

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR FENILBUTAZON
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA PADA OBAT TRADISIONAL PEGAL LINU**

SKRIPSI



Oleh:

Syafa'atun Ni'mah

135010978

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS WAHID HASYIM
SEMARANG
2018**

SKRIPSI

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR FENILBUTAZON
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA PADA OBAT TRADISIONAL PEGAL LINU**

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



**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS WAHID HASYIM
SEMARANG
2018**

PENGESAHAN SKRIPSI

Berjudul
VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR FENILBUTAZON
MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA PADA OBAT TRADISIONAL PEGAL LINU

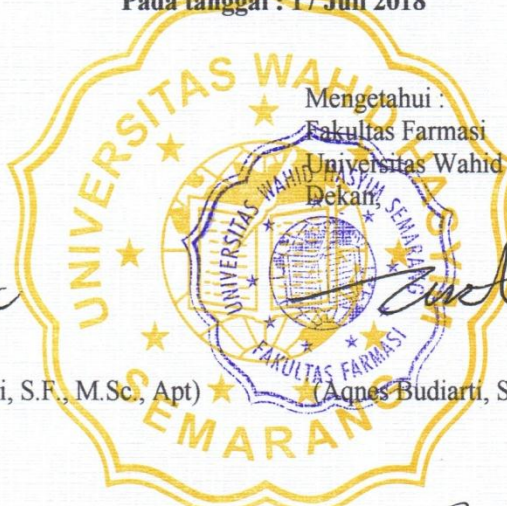
Oleh :
Syafa'atun Ni'mah
135010978

Dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi
Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang
Pada tanggal : 17 Juli 2018

Pembimbing,

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

Mengetahui :
Fakultas Farmasi
Universitas Wahid Hasyim
Dekan



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

Penguji :

1. Drs. Ibrahim Arifin, M.Sc., Apt

(.....)

2. Anita Dwi Puspita Sari, S.Si., M.Pd

(.....)

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

(.....)

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Syafa'atun Ni'mah

NIM : 135010978

Judul Skripsi : Validasi Metode Penetapan Kadar Fenilbutazon Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan Aplikasinya pada Obat Tradisional Pegal Linu.

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 dengan sebenar-benarnya dan dapat digunakan sebagaimana mestinya.

Semarang, 17 Juli 2018

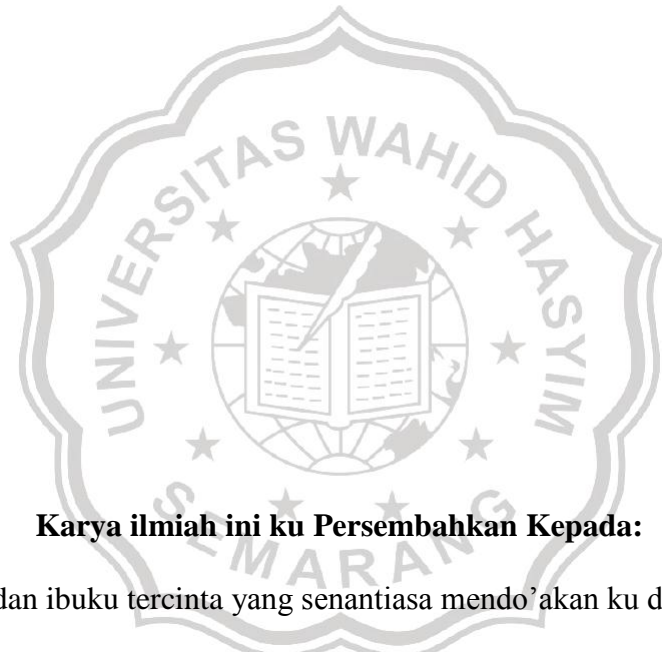


Syafa'atun Ni'mah

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Jangan pernah berhenti untuk belajar, karna setiap ilmu yang engkau dapatkan
tidak akan sia-sia.

