

PENGEMBANGAN DAN VALIDASI METODE ANALISIS PROPANOLOL HIDROKLORIDA TABLET DENGAN METODE ABSORBANSI DAN LUAS DAERAH DI BAWAH KURVA SECARA SPEKTROFOTOMETRI ULTRAVIOLET

Boy Chandra²⁾, Harrizul Rivai¹⁾, Edwin Apriansyah²⁾

¹⁾. Fakultas Farmasi Universitas Andalas (UNAND) Padang.

²⁾. Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFARM) Padang.

Email: addwin6@gmail.com

ABSTRACT

The simple, accurate, sensitive and selective ultraviolet spectrophotometry has been developed and validated for analyzing of propanolol hydrochloride tablets with absorbance and area under curve method. These methods used solvent HCl 0.1 N with wavelength 288.60 nm, and the area under the curve measured at a wavelength of 248-302.80 nm. The calibration curve obtained in the concentration range of 8-16 µg/mL. With absorbance method showed results of the linear regression equation of $y = -0.1516 + 0.0502x$ and value of $r = 0.99993$ and with the area under curve method showed results of the linear regression equation $y = -2.664 + 0.7657x$ and value of $r = 0.99973$. The percentage of propanolol hydrochloride tablets with trademark of propanolol HCl absorbance method was 99.21 % and with area under curve method it showed 101.24 %. The percentage levels of both samples fill the Indonesian Pharmacopoeia standards edition V which was 90–110 %. The average of percent recovery and RSD were obtained from both samples by absorbance and area under curve fill of validation parameters, ie 80-120 % and 1-2 % respectively. Statistical analysis showed that there was no significantly different between both of these method (sig.>0.05).

Keywords: *Area Under Curve Methode, Propanolol Hydrochloride, Ultraviolet Spectrophotometry*

ABSTRAK

Spektrofotometri ultraviolet yang sederhana, akurat, sensitif dan selektif telah dikembangkan dan divalidasi untuk analisis Propanolol hidroklorida tablet dengan metode absorbansi dan luas daerah di bawah kurva. Metode ini menggunakan pelarut Asam klorida (HCl 0,1 N) pada panjang gelombang 288.60 nm, dan luas daerah di bawah kurva terukur pada panjang gelombang 248-302.80 nm. Kurva kalibrasi diperoleh pada rentang konsentrasi 8-16 µg/mL. Dengan metode absorbansi menunjukkan hasil persamaan regresi linier $y = -2.664 + 0.7657x$ dan nilai $r = 0.99993$ dan dengan metode luas daerah di bawah kurva menunjukkan hasil persamaan regresi $y = -0.1516 + 0.0502x$ dan nilai $r = 0.99973$. Persen kadar tablet Propanolol hidroklorida merek dagang Propanolol HCl dengan metode absorbansi yaitu 99,21 % dan dengan metode luas daerah di bawah kurva yaitu 101,24 %. Persen kadar tablet Propanolol hidroklorida sebagai sampel memenuhi persyaratan Farmakope Indonesia edisi V yaitu 90-110 %. Rata-rata persen perolehan kembali dan RSD yang diperoleh dari kedua sampel dengan metode absorbansi dan luas daerah di bawah kurva masing-masing memenuhi persyaratan parameter validasi, yakni 80-120 % dan 1-2 %. Analisis statistik menunjukkan bahwa antara metode absorbansi dan luas daerah di bawah kurva tidak berbeda secara signifikan (sig.>0,05)

Kata kunci : *Metode Luas Daerah Dibawah Kurva, Propanolol Hidroklorida, Spektrofotometri Ultraviolet.*

PENDAHULUAN

Propanolol merupakan suatu obat golongan beta bloker yang efektif terhadap penyakit hipertensi. Propanolol merupakan penghambat *adreno reseptor* beta yang sangat berguna untuk menurunkan tekanan darah pada hipertensi ringan dan hipertensi sedang. Pada hipertensi berat propanolol berguna dalam mencegah terjadinya reflek takikardia yang sering timbul pada

pengobatan dengan *vasodilator* beta bloker (Katzung, 2007).

Beberapa metode telah dilakukan untuk penetapan kadar Propanolol hidroklorida. Menurut Farmakope Indonesia edisi V, penetapan kadar Propanolol hidroklorida bahan baku dan sediaan tablet dilakukan dengan menggunakan metode kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) (Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, 2014).

Metode spektrofotometri dikembangkan dan divalidasi untuk penentuan propanolol hidroklorida dengan pelarut 22,4,6-trinitrophenol dan pelarut 2,4-dinitrophenol (DNP) pada panjang gelombang 425 nm (Prashanth & Basavaiah, 2012).

