

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR PREDNISON
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA DALAM SEDIAAN TABLET**

SKRIPSI



Oleh :

Elsa Agnes Belinda

145010160

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS WAHID HASYIM
SEMARANG
2019**

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR PREDNISON
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA DALAM SEDIAAN TABLET**

SKRIPSI

**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
2019**

PENGESAHAN SKRIPSI

Berjudul

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR PREDNISON
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA DALAM SEDIAAN TABLET**

Oleh :

Elsa Agnes Belinda
145010160

Dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi
Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang
Pada tanggal : 07 Februari 2019

Mengetahui :
Fakultas Farmasi
Universitas Wahid Hasyim Semarang

Pembimbing Utama,


(DR.H. Sumantri, M.Sc., Apt)

Liekan,


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

Pembimbing pendamping


(Drs. Ibrahim Arifin, M.Sc., Apt)

Penguji :

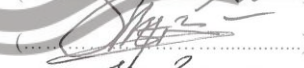
1. Agnes Budiarti, S.F., M.Sc., Apt


(.....)

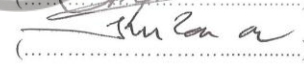
2. Maria Ulfah, M.Sc., Apt


(.....)

3. DR.H. Sumantri, M.Sc., Apt


(.....)

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


(.....)

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

NAMA : Elsa Agnes Belinda

NIM : 145010160

Judul Skripsi :Validasi Metode Penetapan Kadar Prednison Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan Aplikasinya dalam Sediaan Tablet .

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 orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya dan digunakan sebagaimana mestinya

Semarang, Januari 2019



Elsa Agnes Belinda

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Jika Pencapaianmu belum tuntas, setidaknya hargai perjuangan yang telah kamu lewati

“Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya” (QS. Al- Baqarah : 216)

Kupersembahkan karya ini untuk :

Kedua orang tuaku yang selalu mendoakan, memotivasi, mendukung dan memberiku semangat.

Orang terdekatku yang selalu mendoakan, memotivasi, memberikan semangat serta membantuku dalam proses penyusunan skripsi.

Sahabatku yang selalu memberikan semangat dan mendoakanku untuk kelancaran karya ini.

Almamater tercinta Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang.

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 Prednison Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan Aplikasinya pada Sediaan Tablet”**. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam memperoleh derajat Sarjana Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang.

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 Universitas Wahid Hasyim Semarang memberikan dukungan dan bantuan untuk kelancaran skripsi ini
2. Bapak DR.H. Sumantri, M.Sc.,Apt. selaku pembimbing utama yang telah meluangkan waktu,tenaga dan pikiran memberikan bimbingan kepada penulis selama penyusunan skripsi.
3. Bapak Drs. Ibrahim Arifin, M.Sc.,Apt selaku pembimbing pendamping yang telah meluangkan waktu,tenaga dan pikiran memberikan bimbingan kepada penulis selama penyusunan skripsi .
4. Ibu Aqnes Budiarti, S.F., M.Sc., Apt dan Ibu Maria Ulfah, S.Farm., M.Sc., Apt selaku dosen penguji yang memberikan masukan dan saran untuk skripsi ini.

5. Seluruh dosen di Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang yang telah memberikan bekal ilmu pengetahuan sebagai dasar penulisan skripsi ini.
6. Teman seperjuangan skripsi yang saling membantu dan memberi semangat hingga penyusunan skripsi ini selesai.
7. Temanku Melany Dyah, Anisa Lusyana, Setyaningrum, Tessa, Hawa, Melisa yang memberi dukungan dan selalu ada dalam keadaan apapun.
8. Muhamad Khambali yang selalu membantu dan menyemangatiku dalam berjuang menghadapi masalah selama penyusunan skripsiku.
9. Seluruh Staf Laboratorium Kimia Farmasi Universitas Wahid Hasyim yang telah membantu untuk penelitian di Laboratorium.
10. Dan semua pihak yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu yang telah banyak membantu pada penelitian dan penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dan jauh dari sempurna skripsi ini, semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi dunia farmasi yang sebagai mana mestinya .