Jangan sia-siakan masa muda mu dengan kegiatan yang tidak bermanfaat,
belajarlal karna itu akan membuatmu mengerti arti kehidupan.



Karya ilmiah ini ku Persembahkan Kepada:

Bapak dan ibuku tercinta yang senantiasa mendo'akan ku dan selalu
menyemangatiku

Kakak tercintaku yang telah mewujudkan keinginanmu dan menyemangatiku

Suamiku tercinta yang terus memberi dukungan dan menyemangatiku

Para guru dan dosen yang telah mendidik dan membimbingku

Serta almamaterku sebagai wujud terima kasih

KATA PENGANTAR

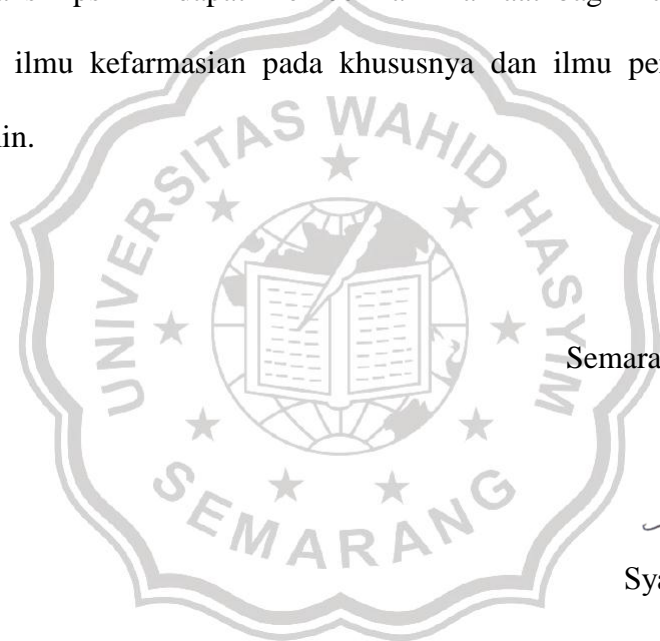
Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **“Validasi Metode Penetapan Kadar Fenilbutazon Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan Aplikasinya pada Obat Tradisional Pegal Linu”**. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam memperoleh derajat Sarjana Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini terdapat banyak kekurangan dan masih jauh dari sempurna. Dalam penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan dan dukungan berbagai pihak. Untuk itu penulis ingin mengucapkan terimakasih sebesar-besarnya kepada :

1. Ibu Aqnes Budiarti, S.F., M.Sc., Apt selaku Dekan Fakultas Farmasi sekaligus pembimbing yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran untuk memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Drs. Ibrahim Arifin, M.Sc., Apt dan Ibu Anita Dwi Puspita Sari., 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. Kepala dan staf Laboratorium Kimia Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang yang telah membantu pelaksanaan penelitian ini.

5. Ibu Suparmi dan kakak Supriyadi serta keluarga yang selalu mendoakan, mendukungku.
6. Suamiku tercinta Dony Adhitya Saputra yang selalu memberi semangat, dan mendo'akan ku.
7. Nimas, Ulya, Gita, Nina, Novi, Ririn, Wulan, Hanif, yang selalu mendukungku.
8. Semua pihak yang telah membantu penelitian dan penyusunan skripsi ini.

