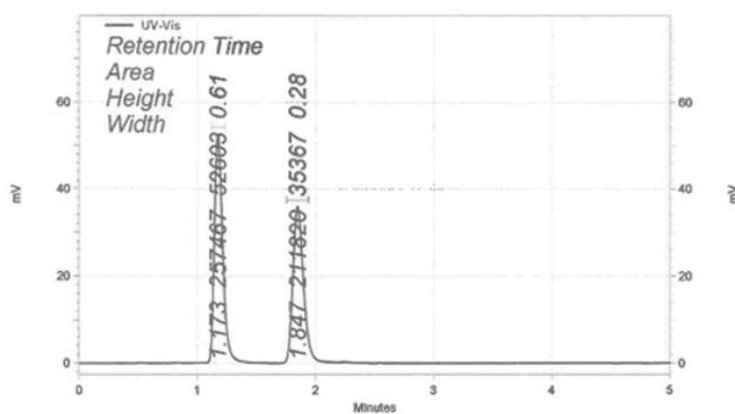
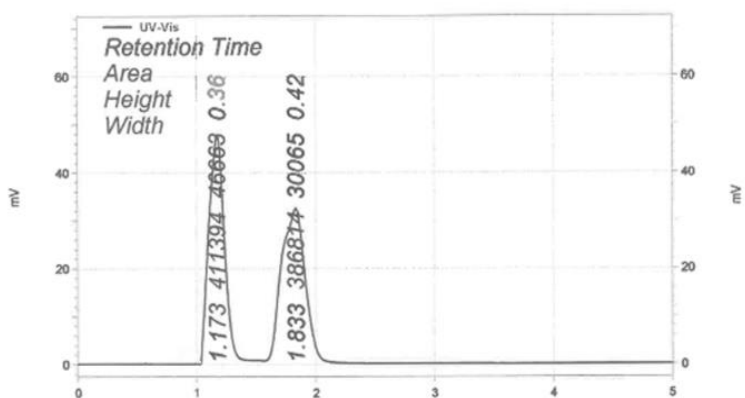


Lampiran 1. Kromatogram Larutan Baku Natrium Diklofenak dan Fenilbutazon

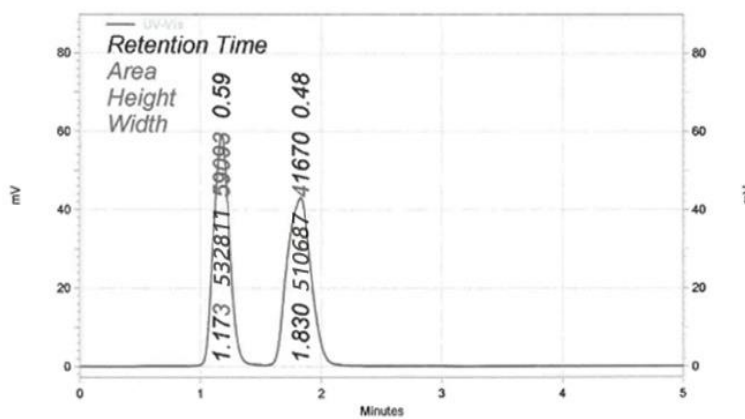
a. Larutan standar baku natrium diklofenak dan fenilbutazon 2 $\mu\text{g/mL}$



