

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR DEKSAMETASON SECARA
KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI SERTA APLIKASINYA
DALAM SEDIAAN TETES MATA**

SKRIPSI



Oleh:

Arya Anantha Octavian

125010883

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS WAHID HASYIM
SEMARANG
2018**

SKRIPSI

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR DEKSAMETASON SECARA
KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI SERTA APLIKASINYA
DALAM SEDIAAN TETES MATA**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
dalam mencapai derajat Sarjana Farmasi
Program Studi Ilmu Farmasi pada Fakultas Farmasi
Universitas Wahid Hasyim
Semarang**

Oleh:

Arya Anantha Octavian

125010883

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS WAHID HASYIM
SEMARANG
2018**

PENGESAHAN SKRIPSI

Berjudul

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR DEKSAMETASON SECARA
KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI SERTA APLIKASINYA
DALAM SEDIAAN TETES MATA**

Oleh:

Arya Anantha Octavian

125010883

**Dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi
Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim
Pada tanggal : 4 Agustus 2018**

Mengetahui :
Fakultas Farmasi
Universitas Wahid Hasyim

Pembimbing,

(Aqnes Budiarti, S.F., M.Sc., Apt)

(Aqnes Budiarti, S.F., M.Sc., Apt)

Penguji :

1. Aqnes Budiarti, S.F., M.Sc., Apt

(.....)

2. Drs. H. Ibrahim Arifin, M.Sc., Apt

(.....)

3. Anita Dwi Puspitasari, S.Si., M,Pd

(.....)

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Arya Anantha Octavian

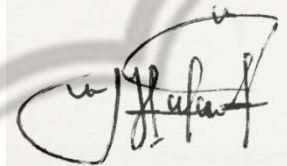
NIM : 125010883

Judul Skripsi : Validasi Metode Penetapan Kadar Deksametason Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi serta Aplikasinya dalam Sediaan Tetes Mata

Menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis digunakan sebagai acuan dalam naskah dan disebutkan dalam pustaka.

Demikian surat pernyataan ini saya buat untuk dapat digunakan sebagaimana mestinya.

Semarang, Mei 2018



Arya Anantha Octavian

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

“Sesungguhnya, sesudah kesulitan ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai (dari suatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain”

(QS 94: 6-7)



*Karya ini kupersembahkan untuk :
Kedua orang tuaku
Orang yang memotivasiku
Almamaterku*

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah segala puji dan syukur hanyalah milik Allah SWT karena atas rahmat, ridho dan hidayah-Nya yang telah dilimpahkan selama ini sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penyusunan skripsi yang berjudul **“Validasi Metode Penetapan Kadar Dekسامetason Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi serta Aplikasinya dalam Sediaan Tetes Mata”**. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam mencapai gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang.

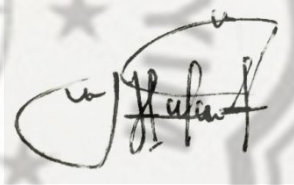
Penulis menyadari bahwa skripsi ini tidak dapat terwujud tanpa bantuan, bimbingan, dukungan dan dorongan semangat oleh semua pihak. Oleh karena itu dengan segala kerendahan hati penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu Aqnes Budiarti, M.Sc., Apt selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang dan juga selaku pembimbing yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga serta pikiran untuk memberikan bimbingan dan arahan dalam penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Drs.H. Ibrahim Arifin, M.Sc., Apt dan Ibu Anita Dwi Puspitasari, S.Si., M.Pd selaku penguji skripsi atas saran, masukan dan koreksi terhadap skripsi ini.
3. Seluruh dosen Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang yang telah memberikan bekal ilmu pengetahuan sebagai dasar penulisan skripsi ini.
4. Pimpinan dan staf Laboratorium Kimia Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang yang telah membantu pelaksanaan penelitian ini.

5. PT. Phapros dan Ibu Arum selaku bagian PPIC yang telah memberikan bantuan bahan untuk penelitian ini.
6. Teman-teman farmasi angkatan 2012 atas segala pembelajaran, kerja sama, kebersamaan dan pengalamannya, serta teman satu tim yang selalu memberikan semangat dan motivasi selama masa penelitian hingga penyelesaian skripsi.
7. Semua pihak yang telah membantu penelitian dan penyusunan skripsi ini.

Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi masyarakat, perkembangan ilmu kefarmasian pada khususnya dan ilmu pengetahuan pada umumnya.

