

# **ESTIMASI KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN UJI KADAR SIPIROFLOKSASIN SEDIAAN SERBUK DENGAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV/VIS**

**Maria Fatima Palupi, Rosana Anita Sari, Ambarwati**

*Unit Uji Farmasetik dan Premiks*

*Balai Besar Pengujian Mutu dan Sertifikasi Obat Hewan, Gunungsindur – Bogor, 16340*

## **ABSTRAK**

Estimasi ketidakpastian merupakan salah satu persyaratan yang harus dipenuhi dalam ISO 17025:2017. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui estimasi ketidakpastian pengukuran kadar obat hewan sipiroflokasin sediaan serbuk dengan metode uji menggunakan spektrofotometer UV/Vis. Faktor-faktor yang diperhitungkan dalam sebagai sumber ketidakpastian pengujian kadar sipiroflokasin antara lain (1) konsentrasi sampel sipiroflokasin, (2) konsentrasi standar sipiroflokasin, (3) serapan sampel sipiroflokasin, (4) serapan standar sipiroflokasin, dan (5) linearitas pengukuran. Berdasarkan hasil perhitungan berbagai alat dan faktor yang mempengaruhi pengujian kadar sipiroflokasin didapatkan estimasi ketidakpastian kadar sipiroflokasin serbuk dengan menggunakan spektrofotometer UV/Vis adalah 0.046%. Hal ini menunjukkan, rentang kisaran yang didalamnya terletak nilai benar dari sifat yang diukur relatif kecil sehingga ada kedekatan antara nilai hasil uji dengan nilai yang sebenarnya.

Kata kunci: ketidakpastian, sipiroflokasin, kadar

## **ABSTRACT**

Uncertainty estimation is one of the requirements that must be met in ISO 17025: 2017. This study aims to determine the uncertainty of measuring the drug contents of ciprofloxacin in powder preparations using a test method using a UV / Vis spectrophotometer. Factors taken into account as a source of uncertainty in the testing of ciprofloxacin content include (1) concentration of ciprofloxacin samples, (2) concentrations of ciprofloxacin standards, (3) absorption of ciprofloxacin samples, (4) absorption of ciprofloxacin standards, and (5) measurement linearity. Based on the results of the calculation of various equipments and factors that influence the testing of ciprofloxacin contents, it is estimated that the uncertainty value of ciprofloxacin contents of the powder using a spectrophotometer UV/Vis is 0.046%. This shows, the range within which lies the true value of the measured content is relatively small so that there is a closeness between the value of the test results with the actual value.

Keywords: uncertainty, ciprofloxacin, content

## **PENDAHULUAN**

Estimasi ketidakpastian merupakan salah satu klausul dalam ISO/IEC:17025:2017 yang harus dipenuhi oleh laboratorium penguji <sup>(4)</sup>. Balai Besar Pengujian Mutu dan Sertifikasi Obat Hewan (BBPMSOH) merupakan laboratorium pengujian yang telah terakreditasi ISO/IEC:17025:2017. Salah satu ruang lingkup yang telah mendapatkan akreditasi adalah pengujian kadar sipiroflokasin dengan menggunakan spektrofotometer UV/Vis. Sebagai

laboratorium penguji, BBPMSOH harus secara konsisten melaksanakan dan memenuhi semua klausul yang dipersyaratkan dalam ISO/IEC:17025:2017, dan salah satunya adalah adanya estimasi nilai ketidakpastian pengukuran dari suatu metode uji yang digunakan.

Dalam ISO/IEC:17025:2017 dengan jelas menjabarkan bahwa laboratorium harus mengidentifikasi kontribusi terhadap ketidakpastian pengukuran. Ketika melakukan evaluasi ketidakpastian pengukuran, semua kontribusi yang signifikan, termasuk yang timbul dari pengambilan sampel, harus diperhitungkan dengan menggunakan analisis yang tepat <sup>(1,4,6)</sup>. Lebih lanjut dalam klausul 7.6.3 ISO/IEC:17025:2017 disebutkan bahwa laboratorium yang melakukan pengujian harus mengevaluasi ketidakpastian pengukuran. Bila metode uji tidak memungkinkan evaluasi ketidakpastian pengukuran yang ketat, estimasi harus dilakukan berdasarkan pemahaman prinsip-prinsip teoritis atau pengalaman praktis dari kinerja tersebut <sup>(4)</sup>.

