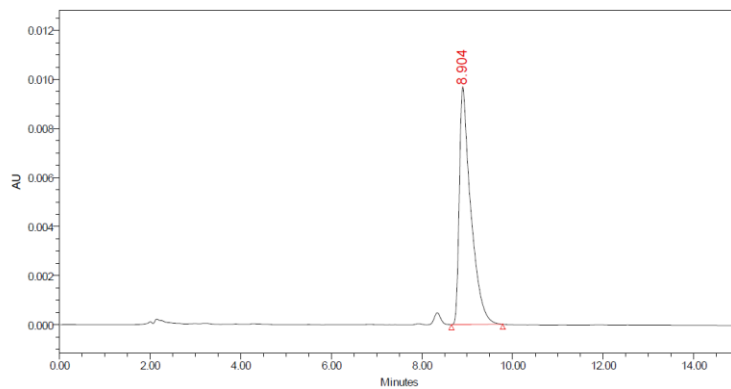


LAMPIRAN

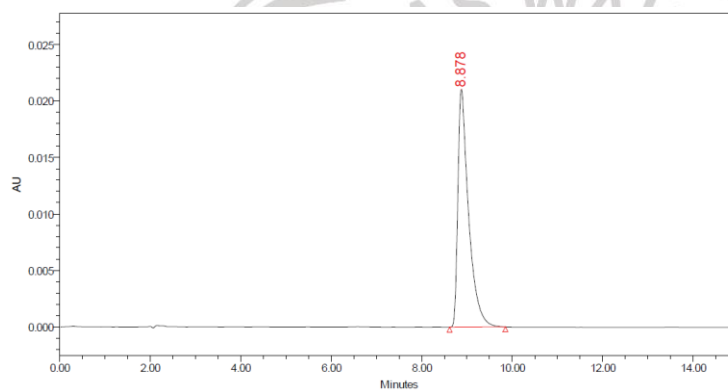


Lampiran 1. Contoh Kromatogram Kurva Baku Gemfibrozil

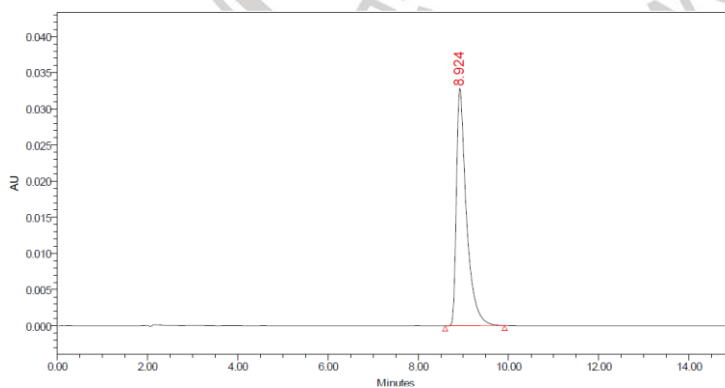
a. Larutan Baku Gemfibrozil 20 $\mu\text{g/mL}$



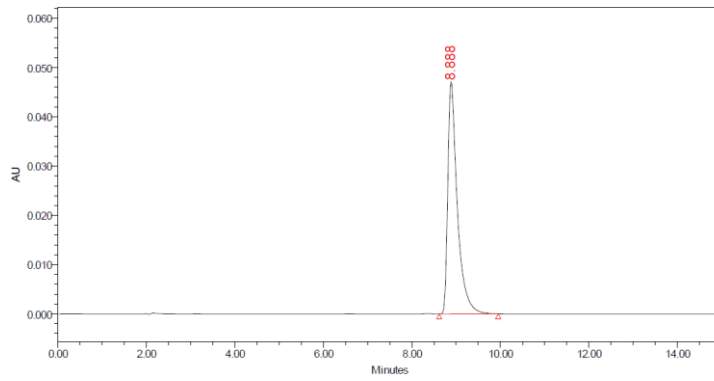
b. Larutan Baku Gemfibrozil 40 $\mu\text{g/mL}$



