbeda. Penentuan waktu retensi dilakukan pada masing-masing zat yang diinjeksikan ke sistem KCKT. Semakin lama analit berinteraksi dengan fase diam, maka semakin lama analit tersebut keluar sehingga waktu retensi semakin besar. Kromatogram penentuan waktu retensi gliseril guaiakolat ditunjukkan pada gambar VI.3



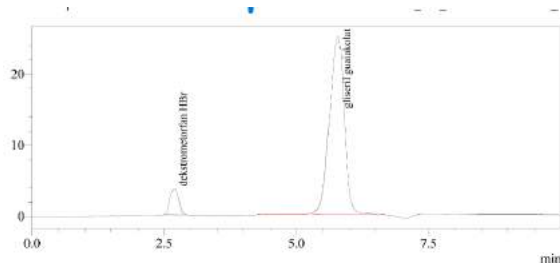
Gambar VI.3 Kromatogram Gliseril guaiakolat (20 bpj)

Berdasarkan kromatogram di atas, waktu retensi gliseril guaiakolat sebesar 5,7 menit dan menghasilkan 1 puncak yang baik. Kromatogram penentuan waktu retensi dekstrometorfan HBr ditunjukkan pada gambar VI.4



Gambar VI.4 Kromatogram Dekstrometorfan HBr (4 bpj)

Waktu retensi dekstrometorfan HBr sebesar 2,7 menit dan menghasilkan 1 puncak yang baik dan simetris (Gambar VI.4). Kromatogram penentuan waktu retensi untuk senyawa kombinasi gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr ditunjukkan pada gambar VI.5



Gambar VI.5 Kromatogram Gliseril guaiakolat- Dekstrometorfan HBr (20 bpj – 4 bpj)

Berdasarkan kromatogram diatas, untuk senyawa campuran gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr menunjukkan puncak kromatogram senyawa dekstrometorfan HBr sangat kecil jika dibandingkan dengan puncak kromatogram senyawa gliseril guaiakolat. Hal tersebut karena konsentrasi dekstrometorfan HBr yang lebih kecil dari pada konsentrasi gliseril guaiakolat. Perbedaan

konsentrasi keduanya yaitu sebesar lima kalinya sehingga puncak kromatogram yang dihasilkan sangatlah berbeda.

VI. 4 Uji Kesesuaian Sistem

Sistem KCKT harus diuji terlebih dahulu sebelum digunakan untuk analisis, melalui uji kesesuaian sistem agar mendapatkan keyakinan tentang keefektifan sistem kromatografi karena banyak faktor yang dapat memberikan perbedaan hasil uji seperti kolom, umur kolom, komposisi dan pH fase gerak (Snyder, 2010). Uji kesesuaian sistem dilakukan bertujuan agar memastikan apakah suatu sistem berjalan dengan baik dan benar. Uji kesesuaian sistem dilakukan pada metode terpilih dalam optimasi kondisi optimum dengan replikasi injeksi sebanyak 5 kali penyuntikan. Pengujian dilakukan dengan cara membuat larutan campuran gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr dengan konsentrasi masing-masing 20 bpj dan 4 bpj yang kemudian diinjeksikan sebanyak 20 μ l ke sistem KCKT. Hasil uji kesesuaian sistem gliseril guaiakolat dapat dilihat pada tabel VI.3

Tabel VI.3 Hasil uji kesesuaian sistem gliseril guaiakolat

Pengulangan penyuntikan	RT	Area	TF	K'	N Plates	Rs
1	5782	602988	0,634	3,646	2963,8	7,562
2	5740	606994	0,63	4,44	2955,9	7,536
3	5751	589469	0,634	4,361	2975,9	7,535
4	5728	579478	0,638	4,431	2985,4	7,549
5	5740	588555	0,636	4,607	2968,9	7,576
Rata-rata	5748,2	593496,8	0,6344	4,297	2969,97	7,5516
SD	20,572	11285,263				
Syarat	<% 2	<% 2	< 1.5	2-10	>2000	>2
RSD	0,3579	1,9014867	0,6344	4,297	2974,75	7,5516
Kesimpulan	MS	MS	MS	MS	MS	MS

Pada uji kesesuaian sistem terdapat beberapa parameter yang harus dipenuhi, diantaranya yaitu lempeng teoritis (N), tailing factor (Tf), faktor kapasitas (k) dan simpangan baku relatif (% SBR) luas area dari 5 kali penyuntikan. Data yang didapatkan kemudian diolah menggunakan software yang terhubung pada alat KCKT, yaitu LC Solution Analysis dan analisis data secara umum akan menggunakan Microsoft Excel. Data yang diperoleh dibandingkan dengan parameter-parameter tersebut.