Ketidakpastian adalah parameter yang berhubungan dengan hasil suatu pengujian dan/atau kalibrasi, yang memberikan gambaran penyebaran dari nilai pengujian dan/atau kalibrasi <sup>(3,7)</sup>. Adapun menurut Kantasubrata (2014), ketidakpastian pengukuran merupakan parameter yang menetapkan rentang nilai yang didalamnya diperkirakan nilai benar yang diukur berada. Tujuan pengukuran adalah menentukan nilai ukur, yaitu nilai suatu besaran tertentu yang diukur <sup>(3)</sup>. Hasil pengukuran sebenarnya merupakan nilai taksiran dari suatu nilai ukur tertentu, dimana dalam proses taksiran tersebut terdapat kesalahan baik yang sistematis maupun acak yang dapat mempengaruhi taksiran nilai ukur yang diperoleh. Pengukuran hasil uji akan lengkap bila juga dicantumkan nilai estimasi ketidakpastian pengukuran. Penulisan hasil uji yang disertai ketidakpastian pengukuran, menunjukkan derajat dari ketelitian pengujian <sup>(2,3,5)</sup>.

Nilai ketidakpastian memungkinkan pengguna data hasil uji untuk mengevaluasi kehandalan data serta mengevaluasi kesesuaian dengan data hasil uji terhadap tujuan penggunaannya. Laboratorium wajib mencantumkan hasil estimasi ketidakpastian pengukuran apabila diminta oleh pengguna jasa laboratorium. Nilai ketidakpastian juga menyatakan mutu hasil pengukuran atau pengujian, semakin kecil nilai ketidakpastian maka semakin baik hasil pengujian <sup>(2,6)</sup>.

Salah satu pengujian yang telah mendapatkan akreditasi ISO/IEC 17025:2017 di BBPMSOH adalah pengujian kadar siprofloksasin sediaan serbuk. Oleh sebab itu, perlu adanya perhitungan penentuan estimasi ketidakpastian pada pengujian kadar siprofloksasin sediaan serbuk dengan metode yang menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Tujuan dari perhitungan estimasi ketidakpastian ini adalah untuk mengetahui rentang nilai didalam uji kadar siprofloksasin diperkirakan dari nilai benar hasil uji kadar siprofloksasin yang bermakna secara ilmiah.

## MATERI DAN METODE

### MATERI

Peralatan yang digunakan adalah spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV Probe 1800), kuvet, timbangan analitik yang terkalibrasi (Shimadzu Libror, Japan), pipet ukur 1 mL, 5 mL, 9 mL, dan 10 mL yang terkalibrasi, dan labu ukur 100 mL yang terkalibrasi. Bahan yang digunakan adalah standar *certified reference material* siprofloksasin (Sigma, USA), sampel obat hewan serbuk yang mengandung siprofloksasin 10%, pelarut NaOH 0,1N, dan *Destilated Water* (DW).

### METODE

Metode uji menggunakan metode internal BBPMSOH yang telah diakreditasi yaitu IKP-FAR.719.

#### 1. Preparasi Standar dan Sampel

##### Preparasi Standar

Standar siprofloksasin (98%) ditimbang 10,20 mg dengan timbangan analitik elektronik, kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi, dan dilarutkan dengan pelarut NaOH 0,1N sebanyak 10 mL sehingga diperoleh konsentrasi 1000 µg/mL (Larutan Standar 1). Larutan standar 1 diambil 1 mL dan diencerkan dengan 9 mL DW (Larutan Standar 2). Larutan standar 2 diambil 1 mL dan diencerkan dengan 9 mL DW sehingga didapatkan Larutan standar 3. Larutan standar 3 diambil 5 mL dan diencerkan dengan 5 mL DW sehingga didapatkan konsentrasi akhir standar 5 µg/mL.