Metode lainnya yang telah dilakukan dalam pengembangan propanolol hidroklorida dengan resuvastatin kalsium secara spektrofotometri ultraviolet. Pada metode ini panjang gelombang yang didapatkan yaitu 289 nm, menggunakan pelarut metanol. Adapun konsentrasi yang digunakan berkisar antara 2- 40 µg/mL. Di antara berbagai metode yang digunakan pada penetapan kadar obat, spektrofotometri UV-Vis masih sangat populer. Dalam penelitian ini dilakukan pengembangan dalam menentukan pelarut terbaik pada analisis propanolol hidroklorida tablet selanjutnya dikembangkan metode untuk penetapan kadar propanolol hidroklorida secara spektrofotometri ultraviolet dengan metode absorbansi yang telah umum digunakan sebelumnya dibandingkan dengan metode luas daerah di bawah kurva atau *area under curve* (AUC) yang merupakan metode baru, kemudian kedua metode ini divalidasi untuk mengetahui validitas dan kadar yang diperoleh.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-1800), sonikator (Branson), timbangan analitik (Precisa), alat-alat gelas seperti labu ukur (Iwaki), *beaker glass* (Iwaki), erlemeyer (Iwaki), gelas ukur (Iwaki), pipet ukur (Iwaki), pipet tetes, corong, spatel, batang pengaduk, kertas saring, aluminium foil dan alat-alat gelas lainnya yang menunjang penelitian.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah propanolol hidroklorida (Indofarma), propanolol HCl tablet (PT Dexa Medika No. Batch

4602492, Exp. Januari 2020), metanol p.a (CH₃OH) (Merck), etanol p.a (C₂H₅OH) (Merck), natrium hidroksida (NaOH) (Merck), dan asam klorida (HCl) (Merck).

Prosedur

Pembuatan Pelarut

1. Pelarut NaOH 0,1 N

Buat larutan NaOH 1 N terlebih dahulu dengan cara ditimbang seksama 4,0 gram natrium hidroksida P, kemudian masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu ditambahkan dan dicukupkan dengan aqua, destilata hingga 100 mL. Kemudian encerkan menjadi larutan NaOH 0,1 N dengan cara diambil 50 mL larutan NaOH 1 N, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL, lalu ditambahkan dan dicukupkan dengan aqua destilata hingga 500 mL (Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 2014).

2. Pelarut HCl 0,1 N

Encerkan 85 mL asam klorida P dengan air hingga 1000 mL. Pipet 100 mL dari larutan, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL cukupkan sampai tanda batas dengan air bebas karbon dioksida dan homogenkan (Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, 2014).

Pembuatan Larutan Induk Propanolol hidroklorida 1000 µg/mL

1. Dengan pelarut metanol

Buat larutan induk propanolol hidroklorida murni dengan konsentrasi 1000 µg/mL dengan cara ditimbang seksama 100 mg propanolol hidroklorida murni menggunakan timbangan analitik, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian tambahkan sebagian metanol, kocok hingga larut lalu dicukupkan dengan metanol sampai tanda batas.

2. Dengan pelarut NaOH 0,1 N

Buat larutan baku propanolol hidroklorida murni dengan konsentrasi 1000 µg/mL dengan cara ditimbang seksama 100 mg propanolol hidroklorida murni menggunakan

timbangan analitik, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian tambahkan sebagian NaOH 0,1 N, kocok hingga larut lalu dicukupkan dengan NaOH 0,1 N sampai tanda batas.

3. Dengan pelarut etanol

Buat larutan baku propanolol hidroklorida murni dengan konsentrasi 1000 µg/mL dengan cara ditimbang seksama 100 mg propanolol hidroklorida murni menggunakan timbangan analitik, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian tambahkan sebagian etanol, kocok hingga larut lalu dicukupkan dengan etanol sampai tanda batas.

4. Dengan pelarut HCl 0,1 N

Buat larutan baku propanolol hidroklorida murni dengan konsentrasi 1000 µg/mL dengan cara ditimbang seksama 100 mg propanolol hidroklorida murni menggunakan timbangan analitik, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian tambahkan sebagian HCl 0,1 N, kocok hingga larut lalu dicukupkan dengan HCl 0,1 N sampai tanda batas.

Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Propanolol hidroklorida

Dari masing-masing larutan induk propanolol hidroklorida 1000 µg/mL dengan berbagai macam pelarut (metanol, etanol, NaOH 0,1 N, dan HCl 0,1 N), lakukan pengenceran hingga didapat konsentrasi 100 µg/mL dengan cara dipipet sebanyak 5 mL, masukan ke dalam labu ukur 50 mL kemudian encerkan dengan masing masing pelarut sampai tanda batas, homogenkan. Kemudian masing-masing larutan induk propanolol hidroklorida 100 µg/mL dengan berbagai macam pelarut, dipipet dengan pipet ukur 1,0 mL masukkan kedalam labu ukur 10 mL kemudian dicukupkan dengan pelarut masing-masing sampai tanda batas, kocok homogen sehingga didapatkan konsentrasi 10 µg/mL. Ukur absorban pada rentang panjang gelombang 200-400 nm dengan

spektrofotometer UV-Vis sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum propanolol hidroklorida (Borse dan Mulgund, 2015).