Pada tabel diatas diperoleh nilai simpangan baku relatif (%RSD) luas area gliseril guaiakolat sebesar 0,357%, nilai rata-rata untuk lempeng teoritis 2969,971, resolusi 7,551 , *tailing factor* 0,634 dan faktor kapasitas 4,297. Hasil uji kesesuaian sistem dekstrometorfam HBr dapat dilihat pada tabel VI.4

Tabel VI.4 Hasil uji kesesuaian sistem dekstrometorfam HBr

Pengulangan penyuntikan	RT	Area	TF	K'	N Plates	Rs
1	2684	35731	1,096	2,157	2302,6	8,135
2	2664	35208	1,064	2,524	2285,3	9,664
3	2676	35801	1,077	2,495	2285,1	8,311
4	2660	36035	1,083	2,522	2270,2	9,573
5	2667	35083	1,063	2,606	2320,1	10,235
Rata-rata	2670,2	35571,6	1,0766	2,461	2292,64	9,1836
SD	9,705	407,34113				
SYARAT	<% 2	<% 2	< 1.5	2-10	>2000	>2
RSD	0,363	1,1451302	1,0766	2,461	2294,31	9,1836
Kesimpulan	MS	MS	MS	MS	MS	MS

Pada tabel di atas diperoleh nilai simpangan baku relatif (%RSD) luas area deksstrometorfan HBr sebesar 0,363%, nilai rata-rata untuk lempeng teoritis 2292,644, resolusi 9,183, tailing factor 1,076 dan faktor kapasitas 2,461.

Dari hasil uji kesesuaian sistem baik gliseril guaiakolat maupun deksstrometorfan HBr diperoleh nilai % RSD yang baik yaitu kurang dari 2%. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan dapat memberikan hasil yang baik. Jumlah plat teoritis digunakan untuk mengetahui efisiensi kolom yang digunakan. Jumlah plat teoritis untuk gliseril guaiakolat yaitu 2969,971 dan untuk deksstrometorfan HBr yaitu 2292,644. Resolusi digunakan untuk mengetahui ukuran pemisahan antar analit-analit. Resolusi dikatakan baik apabila nilai resolusi lebih dari 2. Nilai rata-rata resolusi pada senyawa gliseril guaiakolat yaitu 7,551 dan deksstrometorfan HBr yaitu 9,183. Hal tersebut menunjukkan bahwa pemisahan senyawa dapat berlangsung baik dan kedua puncak tidak saling berdekatan akibat adanya pengotor atau penggunaan pelarut dan fase gerak yang tidak sesuai. *Tailing factor* digunakan untuk menggambarkan kesimetrisan bentuk kurva kromatogram. Penyebab *tailing* antara lain yaitu kolom yang terkontaminasi, konsentrasi analit terlalu besar (Snyder, 2010).

Faktor kapasitas menyatakan kemampuan senyawa tertentu berinteraksi dengan sistem kromatografi dan menentukan retensi dari senyawa terlarut. Faktor ini merupakan perbandingan waktu atau jumlah senyawa dalam fase diam dan dalam fase gerak (Snyder, 2010). Nilai rata-rata *tailing factor* pada senyawa gliseril guaiakolat yaitu 0,634 dan deksstrometorfan HBr yaitu 1,076. Berdasarkan hasil

yang diperoleh, rata-rata *tailing factor* pada masing-masing senyawa masih memenuhi persyaratan yang diperbolehkan. Jika k' kurang dari 1 maka waktu elusinya sangat cepat dan hasilnya buruk, namun apabila nilai k' sangat besar (20-30) maka waktu elusinya sangat lama dan tidak berguna bagi analisis. Nilai k' pada senyawa gliseril guaiakolat yaitu 4,297 dan pada senyawa dekstrometorfan HBr yaitu 2,461. Kedua senyawa tersebut memiliki nilai k' yang lebih dari 1 sehingga dapat dikatakan bahwa waktu elusi dan pemisahan kedua senyawa tersebut baik.