##### Preparasi Sampel

Sampel obat hewan siprofloksasin serbuk ditimbang 1 g (setara dengan 100 mg siprofloksasin) dengan timbangan elektronik kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang terkalibrasi. Sampel siprofloksasin dilarutkan dengan pelarut NaOH 0,1N hingga batas tera labu takar tersebut sehingga diperoleh konsentrasi 1000 µg/mL (Larutan Sampel 1). Larutan sampel 1 kemudian diambil 1 mL dan diencerkan dengan DW 9 mL (larutan sampel 2). Larutan sampel 2 diambil 1 mL dan diencerkan dengan DW 9 mL (Larutan sampel 3). Larutan sampel 3 diambil 5 mL dan diencerkan dalam 5 mL DW sehingga konsentrasi akhir larutan sampel adalah 5 µg/mL.

#### 2. Penentuan kadar siprofloksasin serbuk dengan spektrofotometer UV-Vis

Penentuan kadar siprofloksasin dilakukan dengan menggunakan alat spektrofotometer UV/Vis yang telah dikalibrasi. Cara perhitungan adalah dengan membandingkan serapan pengenceran terakhir sampel dan standar pada konsentrasi

sampel dan standar yang telah diketahui pada panjang gelombang maksimum (270 nm  $\pm$  2 nm). Hasil kadar siprofloksasin dihitung dengan menggunakan formulasi rumus:

$$\% \text{ Kadar siprofloksasin} = \frac{\text{Abs}_{\text{spl}}}{\text{Abs}_{\text{std}}} \times \frac{\text{C}_{\text{std}}}{\text{C}_{\text{spl}}} \times 100\% \text{ (rumus 1)}$$

Keterangan: Abs spl = serapan sampel

Abs std = serapan standar

Cstd = konsentrasi standar yang diukur

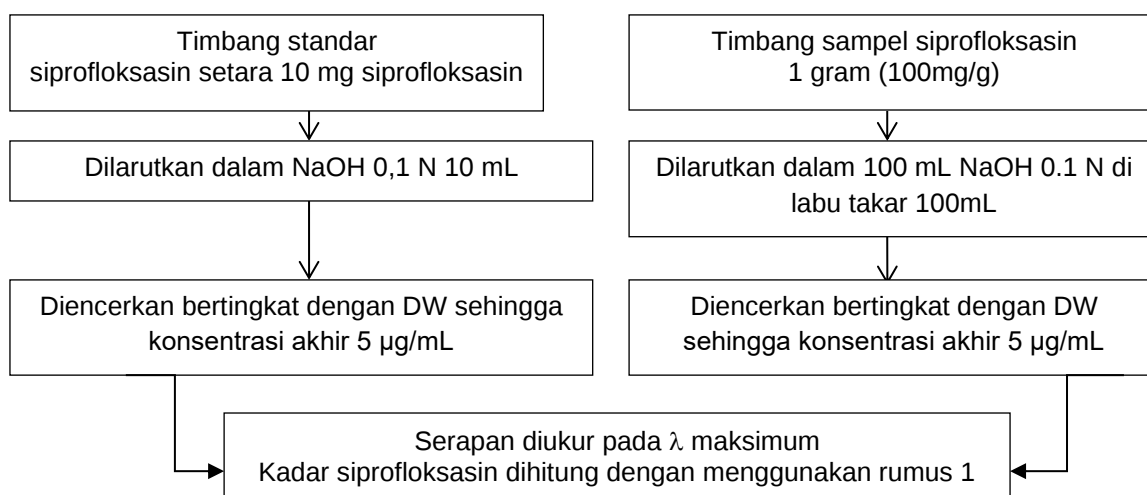
Cspl = konsentrasi sampel yang diukur

### 3. Identifikasi Ketidakpastian

Identifikasi nilai ketidakpastian dilakukan melalui beberapa tahapan. Tahapan tersebut meliputi:

#### a. Model alur pengujian siprofloksasin

Proses penentuan estimasi nilai ketidakpastian uji kadar siprofloksasin diawali dengan pembuatan model alur pengujian. Adapun model pengujian siprofloksasin terdapat sebagaimana Gambar 1.