Pembuatan Kurva Kalibrasi Propanolol hidroklorida

Dari larutan induk propanolol hidroklorida 1000 µg/mL yang diencerkan menjadi 100 µg/mL dalam pelarut terbaik yaitu HCl 0,1 N, dipipet dengan pipet ukur sebanyak 0,8 mL, 1,0 mL, 1,2 mL, 1,4 mL dan 1,6 mL masing-masingnya dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, cukupkan sampai tanda batas lalu homogenkan hingga diperoleh kon-sentrasi 8 µg/mL, 10 µg/mL, 12 µg/mL, 14 µg/mL dan 16 µg/mL. Kemudian ukur absorbansi dan luas daerah di bawah kurva pada panjang gelombang 289 nm dengan spektrofotometer UV-Vis (Namdeo & Nagesh, 2015).

Penetapan Kadar Propanolol hidroklorida Tablet

Pembuatan larutan sampel dibuat dengan cara ambil 20 tablet propanolol HCl digerus hingga halus dan ditimbang berat total 20 tablet, lalu timbang setara dengan 50 mg serbuk propanolol hidroklorida, larutkan dengan pelarut HCl 0,1 N dalam labu ukur 50 mL, kemudian cukupkan dengan pelarut sampai tanda batas, sonikasi selama lebih kurang 15 menit,. Dari larutan ini, dipipet 5 mL masukkan ke dalam labu 50 mL, encerkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai tanda batas, kocok homogen. Setelah itu, pipet kembali sebanyak 1,4 mL masukan ke dalam labu ukur 10 mL cukupkan dengan pelarut HCl 0,1 N sampai tanda batas dan kocok homogen sehingga didapat konsentrasi 14 µg/mL. Ukur absorban dan luas daerah di bawah kurva pada panjang gelombang 289 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Tentukan kadar propanolol hidroklorida berdasarkan persamaan regresi linear propanolol

hidroklorida (Kementerian Republik Indonesia 2014).

Validasi Metode Analisis

1. Uji linearitas

Dari data pengukuran kurva kalibrasi, kemudian dianalisis dengan regresi linear sehingga di-peroleh koefisien korelasi (r) yang menunjukkan linearitasnya. Nilai linearitas yang baik adalah $0,995 \leq r \leq 1$ (Gandjar & Rohman, 2007).

2. Uji batas deteksi dan batas kuantitasi

Batas deteksi dan batas kuantifikasi ditentukan regresi kurva baku yang diperoleh. Nilai BD = 3,3 (Sy_x/S) dan BK = 10 (Sy_x/S), standar deviasi (SD) respon ditentukan berdasarkan standar deviasi residual (simpangan baku residual) merupakan nilai kemiringan (slope/s) garis atau regresi linier $y = a + bx$ (Gandjar & Rohman, 2007).

3. Uji akurasi

Uji akurasi dilakukan melalui uji perolehan kembali. Dilakukan dengan metode “*spacking*” yaitu dengan cara menambahkan sejumlah larutan baku propanolol hidroklorida ke dalam suatu larutan uji yang kadarnya telah diketahui dari konsentrasi larutan baku yang ditambahkan yaitu 80 %, 100 % dan 120 % dan masing-masing dilakukan 3 kali pengulangan. Kemudian dihitung nilai perolehan kembali baku pembandingan yang ditambahkan pada larutan uji yang dinyatakan dengan persen perolehan kembali. Metode validasi memenuhi syarat jika persen perolehan kembalinya dengan nilai rentang 80 % - 120 % (Gandjar & Rohman, 2007).

4. Uji presisi

Uji presisi dilakukan pada tingkat keterulangan dengan cara mengukur kadar larutan baku propanolol hidroklorida dengan konsentrasi 12 $\mu\text{g/mL}$, 14 $\mu\text{g/mL}$ dan 16 $\mu\text{g/mL}$, pada 3 waktu yang berbeda dalam satu hari (*intraday*) dengan pengulangan masing-masing 3 kali serta pengukuran larutan baku propanolol hidroklorida dengan

konsentrasi yang sama pada 3 hari berturut-turut (*interday*) dengan pengulangan masing-masing 3 kali (Gandjar & Rohman, 2007).

