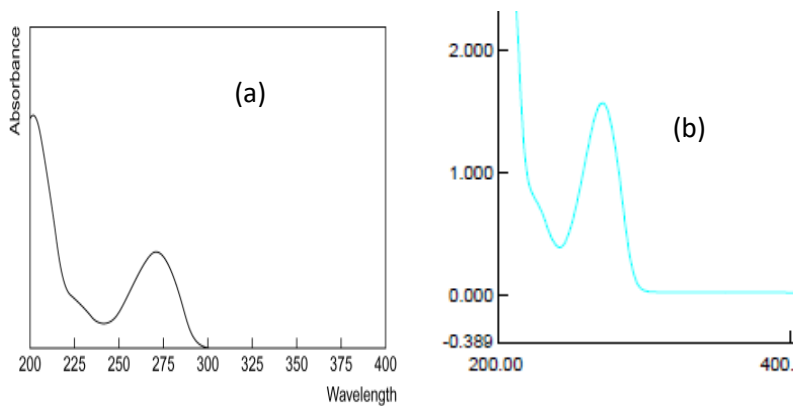


BAB VI

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks})

Penentuan λ dilakukan terhadap masing-masing zat menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Standar teofilin dan efedrin HCl masing-masing diukur pada λ 200-400 nm. Hasil pengukuran panjang gelombang berupa spektrum. Spektrum λ teofilin dapat dilihat pada gambar 6.1.



Gambar 6.1

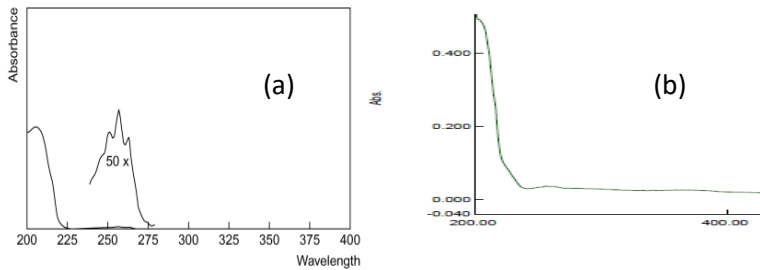
- (a) Panjang gelombang teofilin (Galichet, dkk, 2005)
- (b) Spektrum panjang gelombang teofilin pada λ 200-400 nm

Menurut British Pharmacopoeia (2009), panjang gelombang maksimum yang digunakan untuk mengukur kadar teofilin adalah 272 nm. Penentuan λ maksimum didasarkan pada λ yang memiliki serapan yang paling besar. Hasil yang diperoleh dari penentuan panjang gelombang teofilin menggunakan spektrofotometri UV dapat dilihat pada table 6.1

Tabel 6.1 Serapan teofilin pada λ 200-400 nm

No	P/V	Wavelength	Abs
1	↑	331.50	0.000
2	↑	272.00	0.578
3	↑	262.50	1.957
4	↓	254.00	-0.009
5	↓	238.00	0.079

Berdasarkan data, λ yang digunakan yaitu pada 272 nm dengan serapan 0,578. Hal tersebut karena pada λ 272 nm menghasilkan kurva yang baik. Hasil pengukuran λ efedrin dapat dilihat pada gambar 6.2



Gambar 6.2

(a) Spektrum panjang gelombang efedrin

Gambar 6.2

(a)Spektrum panjang gelombang efedrin HCl (Galichet dkk, 2005)

(b)Spektrum panjang gelombang efedrin HCl pada λ 200-400 nm

Menurut British Pharmacopoeia (2009), panjang gelombang maksimum yang digunakan untuk menentukan kadar efedrin HCl yaitu 257 nm. Hasil yang diperoleh dari penentuan panjang gelombang efedrin hidroklorida menggunakan spektrofotometri UV dapat dilihat pada table 6.6

Tabel 6.2 Serapan efedrin HCl pada λ 200-400 nm

No	P/V	Wavelength	Abs
1		341.50	0.006
2		285.00	0.078
3		257.00	0.337
4		236.00	0.024
5		222.50	0.016

Berdasarkan data, panjang gelombang yang memiliki serapan paling tinggi yaitu pada 257 nm dengan serapan 0,337. Penentuan 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 265 nm terdapat respon yang baik untuk senyawa teofilin dan efedrin HCl, dimana pada λ tersebut kedua senyawa dapat terbaca dan dapat

dikuantisasi sehingga λ yang digunakan untuk penetapan kadar teofilin dan efedrin hidroklorida adalah 265 nm.

