

VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR KARBAMAZEPIN DALAM SPIKED-SALIVA DENGAN MENGGUNAKAN METODE KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) DETEKTOR UV

Rahma Nur Ilhamy
Prodi Farmasi

INTISARI

Karbamazepin mulai dikenal sejak tahun 1965 sebagai obat epilepsi (OAE) dengan tingkat penggunaan cukup tinggi. Kisar terapeutik karbamazepin tergolong sempit sehingga perlu pemantauan kadar obat dalam tubuh. Hingga saat ini sampel biologis yang umum digunakan yaitu serum atau plasma. Meskipun demikian, adanya korelasi yang signifikan antara kadar karbamazepin dalam serum dan saliva menjadikan saliva sebagai alternatif sampel biologis untuk penggunaan penetapan kadar obat dalam tubuh. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kesesuaian parameter validasi metode yang digunakan untuk menetapkan kadar karbamazepin dalam *spiked*-saliva berdasarkan kriteria *Food Administration Drug* (FDA) pada *Guidance for Industry Bioanalytical Method Validation*. Metode yang digunakan adalah KCKT detektor UV pada λ 285 nm. Fase gerak yang digunakan adalah metanol:air:asam asetat glasial (65:34:1) dan fase diam C_8 (4,6 x 150 mm; 5 μ m). Hasil parameter selektivitas menunjukkan rentang %*diff* yakni 5,54 – 12,08 % dan %CV yang didapat adalah 2,19%. Kurva baku menggunakan rentang 0,3 – 5 μ g/mL dan diperoleh nilai koefisien korelasi sebesar 0,999. Nilai LoD (*Limit of Detection*) 0,20 μ g/mL, LLoQ (*Lower Limit of Quantification*) 0,30 μ g/mL dan LoQ (*Limit of Quantification*) 0,61 μ g/mL. Nilai akurasi (%*diff*) berada pada rentang antara 0,12 – 16,33 % sedangkan nilai presisi (%CV) untuk *within run* 3,76 – 7,82% dan *between run* 4,31 – 6,57%. Hasil rata-rata persen perolehan kembali atau *recovery* adalah 90,86%; 91,13% dan 97,09%. Penelitian ini menyimpulkan bahwa metode ini dapat digunakan untuk menetapkan kadar karbamazepin dalam saliva dan telah memenuhi parameter validasi yang ditetapkan.

Kata kunci: Karbamazepin, KCKT-UV, Validasi Metode Bioanalisis, *Spiked*-saliva

VALIDATION METHOD OF DETERMINATION OF CARBAMAZEPINE IN *SPIKED*-SALIVA BY HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY WITH UV DETECTOR

Rahma Nur Ilhamy
Departement of Pharmacy

ABSTRACT

Carbamazepine has been known since 1965 as an epileptic drug (OAE) with a high level of consumption. The therapeutic range of carbamazepine is quite narrow, so it is necessary to monitor the levels of the drug in the body. The commonly used biological samples are serum or plasma. A significant correlation between carbamazepine levels in serum and saliva makes saliva an alternative biological sample for determination drug levels in the body. The aim of this study is to determine the suitability of parameter validation of the method used to assign carbamazepine levels in spiked-saliva based on the Food Administration Drug (FDA) on Guidance for Industry Bioanalytical Method Validation. The method is using UV detector at λ 285 nm. The mobile phase is methanol: water: glacial acetic acid (65:34:1), stationary phase C8 (4.6 x 150 mm; 5 μ m). Selectivity values obtained (%diff) between 5,54 – 12,08% and %CV obtained was 2,19%. The result of the standard curve using the range 0,3 - 5 μ g / mL obtained correlation coefficient value of 0,999. Limit of Detection value of 0,20 μ g / mL, LLoQ (Lower Limit of Quantification) 0,30 μ g / mL and LoQ (Limit of Quantification) 0,61 μ g / mL. The accuracy value (%diff) between 0,12 – 16,33%. The within run precision value (%CV) is 3,76 – 7,28% and between run precision value is 4,31 – 6,57%. The range of recovery was 90,86%; 91,13% and 97,09%. It can be concluded that this method can be used to determine carbamazepine levels in saliva and the validation parameters that have been established.

Keyword: Carbamazepine, HPLC-UV, Bioanalytical Validation Method, Spiked-saliva