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



Semarang, 17 Juli 2018

Syafa'atun Ni'mah

DAFTAR ISI

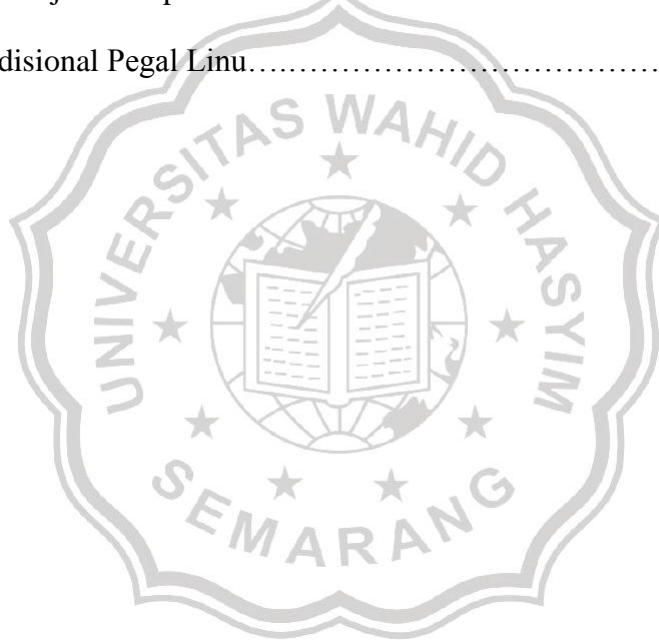
PENGESAHAN SKRIPSI	Error! Bookmark not defined.
SURAT PERNYATAAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
INTISARI	xiii
ABSTRACT.....	xiv
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Perumusan Masalah.....	3
C. Tujuan Penelitian	3
D. Manfaat Penelitian	4
E. Tinjauan Pustaka	4
1. Fenilbutazon	4
2. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)	5
3. Validasi	7
a. Presisi	7
b. Akurasi	8
c. Selektivitas	8

d. Linieritas	9
e. Sensitivitas (kepekaan)	9
4. Obat Tradisional.....	10
F.Landasan Teori.....	11
G. Hipotesis	13
BAB II. METODE PENELITIAN.....	14
A. Alat Dan Bahan Penelitian.....	14
1. Bahan	14
2. Alat.....	14
B. Jalannya Penelitian.....	14
1. Pembuatan Larutan Stok Fenilbutazon.....	14
2. Pembuatan Dapar Asetat.....	15
3. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	15
4. Optimasi Komposisi Fase Gerak.....	15
5. Pembuatan Kurva Baku.....	16
6. Validasi	16
a. Uji Presisi (Ketelitian)	16
b. Uji Akurasi (Ketepatan).....	17
c. Uji Linieritas	18
d. Uji Selektivitas.....	18
e. Uji Sensitivitas.....	18
7. Penetapan Kadar Fenilbutazon dalam Obat Tradisional	19
C. Skema Jalannya Penelitian.....	20

BAB III. HASIL DAN PEMBAHASAN	21
A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Fenilbutazon	21
B. Optimasi Komposisi Fase Gerak	22
C. Pembuatan Kurva Baku Fenilbutazon.....	24
D. Validasi Metode Analisis	25
1. Presisi (Ketelitian).....	25
2. Akurasi (Ketepatan)	26
3. Selektivitas	27
4. Linieritas	28
5. Sensitivitas	31
E. Penetapan Kadar Fenilbutazon dalam Sediaan Obat Tradisional	32
BAB IV. KESIMPULAN DAN SARAN	33
A. Kesimpulan	33
B. Saran	33
DAFTAR PUSTAKA	34
LAMPIRAN.....	36