Semarang, 2019



Elsa Agnes Belinda

DAFTAR ISI

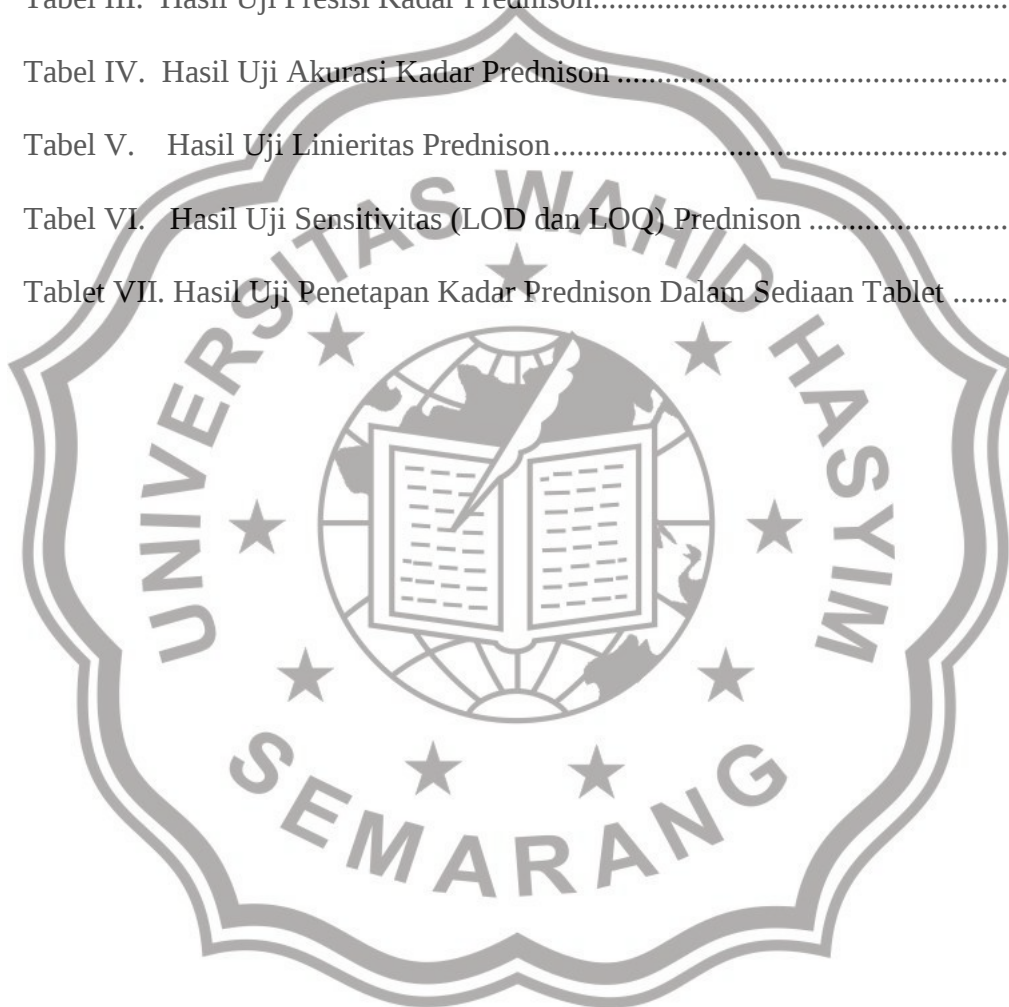
HALAMAN JUDUL	ii
PENGESAHAN SKRIPSI	iii
SURAT PERNYATAAN	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
INTISARI	xiv
ABSTRACT	xv
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Perumusan Masalah	2
C. Tujuan Penelitian	3
D. Manfaat Penelitian	4
E. Tinjauan Pustaka	4
1. Prednison	4
2. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)	5
3. Validasi	8
a. Presisi	8

b. Akurasi	9
c. Selektivitas	10
d. Linieritas.....	10
e. Sensivitas.....	11
4. Sediaan Tablet.....	<u>12</u>
F. Landasan Teori.....	12
G. Hipotesis.....	13
BAB II METODE PENELITIAN.....	14
A. Bahan dan Alat.....	14
1. Bahan	14
2. Alat.....	14
B. Jalannya Penelitian.....	14
1. Pembuatan Larutan Prednison	14
2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	15
3. Optimasi Instrumen KCKT dan Optimasi Fase Gerak	<u>15</u>
4. Pembuatan Kurva Baku.	15
5. Validasi	16
a. Uji Presisi	16
b. Uji Akurasi	17
c. Uji Selektivitas	17
d. Uji Linieritas.....	18
e. Uji Sensitivitas.....	19
6. Penetapan Kadar Prednison	19

