

**VALIDASI METODA ANALISIS PENETAPAN KADAR SECARA  
KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) DAN  
SPEKTROFOTOMETRI UV SERTA PENGEMBANGAN UJI  
DISOLUSI TABLET SALUT ENTERIK KETOPROFEN**

**OLEH:**



**PROGRAM STUDI MAGISTER FARMASI  
UNIVERSITAS ANDALAS**

**2021**

**VALIDASI METODA ANALISIS PENETAPAN KADAR SECARA  
KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) DAN  
SPEKTROFOTOMETRI UV SERTA PENGEMBANGAN UJI DISOLUSI  
TABLET SALUT ENTERIK KETOPROFEN**

Saafrida, Salman Umar, Henny Lucida

**ABSTRAK**

Ketoprofen yang beredar di Indonesia sebagian besar adalah sediaan dalam bentuk tablet salut enterik, tetapi metoda analisis untuk penetapan kadar dan uji disolusinya belum tersedia dalam farmakope. Tujuan dari penelitian ini adalah mengembangkan metode kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) dan spektrofotometri UV langsung untuk analisis tablet salut enterik ketoprofen. Penetapan kadar dan keseragaman kandungan ketoprofen tablet salut enterik ditentukan secara KCKT isokratik fase terbalik yang telah divalidasi menggunakan kolom RP-18 (250 x 4,6 mm) diameter partikel 5 $\mu$ m, fase gerak metanol - dapar fosfat 13mM pH 6,5 60:40 v/v, laju alir 1,0 mL/menit dan detektor UV 258 nm. Spesifisitas, linieritas, akurasi, dan presisi memenuhi persyaratan ICH (*International Conference on Harmonization*). Metode KCKT memberikan linearitas yang sangat baik ( $r^2 > 0,999$ ) pada rentang konsentrasi 15 – 35  $\mu$ g/mL, presisi (% RSD <0,87) dan perolehan kembali ( $R > 99,97\%$ ) yang baik. LOD dan LOQ metoda KCKT dan spektrofotometri masing-masing adalah 0,18 dan 0,67  $\mu$ g/mL (LOD); 1,20 dan 2,49  $\mu$ g/mL (LOQ). Hasil uji penetapan kadar ketoprofen pada tablet salut enterik dengan metode KCKT tidak berbeda nyata dibandingkan dengan metode spektrofotometri ( $P > 0,05$ ). Metoda uji disolusi *hyperdiscriminating* diperoleh pada uji disolusi menggunakan alat tipe 1, kecepatan rotasi 75 rpm dan media disolusi 1000 mL dapar fosfat pH 6,8 dengan nilai  $Q_{45} \geq 75\%$ . Linieritas spesifisitas, presisi dan akurasi uji disolusi yang dikembangkan dan divalidasi memenuhi persyaratan ICH dan USP, dapat digunakan untuk menguji kualitas tablet salut enterik ketoprofen.

Kata kunci- ketoprofen, validasi metoda, kromatografi cair kinerja tinggi, tablet salut enterik

**VALIDASI METODA ANALISIS PENETAPAN KADAR SECARA  
KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) DAN  
SPEKTROFOTOMETRI UV SERTA PENGEMBANGAN UJI DISOLUSI  
TABLET SALUT ENTERIK KETOPROFEN**

Saafrida, Salman Umar, Henny Lucida

**ABSTRACT**

Ketoprofen oral dosage form marketed in Indonesia were mostly enteric coated tablets. However, the analytical methods for the assay and dissolution test are not yet available in the compendial. The purpose of this study was to develop the high performance liquid chromatography (HPLC) and direct UV spectrophotometric methods for the analysis of ketoprofen enteric coated tablets. The assays and content uniformity test of tablets were carried out by an isocratic, reverse-phase HPLC validated method using 5 $\mu$ m RP-18 column (250 x 4.6 mm), pH 6.5 13mM phosphate buffer-methanol (40:60 v/v) as a mobile phase at a flow rate of 1.0 mL/min and UV detection 258 nm. The HPLC method showed excellent linearity ( $r^2 > 0.999$ ) in the concentration range of 15 –35  $\mu$ g/mL. Precision (%RSD < 0.87 ) and recoveries (%R > 99.97 )were good . The LOD and LOQ resulted from HPLC and UV spectrophotometric methods were 0.18 and 0.67  $\mu$ g/mL respectively (LOD); 1.20 and 2.49  $\mu$ g/mL, respectively (LOQ). The assays of ketoprofen enteric coated tablets with the HPLC method was not significantly different from those with the spectrophotometric method ( $P > 0.05$ ). A dissolution test was developed and validated using direct UV spectrophotometric method. A discriminatory dissolution method with  $Q_{45} \geq 75\%$  was given by the method using USP apparatus 1 (basket) at rotation speed 75 rpm and 1000 mL deaerated pH 6.8 phosphate buffer as the dissolution medium . The method was validated for specificity, linearity, accuracy and precision according USP and ICH guidelines. The validated dissolution test was sufficient to meet the requirements and could be applied for quality control of ketoprofen enteric coated tablets.

Keywords- ketoprofen, validation method, high performance liquid chromatography, enteric coated tablet