b. Larutan standar baku natrium diklofenak dan fenilbutazon 4 $\mu\text{g/mL}$

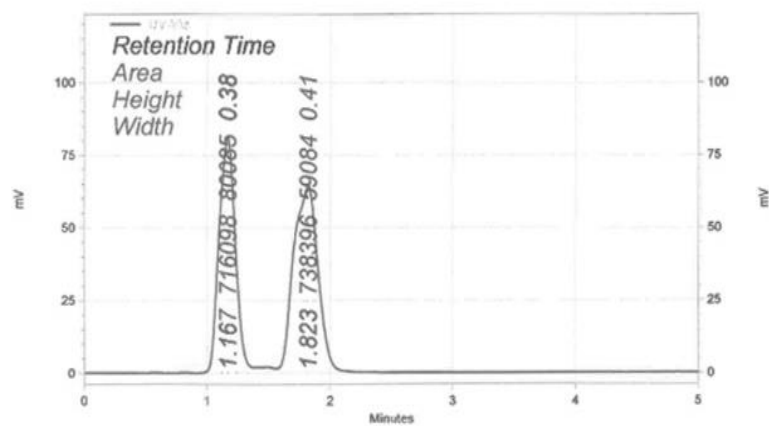


c. Larutan standar baku natrium diklofenak dan fenilbutazon 6 $\mu\text{g/mL}$

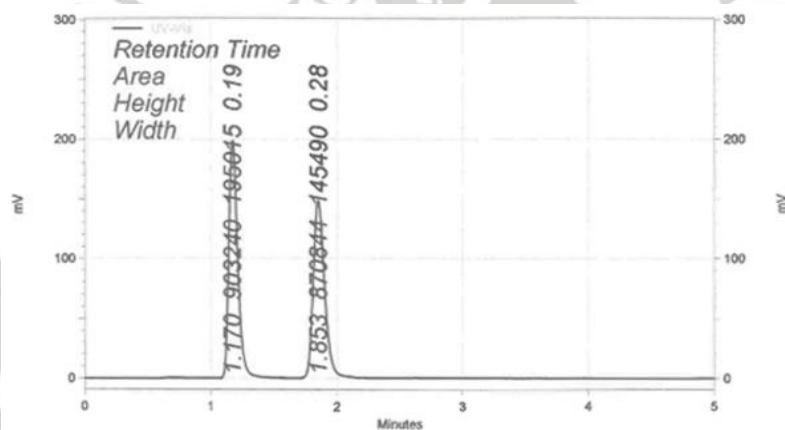


Lampiran 1. Lanjutan

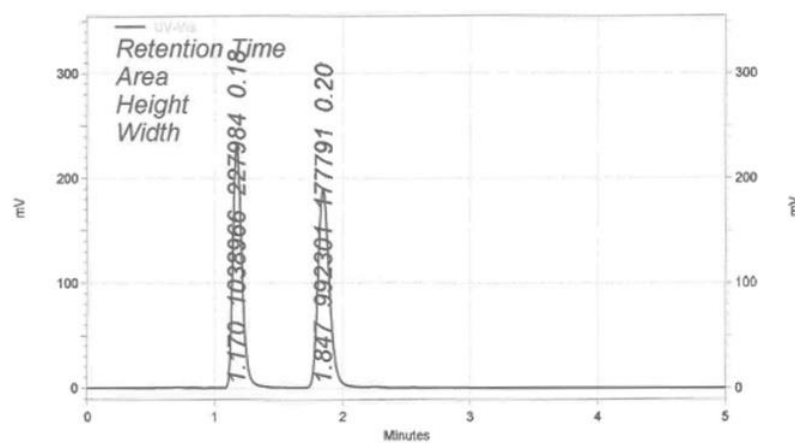
d. Larutan standar baku natrium diklofenak dan fenilbutazon 8 $\mu\text{g/mL}$