6.2 Optimasi Kondisi Analisis (OKA)

Optimasi dilakukan dengan mengubah laju alir dan komposisi perbandingan fase gerak. Sistem elusi yang digunakan pada penelitian kali ini adalah isokratik dimana komponen fase geraknya tetap selama terjadinya elusi (Gandjar, 2012). Hasil dari modifikasi laju alir dan komposisi perbandingan fase gerak yang diperoleh dapat dilihat ada tabel 6.3

Tabel 6.3 Modifikasi laju alir dan komposisi perbandingan fase gerak

No.	Laju Alir (mL/menit)	Fase Gerak (Metanol:Air)	Waktu Retensi Teofilin (menit)	Waktu Retensi Efedrin Hidroklorida (menit)
1	1,25	25:75	13,5	1,9
2	1,25	20:80	15	1,9
3	1	30:70	10,5	1,7
4	1	40:60	9,6	1,9

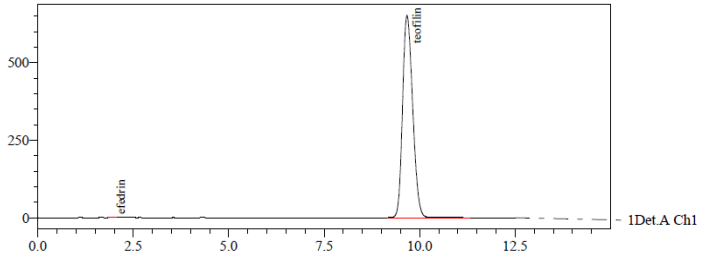
Teofilin sukar larut dalam air dan agak sukar larut dalam etanol sedangkan efedrin hidroklorida mudah larut dalam air dan larut dalam etanol. Komposisi fase gerak yang digunakan sebelumnya dengan perbandingan (25:75) metanol:air memberikan waktu retensi yang lama. Maka dilakukan optimasi dari perbandingan komposisi fase gerak yang

ada dengan perbandingan (40:60) yang memberikan waktu retensi yang lebih baik dengan puncak yang simetris. Hasil optimasi kondisi analisis yang digunakan adalah sebagai berikut :

- | | |
|----------------------|---|
| 1) KCKT | : Shimadzu Prominance LC-20AT |
| 2) Kolom | : ODS-3 C ₁₈ (150 × 4,6 mm) |
| 3) Elusi | : Isokratik |
| 4) Volume Injeksi | : 20 µl |
| 5) Fase Gerak | : Metanol : Air (40: 60) |
| 6) Laju Alir | : 1 ml/menit |
| 7) Detektor | : UV |
| 8) Panjang Gelombang | : 265 nm |
| 9) Waktu Retensi | : Teofilin ± 9,6 menit
Efedrin HCl ± 1,9 menit |
| 10) Waktu Pembacaan | : 15 menit |

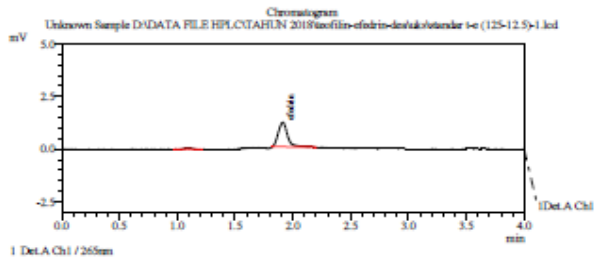
6.3 Penentuan Waktu Retensi

Setiap zat memiliki waktu retensi yang berbeda. Penentuan waktu retensi dilakukan pada setiap 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 teofilin ditunjukkan pada gambar 6.3