C. Skema Jalannya Penelitian	21
BAB III HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	22
A. Optimasi Panjang Gelombang Maksimum Prednison	22
B. Optimasi Fase Gerak	23
C. Pembuatan Kurva Baku Prednison	25
D. Validasi Metode Analisis	26
1. Presisi	26
2. Akurasi	27
3. Selektivitas	28
4. Linieritas	29
5. Sensitivitas	31
E. Penetapan Kadar Prednison Dalam Sediaan Tablet	31
BAB IV KESIMPULAN DAN SARAN	33
A. Kesimpulan	33
B. Saran	33
DAFTAR PUSTAKA	34
LAMPIRAN	36

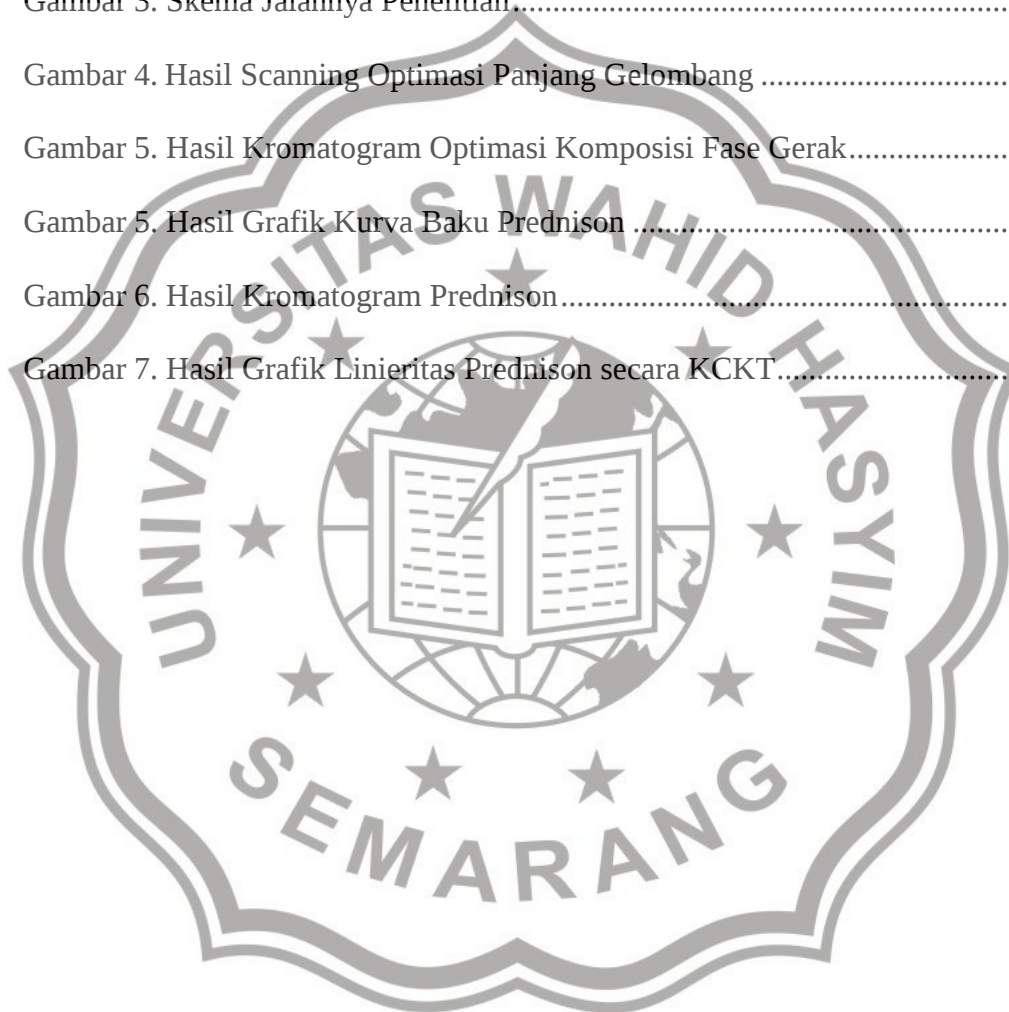
DAFTAR TABEL

Tabel I. Hasil Optimasi Komposisi Fase Gerak.....	24
Tabel II. Hasil Kurva Baku Prednison	25
Tabel III. Hasil Uji Presisi Kadar Prednison.....	27