e. Larutan standar baku natrium diklofenak dan fenilbutazon 10 $\mu\text{g/mL}$

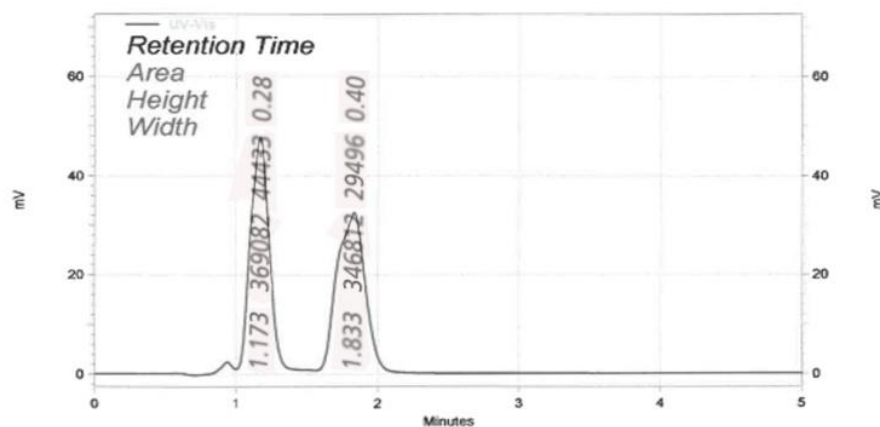


f. Larutan standar baku natrium diklofenak dan fenilbutazon 12 $\mu\text{g/mL}$

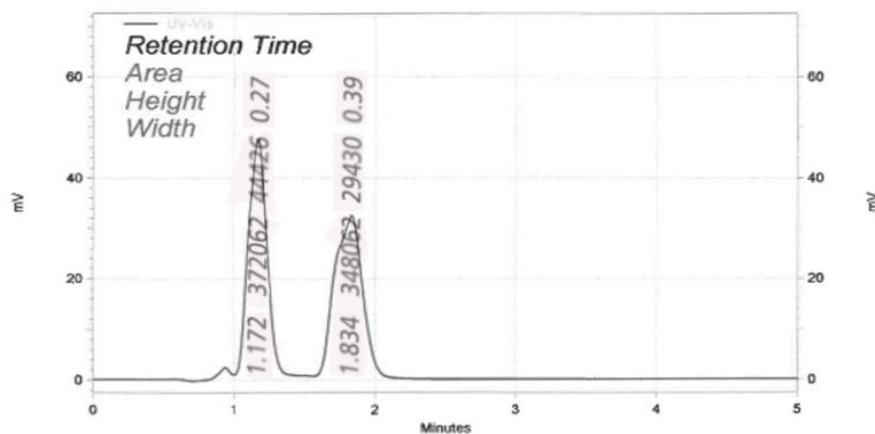


Lampiran 2. Contoh Kromatogram Sampel Natrium Diklofenak dan fenilbutazon Replikasi 6 kali

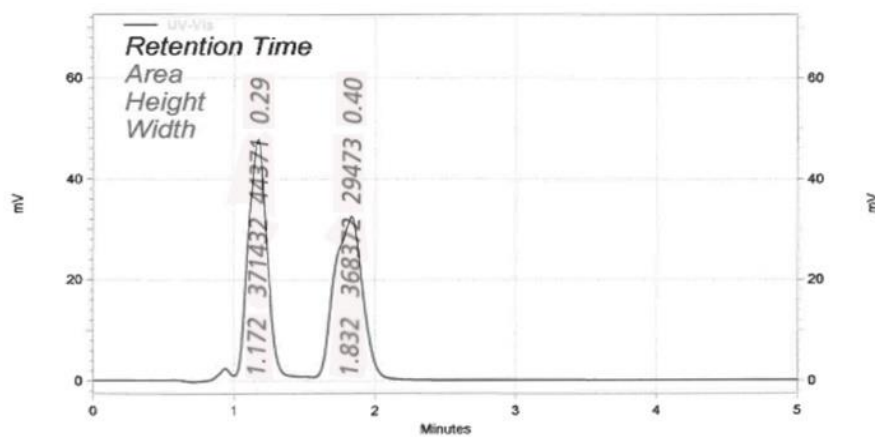
a. Kromatogram Sampel Natrium Diklofenak dan fenilbutazon Replikasi 1