**Gambar 1 Model Alur Pengujian Siprofloksasin dengan Spektrofotometer UV-Vis**

#### b. Diagram *cause effect/fish bone*

Dalam membuat diagram *cause effect/fish bone* harus dilakukan identifikasi sumber-sumber ketidakpastian selama proses uji kadar siprofloksasin berdasarkan metode dan rumus yang digunakan untuk menguji kadar siprofloksasin. Sumber-sumber tersebut antara lain preparasi sampel, kalibrasi alat, kemurnian standar yang digunakan, dan absorbansi standar maupun sampel. Sumber-sumber ketidakpastian dari pengujian siprofloksasin dapat kemudian dijabarkan dalam diagram *cause effect/fish bone*.

c. Estimasi tiap komponen ketidakpastian perhitungan

Dalam melakukan estimasi tiap ketidakpastian perhitungan, laboratorium harus mampu melakukan kategori tipe tiap komponen ketidakpastian yang mempengaruhi hasil uji. Secara garis besar kategori komponen ketidakpastian dibedakan menjadi dua tipe, yaitu tipe A dan tipe B <sup>(2,3,5)</sup>.

Evaluasi ketidakpastian tipe A menggunakan perhitungan statistik <sup>(2)</sup>. Evaluasi tipe ini pengulangan pengukuran dilakukan, maka nilai rerata, simpangan baku eksperimen dari rerata dapat dihitung <sup>(3)</sup>. Dalam pengujian kadar siprofloksasin serbuk yang termasuk komponen ketidakpastian tipe A antara lain presisi pengukuran nilai serapan standar, nilai serapan sampel, presisi penimbangan standar, presisi penimbangan sampel, dan linearitas. Ketidakpastian tipe A ( $u$ ) dari besaran yang ditentukan dari  $n$  pengamatan berulang yang saling bebas, sehingga didapatkan nilai rata-rata dan standar deviasi <sup>(2,3,6)</sup>. Adapun perhitungan ketidakpastian tipe A menggunakan rumus sebagai berikut:

$$u = \frac{s}{\sqrt{n}} \text{ (rumus 2)}$$

Keterangan:  $u$  = ketidakpastian

$s$  = standar deviasi

$n$  = jumlah pengulangan

Evaluasi ketidakpastian tipe B menggunakan informasi-informasi lain yang valid <sup>(2)</sup>. Misalnya sertifikat standar, sertifikat kalibrasi, spesifikasi peralatan, data validasi metode <sup>(2,3)</sup>. Cara perhitungan evaluasi tipe B ketidakpastian diberikan dalam batas tertentu ( $a$ ). Sebagai contoh, jika informasi yang didapatkan berasal dari hasil laporan sertifikat kalibrasi, maka ketidakpastian diperluas dibagi dengan faktor cakupan dalam sertifikat tersebut. Faktor cakupan 2 dapat digunakan jika ketidakpastian diperluas mempunyai tingkat kepercayaan 95%, sehingga rumus nilai ketidakpastian baku adalah sebagai berikut:

$$u = \frac{a}{2} \text{ (rumus 3)}$$

Apabila ketidakpastian tipe B merupakan distributor triangular, maka nilai  $a$  dibagi dibagi dengan  $\sqrt{3}$ . Distributor triangular digunakan bila batas dapat ditentukan. Namun nilai besaran ukur tampak berada di semua tempat dalam rentang tersebut <sup>(3)</sup>. Rumus perhitungannya sebagai berikut:

$$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \text{ (rumus 4)}$$

d. Menghitung ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas

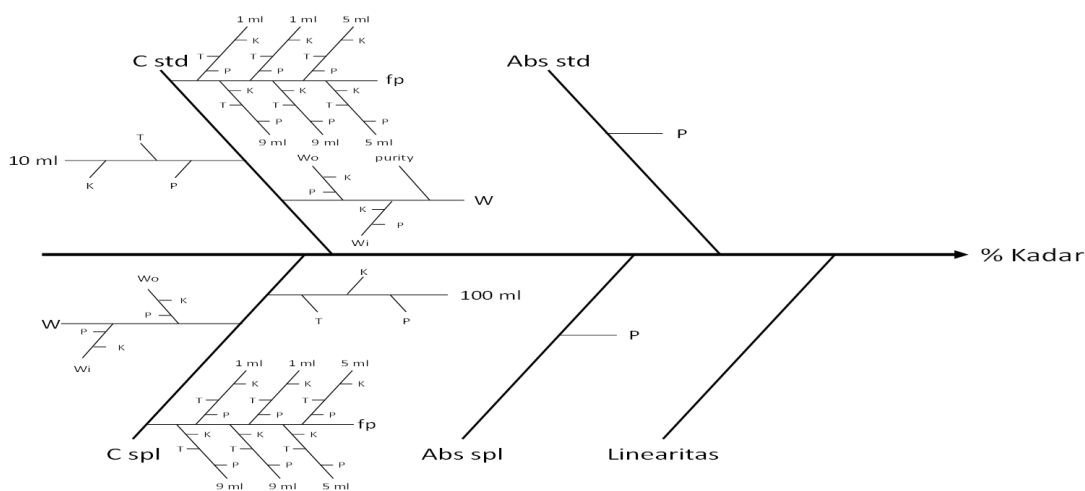
Langkah selanjutnya dalam perhitungan estimasi ketidakpastian pengukuran adalah menggabungkan komponen ketidakpastian baku untuk menghasilkan ketidakpastian baku gabungan. Penggabungan ini disesuaikan dengan persamaan atau rumus yang digunakan dalam perhitungan hasil pengujian, maka persamaan umum untuk menggabungkan nilai ketidakpastian baku dari komponen-komponennya menjadi ketidakpastian gabungan ( $\mu$  Gabungan) sebagai berikut:

$$\mu \text{ Gabungan} = \sqrt{(\mu_a/a)^2 + (\mu_b/b)^2 + (\mu_c/c)^2 + \dots}$$

Guna mendapatkan probabilitas yang memadai bahwa nilai hasil pengujian berada dalam rentang yang diberikan oleh ketidakpastian, maka ketidakpastian baku gabungan dikalikan dengan faktor cakupan (*coverage factor*). Berdasarkan distribusi Gaussian menunjukkan bahwa faktor cakupan ( $k$ ) = 2 memberikan ketidakpastian diperluas dengan tingkat kepercayaan sekitar 95% <sup>(1, 2, 3)</sup>.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Estimasi nilai ketidakpastian dalam uji kadar siprofloksasin dipengaruhi oleh berbagai faktor. Faktor-faktor tersebut antara lain serapan standar siprofloksasin, serapan sampel siprofloksasin, konsentrasi standar siprofloksasin, konsentrasi sampel siprofloksasin, dan linearitas. Faktor-faktor tersebut kemudian dilihat kembali dalam rumus perhitungan kadar siprofloksasin (rumus 1). Komponen-komponen yang terlibat dalam rumus tersebut diidentifikasi dan dijabarkan dalam diagram *cause effect/fish bone* Gambar 2 sebagai berikut:



**Gambar 2 Diagram *cause effect/fish bone* uji kadar siprofloksasin serbuk**

Setiap faktor yang berpengaruh pada ketidakpastian akan memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir. Adapun rincian estimasi nilai ketidakpastian dari tiap faktor dalam penentuan kadar siprofloksasin sebagai berikut:

1. Serapan standar siprofloksasin

Dalam menentukan ketidakpastian serapan standar siprofloksasin dilakukan percobaan kecil dengan melakukan pengulangan atau presisi pengukuran serapan standar sebanyak 6 kali dengan hasil terdapat dalam Tabel 1.

Tabel 1 Ketidakpastian pengukuran faktor serapan standar siprofloksasin ( $\mu_{Absstd}$ )

| Pengulangan ke:             | $\lambda_{maksimal}$ | Serapan       |
|-----------------------------|----------------------|---------------|
| 1                           | 271,80               | 0,544         |
| 2                           | 271,70               | 0,544         |
| 3                           | 271,90               | 0,544         |
| 4                           | 272,10               | 0,543         |
| 5                           | 271,90               | 0,543         |
| 6                           | 271,90               | 0,543         |
| <b>Rata-Rata</b>            |                      | <b>0,544</b>  |
| <b>SD (standar deviasi)</b> |                      | <b>0,0006</b> |
| $\mu_{Absstd}$              |                      | <b>0,0006</b> |

2. Serapan sampel

Penentuan ketidakpastian serapan sampel dilakukan dengan cara melakukan percobaan kecil dengan melakukan pengulangan atau presisi pengukuran serapan sampel sebanyak 6 kali dengan hasil terdapat dalam Tabel 2.