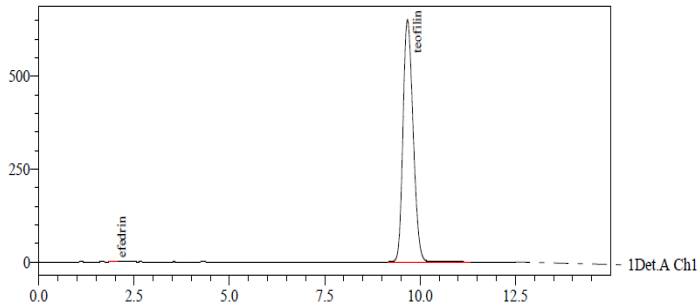
Gambar 6.3 Kromatogram Teofilin

Berdasarkan kromatogram diatas, waktu retensi teofilin dengan konsentrasi 125 ppm sebesar 9,6 menit dan menghasilkan 1 puncak yang baik dan simetris. Kromatogram penentuan waktu retensi efedrin HCl ditunjukkan pada gambar 6.4



Gambar 6.4 Kromatogram Efedrin HCl

Berdasarkan kromatogram diatas, waktu retensi efedrin HCl dengan konsentrasi 12,5 ppm sebesar 1.9 menit dan menghasilkan 1 puncak yang baik dan simetris.



Gambar 4.5 Kromatogram Teofilin – Efedrin HCl

Puncak kromatogram senyawa efedrin HCl dengan konsentrasi 125 ppm sangat kecil jika dibandingkan dengan puncak kromatogram senyawa teofilin dengan konsentrasi 12,5 ppm. Hal tersebut karena konsentrasi efedrin HCl yang lebih kecil daripada konsentrasi teofilin. Perbedaan konsentrasi keduanya yaitu sebesar sepuluh kalinya sehingga puncak kromatogram yang dihasilkan sangatlah berbeda. Dari kedua senyawa yang diuji, teofilin lebih bersifat kurang polar jika dibandingkan dengan efedrin HCl. Hal tersebut karena teofilin bersifat sedikit larut dalam air sedangkan efedrin HCl bersifat mudah larut dalam air dimana komposisi fase gerak yang digunakan yaitu 60% mengandung air, sehingga teofilin akan membutuhkan waktu yang lebih lama untuk terbaca oleh sistem kromatografi dan memiliki waktu retensi yang lebih besar daripada efedrin HCl.

6.4 Uji Kesesuaian Sistem

Setelah didapatkan kondisi yang optimum, dilakukan uji kesesuaian sistem (*system suitability*) pada metode terpilih sebelum dilakukan validasi pada metode tersebut. Hasil 6 parameter uji kesesuaian sistem yang diperoleh dari pengujian dapat dilihat pada table 6.4

Tabel 6.4 Hasil uji kesesuaian sistem teofilin

Presisi penyuntikan	RT	Area	TF	K'	N Plates	Rs
1	9.67	9028075	1.21	4.07	6214	24.14
2	9.71	9013980	1.21	4.08	6566	24.26
3	9.69	9026300	1.20	4.09	6270	24.38
4	9.69	9020409	1.20	4.09	6286	24.59
5	9.70	9014320	1.20	4.10	6288	24.72
Rata-Rata	9.69	9020616.80	1.20	4.09	6325	24.42
SD	0.013	6551.02				
Syarat	<% 2	<% 2	1.5	2-10	>2000	>2
RSD		0.07				
Kesimpulan	MS	MS	MS	MS	MS	MS

Keterangan :

MS = Memenuhi Syarat

TMS=Tidak Memenuhi Syarat

Pada tabel diatas diperoleh nilai simpangan baku relatif (%RSD) luas area teofilin sebesar 0,07%, nilai rata-rata untuk lempeng teoritis 6325, resolusi 24,42 , *tailing factor* 1,20 dan faktor kapasitas 4,09. Hasil uji kesesuaian sistem efedrin HCl dapat dilihat pada tabel 6.5