Semarang, Mei 2018



Penulis

DAFTAR ISI

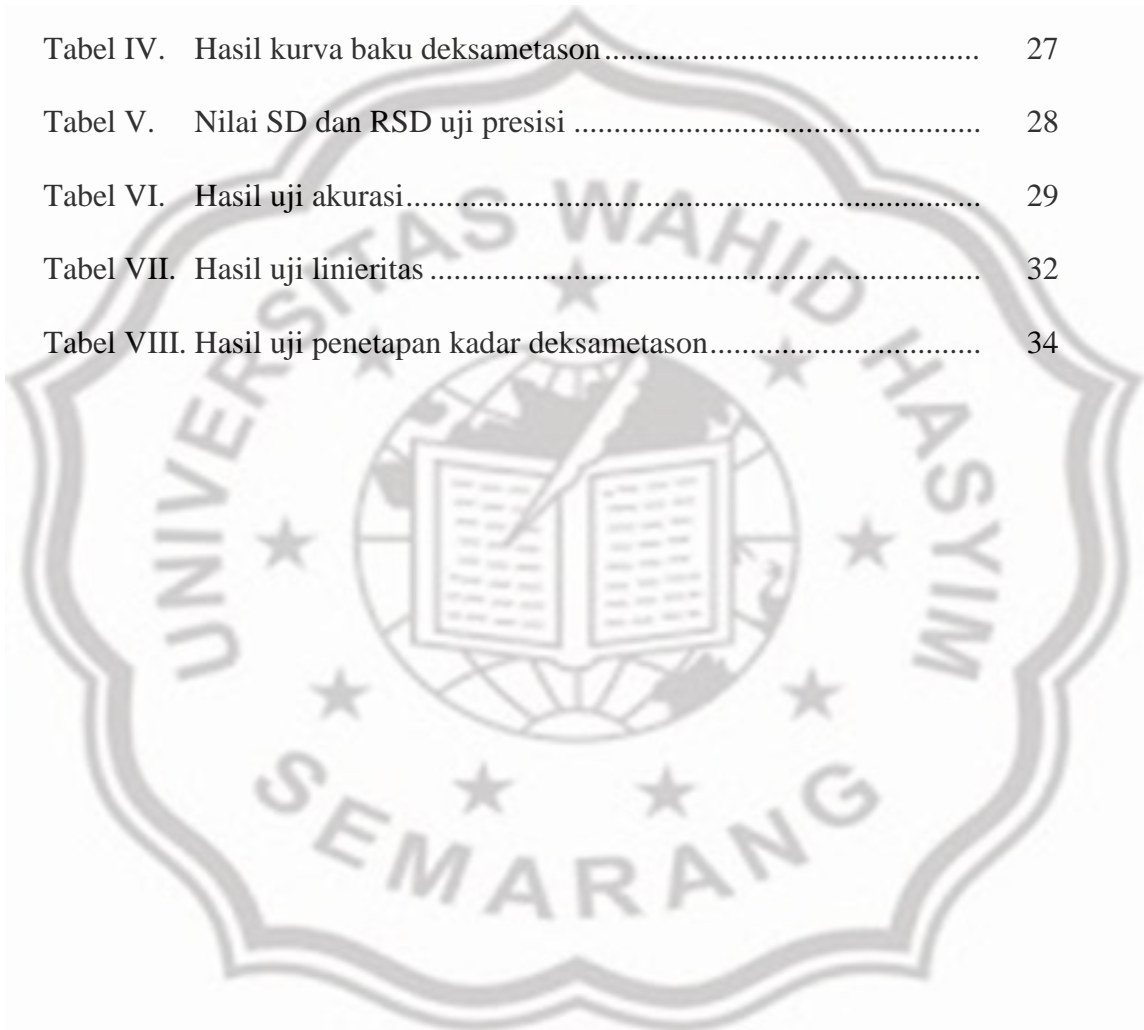
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
SURAT PERNYATAAN.....	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
INTISARI	xiii
<i>ABSTRACT</i>	xiv
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Perumusan Masalah	3
C. Tujuan Penelitian	3
D. Manfaat Penelitian	4
E. Tinjauan Pustaka	4
1. Dekسامetason	4
2. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi	6
3. Fase Gerak pada KCKT	9
4. Fase Diam pada KCKT	9

5. Validasi Metode Analisis	10
6. Tetes Mata	14
F. Landasan Teori.....	15
G. Hipotesis.....	16
BAB II. METODE PENELITIAN	17
A. Bahan dan Alat	17
1. Bahan.....	17
2. Alat.....	17
B. Jalannya Penelitian.....	17
1. Pembuatan Larutan Stok Deksametason.....	17
2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	18
3. Optimasi Komposisi Fase Gerak.....	18
4. Pembuatan Kurva Baku.....	18
5. Validasi.....	19
a. Uji Presisi	19
b. Uji Akurasi	19
c. Uji Spesifisitas.....	20
d. Uji Linieritas	21
e. Uji Sensitivitas	21
6. Penetapan Kadar Deksametason Dalam Sediaan Tetes Mata.....	22
C. Skema Jalannya Penelitian	23

BAB III	HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	24
	A. Optimasi Panjang Gelombang Maksimum	24
	B. Optimasi Komposisi Fase Gerak.....	25
	C. Pembuatan Kurva Baku.....	27
	D. Uji Validasi	28
	1. Uji Presisi	28
	2. Uji Akurasi	29
	3. Uji Selektifitas.....	30
	4. Uji Linieritas	31
	5. Uji Sensitivitas	33
	E. Penetapan Kadar Deksametason dalam Sediaan Tetes Mata.....	34
BAB IV.	KESIMPULAN DAN SARAN	35
	A. Kesimpulan.....	35
	B. Saran.....	35
	DAFTAR PUSTAKA	36
	LAMPIRAN.....	39