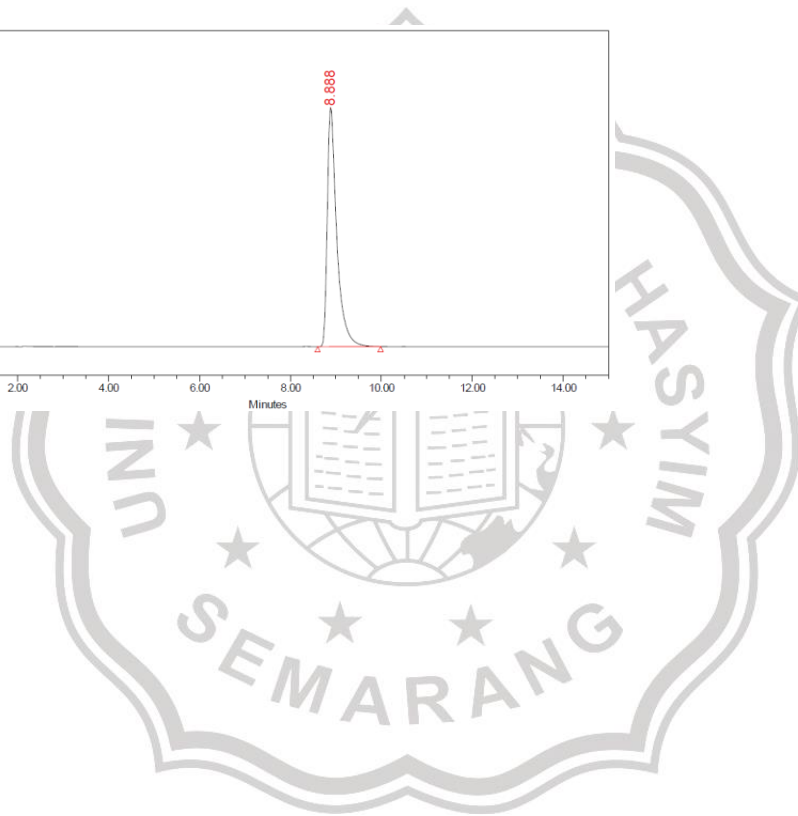
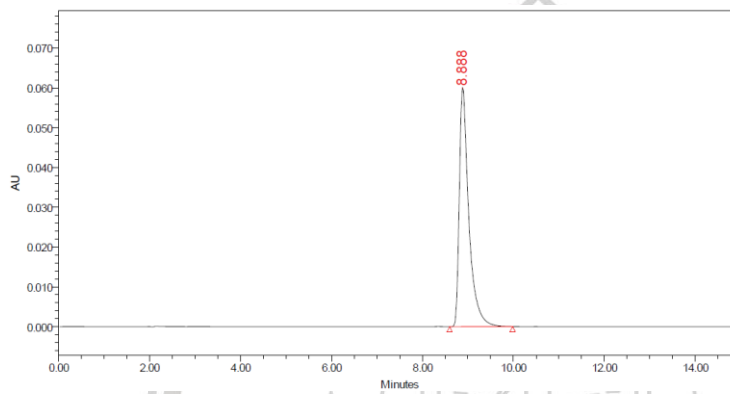
c. Larutan Baku Gemfibrozil 60 $\mu\text{g/mL}$



d. Larutan Baku Gemfibrozil 80 $\mu\text{g/mL}$

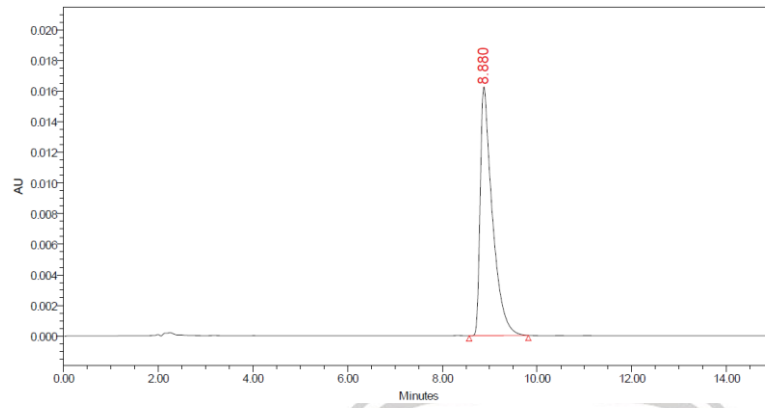


e. Larutan Baku Gemfibrozil 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$