VI. 5 Validasi Metode Analisis

Pada penelitian ini telah dilakukan pengembangan metode analisis gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr dalam tablet kombinasi menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Tujuannya adalah untuk menjamin metode analisis yang dapat dipercaya dan sesuai dengan kondisi laboratorium untuk analisis obat tersebut. Parameter validasi yang dilakukan, yaitu linearitas, batas deteksi, batas kuantitasi, presisi, akurasi dan spesifikasi.

VI.5.1 Uji Linieritas

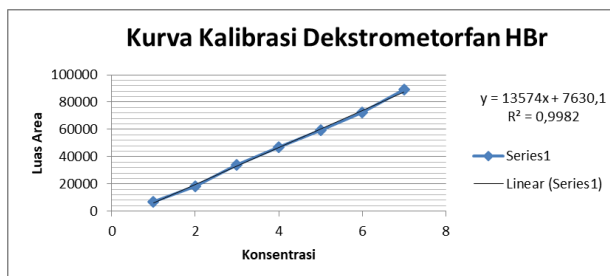
Uji linieritas dengan membuat kurva kalibrasi. Pengujian ini merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara konsentrasi suatu zat (x) dengan respon yang diberikan (y) dengan persamaan $y = a + bx$. Dalam pembuatan kurva kalibrasi dibuat larutan standar gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr masing-masing terdiri dari 7 varian konsentrasi, yaitu 5; 10; 15; 20; 25; 30; dan 35 bpj untuk standar gliseril guaiakolat

dan 1; 2; 3; 4; 5; 6; dan 7 bpj untuk standar dekstrometorfan HBr. Larutan varian gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr tersebut diperoleh dari pengenceran larutan induk. Kurva kalibrasi didapatkan dari perhitungan statistik regresi linear. Dari hasil uji linieritas, diperoleh grafik kurva kalibrasi gliseril guaiakolat pada gambar VI.6



Gambar VI.6 Kurva kalibrasi standar Gliseril Guaiakolat

Berdasarkan hasil perhitungan, diperoleh persamaan regresi linear gliseril guaiakolat $y = 29163x + 4498,9$ dengan nilai koefisien korelasi (R) sebesar 0,9991. Sedangkan grafik kurva kalibrasi standar dekstrometorfan HBr dapat dilihat pada gambar VI.7



Gambar VI.7 Kurva kalibrasi standar Dekstrometorfan HBr

Persamaan regresi linear dekstrometorfam HBr $y = 13574x + 7630,1$ dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,9982.

Hasil koefisien korelasi (R) yang diperoleh dari kurva kalibrasi menunjukkan grafik kurva kalibrasi yang terlihat lurus dengan nilai R yang mendekati 1 dan telah memenuhi syarat nilai koefisien korelasi dengan minimal 5 tingkat konsentrasi $\geq 0,98$ (BPOM, 2012). Oleh karena itu, uji linearitas untuk validasi metode penetapan kadar gliseril guaiakolat dan dekstrometorfam HBr menghasilkan nilai korelasi yang linear antara luas area dan konsentrasi standar, sehingga uji linieritas menunjukkan bahwa terdapat hubungan kuat antara konsentrasi dengan luas area yang diukur, yaitu semakin tinggi tingkatan konsentrasi maka semakin besar pula luas area yang terbentuk, begitu pula sebaliknya.

VI.5.2 Uji Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantitasi (BK)

Batas deteksi bertujuan untuk mengetahui jumlah terkecil dari suatu analit yang masih dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blanko, sementara pengujian batas kuantitasi bertujuan untuk mengetahui jumlah terkecil dari suatu analit yang masih dapat dikuantifikasi. Kedua uji ini menunjukkan bahwa analit dapat dideteksi dan dikuantifikasi dengan melewati batas minimal bila dibandingkan dengan blanko (Harmita, 2004).

Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis linier $y = a + bx$, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual

(Harmita,2004). Hasil uji batas deteksi dan batas kuantifikasi gliseril guaiakolat dan dekstrometorfam HBr dapat dilihat pada tabel VI.5.

Tabel VI.5 Nilai Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi Gliseril Guaiakolat dan Dekstrometorfam HBr

<u>Dekstrometorfam HBr</u>				<u>Gliseril Guaiakolat</u>			
<u>Konsentrasi</u>	<u>Area</u>	<u>Yi</u>	<u>(Yi-Yi)2</u>	<u>Konsentrasi</u>	<u>Area</u>	<u>Yi</u>	<u>(Yi-Yi)2</u>
1	6926	5943,9	964520,41	5	130796	141316	110672504
2	18358	19518	1345368,01	10	302831	287131	246486860
3	33774	33092	465260,41	15	438726	432946	33407244
4	46829	46666	26601,61	20	567611	578761	124324730
5	59402	60240	702076,41	25	723406	724576	1369134,01
6	72186	73814	2650058,41	30	867572	870391	7947324,81
7	89190	87388	3247564,41	35	1020330	1016206	17006551,2
<u>Jumlah</u>			9401449,67	<u>Jumlah</u>			541214348
<u>S</u>			1880289,93	<u>S</u>			108242870
<u>SD</u>			1371,23664	<u>SD</u>			10403,9834
<u>LoD</u>			0,303	<u>LoD</u>			1,070
<u>LoQ</u>			1,010	<u>LoQ</u>			3,568

Berdasarkan data yang diperoleh dari tabel diatas, diperoleh batas deteksi untuk gliseril guaiakolat dan dekstrometorfam HBr yaitu 1,070 bpj dan 0,303 bpj. Sedangkan batas kuantifikasi untuk gliseril guaiakolat dan dekstrometorfam HBr yaitu 3,568 bpj dan 1,010 bpj. Nilai tersebut menunjukkan bahwa hasil perhitungan batas deteksi dan batas kuantifikasi konsentrasi pengenceran sampel simulasi membuktikan bahwa standar dan sampel gliseril guaiakolat dan dekstrometorfam HBr terbaca dengan cermat.

VI.5.3 Uji Akurasi

Pengujian akurasi dilakukan bertujuan untuk menunjukkan kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan dengan menghitung persen perolehan kembali (% *recovery*) analit yang ditambahkan (Harmita, 2004). Metode yang

digunakan dalam pengukuran akurasi yaitu pembuatan sampel simulasi dimana dibuat sampel dengan menambahkan bahan aktif yaitu gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr kedalam bahan tambahan (plasebo). Pembuatan *spiked placebo* dilakukan dengan membuat 3 konsentrasi yaitu 80%, 100% dan 120%.

Untuk konsentrasi 80%, bahan aktif yang ditimbang yaitu sebesar 80 mg untuk gliseril guaiakolat dan 16 mg untuk dekstrometorfan HBr yang kemudian dicampur dengan bahan excipien hingga diperoleh bobot tablet yang diinginkan. Untuk konsentrasi 100%, bahan aktif yang ditimbang yaitu sebesar 100 mg untuk gliseril guaiakolat dan 20 mg untuk dekstrometorfan HBr yang kemudian dicampur dengan bahan excipien hingga diperoleh bobot tablet yang diinginkan. Untuk konsentrasi 120%, bahan aktif yang ditimbang yaitu sebesar 120 mg untuk gliseril guaiakolat dan 24 mg untuk dekstrometorfan HBr yang kemudian dicampur dengan bahan excipien hingga diperoleh bobot tablet yang diinginkan.

Proses pencampuran dilakukan dengan cara menimbang bahan tambahan sebanyak 20 tablet, kemudian ditimbang setara 4 tablet. Kemudian ditimbang gliseril guaiakolat sesuai dengan kadar penggunaan dan memipet larutan dekstrometorfan HBr sesuai dengan kadar penggunaan ke dalam vial. Setelah itu dilakukan proses pengeringan dengan menggunakan *head* dengan tujuan untuk menguapkan pelarut yang terkandung dalam larutan dekstrometorfan HBr. Pelarut dikatakan sudah menguap apabila campuran yang terdapat dalam vial tersebut sudah menjadi serbuk kering. Setelah kering maka campuran tersebut dihomogenkan dan ditimbang setara bobot 1 tablet kemudian dilarutkan dengan air di dalam labu ukur 100

ml, lalu diencerkan dengan memipet 1000 μ l ke dalam labu ukur 10 ml sehingga menjadi campuran konsentrasi gliseril guaiakolat 80; 100; dan 120 bpj dan dekstrometorfan HBr 16;20; dan 24 bpj. Hasil pengujian akurasi dapat dilihat pada tabel VI.6.