Tabel 6.5 Hasil uji kesesuaian sistem efedrin HCl

Keterangan :

MS = Memenuhi Syarat

TMS= Tidak Memenuhi Syarat

Presisi Penyuntikan	RT	Area	TF	K'	N Plates	Rs
1	1.91	6344	1.33 1	2.75	2507	5.27
2	1.91	6138	1.24 0	2.76	2518	4.87
3	1.90	6135	1.38 8	2.75	2563	5.10
4	1.91	6186	1.35 7	2.76	2789	5.41
5	1.90	6129	1.42 0	2.75	2877	5.68
Rata-rata	1.91	6186	1.34 7	2.75	2651	5.26
SD	0.004	91				

SYARAT	<% 2	<% 2	< 3	2-10	>2000	>2
RSD		1.471				
Kesimpulan	MS	MS	MS	MS	MS	MS

Pada tabel diatas diperoleh nilai simpangan baku relatif (%RSD) luas area efedrin hidroklorida sebesar 1,471%, nilai rata-rata untuk lempeng teoritis 2651, resolusi 5,26 , *tailing factor* 1,347 dan faktor kapasitas 2,75. Dari data hasil tersebut diperoleh data luas area. Tujuan diperoleh data luas area adalah untuk melihat simpangan baku relatif (% RSD) luas area dari 5 kali penyuntikan. Persen RSD yang diperoleh adalah 0,07% untuk teofilin dan 1,471% untuk efedrin hidroklorida, sedangkan syarat simpangan baku relatif pada penyuntikan ulang tidak lebih dari 2% (USP 30, 2007). Hasil tersebut menunjukkan bahwa % RSD memenuhi syarat.

Data lain yang diperoleh adalah waktu retensi. Rata-rata waktu retensi adalah 9,69 menit untuk teofilin dan 1,91 menit untuk efedrin hidroklorida dengan persen RSD teofilin 0,07% dan persen RSD efedrin hidroklorida 1,471%. Hasil tersebut menunjukan bahwa pada tiap penyuntikan puncak teofilin dan efedrin hidroklorida muncul pada menit yang relatif sama. Jumlah plat teoritis digunakan untuk mengetahui efisiensi kolom yang digunakan. Rata-rata plat teoritis untuk teofilin yaitu 6325 dan untuk efedrin HCl yaitu 2651. Resolusi digunakan untuk mengetahui ukuran pemisahan antar analit-analit. Resolusi dikatakan

baik apabila nilai resolusi lebih dari 2. Nilai rata-rata resolusi pada senyawa teofilin yaitu 24,42 dan efedrin HCl yaitu 5,26. 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).

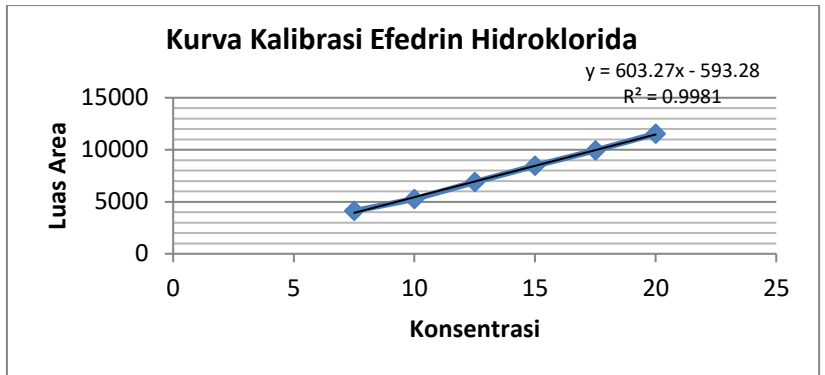
Faktor kapasitas menyatakan kemampuan senyawa tertentu berinteraksi dengan sistem kromatografi dan menentukan retensi dari senyawa terlarut. Faktor ini merupakan perbandingan waktu atau jumlah senyawa dalam fase diam dan dalam fase gerak (Snyder, 2010). Nilai rata-rata *tailing factor* pada senyawa teofilin yaitu 1,20 dan efedrin HCl yaitu 1,347. Syarat *tailing factor* untuk teofilin menurut USP 30 yaitu < 2 dan untuk efedrin HCl menurut USP < 3 . 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 teofilin yaitu 4,09 dan pada senyawa efedrin HCl yaitu 2,75. Teofilin dan efedrin HCl memiliki nilai k' yang lebih dari 2 sehingga dapat dikatakan bahwa waktu elusi dan pemisahannya baik .