Tabel IV. Hasil Uji Akurasi Kadar Prednison	28
Tabel V. Hasil Uji Linieritas Prednison.....	30
Tabel VI. Hasil Uji Sensitivitas (LOD dan LOQ) Prednison	31
Tablet VII. Hasil Uji Penetapan Kadar Prednison Dalam Sediaan Tablet	32



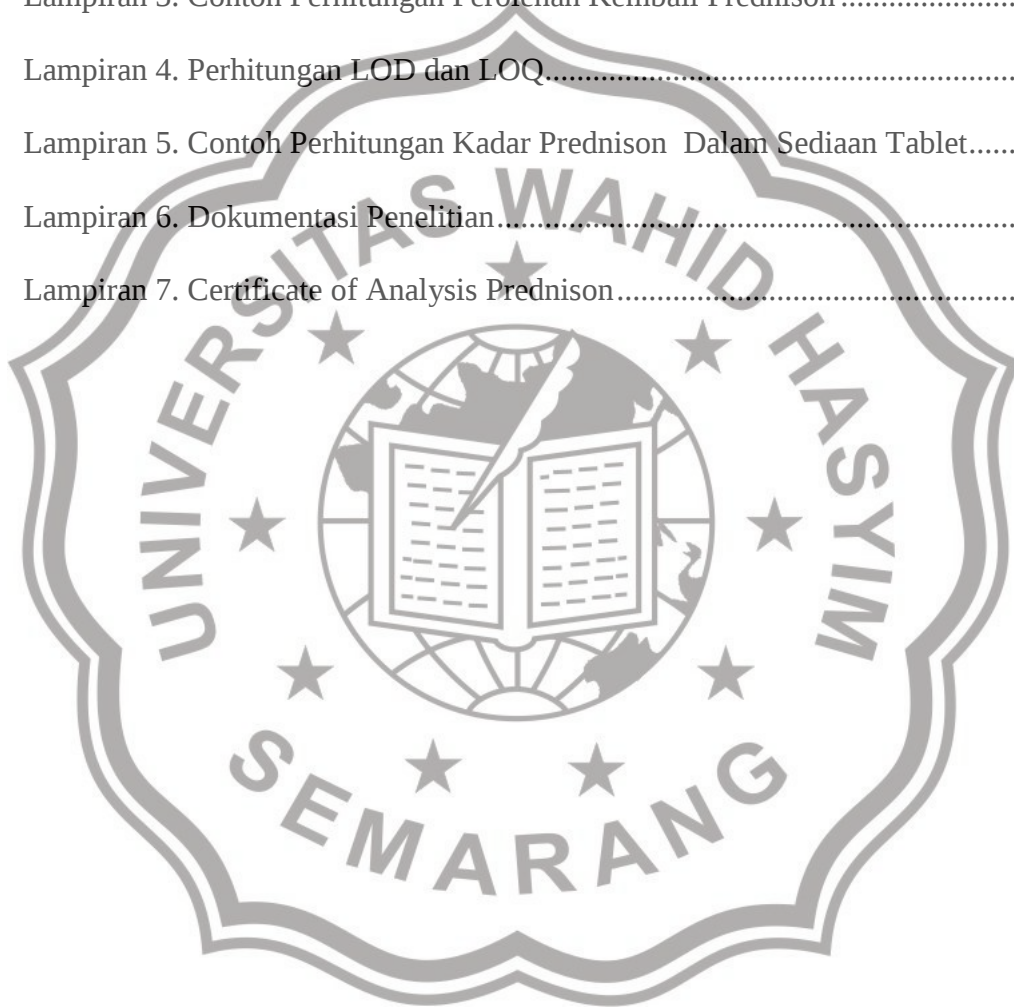
DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur Kimia Prednison.....	5
Gambar 2. Skema Komponen KCKT	6
Gambar 3. Skema Jalannya Penelitian.....	21
Gambar 4. Hasil Scanning Optimasi Panjang Gelombang	23
Gambar 5. Hasil Kromatogram Optimasi Komposisi Fase Gerak.....	24
Gambar 5. Hasil Grafik Kurva Baku Prednison	26
Gambar 6. Hasil Kromatogram Prednison.....	29
Gambar 7. Hasil Grafik Linieritas Prednison secara KCKT.....	31