Tabel 2 Ketidakpastian pengukuran faktor serapan sampel siprofloksasin ( $\mu_{Abs spl}$ )

| Pengulangan ke:             | $\lambda_{maksimal}$ | Serapan       |
|-----------------------------|----------------------|---------------|
| 1                           | 272,00               | 0,541         |
| 2                           | 272,10               | 0,545         |
| 3                           | 272,00               | 0,545         |
| 4                           | 272,00               | 0,541         |
| 5                           | 272,00               | 0,547         |
| 6                           | 271,90               | 0,545         |
| <b>Rata-Rata</b>            |                      | <b>0,544</b>  |
| <b>SD (standar deviasi)</b> |                      | <b>0,0025</b> |
| $\mu_{Abs spl}$             |                      | <b>0,0025</b> |

3. Konsentrasi standar siprofloksasin

Penentuan ketidakpastian faktor konsentrasi standar berasal dari beberapa komponen yaitu: (a) estimasi ketidakpastian asal volume pipet 10 mL, (b) estimasi ketidakpastian asal penimbangan standar, dan (c) estimasi ketidakpastian asal faktor

pengenceran. Dari hasil perhitungan tiap komponen faktor didapatkan estimasi ketidakpastian untuk konsentrasi standar adalah 0,07105. Perhitungan estimasi ketidakpastian tiap komponen faktor yang berpengaruh dalam konsentrasi standar tersaji dalam Tabel 3 sebagai berikut:

Tabel 3 Ketidakpastian pengukuran faktor konsentrasi standar siprofloksasin ( $\mu C_{std}/C_{std}$ )

| Sumber Ketidakpastian                                                                   | Nilai Ketidakpastian ( $\mu$ ) |
|-----------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------|
| a. Estimasi ketidakpastian asal volume pipet ukur 10mL                                  |                                |
| • Asal kalibrasi                                                                        | 0,017321                       |
| • Asal presisi                                                                          | 0,0138                         |
| • Asal temperatur (efek muai)                                                           | 0,0048                         |
| <b>Ketidakpastian baku gabungan asal volume pipet ukur 10 mL</b>                        | <b>0,002266</b>                |
| b. Estimasi ketidakpastian asal penimbangan standar                                     |                                |
| • Kemurnian standar                                                                     | 0,0052                         |
| • Kalibrasi neraca                                                                      | 0,1276                         |
| • Presisi neraca                                                                        | 0,000194                       |
| <b>Ketidakpastian baku gabungan asal penimbangan standar</b>                            | <b>0,018722</b>                |
| c. Estimasi ketidakpastian asal faktor pengenceran                                      |                                |
| • Ketidakpastian asal volume pipet ukur 1 mL                                            | 0,004455                       |
| • Ketidakpastian asal volume pipet ukur 9 mL                                            | 0,01689                        |
| • Ketidakpastian asal volume pipet ukur 5 mL                                            | 0,01455                        |
| <b>Ketidakpastian baku gabungan asal faktor pengenceran</b>                             | <b>0,0685</b>                  |
| <b>Ketidakpastian total dari konsentrasi standar (<math>\mu C_{std}/C_{std}</math>)</b> | <b>0,07105</b>                 |

#### 4. Konsentrasi sampel siprofloksasin

Penentuan ketidakpastian konsentrasi sampel siprofloksasin berasal dari beberapa komponen yaitu: (a) estimasi ketidakpastian asal volume labu takar 100 mL, (b) estimasi ketidakpastian asal penimbangan sampel, dan (c) estimasi ketidakpastian asal faktor pengenceran. Dari hasil perhitungan tiap komponen faktor didapatkan estimasi ketidakpastian untuk konsentrasi sampel adalah 0,06851. Perhitungan estimasi ketidakpastian tiap faktor komponen yang berpengaruh dalam konsentrasi sampel tersaji dalam Tabel 4.