6.5 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis dilakukan untuk mendapatkan hasil analisis yang valid, dapat dipercaya dan dapat dipertanggungjawabkan secara ilmiah dan hasil analisis dapat menunjukkan kesesuaian dengan tujuan pengujian. Tujuan penelitian ini yaitu pengembangan metode analisis penetapan kadar teofilin dan efedrin hidroklorida dalam tablet kombinasi dengan metode KCKT. Adapun beberapa parameter validasi yang dilakukan yaitu linieritas, batas deteksi, batas kuantifikasi, akurasi, presisi dan spesifisitas.

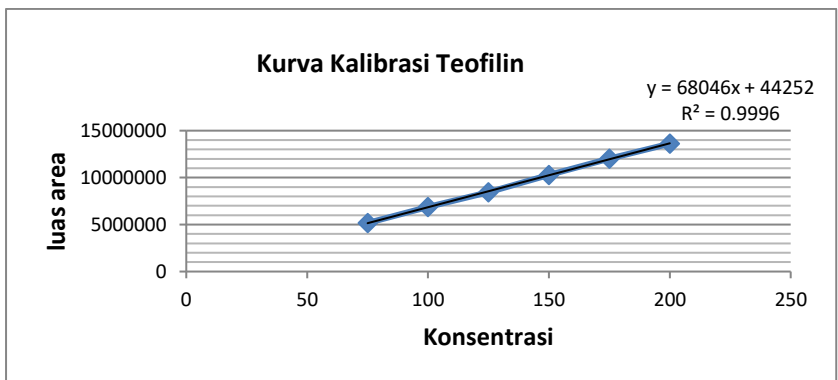
6.5.1 Uji Linieritas

Uji linieritas dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi. Tujuan dari uji linieritas yaitu untuk mengetahui seberapa baik konsentrasi yang dibuat dengan cara menghubungkan konsentrasi zat (x) dengan respon yang diberikan (y) dengan menggunakan persamaan regresi linier $y = a + bx$. mencampurkan larutan teofilin dan efedrin HCl ke dalam labu ukur. Masing-masing zat dibuat dengan 6 konsentrasi dan dipipet sebanyak 75, 100, 125, 150, 175 dan 200 μl kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml yang kemudian dicukupkan hingga tanda batas dengan air. Kelima konsentrasi tersebut kemudian diinjeksikan sebanyak 20 μl ke sistem KCKT. Dari hasil uji linieritas, diperoleh grafik kurva kalibrasi efedrin hidroklorida pada gambar 6.6



Gambar 6.6 Kurva kalibrasi standar efedrin hidroklorida

Persamaan regresi linear efedrin hidroklorida $y = 603,27x - 593,28$ dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,9981. Grafik kurva kalibrasi teofilin dapat dilihat pada gambar 6.7



Gambar 6.7 Kurva kalibrasi standar teofilin

Persamaan regresi linear efedrin HCl $y = 68046x + 44252$ dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,9996. Berdasarkan kurva kalibrasi dari kedua zat aktif tersebut didapatkan nilai uji linieritas seperti pada table 6.5.1