Analisis Data

1. Penetapan kadar

Kadar propanolol hidroklorida dalam tablet ditentukan berdasarkan persamaan regresi linier $y = a + bx$.

$$a = \frac{\sum y - b \sum x}{n}$$

$$b = \frac{n \sum xy - \sum x \cdot \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

Keterangan:

y = absorban / luas daerah di bawah kurva

x = konsentrasi ($\mu\text{g/mL}$)

a = intersep / titik potong pada sumbu Y

b = slope

(Gandjar & Rohman, 2007).

2. Linearitas

Linearitas ditentukan berdasarkan nilai koefisien korelasi (r) dari persamaan regresi $y = a + bx$

$$r = \frac{\sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i / n}{\sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2 \sum (y_i - \bar{y})^2}}$$

Persamaan regresi ini dapat digunakan jika faktor korelasinya $0,995 \leq r \leq 1$ (Gandjar & Rohman, 2007).

3. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi dan Batas kuantifikasi dapat ditentukan dengan :

a. Batas deteksi (LOD),

Karena $k = 3$ atau 10, simpangan baku (S_b) = Sy/x , maka:

$$LOD = \frac{3 Sy/x}{b}$$

b. Batas kuantitasi (LOQ)

$$LOQ = \frac{10 Sy/x}{b}$$

(Gandjar & Rohman, 2007).

4. Akurasi

Akurasi diukur sebagai banyaknya analit yang diperoleh kembali.

Persen perolehan kembali

$$= \frac{C_1 - C_2}{C_3} \times 100 \%$$

Ket:

C_1 = konsentrasi sampel + baku

C_2 = konsentrasi sampel sebenarnya

C_3 = konsentrasi baku yang ditambahkan

Metode validasi memenuhi syarat jika persen perolehan kembalinya dengan nilai rentang 80 - 120 % (Gandjar & Rohman, 2007).

5. Presisi

Presisi dinyatakan dengan persen simpangan baku relatif (% RSD) atau persen koefisien variasi.

$$\% RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \%$$

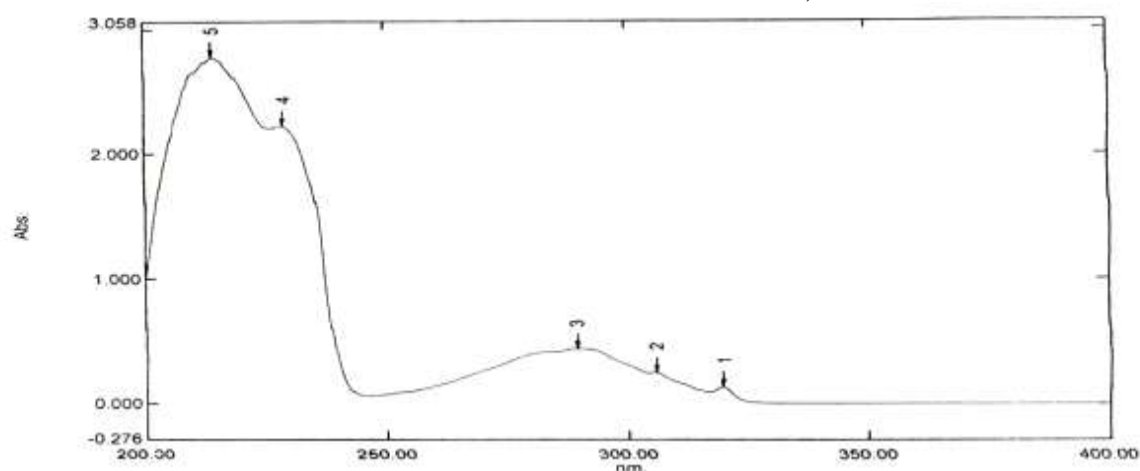
Persen RSD dinyatakan memenuhi validasi metode jika nilai RSD berkisar 1-2 % (Gandjar dan Rohman, 2013).