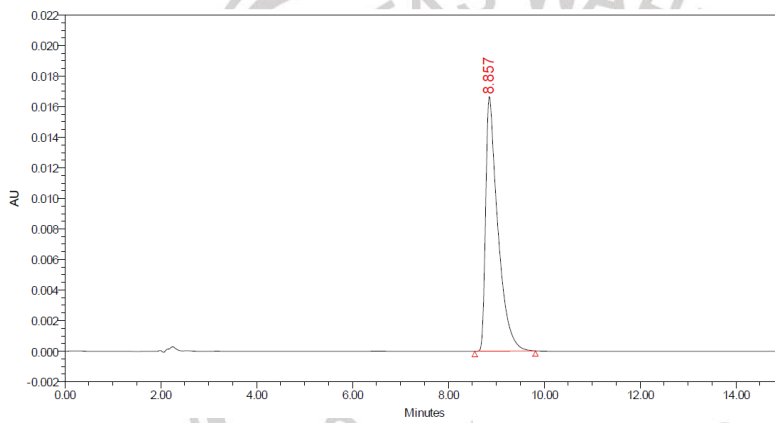


Lampiran 2. Contoh Kromatogram Sampel Gemfibrozil Replikasi 3 kali

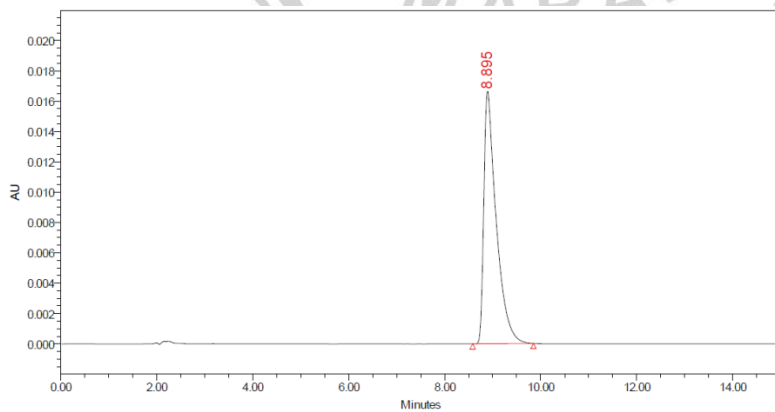
a. Kromatogram Sampel Gemfibrozil Replikasi 1



b. Kromatogram Sampel Gemfibrozil Replikasi 2



c. Kromatogram Sampel Gemfibrozil Replikasi 3



Lampiran 3. Perhitungan pembuatan larutan buffer fosfat mono basa**KH₂PO₄ (kalium dihidrogen fosfat) 10 mM sebanyak 500 mL****Rumus :**

$$\text{Molar} = \frac{n}{v}$$

$$M=136,08$$

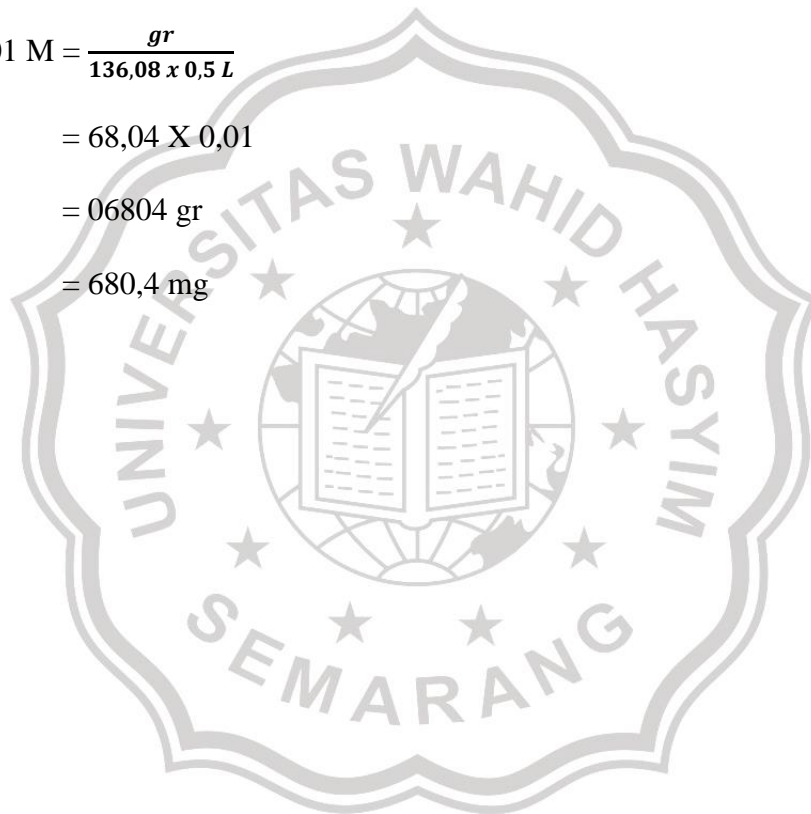
$$0,01 \text{ M} = \frac{n}{0,5 \text{ L}}$$