Tabel 6.5.1 Hasil uji linieritas

Parameter			Teofilin	Efedrin Hidroklorida
Persamaan Regresi linier			$y = 68046x + 44252$	$y = 602,27x - 593,28$
Perpotongan Sumbu y (a)	Garis	Dengan	44252	593,28
Kemiringan Regresi/Slope (b)		Garis	68046	603,27
X Rata-rata			1567071	1268
Sy/x (Simpangan Baku Residu)			4508331189	12787
(Sy/x)/b			67144,11	113,08
R (Koefisien Korelasi)			0,9996	0,9981
LoQ/Batas Kuantisasi ($\mu\text{g/mL}$)			9,87	2,01
LoD/Batas Deteksi ($\mu\text{g/mL}$)			2,96	0,60

Hasil koefisien korelasi (R) yang diperoleh dari masing-masing zat berdasarkan gravik kurva kalibrasi menunjukkan hasil yang baik yaitu dengan nilai R yang mendekati 1 yang artinya terdapat hubungan antara luas area dan konsentrasi zat. Berdasarkan data yang diperoleh dari tabel

diatas, diperoleh batas deteksi untuk teofilin dan efedrin HCl yaitu 2,96 bpj dan 0,60 bpj. Sedangkan batas kuantifikasi untuk teofilin dan efedrin HCl yaitu 9,87 bpj dan 2,01 bpj. Nilai tersebut menunjukkan bahwa hasil perhitungan teofilin dan efedrin HCl memiliki batas deteksi dan batas kuantifikasi dibawah konsentrasi pengenceran sampel simulasi dan membuktikan bahwa standar dan sampel teofilin dan efedrin HCl terbaca dengan cermat.

6.5.2 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 teofilin dan efedrin HCl 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 100 mg untuk teofilin dan 10 mg untuk efedrin HCl yang kemudian dicampur dengan bahan excipien hingga homogen dan ditimbang setara satu tablet (334 mg). Untuk konsentrasi 100%, bahan aktif yang ditimbang yaitu sebesar 125 mg untuk teofilin dan 12,5 mg untuk efedrin HCl yang kemudian dicampur dengan bahan excipien hingga homogen dan ditimbang setara satu tablet. Untuk konsentrasi 120%, bahan aktif yang ditimbang yaitu sebesar 150 mg untuk teofilin dan 15 mg untuk

efedrin HCl yang kemudian dicampur dengan bahan ekspien hingga homogen dan ditimbang setara satu tablet.

Proses pencampuran dilakukan dengan cara menimbang bahan tambahan sebanyak 20 tablet, kemudian ditimbang setara 4 tablet. Dilarutkan bahan setara 1 tablet kedalam labu 25 ml air pada masing-masing konsentasi kemudian diencerkan menjadi perbandingan teofilin:efedrin hidroklorida (100bpj:10bpj) untuk konsentasi 80%, (125bpj;12,5bpj) untuk konsentasi 100% dan (150bpj:15bpj) untuk konsentasi 120%. Larutan diinjeksikan kedalam system KCKT sebanyak 20 µl pada kondisi yang telah ditentukan. Dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali untuk masing-masing konsentasi. Hasil pengujian akurasi dapat dilihat pada tabel 6.6

Tabel 6.6 Hasil uji akurasi

Konsentrasi (bpj)		% <i>Recovery</i>	Rata-rata (%)
Teoritis	Pengukuran		
100	99,053	99,05	98,02
100	99,473	99,47	
100	95,530	95,53	
10	9,755	97,54	99,30
10	10,424	104,24	
10	9,612	96,12	
125	126,320	101,06	101,49
125	127,443	101,95	

125	126,281	101,02	
12,5	10,988	87,90	
12,5	12,780	102,24	99,66
12,5	13,606	108,85	
150	153,068	101,2459	
150	156,853	101,7352	99,83
150	139,302	99,8998	
15	13,977	93,18	
15	14,484	96,56	99,10
15	16,134	107,56	

Persyaratan untuk rata-rata % perolehan kembali yaitu 98% - 102% (Harminta, 2004). Berdasarkan hasil yang terdapat pada tabel menunjukkan bahwa pada konsentrasi 80% rata-rata % *recovery* senyawa teofilin sebesar 98,02% dan senyawa efedrin HCl sebesar 99,30%. Pada konsentrasi 100% rata-rata % *recovery* senyawa teofilin sebesar 101,49% dan senyawa efedrin HCl sebesar 99,66%. Sedangkan pada konsentrasi 120% rata-rata % *recovery* senyawa teofilin sebesar 99,83% dan senyawa efedrin HCl sebesar 99,10%. Dari ketiga konsentrasi tersebut, semua konsentrasi memenuhi persyaratan yang dapat diterima yaitu pada rentang 98-102%.