b. Kromatogram Sampel Natrium Diklofenak dan fenilbutazon Replikasi 2

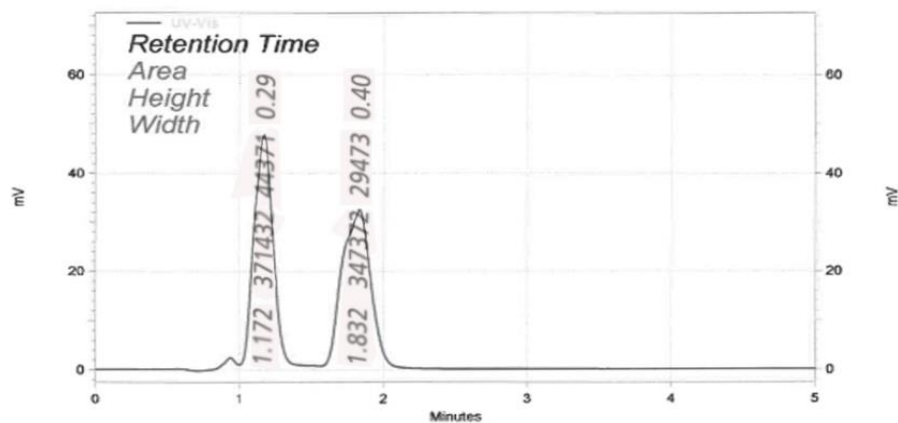


c. Kromatogram Sampel Natrium Diklofenak dan fenilbutazon Replikasi 3

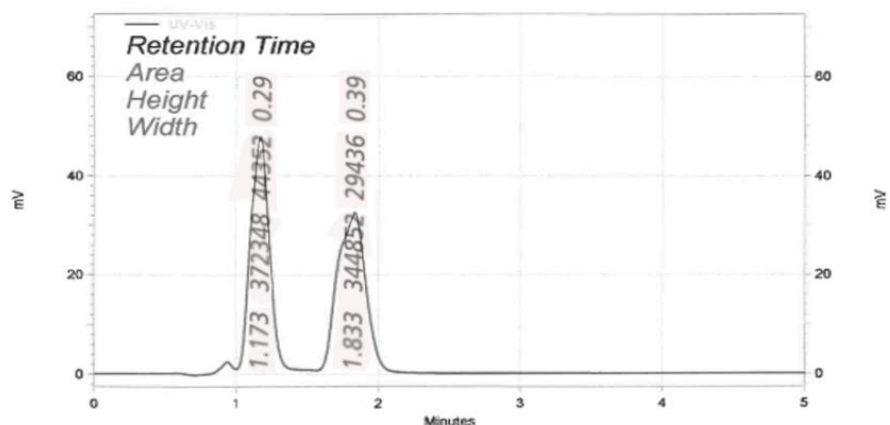


Lampiran 2. Lanjutan

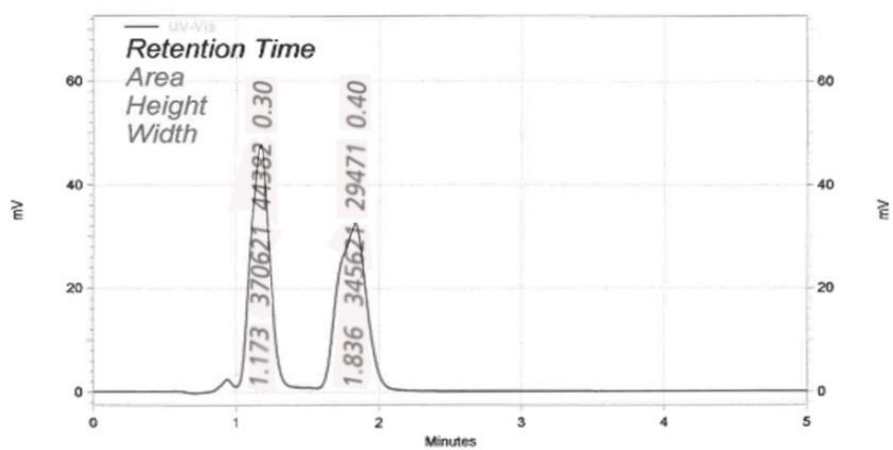
d. Kromatogram Sampel Natrium Diklofenak dan fenilbutazon Replikasi 4



e. Kromatogram Sampel Natrium Diklofenak dan fenilbutazon Replikasi 5



f. Kromatogram Sampel Natrium Diklofenak dan fenilbutazon Replikasi 6



**Lampiran 3. Contoh Perhitungan Perolehan Kembali Natrium diklofenak
dengan *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 natrium diklofenak = 411394
 - 2) Kadar natrium diklofenak berdasarkan persamaan garis $Y=79518,8x+86697,3$ adalah 4,083 $\mu\text{g/mL}$
 - b. Konsentrasi bahan baku yang ditambahkan (C)
 - 1) Luas puncak natrium diklofenak = 257467
 - 3) Kadar natrium diklofenak berdasarkan persamaan garis $Y=79518,8x+86697,3$ adalah 2,148 $\mu\text{g/mL}$
 - c. Konsentrasi sampel yang diperoleh setelah penambahan bahan baku (A)
 - 1) Luas puncak total analit 1 = 582442
Luas puncak total analit 2 = 581214
Luas puncak total analit 3 = 580860
 - 2) Berdasarkan persamaan garis $Y=79518,8x+86697,3$ maka :
Kadar total analit 1 = 6,234 $\mu\text{g/mL}$
Kadar total analit 2 = 6,219 $\mu\text{g/mL}$
Kadar total analit 3 = 6,214 $\mu\text{g/mL}$