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Contoh Kromatogram Kurva Baku Prednison	37
Lampiran 2. Contoh Kromatogram Sampel Prednison.....	39
Lampiran 3. Contoh Perhitungan Perolehan Kembali Prednison	41
Lampiran 4. Perhitungan LOD dan LOQ.....	42
Lampiran 5. Contoh Perhitungan Kadar Prednison Dalam Sediaan Tablet.....	45
Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian.....	46
Lampiran 7. Certificate of Analysis Prednison.....	47



INTISARI

Prednison merupakan obat golongan kortikosteroid yang merupakan obat yang sering dipakai. Penggunaan klinis kortikosteroid sebagai anti inflamasi sehingga diharapkan akan menghambat semua proses peradangan. Penetapan kadar prednison untuk menjamin tercapainya efek terapi dan kenyamanan dari produk obat perlu dilakukan sebagai kontrol kualitas. Tujuan penelitian ini adalah melakukan validasi metode penetapan kadar prednison menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi dan aplikasinya pada sediaan tablet.

Penetapan kadar prednison pada penelitian ini menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi (Jasco PU-2080 plus) yang dilengkapi dengan detektor ultraviolet (2070 plus) pada panjang gelombang 242,5 nm menggunakan Fase diam berupa kolom C_{18} (12,5 cm x 4 mm) dan fase gerak metanol:air:asetonitril (50:30:20 v/v/v), dengan laju alir fase gerak 1 ml/menit. Uji validasi yang dilakukan meliputi uji presisi, akurasi, selektivitas, linieritas dan sensitivitas (LOD dan LOQ).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa uji validasi telah memenuhi nilai parameter validasi. Nilai parameter validasi yang diperoleh prednison untuk uji presisi menghasilkan %RSD 0,458%, uji akurasi sebesar 100,645% - 100,885%, selektivitas yang baik, linieritas dengan nilai korelasinya (r)= 0,9999, sedangkan LOD sebesar 1,020 $\mu\text{g/mL}$ dan LOQ sebesar 3,398 $\mu\text{g/mL}$. Kadar rata-rata prednison dalam sediaan tablet adalah 100,507%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa parameter validasi penetapan kadar prednison dalam sediaan tablet memenuhi persyaratan.

Kata Kunci : Validasi, Prednison, Sediaan Tablet, Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.

ABSTRACT

Prednisone is a corticosteroid class drug which is a drug that is often used. Clinical use of corticosteroids as anti-inflammatory so that it is expected to inhibit all inflammatory processes and reduce the capillary permeability that occurs. Determination of prednisone levels to ensure the achievement of therapeutic effects and the convenience of medicinal products need to be done as quality control. The purpose of this study was to validate the method of determining prednisone levels using high performance liquid chromatography and its application on tablet preparations.

Determination of prednisone by high performance liquid chromatography method using the mobile phase of methanol: water: acetonitrile P (50:30:20 v/v/v). The stationary phase is a column C18 with a mobile phase flow rate of approximately 1 ml per minute and detection at a wavelength of 242.5 nm. Validation tests conducted included tests of precision, accuracy, selectivity, linearity and sensitivity (LOD and LOQ).

The results of the study indicate that the validation test has fulfilled the validation parameter values. Validation parameter values obtained by prednisone for precision test produce % RSD 0.458%; accuracy test is 100.645% - 100.885%, good selectivity, linearity with its correlation value ($r = 0.99994$), while LOD is $1.020 \mu\text{g} / \text{mL}$ and LOQ is $3.398 \mu\text{g} / \text{mL}$. The average level of prednisone in tablet preparations is 100.507%. These results indicate that the determination of prednisone levels in tablet preparations can be applied properly

Keywords : Validation, Prednisone, Tablet Preparation, High Performance Liquid Chromatography.