$$0,01 \text{ M} = \frac{gr}{136,08 \times 0,5 \text{ L}}$$

$$= 68,04 \times 0,01$$

$$= 06804 \text{ gr}$$

$$= 680,4 \text{ mg}$$



Lampiran 4. Perhitungan Akurasi

Contoh Perhitungan Perolehan Kembali Gemfibrozil dengan Metode Standard Addition Method

1. Perolehan kembali pada sampel yang ditambah baku sejumlah 80% dari target kadar analit dalam sampel
 - a. Konsentrasi sampel sebelum penambahan bahan baku (B)
 - 1) Luas puncak gemfibrozil = 293878
 - 2) Kadar gemfibrozil berdasarkan persamaan garis $Y = 8821,9x - 8332,2$ adalah 34,25 $\mu\text{g/mL}$
 - b. Konsentrasi bahan baku yang ditambahkan (C)
 - 1) Luas puncak gemfibrozil = 285088
 - 2) Kadar gemfibrozil berdasarkan persamaan garis $Y = 8821,9x - 8332,2$ adalah 33,26 $\mu\text{g/mL}$
 - c. Konsentrasi sampel yang diperoleh setelah penambahan bahan baku (A)
 - 1) Luas puncak total analit 1 = 586714
Luas puncak total analit 2 = 574975
Luas puncak total analit 3 = 585923
 - 2) Berdasarkan persamaan garis $Y = 8821,9x - 8332,2$ maka :
Kadar total analit 1 = 67,45 $\mu\text{g/mL}$
Kadar total analit 2 = 66,12 $\mu\text{g/mL}$
Kadar total analit 3 = 67,36 $\mu\text{g/mL}$

2. Perhitungan perolehan kembali

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{A - B}{C} \times 100 \%$$

a. Analit 1

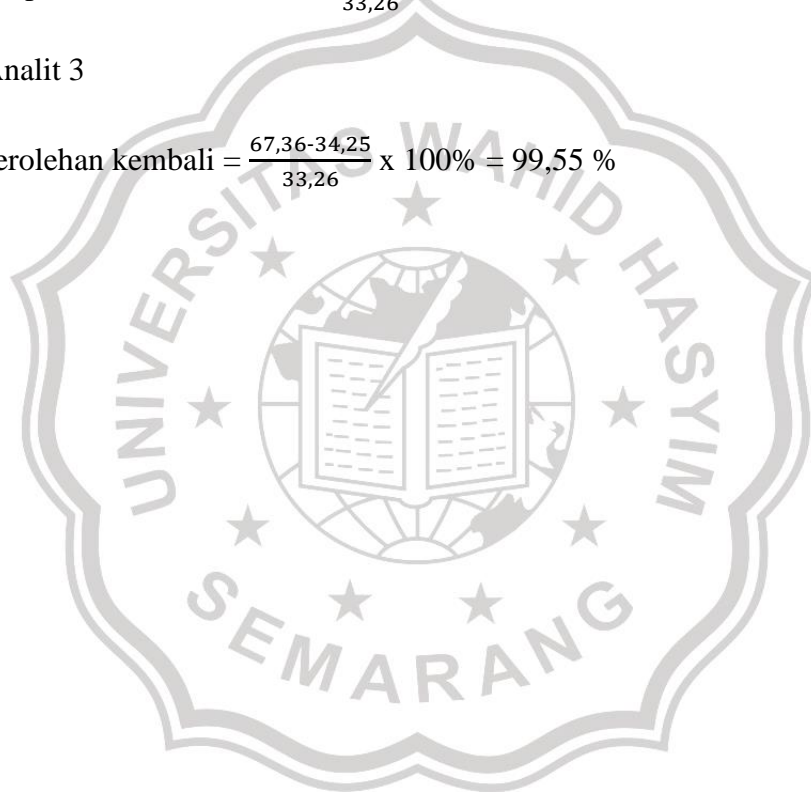
$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{67,45 - 34,25}{33,26} \times 100\% = 99,82 \%$$