Lampiran 3. Lanjutan

2. Perhitungan perolehan kembali

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

a. Analit 1

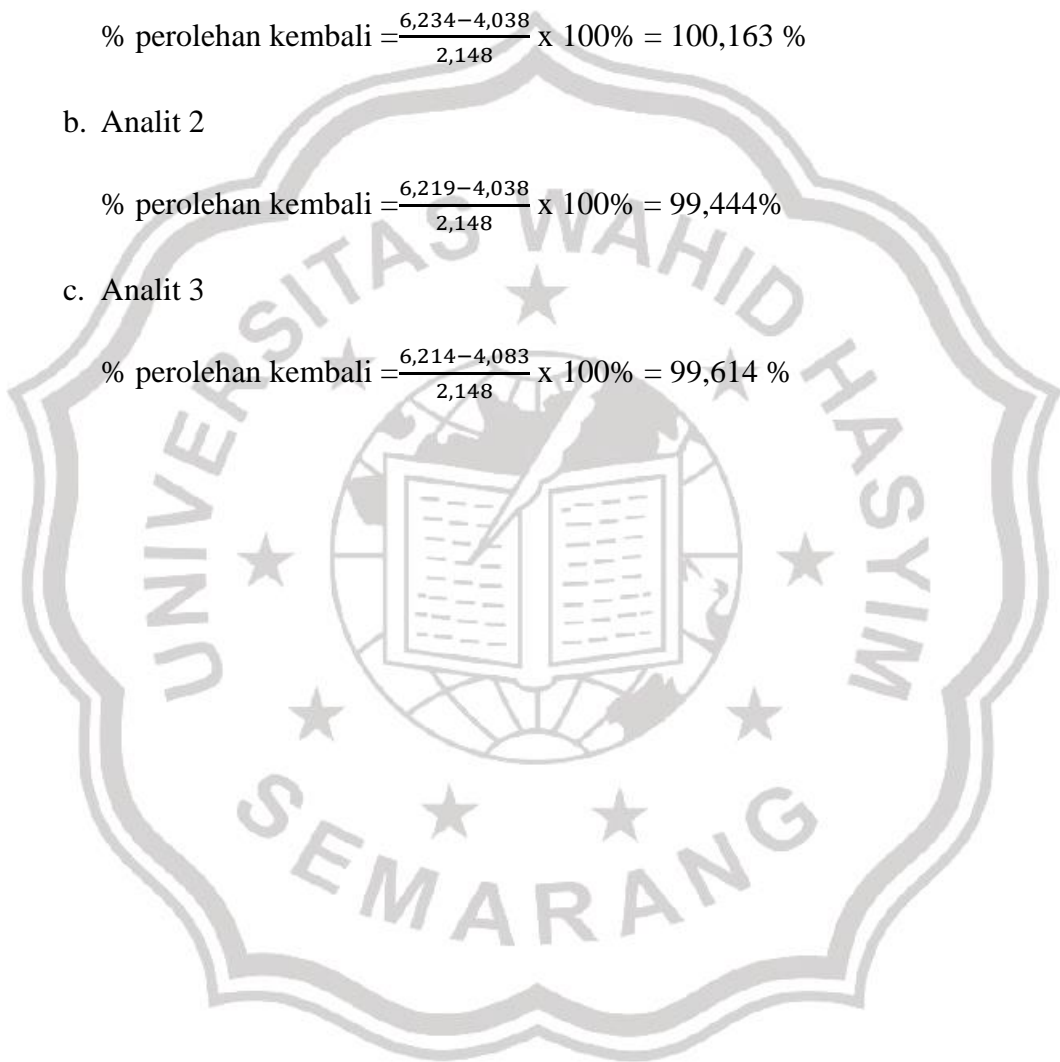
$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{6,234 - 4,038}{2,148} \times 100\% = 100,163 \%$$

b. Analit 2

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{6,219 - 4,038}{2,148} \times 100\% = 99,444\%$$

c. Analit 3

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{6,214 - 4,083}{2,148} \times 100\% = 99,614 \%$$



Lampiran 4. Contoh Perhitungan LOD dan LOQ Natrium Diklofenak

No	X	X_i^2	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$	Y_i	Y_c	$(Y_i - Y_c)$	$(Y_i - Y_c)^2$
1	2	4	-5	25	257467	245734,9	11732,1	137642170,4
2	4	16	-3	9	411394	404772,5	6621,5	43844262,25
3	6	36	-1	1	532811	563810,1	30999,1	960944200,8
4	8	64	1	1	716098	722847,7	-6749,7	45558450,09
5	10	100	3	9	903240	881885,3	21354,7	456023212,1
6	12	144	5	25	1038966	1040923	-1956,9	3829457,61
\bar{X}	7	$\Sigma 364$		$\Sigma 70$				$\Sigma 1647841753$