Tabel 4 Ketidakpastian pengukuran faktor konsentrasi sampel siprofloksasin ( $\mu C_{spl}/C_{spl}$ )

| Sumber Ketidakpastian                                             | Nilai Ketidakpastian ( $\mu$ ) |
|-------------------------------------------------------------------|--------------------------------|
| a. Estimasi ketidakpastian asal volume labu ukur 100 mL           |                                |
| • Asal kalibrasi                                                  | 0,0577                         |
| • Asal presisi                                                    | 0,020084                       |
| • Asal temperatur (efek muai)                                     | 0,048496                       |
| <b>Ketidakpastian baku gabungan asal volume ukur takar 100 mL</b> | <b>0,000780</b>                |
| b. Estimasi ketidakpastian asal penimbangan sampel                |                                |

|                                                                                    |                 |
|------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|
| • Kalibrasi neraca                                                                 | 0,00051         |
| • Presisi neraca                                                                   | 0,000753        |
| <b>Ketidakpastian baku gabungan asal penimbangan standar</b>                       | <b>0,001043</b> |
| c. Estimasi ketidakpastian asal faktor pengenceran                                 |                 |
| • Ketidakpastian asal volume pipet ukur 1 mL                                       | 0,004455        |
| • Ketidakpastian asal volume pipet ukur 9 mL                                       | 0,01689         |
| • Ketidakpastian asal volume pipet ukur 5 mL                                       | 0,01455         |
| <b>Ketidakpastian baku gabungan asal faktor pengenceran</b>                        | <b>0,0685</b>   |
| <b>Ketidakpastian total dari konsentrasi sampel (<math>\mu_{Cspl}/Cspl</math>)</b> | <b>0,06851</b>  |

## 5. Linearitas

Guna menentukan ketidakpastian baku linearitas dilakukan percobaan kecil dengan membandingkan konsentrasi standar yang diketahui dengan konsentrasi standar yang terbaca oleh spektrofotometer UV/Vis. Perbedaan dari konsentrasi standar yang diketahui dengan konsentrasi hasil analisis spektrofotometer kemudian cari nilai deviasi maksimum dari selisih perbedaan konsentrasi tersebut. Hasil dari percobaan faktor linearitas terdapat dalam Tabel 5.

Tabel 5 Ketidakpastian asal linearitas

| Sampel                                                                                                     | Konsentrasi sampel | Konsentrasi terbaca | $\Delta C$  |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|---------------------|-------------|
| Standar siprofloksasin 1                                                                                   | 1,25               | 1,27                | 0,02        |
| Standar siprofloksasin 2                                                                                   | 2,5                | 2,49                | 0,01        |
| Standar siprofloksasin 3                                                                                   | 5                  | 4,98                | <b>0,02</b> |
| Standar siprofloksasin 4                                                                                   | 10                 | 10,01               | 0,01        |
| Standar siprofloksasin 5                                                                                   | 20                 | 19,19               | 0,01        |
| <b>Ketidakpastian asal linearitas (<math>\mu_{linearitas}</math>) = <math>0,02/\sqrt{3} = 0,012</math></b> |                    |                     |             |

Estimasi nilai ketidakpastian penentuan kadar siprofloksasin kemudian dihitung dengan cara menggabungkan faktor-faktor yang menjadi sumber ketidakpastian dalam pengujian sampel obat hewan ( $\mu_{(x)}/x$ ). Data pengujian sampel obat hewan siprofloksasin didapatkan serapan untuk standar dengan konsentrasi 5  $\mu\text{g/mL}$  adalah 0,527 dan serapan untuk sampel dengan konsentrasi 5  $\mu\text{g/mL}$  adalah 0,529. Perhitungan  $\mu_{(x)}/x$  terdapat dalam Tabel 6.

Tabel 6 Data ketidakpastian faktor ketidakpastian uji kadar siprofloksasin terhadap hasil uji kadar sampel siprofloksasin ( $\mu_{(x)}/x$ )

| Asal                | $\mu_{(x)}$ | satuan | Nilai X | Satuan | $\mu_{(x)}/x$ |
|---------------------|-------------|--------|---------|--------|---------------|
| Serapan standar     | 0,0006      | Abs    | 0,527   | Abs    | 0,000114      |
| Serapan sampel      | 0,0025      | Abs    | 0,529   | Abs    | 0,000473      |
| Konsentrasi standar | 0,07105     | ppm    | 5       | Ppm    | 0,014210      |
| Konsentrasi sampel  | 0,06851     | ppm    | 5       | Ppm    | 0,013702      |
| Linearitas          | 0,014       | ppm    | -       | Ppm    | 0,012         |