6. Analisa statistika data penelitian

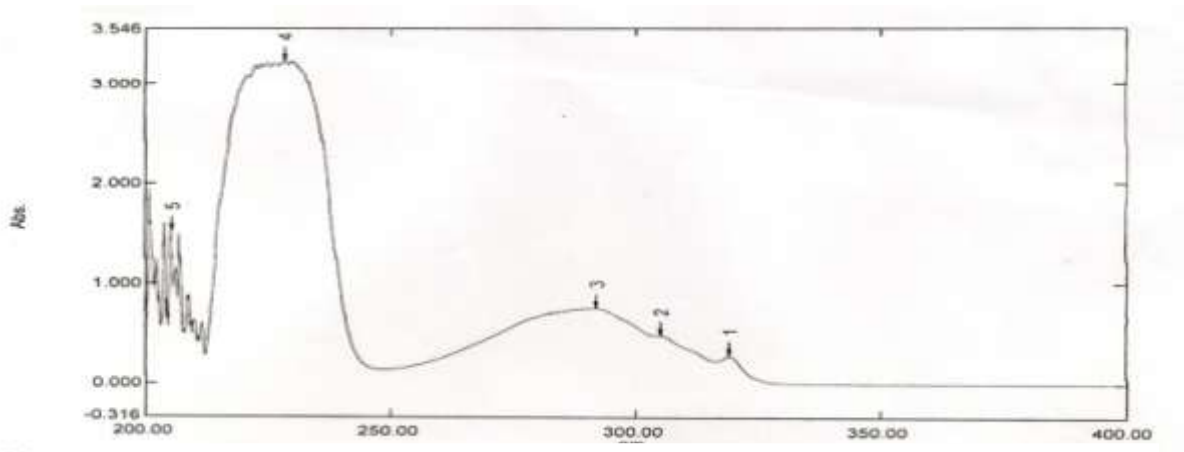
Analisis statistik dilakukan terhadap kadar, akurasi, presisi *interday* dan *intraday* dari kedua metode pada masing-masing sampel. Pada penelitian ini dilakukan uji *t* dua sampel berpasangan menggunakan SPSS 16,00 (Jhon, 2010).

HASIL DAN PEMBAHASAN

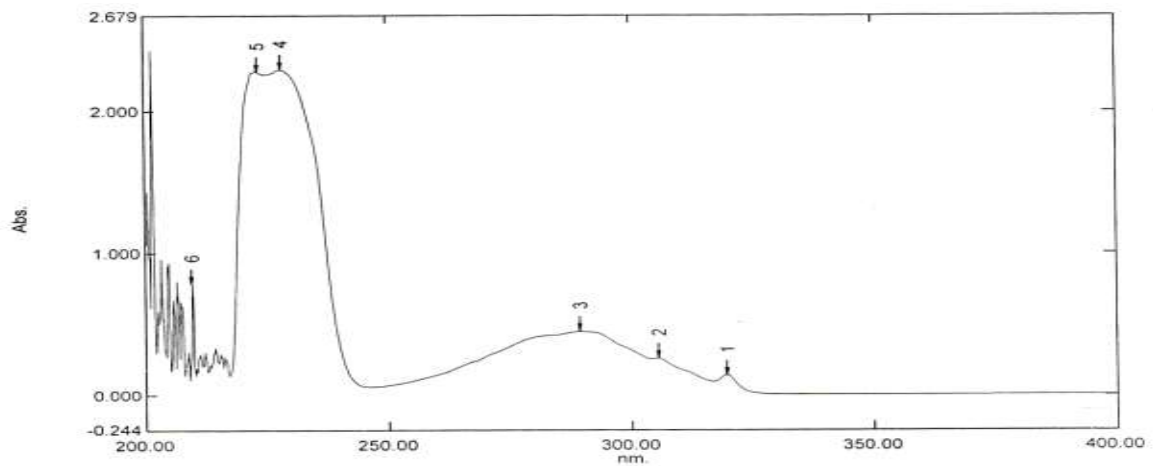
Penentuan pelarut yang digunakan pada penelitian ini dilakukan dengan mengujicobakan beberapa pelarut. Pelarut yang diuji adalah pelarut, metanol, Natrium Hidroksida (NaOH 0,1 N), etanol dan Asam Klorida (HCl 0,1 N). Penentuan pelarut terbaik dari beberapa pelarut tersebut dilihat dari hasil panjang gelombang maksimum, absorban, bentuk spektrum dan tidak bersifat toksik. Dari beberapa pelarut tersebut didapatkan hasil bahwa pelarut terbaik yang digunakan adalah pelarut HCl 0,1 N. Jika dilihat dari spektrum yang menunjukkan λ_{max} 288,60 nm dengan absorban 0,409 dan hanya sedikitnya puncak yang lain dilihat dari hasil penentuan λ_{max} , selain itu pelarut HCl 0,1 N merupakan pelarut anorganik, tidak menguap dan bersifat tidak toksik serta pada penelitian sebelumnya belum pernah dilakukan analisis propranolol hidroklorida tablet dengan pelarut asam klorida HCl 0,1 N.