Dari persamaan $Y = 79518,8x + 86697,3$ maka Y_c dapat dihitung :

- $$Y = 79518,8x + 86697,3$$

$$Y = 79518,8(2) + 86697,3$$

$$Y = 245734,9$$

- $$Y = 79518,8x + 86697,3$$

$$Y = 79518,8(4) + 86697,3$$

$$Y = 404772,5$$

- $$Y = 79518,8x + 86697,3$$

$$Y = 79518,8(6) + 86697,3$$

$$Y = 563810,1$$

- $$Y = 79518,8x + 86697,3$$

$$Y = 79518,8(8) + 86697,3$$

$$Y = 722847,7$$

- $$Y = 79518,8x + 86697,3$$

$$Y = 79518,8(10) + 86697,3$$

$$Y = 881885,3$$

- $$Y = 79518,8x + 86697,3$$

$$Y = 79518,8(12) + 86697,3$$

$$Y = 1040923$$

Lampiran 4. Lanjutan

Persamaan kurva baku : $Y = 79518,8x + 86697,3$ ($r = 0,9981$)

$$\begin{aligned} S_{y/x} &= \left\{ \frac{\sum(Y_i - Y_c)^2}{n-2} \right\}^{1/2} \\ &= (1647841753/4)^{1/2} \\ &= 20296,81 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} S_a &= S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum X_i^2}{n \sum (X_i - X_{rata-rata})^2}} \\ &= 20296,81 \times \sqrt{\frac{364}{6 \times 70}} \\ &= 20296,81 \times 0,93 \\ &= 18895,30 \end{aligned}$$

Perhitungan nilai LOD :

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

Y = nilai intersept (a) pada persamaan kurva kalibrasi

S_B = simpangan baku intersept (a) (S_a)

$$\begin{aligned} Y &= 86697,3 + 3 (18895,30) \\ &= 143383,2 \end{aligned}$$

$$Y = 79518,8x + 86697,3$$

$$143383,2 = 79518,8x + 86697,3$$

$$\text{LOD} = X = 0,713 \mu\text{g/mL}$$

Perhitungan nilai LOQ :

Nilai Y pada batas kuantifikasi ditentukan dengan persamaan $Y = Y_B + 10 S_B$

Y = nilai intersept (a) pada persamaan kurva kalibrasi

S_B = simpangan baku intersept (a) (S_a)

$$Y = 86697,3 + 10 (18895,30)$$

Lampiran 4. Lanjutan

$$= 275650,3$$

$$Y = 79518,8x + 86697,3$$

$$275650,3 = 79518,8x + 86697,3$$

$$\text{LOQ} = \mathbf{X} = \mathbf{2,376 \mu\text{g/mL}}$$



Lampiran 5. Contoh Perhitungan Kadar Natrium Diklofenak

Persamaan regresi linier kurva baku adalah

$$Y = BX + A$$

$$Y = 79518,8x + 86697,3$$

Replikasi 4

$$Y = 79518,8x + 86697,3$$

$$371432 = 79518,8x + 86697,3$$

$$X = 3,581 \mu\text{g/mL dalam 1 g sampel}$$

Faktor pengenceran 100 x

$$X = 3,581 \mu\text{g/mL} \times 100$$

$$= 358,1 \mu\text{g/mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar natrium diklofenak dalam 1 g sampel (mg)} &= \frac{358,1 \mu\text{g/mL} \times 10 \text{ mL}}{1000 \mu\text{g/mL}} \times 1 \text{ mg} \\ &= 3,581 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar natrium diklofenak dalam 7 g sampel} &= 3,581 \text{ mg} \times 7 \\ &= 25,065 \text{ mg} \end{aligned}$$

% Kadar natrium diklofenak dalam sediaan obat tradisional pegal linu sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \% \text{ kadar} &= \frac{25,065 \text{ mg}}{25 \text{ mg}} \times 100\% \\ &= 100,260 \% \end{aligned}$$