Selanjutnya dilakukan penggabungan estimasi ketidakpastian faktor-faktor yang mempengaruhi ketidakpastian kadar siprofloksasin dengan rumus menggunakan rumus 4, sebagai berikut:

$$\mu_{\% \text{ kadar}} / \% \text{ kadar} = \sqrt{(\mu_{Absstd} / Absstd)^2 + (\mu_{Abspl} / Abspl)^2 + (\mu_{Cstd} / Cstd)^2 + (\mu_{Cspl} / Cspl)^2 + (\mu_{linearitas})}$$

$$\mu_{\% \text{ kadar}} / \% \text{ kadar} = 0,023\%$$

Hasil tersebut kemudian dikalikan faktor (k) kecukupan 2 (tingkat kepercayaan 95%) untuk mendapatkan kemungkinan bahwa hasil yang didapat dalam penentuan kadar siprofloksasin dengan menggunakan spektrofotometer berada dalam rentang yang diberikan oleh ketidakpastian. Didapatkan ketidakpastian pengukuran diperluas adalah sebagai berikut:

$$\mu_{\% \text{ kadar}} = 2 \times 0,023$$

$$\mu_{\% \text{ kadar}} = 0,046\% \text{ (dilakukan pembulatan dengan 2 digit penting dibelakang koma)}$$

Adapun cara penulisan estimasi ketidakpastian adalah sebagai berikut, jika hasil uji kadar siprofloksasin dalam sampel obat hewan serbuk diperoleh 100,38%, maka ketidakpastian menjadi:  $(0,046\% \times 100,38\%) / 100\% = 0,05\%$ . Nilai 0,05% merupakan rentang nilai yang dinyatakan perkiraan nilai pengujian berada, sehingga kadar siprofloksasin dalam sampel obat hewan nilainya terletak diantara  $(100,38 \pm 0,05)\%$ .

Ketidakpastian dipengaruhi oleh banyak faktor, diantaranya tatacara sampling dan preparasi sampel, kalibrasi peralatan, instrumen, kesalahan random, kesalahan sistemik serta kecakapan personil analisis. Dari hasil perhitungan estimasi nilai ketidakpastian kadar siprofloksasin diperoleh nilai yang relatif kecil. Hal ini menunjukkan, rentang kisaran yang didalamnya terletak nilai benar dari sifat yang diukur relatif kecil sehingga ada kedekatan antara nilai hasil uji dengan nilai yang sebenarnya.

## KESIMPULAN

Estimasi ketidakpastian untuk uji kadar siprofloksasin dengan menggunakan metode IKP FAR.719 dengan spektrofotometer UV-Vis diperoleh relatif kecil yaitu sebesar 0,046%. Pengujian metode ini menunjukkan kedekatan terhadap nilai benar dari sifat yang diukur.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Birch K. 2003. Measurement Good Practice Guide No. 36 Estimating Uncertainties in Testing An Intermediate Guide to Estimating and Reporting Uncertainty of Measurement

in Testing. British Measurement and Testing Association. Addison-Wesley Publishing Company, Inc, London.

2. Bell S. 2001. Measurement Good Practice Guide No. 11 (Issue 2): A Beginner's Guide to Uncertainty of Measurement.
3. Hadi A. 2018. Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Penguji dan Laboratorium Kalibrasi ISO/IEC 17025:2017. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta. Halaman 248-265
4. International Standard Organization. 2017. ISO/IEC:17025:2017 General requirements for the competence of the testing and calibration laboratories. ISO copyright office Geneva, Switzerland
5. Kantasubrata J. 2014. Materi Pelatihan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Laboratorium Kimia. Badan Standardisasi Nasional. Jakarta
6. LMEB. 2008. Estimation of Uncertainty of Measurement ORA Laboratory Procedure, Food and Drug Administration. Terdapat dalam [www.fda.gov/ora/science\\_ref/lm/default.htm](http://www.fda.gov/ora/science_ref/lm/default.htm). Diunduh pada 25 Maret 2014.
7. Sukirno, Muniasih S, Rosidi. 2012. Estimasi ketidakpastian pada pengukuran AANSC untuk analisis N, P, K, Si, Al, Cu, Fe dalam cuplikan sedimen. Prosiding PPI-PDIPTN. Pustek Akselektor dan Proses Bahan BATAN. ISSN 0216-3128.