6.5.3 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 enam kali pengulangan. Pengujian presisi dilakukan secara berulang pada kondisi analisis yang sama dan interval waktu yang sama. Konsentrasi sampel simulasi yang digunakan sebesar 125 bpj untuk teofilin dan 12,5 bpj untuk efedrin HCl. Kriteria uji presisi dapat dilihat dari hasil simpangan baku relatif (%RSD) dimana dapat dikatakan baik apabila nilai $\%RSD < 2\%$. Hasil uji presisi teofilin dan efedrin hidroklorida dapat dilihat pada tabel 6.7

Tabel 6.7 Hasil uji presisi sampel simulasi

Teofilin			Efedrin HCl		
Konsentrasi (bpj)	Replikasi	Luas Area	Konsentrasi (bpj)	Replikasi	Luas Area
125	1	8069619	12,5	1	6548
	2	8044792		2	6373
	3	8053334		3	6665
	4	8044104		4	6408
	5	8036108		5	6589
	6	8099879		6	6400

Rata-rata	8057972,67	Rata-rata	6497,16
SD	23483,7	SD	120
RSD	0,29	RSD	1,85
Syarat	< 2%	Syarat	< 2%
Keterangan	MS	Keterangan	MS

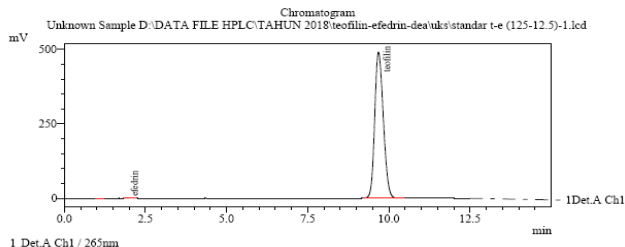
Berdasarkan hasil pada tabel diatas, hasil presisi yang diperoleh telah memenuhi syarat %RSD karena nilai RSD pada teofilin dan efedrin HCl tidak lebih dari 2% yaitu 0,29% dan 1,85%. Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa ketersebaran hasil individu senyawa setelah dilakukan 6 kali pengulangan dari campuran yang homogen memiliki presisi yang baik.

6.5.4 Spesifitas

Spesifitas ditentukan dengan membandingkan hasil analisis sampel yang mengandung cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya atau pembawa plasebo dengan hasil analisis sampel tanpa penambahan bahan-bahan lainnya (Harmita, 2004). Uji spesifitas ditentukan melalui perhitungan daya resolusinya (R_s) yang dijadikan parameter untuk menunjukkan selektifitas metode analisis berdasarkan pemisahan antar puncak dengan nilai resolusi yang baik minimal 2. Pengujian spesifitas dilakukan dengan menggunakan larutan standar

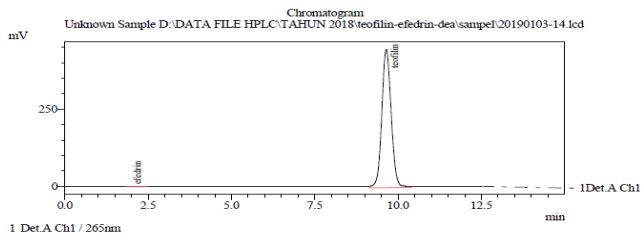
dengan konsentrasi teofilin 125 bpj dan efedrin HCl 12,5 bpj dan larutan sampel.