Tabel VI.6 Hasil uji akurasi gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr

<u>Rentang Spesifik (%)</u>	<u>Zat Aktif</u>	<u>Luas Area</u>	<u>Konsentrasi (bpj)</u>		<u>% Recovery</u>	<u>Rata-rata (%)</u>
			<u>Teoritis</u>	<u>Kadar terukur</u>		
80	<u>Gliseril guaiakolat</u>	464587	16	16,085	100,53	100,82
		467399	16	16,181	101,13	
		465804	16	16,127	100,79	
	<u>Dekstrometorfan HBr</u>	37712	3,2	3,34	104,39	101,76
		33650	3,2	3,041	95,03	
		38358	3,2	3,388	105,87	
100	<u>Gliseril guaiakolat</u>	554707	20	19,175	95,88	98
		565864	20	19,558	97,79	
		580639	20	20,064	100,32	
	<u>Dekstrometorfan HBr</u>	48142	4	4,109	102,72	101,6
		43599	4	3,774	94,35	
		50868	4	4,31	107,74	
120	<u>Gliseril guaiakolat</u>	738900	24	25,491	106,21	100,65
		680491	24	23,488	97,87	
		680477	24	23,488	97,87	
	<u>Dekstrometorfan HBr</u>	58869	4,8	4,899	102,06	99,72
		59248	4,8	4,927	102,64	
		53907	4,8	4,533	94,45	
Rata-rata % perolehan kembali Gliseril guaiakolat						100,03
Rata-rata % perolehan kembali Dekstrometorfan HBr						99,82

Berdasarkan hasil yang terdapat pada tabel menunjukkan bahwa pada konsentrasi 80% rata-rata % *recovery* senyawa gliseril guaiakolat sebesar 100,82% dan senyawa dekstrometorfan HBr sebesar 101,76%. Pada konsentrasi 100% rata-rata % *recovery* senyawa gliseril guaiakolat sebesar 98% dan senyawa dekstrometorfan HBr sebesar

101,6%. Sedangkan pada konsentrasi 120% rata-rata % *recovery* senyawa gliseril guaiakolat sebesar 100,65% dan senyawa dekstrometorfan HBr sebesar 99,72%. Dari hasil pengujian yang diperoleh, % perolehan kembali gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr pada tiap konsentrasi telah memenuhi syarat. Hal ini menunjukkan bahwa kedekatan hasil secara teoritis dengan kadar gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr sebenarnya yang diperoleh dari pengukuran yang dilakukan secara berulang dari campuran yang homogen memiliki akurasi yang baik.

VI.5.4 Uji Presisi

Presisi bertujuan untuk menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Harmita, 2004). Uji presisi dilakukan dengan menggunakan *spiked placebo* dengan konsentrasi 100% yang diukur sebanyak lima kali pengulangan. Pengujian presisi dilakukan secara berulang pada kondisi analisis yang sama dan interval waktu yang sama. Konsentrasi sampel simulasi yang digunakan sebesar 20 bpj untuk gliseril guaiakolat dan 4 bpj untuk dekstrometorfan HBr. Kriteria uji presisi dapat dilihat dari hasil simpangan baku relatif (%RSD) dimana dapat dikatakan baik apabila nilai %RSD < 2%. Hasil uji presisi gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr dapat dilihat pada tabel VI.7.