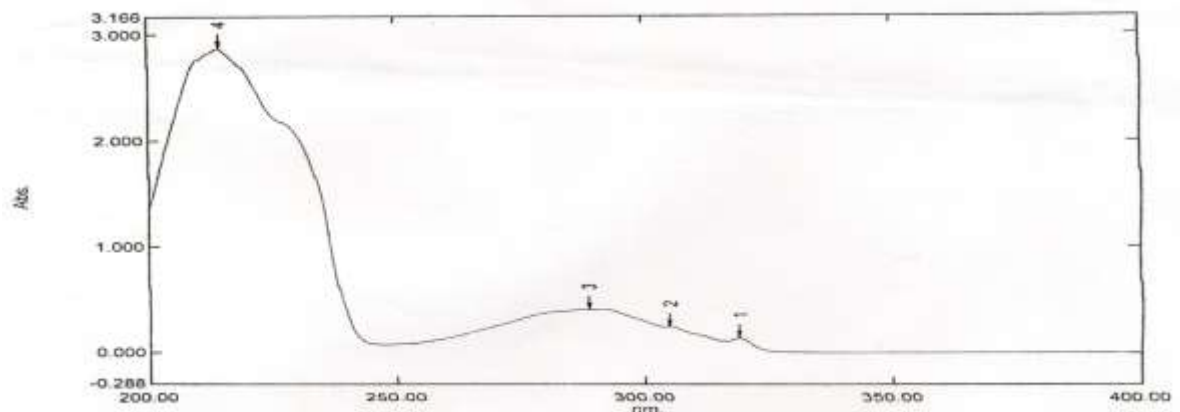
Gambar 1. Spektrum serapan propranolol hidroklorida (konsentrasi 10 µg/mL) dalam pelarut metanol



Gambar 2. Spektrum serapan propanolol hidroklorida (konsentrasi 10 µg/mL) dalam pelarut NaOH 0,1 N



Gambar 3. Spektrum serapan propanolol hidroklorida (konsentrasi 10 µg/mL) dalam pelarut etanol



Gambar 4. Spektrum serapan propanolol hidroklorida (konsentrasi 10 µg/mL) dalam pelarut (HCl) 0,1N

Pada Gambar 1 terlihat spektrum serapan propanolol hidroklorida (konsentrasi 10 µg/mL) dalam pelarut metanol dengan panjang gelombang serapan maksimum 289,40 nm dan absorban 0,436 nm.

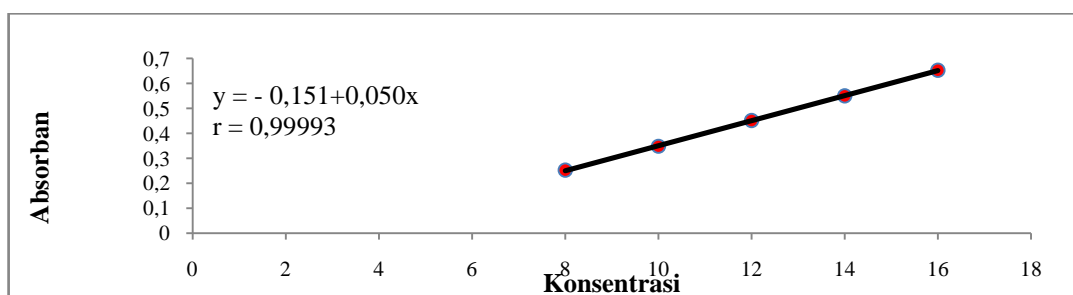
Pada Gambar 2, terlihat spektrum serapan propanolol hidroklorida (konsentrasi 10 µg/mL) dalam pelarut NaOH 0,1 N dengan panjang gelombang serapan maksimum 291,60 nm dan absorban 0,757 nm.

Pada Gambar 3, terlihat spektrum serapan propanolol hidroklorida pembanding (konsentrasi 10 µg/mL) dalam pelarut etanol dengan panjang gelombang serapan maksimum 289,00 nm dan absorban 0,446 nm

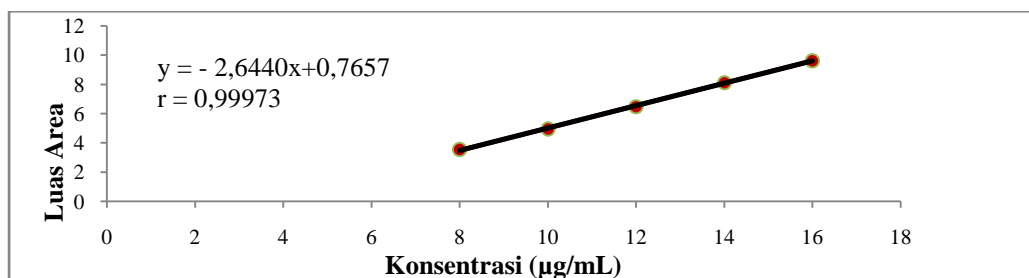
Pada Gambar 4, terlihat spektrum serapan propanolol hidroklorida pembanding (konsentrasi 10 µg/mL) dalam pelarut HCl 0,1 N dengan panjang gelombang serapan maksimum 289,60 nm dan absorban 0,409 nm.

didapatkan hasil bahwa pelarut terbaik yang digunakan adalah pelarut HCl 0,1 N. Jika dilihat dari spektrum yang menunjukkan λ_{\max} 288,60 nm dengan absorban 0,409.