b. Analit 2

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{66,12 - 34,25}{33,26} \times 100\% = 95,82 \%$$

c. Analit 3

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{67,36 - 34,25}{33,26} \times 100\% = 99,55 \%$$



Lampiran 5. Perhitungan Presisi

Contoh Perhitungan Uji Presisi Gemfibrozil

1. Kadar 20 ppm replikasi 1

$$y = bx + a$$

$$y = 8221,9x - 8332,2$$

$$8332,2 + 174869 = 8821,9x$$

$$x = \frac{183201,2}{8821,9}$$

$$x = 20,77$$

2. Rata-rata kadar

$$20,77 + 20,01 + 20,12 + 20,11 + 20,39 + 20,53$$

$$= 121,93$$

$$\frac{121,93}{6}$$

$$= 20,32$$

3. % RSD (*relative standar deviasi*)

$$\text{RSD} = \frac{\text{SD}}{x} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,29}{20,32} \times 100 \%$$

$$= 1,45 \%$$

Lampiran 6. Perhitungan Sensitivitas

Contoh Perhitungan LOD dan LOQ Gemfibrozil

X	X_i^2	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$	Y_i	Y_c	$(Y_i - Y_c)$	$(Y_i - Y_c)^2$
20	400	-40	1600	170489	168105,8	2383,2	5679642,24
40	1600	-20	400	347079	344543,8	2535,2	6427239,04
60	3600	0	0	508682	520981,8	-12299,8	151285080
80	6400	20	400	704893	697419,8	7473,2	55848718,24
100	10000	40	1600	873769	873857,8	-88,8	7885,44
60	22000		4000				219248565

Dari persamaan $Y = 8821,9x - 8332,2$ maka Y_c dapat dihitung :

- $Y = 8821,9x - 8332,2$

$$Y = 8821,9x (20) - 8332,2$$

$$Y = 168105,8$$

- $Y = 8821,9x - 8332,2$

$$Y = 8821,9x (40) - 8332,2$$

$$Y = 344543,8$$

- $Y = 8821,9x - 8332,2$

$$Y = 8821,9x (60) - 8332,2$$

$$Y = 520981,8$$

- $Y = 8821,9x - 8332,2$

$$Y = 8821,9x (80) - 8332,2$$

$$Y = 697419,8$$

- $Y = 8821,9x - 8332,2$

$$Y = 8821,9x (100) - 8332,2$$

$$Y = 873857,8$$

6. Persamaan kurva baku : $Y = 8821,9x - 8332,2$ ($r = 0,9996$)

$$S_{y/x} = \left\{ \frac{\sum(Y_i - Y_c)^2}{n-2} \right\}^{1/2}$$

$$= (219248565/3)^{1/2}$$

$$= 8548,851$$

$$S_a = S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum X_i^2}{n \sum (X_i - X_{rata-rata})^2}}$$

$$= 8548,851 \times \sqrt{\frac{22000}{5 \times 4000}}$$

$$= 8548,851 \times 1,048809$$

$$= 8966,111$$

Perhitungan LOD

Nilai Y pada batas deteksi ditentukan dengan persamaan $Y = Y_B + 3S_B$

Y = nilai intersept (a) pada persamaan kurva kalibrasi

S_B = simpangan baku intersept (a) (S_a)

$$Y = (-8332,2) + 3 (8966,111)$$

$$= (-8332,2) + 26898,333$$

$$= 18566,133$$

Maka nilai LOD :

$$Y = 8821,9x - 8332,2$$

$$18566,133 = 8821,9x - 8332,2$$

$$X = 3,049 \mu\text{g/mL}$$

Perhitungan LOQ :