Uji spesifisitas yang dilakukan pada larutan standar dengan konsentrasi teofilin 125 bpj dan efedrin HCl 12,5. Nilai resolusi standar teofilin dan efedrin HCl secara berturut-turut adalah 24,139 dan 5,269. Kromatogram spesifisitas larutan standar teofilin dan efedrin HCl dapat dilihat pada gambar 6.8



Gambar 6.8 Kromatogram Spesifisitas Larutan Standar

Uji spesifisitas yang dilakukan pada larutan sampel dengan konsentrasi teofilin 125 bpj dan efedrin HCl 12,5 bpj yang mengandung matriks tablet untuk melihat apakah terdapat gangguan dari bahan eksipien tablet. Nilai resolusi sampel teofilin dan efedrin HCl secara berturut-turut adalah 22,749 dan 4,819. Hasil kromatogram spesifisitas larutan sampel efedrin dan efedrin HCl dapat dilihat pada gambar 6.9



Gambar 6.9 Kromatogram Spesifisitas Larutan Sampel

Berdasarkan hasil penelitian, perbandingan nilai resolusi standar dan sampel teofilin yang diperoleh tidak > 2 yaitu 24,139 dan 22,749. Perbandingan nilai resolusi standar dan sampel efedrin HCl yang diperoleh tidak > 2 yaitu 5,269 dan 4,819. Hal tersebut menunjukkan bahwa nilai resolusi teofilin dan efedrin HCl pada uji spesifitas 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.

6.6 Penetapan Kadar Sampel

Penetapan kadar sampel dilakukan dengan cara menimbang 20 tablet teofilin dan efedrin HCl kemudian digerus hingga homogen dan ditimbang setara berat 1 tablet. Sampel yang telah ditimbang dilarutkan dengan air dalam labu ukur 100 ml. Larutan tersebut kemudian diencerkan dengan dipipet sebanyak 1000 μl dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml sehingga diperoleh konsentrasi akhir teofilin yaitu 130

bpj dan efedrin HCl yaitu 12,5 bpj. Hasil perhitungan kadar sampel teofilin dan efedrin hidroklorida dapat dilihat pada tabel 6.8

Tabel 6.8 Hasil perhitungan kadar sampel

	Nama	Luas Area	Dosis Etiket (mg)	Dosis yang dianalisis (mg)	Kadar sampel (%)
1	Teofilin	8947777	130	130,86	101
	Efedrin HCl	6724	12,5	12,18	97
2	Teofilin	8782973	130	128,39	99
	Efedrin HCl	6816	12,5	12,34	99
3	Teofilin	8628620	130	126,13	97
	Efedrin HCl	6600	12,5	11,96	96

Penetapan kadar sampel dilakukan pada sampel yang beredar di pasaran dengan kandungan teofilin 130 mg dan efedrin HCl 12,5 mg. Sampel tersebut dilakukan 3 kali pengulangan dimana sampel diberi nama Sampel 1, Sampel 2 dan Sampel 3. Sampel tablet teofilin dan efedrin HCl ditimbang lalu dihitung bobot rata-ratanya yang kemudian ditimbang setara bobot 1 tablet. Berdasarkan Farmakope Indonesia V, persyaratan kadar bahan aktif teofilin dalam tablet yaitu tidak kurang dari 97% dan tidak lebih dari 102%. Sedangkan untuk kadar bahan aktif efedrin HCl dalam tablet yaitu tidak kurang dari 92,5% dan tidak lebih dari 107,5%.

Dari perhitungan data kadar yang diperoleh, kadar zat aktif pada sampel yang sama dengan 3 kali pengulangan memenuhi batas persyaratan yang telah ditetapkan dalam Farmakope Indonesia V. Kadar teofilin dan efedrin HCl dalam tablet diperoleh yaitu pada Sampel 1 teofilin 101% dan efedrin HCl 97%; Sampel 2 teofilin 99% dan efedrin HCl sebesar 99%; dan pada Sampel 3 teofilin sebesar 97% dan efedrin HCL sebesar 96%.