Pembuatan kurva kalibrasi larutan induk propanolol hidroklorida dilakukan dengan cara membuat seri larutan induk dengan konsentrasi 8, 10, 12, 14, dan 16 µg/mL dengan menggunakan pelarut HCl 0,1 N. Larutan tersebut diukur absorban dan luas daerah di bawah kurva pada λ_{\max} propanolol hidroklorida yaitu 289 nm dengan spektrofotometer UV-Vis dalam pelarut HCl 0,1 N. Pada pengukuran diperoleh absorban masing-masing 0,252; 0,348; 0,451; 0,550 dan 0,653 sehingga diperoleh per-samaan regresi linear yaitu $y = -0,1516 + 0,0502x$. Sedangkan dari pengukuran luas daerah di bawah kurva diperoleh luas daerah 3,544; 4,950; 6,486; 8,132 dan 9,610 dengan persamaan regresi linear yaitu $y = -2,664 + 0,7657x$



Gambar 5. Kurva kalibrasi propanolol hidroklorida pembanding dalam pelarut HCl 0,1 N dengan metode absorpsi



Gambar 6. Kurva kalibrasi propanolol hidroklorida dalam pelarut HCl 0,1 N dengan metode luas daerah di bawah kurva

Pada Gambar 5, terlihat kurva kalibrasi propanolol hidroklorida pembanding dalam pelarut HCl 0,1 N dengan metode absorbansi. Kurva kalibrasi ini dibuat dengan konsentrasi 10, 12, 14, 16 dan 18 µg/mL dan diperoleh persamaan regresi linier yaitu $y = -0,1516 + 0,0502x$.

Pada Gambar 6, terlihat kurva kalibrasi propanolol hidroklorida pembanding dalam pelarut HCl 0,1 N dengan metode luas daerah di bawah kurva. Kurva kalibrasi ini dibuat dengan konsentrasi 10, 12, 14, 16 dan 18 µg/mL dan diperoleh persamaan regresi linier yaitu $y = -2,644 + 0,7657x$

Pada penetapan kadar sampel propanolol hidroklorida tablet dengan nama dagang propanolol HCl (PT Dextra, No. Batch 4602492, Exp. Januari 2020) diperoleh kadar dengan metode absorbansi yaitu $99,21 \% \pm 0,001$, sedangkan dengan metode luas daerah di bawah kurva juga diperoleh kadar yaitu $101,24 \% \pm 0,008$.

Tabel I. Penetapan kadar sampel propanolol HCl dengan metode absorbansi

No	Absorban	Kadar (µg/mL)	Kadar (mg) dalam konsentrasi 14 µg/mL	Kadar (%) dalam tablet
1	0,545	13,876	39,647	99, 12 %
2	0,544	13,857	39,590	98, 97 %
3	0,546	13,896	39,704	99, 26 %
Rata-rata			39,647	99, 12 %
SD				0,001

Tabel II. Penetapan kadar sampel propanolol HCl dengan metode luas daerah di bawah kurva.

No	Luas daerah di bawah kurva	Kadar (µg/mL)	Kadar (mg) dalam konsentrasi 14 µg/mL	Kadar (%) dalam tablet
1	8,154	14,102	40,292	100, 73 %
2	8,170	14,123	40,351	100, 88 %
3	8,303	14,297	40,848	102, 24 %
Rata-rata			40,497	101, 24 %
SD				0,008

Pada Tabel I, terlihat hasil penetapan kadar sampel propranolol hidroklorida tablet merek dagang Propranolol HCl dengan metode absorbansi dan diperoleh rata-rata kadar sampel yaitu 99,21 % dengan nilai SD yaitu 0,001.

Pada Tabel II, terlihat hasil penetapan kadar sampel propranolol hidroklorida tablet merek dagang Propranolol HCl dengan metode luas daerah di bawah kurva dan diperoleh rata-rata kadar sampel yaitu 100,24 % dengan nilai SD yaitu 0,008

Linearitas ditentukan dengan cara mengolah data antara konsentrasi (x) dengan absorbansi (y) dan konsentrasi (x) dengan luas daerah di bawah kurva (y) yang diperoleh dari kurva kalibrasi menggunakan persamaan regresi linear, sehingga diperoleh nilai koefisien korelasi. Hasil kurva kalibrasi antara konsentrasi dengan absorbansi memberikan hasil yang linear dengan nilai $r = 0,99993$ dan hasil kurva kalibrasi antara konsentrasi dengan luas daerah di bawah kurva memberikan hasil yang linear dengan nilai $r = 0,999973$. Koefisien korelasi yang didapatkan dari kedua kurva kalibrasi ini menunjukkan hasil yang linear, karena memenuhi kriteria penerimaan yaitu nilai koefisien korelasi $0,995 \leq r \leq 1$. (Harmita, 2004).