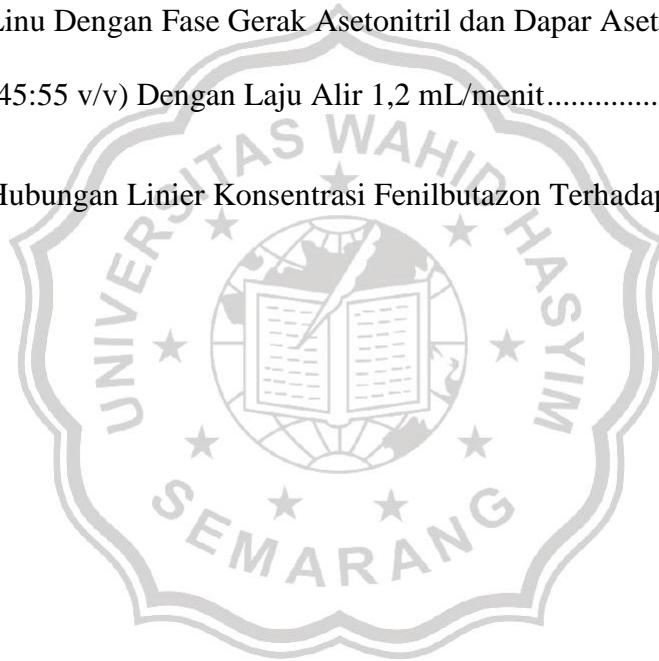
DAFTAR TABEL

Tabel I.	Hasil Optimasi Komposisi Fase Gerak.....	23
Tabel II.	Hasil Kurva Baku Fenilbutazon secara KCKT.....	24
Tabel III.	Hasil Uji Presisi Fenilbutazon	25
Tabel IV.	Hasil Uji Akurasi Fenilbutazon pada Obat Tradisional dengan metode Penambahan Bahan Baku	26
Tabel V.	Hasil Linieritas Fenilbutazon secara KCKT	29
Tabel VI.	Hasil Uji Penetapan Kadar Fenilbutazon dalam Sediaan Obat Tradisional Pegal Linu.....	26



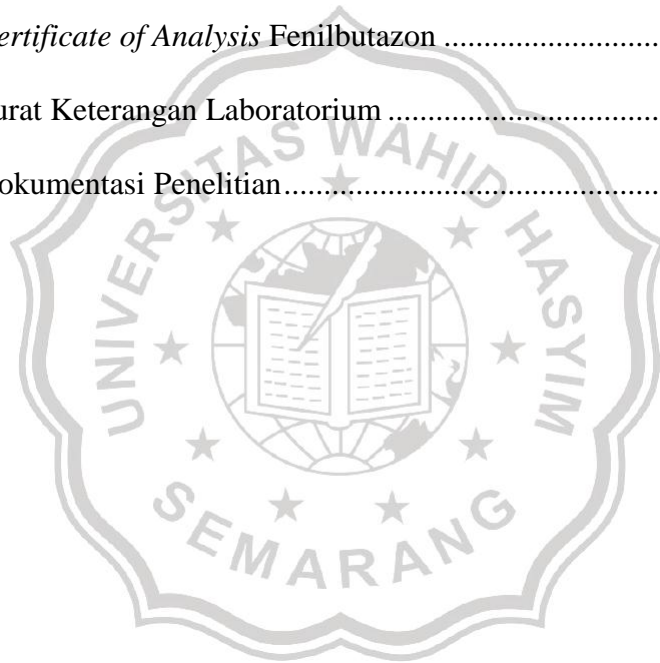
DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Struktur Kimia Fenilbutazon.....	4
Gambar 2.	Skema Komponen KCKT	6
Gambar 3.	Skema Jalannya Penelitian.....	20
Gambar 4.	Hasil <i>Scanning</i> Optimasi Panjang Gelombang Fenilbutazon	21
Gambar 5.	Kromatogram Hasil Optimasi Komposisi Fase Gerak.....	23
Gambar 6.	Grafik Hasil Kurva Baku Fenilbutazon	24
Gambar 7.	Kromatogram Fenilbutazon dalam Sediaan Obat Tradisional Pegal Linu Dengan Fase Gerak Asetonitril dan Dapar Asetat pH 4,1 (45:55 v/v) Dengan Laju Alir 1,2 mL/menit.....	28
Gambar 8.	Hubungan Linier Konsentrasi Fenilbutazon Terhadap Luas Area .	30