Dihitung berdasarkan rumus $Y = Y_B + 10 S_B$

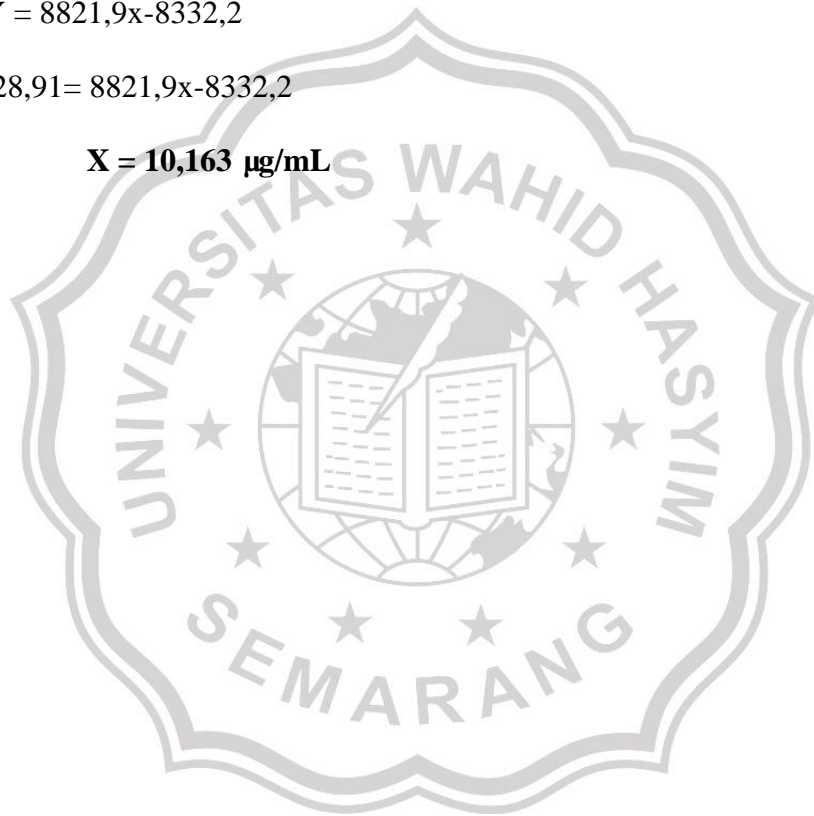
$$\begin{aligned} Y &= (-8332,2) + 10 (8966,111) \\ &= (-8332,2) + 89661,11 \\ &= 81328,91 \end{aligned}$$

Maka nilai LOQ :

$$Y = 8821,9x - 8332,2$$

$$81328,91 = 8821,9x - 8332,2$$

$$\mathbf{X = 10,163 \mu\text{g/mL}}$$



Lampiran 7. Contoh Perhitungan Kadar gemfibrozil dalam Sediaan kapsul

Persamaan regresi linier kurva baku adalah

$$Y = BX + A$$

$$Y = 8821,9x - 8332,2$$

Replikasi 1

$$Y = 8821,9x - 8332,2$$

$$289031 = 8821,9x - 8332,2$$

$$X = 33,70 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

Sehingga kadar gemfibrozil pada sediaan kapsul adalah

$$X = 5616,78 \text{ } \mu\text{g/mL} \times 50 \text{ mL}$$

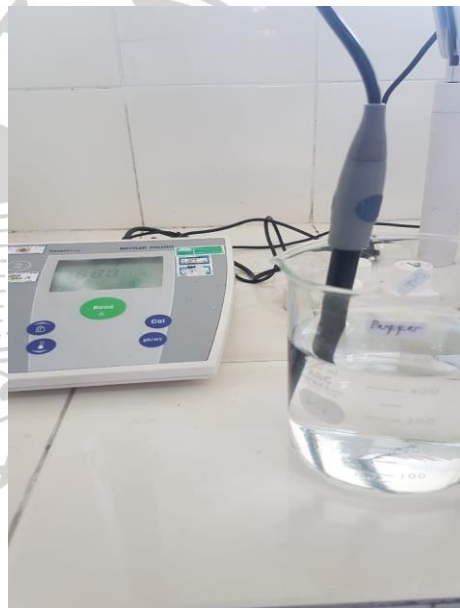
$$= 280839 \text{ } \mu\text{g/mL} / 1000$$