Nilai batas deteksi dan batas kuantifikasi dari propranolol hidroklorida antara konsentrasi dengan absorbansi didapat hasil 0,357673 µg/mL dan 1,083857 µg/mL dan untuk nilai batas deteksi dan batas kuantifikasi dari propranolol hidroklorida antara konsentrasi dengan luas daerah di bawah kurva didapat hasil 2,054834 µg/mL dan 6,226770 µg/mL.

Akurasi diukur sebagai banyaknya analit yang diperoleh kembali, perolehan kembali dilakukan dengan penambahan larutan baku propranolol hidroklorida 80 %, 100 % dan 120 %, ditambahkan pada sampel Propranolol HCl, sehingga diperoleh persen perolehan kembali secara berturut-turut dengan metode absorbansi yaitu 108,75 %; 99,47 %; 91,57 % dan

persen perolehan kembali rata-rata adalah 99,93 %. Sedangkan persen perolehan kembali yang diperoleh dengan metode luas daerah di bawah kurva adalah 106,47 %; 100,78 %; 90,00 % dan persen perolehan kembali rata-rata adalah 99,08.

Penentuan presisi *intraday* propranolol hidroklorida merek dagang Propranolol HCl dilakukan pada waktu pagi, siang dan sore hari dengan tiga konsentrasi berbeda. Antara konsentrasi dengan absorbansi diperoleh RSD pada konsentrasi 12 µg/mL yaitu 0,76 %; 0,17 % dan 0,44 %. Konsentrasi 14 µg/mL diperoleh RSD yaitu 0,37 %; 0,51 % dan 0,16 %. Konsentrasi 16 µg/mL diperoleh RSD yaitu 0,31 %; 1,52 % dan 0,14 %.

Penentuan presisi *intraday* propranolol hidroklorida merek dagang Propranolol HCl dilakukan pada waktu pagi, siang dan sore hari dengan tiga konsentrasi berbeda. Antara konsentrasi dengan luas daerah di bawah kurva diperoleh RSD pada konsentrasi 12 µg/mL yaitu 1,70 %; 0,19 % dan 0,25 %. Konsentrasi 14 µg/mL diperoleh RSD yaitu 0,38 %; 1,04 % dan 0,34 %. Konsentrasi 16 µg/mL diperoleh RSD yaitu 0,75 %; 1,03 % dan 1,51 %.

KESIMPULAN

Pada penelitian ini didapatkan pelarut terbaik yang digunakan untuk analisis propranolol hidroklorida tablet dengan metode spektrofotometri ultraviolet yaitu Asam Klorida (HCl 0,1 N).

Dari analisis propranolol hidroklorida tablet secara spektrofotometri ultraviolet dengan metode absorbansi dan luas daerah di bawah kurva menunjukkan bahwa kedua metode tersebut adalah metode yang valid untuk analisis propranolol hidroklorida tablet, namun demikian metode absorbansi merupakan metode yang lebih valid dibanding dengan metode luas daerah di bawah kurva terkait dari hasil penelitian yang telah ada.

Metode absorbansi dan luas daerah di bawah kurva secara Spektrofotometri Ultraviolet yang telah divalidasi dapat digunakan untuk penetapan kadar propranolol hidroklorida tablet, dimana kadar yang dihasilkan memenuhi persyaratan Farmakope Indonesia edisi V tahun 2014 yakni 9–110 %.

DAFTAR PUSTAKA

- Borse, M.P. & Mulgund, S.V. (2015) UV spectrophotometric estimation of Propranolol Hydrochloride, in bulk and tablet dosage form, *Der Pharmacia Lettre*, 7, (5), 272-275.
- Gandjar, I. G. & Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Cetakan Pertama. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1 (3), 117-135.
- Jhon, S.D. (2010). *Statistik farmasi*. Penerjemah: Dr. H. Harrizul Rivai, MS. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran (EGC).
- Katzung, B. G. (2007). *Basic & Clinical Pharmacology, Ten Edition*. San Francisco: The Mc Graw-Hill companies, United State of America.
- Kementerian Kesehatan Republik Indonesia. (2014). *Farmakope Indonesia*. (edisi V). Jakarta: Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.
- Namdeo, G. S & Nagesh, H. A. (2015) Development And Validation Of UV Spectrophotometric And Rousuvastatin Calcium In Bulk Drug and Pharmaceutical Dosage Form. *Internasional Journal Of Advences In Pharmaceutics*, 4 (1) 56-59.
- Prashanth K. N. & Basavaiah K. (2012). Simple and Rapid Spectrophotometric Determination Of Propranolol Hydrochloride As Base Form in Pharmaceutical Formulation through Charge Transfer Complexation. *Chemical Sciences Journal*, 2012 (80) 1-14.