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Data Absorbansi Fenilbutazon	36
Lampiran 2. Kromatogram Kurva Baku Fenilbutazon	37
Lampiran 3. Kromatogram Sampel Fenilbutazon Replikasi 6 kali	39
Lampiran 4. Contoh Perhitungan Perolehan Kembali Fenilbutazon	41
Lampiran 5. Perhitungan LOD dan LOQ Fenilbutazon.....	43
Lampiran 6. Contoh Perhitungan Kadar Fenilbutazon dalam Sediaan Obat	46
Lampiran 7. <i>Certificate of Analysis</i> Fenilbutazon	47
Lampiran 8. Surat Keterangan Laboratorium	48
Lampiran 9. Dokumentasi Penelitian.....	49



INTISARI

Jamu merupakan obat tradisional yang dibuat dari bahan tumbuhan, hewan atau mineral, sediaan sarian atau campuran yang secara turun temurun digunakan untuk pengobatan berdasarkan pengalaman. Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia nomor 007 tahun 2012 menyatakan bahwa obat tradisional tidak boleh mengandung bahan kimia obat. Fenilbutazon merupakan bahan kimia obat yang seringkali ditambahkan secara ilegal pada obat tradisional pegal linu sehingga dapat membahayakan kesehatan. Tujuan penelitian ini adalah melakukan validasi metode penetapan kadar fenilbutazon menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) dan mengaplikasikannya pada obat tradisional pegal linu yang ditambahkan fenilbutazon.

Penetapan kadar fenilbutazon menggunakan metode KCKT (Jazco) yang dilengkapi dengan detektor UV-Vis pada panjang gelombang 261,6 nm. Fase diam yang digunakan yaitu C_{18} serta fase gerak berupa campuran asetonitril dan dapar asetat pH 4,1 (45:55, v/v) dengan laju alir 1,2 mL/menit. Uji validasi yang dilakukan meliputi uji presisi, akurasi, selektivitas (spesifisitas), linieritas dan sensitivitas (LOD dan LOQ).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa uji validasi memenuhi persyaratan. Nilai-nilai parameter validasi secara berturut-turut yaitu : uji presisi menghasilkan %RSD 0,43%, uji akurasi sebesar 100,18% - 100,41%, selektivitas yang baik, linieritas dengan nilai korelasinya (r)= 0,999, sedangkan LOD sebesar 0,85 $\mu\text{g/mL}$ dan LOQ sebesar 2,85 $\mu\text{g/mL}$. Kadar rata-rata fenilbutazon dalam obat tradisional pegal linu adalah 100,43%. Hasil ini menunjukkan bahwa penetapan kadar fenilbutazon dalam obat tradisional pegal linu dapat diaplikasikan dengan baik.

Kata Kunci : fenilbutazon, KCKT, obat tradisional pegal linu, validasi.

ABSTRACT

Herbal medicine is a traditional medicine made from plants, animals or minerals, preparations or a mixture that is very hereditary for treatment based on experience. Minister of Health Regulation no. 007 of 2012 states that traditional medicines shall not contain chemicals. Phenylbutazone is a chemical used illegally in traditional medicine for painful stiffness. The purpose of this study is to validate the method of determining the phenylbutazone content using high performance liquid chromatography (HPLC) and applying it to the traditional pills of phenylbutazone add linu.

Determination of phenylbutazone content using KCKT (Jasco) method equipped with UV-Vis detector at wavelength 261,6 nm. The stationary phase used was C18 and the mobile phase was a mixture of acetonitrile and pH 4.1 (45:55, v/v) acetate buffer with a flow rate of 1.2 mL/minute. Validation tests include precision testing, accuracy, selectivity (specificity), linearity and sensitivity (LOD and LOQ).

The results shown that validation test meets the requirements. The values of the validation parameters were: precision test yields% RSD 0.43%, accuracy test of 100.18% - 100.41%, good selectivity, linearity with correlation value (r) = 0.999, while LOD of 0.85 $\mu\text{g/mL}$ and LOQ of 2.85 $\mu\text{g/mL}$. The average content of phenylbutazone in traditional pills was 100.43%. These results suggest that the determination of phenylbutazone levels in traditional pills of linu can be applying well.

Keywords: phenylbutazone, HPLC, traditional medicines stiff, validation.