$$= 280,84 \text{ mg}$$

% Kadar gemfibrozil dalam sediaan kapsul

$$= \frac{280,84 \text{ mg}}{300 \text{ mg}} \times 100\% = 93,61 \%$$

Lampiran 8. Dokumentasi Penelitian



Lampiran 9. Sertifikat Analisis Gemfibrozil

xxp1rpx.p
Page: 1


37.8.6 Test result Report (mdf)*
PHAPROS, PT

Date: 09/11/18
Time: 11:24:06

Quality Order	Batch	Item Number	Insp Loc	Location	Procedure	Qty Pending	Qty Accepted	Qty Rejected	Order Date	Due Date	Eff Date	Sl
BB.18/0871	16227	14307156 GEMFIBROZIL	PM	GBB	Pemeriksaan BB/BK	250.0	250.0	0.0	06/08/18	16/08/18	14/08/18	C

Op Number	Characteristic	Actual Results	Specification	Measure	Pass
200 01	PEMERIAN	SESUAI	*		yes
02	KELARUTAN	SESUAI	*		yes
03	IDENTIFIKASI	SESUAI	*		yes
04	JARAK LEBUR 59.6 - 59.8	59.6	58;61	°C	yes
05	LOGAM BERAT <20	20	<=20	pp/E	yes
06	KEMURNIAN KROMATOGRAFI	SESUAI	SESUAI		yes
07	KADAR AIR	0.139	<=0.25	PERSEN	yes
08	KADAR	100.979	98;102	PERSEN	yes
091	SISA RESIDU METHANOL COA -	-	<=1000	pp/E	yes
092	SISA RESIDU THF NOT DETECTED	-	<=720	pp/E	yes
093	SISA RESIDU TOLUENE	-	<=890	pp/E	yes
094	SISA RESIDU ACETONE	-	<=1000	pp/E	yes
101	PETUGAS SAMPLING	CEC, MAK	*		yes
102	PEMERIKSA	MAA, CEC, SAU	*		yes
11	CATATAN	-	*		yes

Lampiran 10. surat keterangan bebas laboratorium



UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
 Kampus UII Terpadu Jl. Kaliurang Km. 14,5 Yogyakarta 55584 Kotak Pos 75

SURAT KETERANGAN
 No: 003/Korlab/20/LabFar/I/2019

Assalamu'alaikum Wr.Wb.

Yang bertanda tangan dibawah ini atas nama Koordinator Laboratorium Farmasi Program Studi Farmasi Universitas Islam Indonesia menerangkan dengan sesungguhnya bahwa:

Nama : Dwi Setyarini (145010136)
 Instansi : Farmasi Wahid Hasyim

Menyatakan bahwa mahasiswa tersebut telah melakukan penelitian di Laboratorium Kimis Farmasi Fakultas MIPA Universitas Islam Indonesia dengan judul :


Validasi Metode Penetapan Kadar Gembizrofil Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan Aplikasi dalam Sediaan Kapsul


Demikian surat keterangan ini dibuat agar dapat dipergunakan sebagaimana mestinya.

Wassalamu'alaikum Wr.Wb.

Yogyakarta, 8 Januari 2019
 Koordinator Laboratorium Farmasi

Bambang Hernawan N., M.Sc., Apt.





Telp. (0274) 895920; 898582 Fax. (0274) 896439 Statistika, ext. 3017; Ilmu Kimia, ext. 3012; Farmasi, ext. 3021
 Pendidikan Kimia, ext. 3011; Program Pendidikan Profesi Apoteker, ext. 3049; Fax. ext. 3052; Program D III Analis Kimia, ext. 3055
<http://www.science.uii.ac.id>; e-mail: fmipa@uui.ac.id