Tabel VI.7 Hasil uji presisi sampel simulasi

Gliseril Guaiakolat			Dekstrometorfan HBr		
Konsentrasi (bpj)	Replikasi	Luas Area	Konsentrasi (bpj)	Replikasi	Luas Area
20	1	546020	4	1	44696
	2	549454		2	45687
	3	552403		3	45628
	4	561106		4	46492
	5	554707		5	46829
	6	548763		6	46414
Rata-rata		552075,5	Rata-rata		45957,67
SD		5349,691	SD		778,0382
RSD		0,969014	RSD		1,692945
Syarat		<2%	Syarat		< 2%
Keterangan		MS	Keterangan		MS

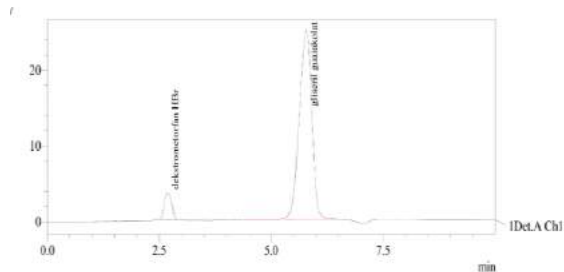
Berdasarkan hasil pada tabel diatas, hasil presisi yang diperoleh telah memenuhi syarat %RSD karena nilai RSD pada gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr tidak lebih dari 2% yaitu 0,96% dan 1,69%. Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa ketersebaran hasil individu senyawa setelah dilakukan 5 kali pengulangan dari campuran yang homogen memiliki presisi yang baik.

VI.5.5 Uji Spesifisitas

Uji spesifisitas bertujuan untuk mengetahui kemampuan suatu metode yang hanya mengukur zat tertentu secara seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel yang berarti diyakinkan bahwa pada proses pengukuran hanya berasal dari analit dan bukan berasal dari senyawa lain yang kebetulan mempunyai sifat fisika/kimia serupa dengan analit yang akan ditetapkan. Uji spesifisitas ditentukan melalui perhitungan daya resolusinya (Rs). Nilai resolusi digunakan sebagai parameter untuk menunjukkan

selektifitas metode analisis berdasarkan pemisahan antar puncak (puncak) dengan nilai yang baik minimal 2. Pengujian dilakukan dengan cara menginjeksikan secara simultan gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr. Konsentrasi larutan standar yang diinjeksikan sebesar 20 bpj untuk gliseril guaiakolat dan 4 bpj untuk dekstrometorfan HBr.

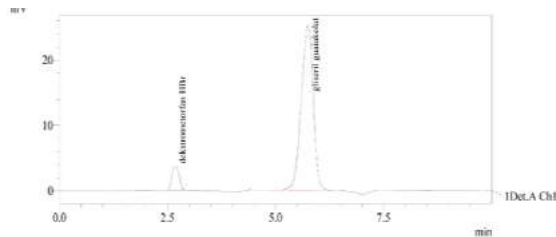
Uji spesifisitas yang dilakukan pada larutan standar dengan konsentrasi gliseril guaiakolat 20 bpj dan dekstrometorfan HBr 4 bpj. Nilai resolusi standar gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr secara berturut-turut adalah 7,562 dan 8,135. Kromatogram spesifisitas larutan standar gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr ditunjukkan pada gambar VI.8



Gambar VI.8 Kromatogram Spesifisitas Larutan Standar (20 bpj – 4 bpj)

Uji spesifisitas dilakukan pula pada larutan sampel dengan konsentrasi gliseril guaiakolat 20 bpj dan dekstrometorfan HBr 4 bpj yang mengandung matriks tablet (plasebo) untuk melihat terdapat kemungkinan gangguan dari eksipien tablet. Nilai resolusi larutan sampel gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr secara berturut-turut adalah 7,535 dan 8,311. Kromatogram spesifisitas larutan

sampel gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr ditunjukkan pada gambar VI.9



Gambar VI.9 Kromatogram Spesifisitas Larutan Sampel (20 bpj – 4 bpj)

Dari hasil pengujian, nilai resolusi gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr diperoleh ≥ 2 . Hal ini menunjukkan bahwa nilai resolusi pada uji spesifisitas gliseril guaiakolat dan dekstrometorfan HBr memenuhi syarat yang artinya tidak adanya pengaruh dari matriks yang terkandung dalam sampel yang diuji dan memiliki daya pemisahan yang baik serta metode analisis yang digunakan dapat bekerja dengan selektif