DAFTAR TABEL

Tabel I.	Sifat/karakteristik deksametason.....	5
Tabel II.	Kriteria penerimaan akurasi	11
Tabel III.	Hasil optimasi komposisi fase gerak metanol-air	26
Tabel IV.	Hasil kurva baku deksametason.....	27
Tabel V.	Nilai SD dan RSD uji presisi	28
Tabel VI.	Hasil uji akurasi.....	29
Tabel VII.	Hasil uji linieritas	32
Tabel VIII.	Hasil uji penetapan kadar deksametason.....	34



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur Kimia Deksametason	4
Gambar 2. Spektra Deksametason	5
Gambar 3. Skema Komponen KCKT	7
Gambar 4. Skema Jalannya Penelitian	23
Gambar 5. Hasil <i>Scanning</i> Optimasi Panjang Gelombang Deksametason	24
Gambar 6. Kromatogram Hasil Optimasi Komposisi Fase Gerak Campuran metanol:air.....	25
Gambar 7. Grafik Kurva Baku Deksametason.....	27
Gambar 8. Hasil Kromatogram Deksametason.....	31
Gambar 9. Grafik Linieritas Deksametason.....	33

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Panjang Gelombang Maksimum Deksametason	39
Lampiran 2.	Kromatogram Hasil Uji Linieritas	40
Lampiran 3.	Perhitungan Pembuatan Kurva Baku.....	43
Lampiran 4.	Contoh Perhitungan Perolehan Kembali Deksametason dengan Metode <i>Standard Addition Method</i>	44
Lampiran 5.	Contoh Perhitungan LOD dan LOQ Deksametason	46
Lampiran 6.	Contoh Perhitungan Kadar Deksametason.....	49
Lampiran 7.	Surat Permohonan Bahan Baku.....	50
Lampiran 8.	<i>Certificate of Analysis</i> Deksametason	51
Lampiran 9.	Surat Keterangan Telah Melakukan Penelitian di Laboratorium Kimia Fakultas Farmasi, Universitas Wahid Hasyim.....	52
Lampiran 10.	Gambar Alat-Alat yang digunakan pada saat Penelitian.....	53
Lampiran 11.	Sampel Penelitian	55

INTISARI

Deksametason sering digunakan sebagai zat aktif untuk meringankan peradangan, salah satunya adalah peradangan pada mata. Penetapan kadar deksametason dalam sediaan tetes mata memerlukan suatu metode analisis yang tervalidasi untuk menjamin mutu dan keamanan obat. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan penetapan kadar deksametason menggunakan KCKT dan mengaplikasikannya dalam sediaan tetes mata.

Metode penetapan kadar yang dilakukan menggunakan KCKT dengan fase diam C_{18} dan fase gerak metanol:air (60:40, v/v) dengan laju alir 1 mL/menit, deteksi UV pada panjang gelombang 242 nm. Uji validasi yang dilakukan meliputi uji presisi, akurasi, spesifisitas, linieritas dan sensitivitas.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa uji validasi memenuhi persyaratan. Nilai-nilai uji parameter validasi yang diperoleh secara berturut-turut yaitu: uji presisi menghasilkan RSD sebesar 0,78%; uji akurasi sebesar 99,72-100,65%; selektivitas yang baik; uji linieritas (r) = 0,9990; LOD sebesar 2,58 $\mu\text{g/mL}$ dan LOQ sebesar 8,61 $\mu\text{g/mL}$. Kadar rata-rata deksametason dalam sediaan tetes mata adalah 99,94%, hasil ini memenuhi persyaratan kadar yang ditetapkan dalam Farmakope Indonesia Edisi IV (1995).

Kata kunci : deksametason, KCKT, tetes mata, validasi.

ABSTRACT

Dexamethasone is often used as an active substance to relieve inflammation, one of which is inflammation of the eye. Determination of dexamethasone levels in an eye drop preparation requires a validated method of analysis to ensure the quality and safety of the drug. This study aims to establish dexamethasone levels using HPLC and apply them in eye drops.

The method of determining the rate was performed using HPLC with C18 stationary phase and methanol phase of water (60:40, v/v) with a flow rate of 1 mL/minute, UV detection at 242 nm wavelength. Validation tests include precision testing, accuracy, specificity, linearity and sensitivity.

The results show that validation test meets the requirements. The values of the validation test parameters obtained respectively are: precision test yield RSD of 0.78%; accuracy test of 99.72-100.65%; good selectivity; linearity test (r) = 0.9990; LOD of 2.58 $\mu\text{g/mL}$ and LOQ of 8.61 $\mu\text{g/mL}$. The average dexamethasone content in the eye drops is 99.94%, this result is meeting the requirements of the levels set forth in Pharmacope Indonesia Edition IV (1995).

Keywords : dexamethasone, eye drops, HPLC, validation.