Lampiran 6. Perhitungan selektivitas Fenilbutazon dan Natrium Diklofenak

$$R = 2 \frac{(tR2 - tR1)}{W1 + W2}$$

$$R = 2 \frac{(1,832 - 1,172)}{0,40 + 0,29}$$

$$R = 1,9$$



Lampiran 7. Surat Permohonan Bahan Baku



052/S.Pr/PPPP-LPP/X/18
Semarang, 18 Oktober 2018

Kepada Yth:
Dekan Fakultas Farmasi
Universitas Wahid Hasyim
Jl. Menoreh Tengah X/22 Sampangan
Semarang 50236
Telp. 024-8505680
Up. Ibu Agnes Budiarti, S.F, M.Sc.,Apt

Perihal : Permohonan Bahan Baku

Dengan hormat,

Memenuhi permintaan Ibu sesuai surat no. 624/C.07/FF-UWH/VII/2018 tgl. 13 Juli 2018, bersama ini kami kirimkan :

No.	Nama bahan baku	Um	Jumlah	Certificate Of Analysis
1	Natrium Diclofenak	Gr	5	√

Untuk keperluan penelitian Mahasiswa :

No.	Nama	NIM
1	Neng Fautimar Dewi	135010929

Mohon diterima dengan baik dan selanjutnya apabila penelitian telah selesai, agar mengirimkan 1 eksemplar laporan untuk keperluan perpustakaan kami.

Demikian, semoga bermanfaat dan terima kasih.

Hormat Kami,


Dra. Ninung Murtini, Apt
Manager PPIC

Diterima oleh :
Tanggal :
Tanda tangan :
Lamp : sda

OFFICE :
PT. Phapros Tbk
Gedung RNI
Jl. Denpasar Raya Kav DIII
Kuningan, Jakarta 12950, INDONESIA
Phone: (62-21) 527 6263, 252 3820
Fax: (62-21) 520 9381
E-mail: marketing@phapros.co.id
Website: http://www.phapros.co.id

FACTORY :
PT. Phapros Tbk
Jl. Semarang 131
Semarang 50148, INDONESIA
Phone: (62-24) 76630021 (hunting)
Fax: (62-24) 760 5133, (62-24) 760 6872
P.O. Box: 1233
E-mail: factory@phapros.co.id
Website: http://www.phapros.co.id

Lampiran 8. Certificate of Analysis Natrium Diklofenak

xxpfrpa.p Page: 1		37.9.6 Test result Report (ndf)* PHAPROS, PT				Date: 18/10/18 Time: 10:45:51						
Quality Order	Batch	Item Number	Insp Loc	Location	Procedure	Qty Pending	Qty Accepted	Qty Rejected	Order Date	Due Date	Eff Date	St
BB.18/0833	15926	14319124 SODIUM DICLOFENAC	PM	QBB	Pemeriksaan BB/BK	600.0	600.0	0.0	28/07/18	06/08/18	31/07/18	C
Op Number	Characteristic	Actual Results	Specification	Measure	Pass							
001	PEMERIAN	SESUAI	*		yes							
02	KELARUTAN	SESUAI	*		yes							
03	IDENTIFIKASI	SESUAI	*		yes							
1	WARNA & LARUTAN	0.041	<=0.050		yes							
2	KEJERNIHAN LARUTAN	JERNIH	JERNIH		yes							
3	PH LARUTAN 1%	7.58	7.0 8.5		yes							
4	SUSUT JENGKERINGAN	0.07	<=0.5	PERSEN	yes							
5	LOKAM BERAT <10	10	<=10	PPM	yes							
6	KADAR	100.309	99.0 101.0	PERSEN	yes							
7	PETUGAS SAMPLING	MAA,MAK	*		yes							
8	PEMERIKSA	DEP,SEC	*		yes							
81	CATATAN		*		yes							

Lampiran 9. Certificate of Analysis Fenilbutazon



ANALYSIS CERTIFICATE

Phenylbutazone

Batch No:GK20167.20	Manufacture Date 2016.7.20	
Total quantity:250kg	report date:2016.7.21	
Test	specifications(ph.Eur)	Result
Characteristics	white or almost white crystalline powder	complies
Identification	B.TLC CIR.D chemical test	complies
Melting point	104-107°C	105.0-106.0°C
Appearance of solution	the solution is clear	complies
Acidity or alkalinity	≤0.5ml of 0.01MNaOH≤0.6ml of 0.01MHCL By 0.5g sample	complies
Absorbance	420nm, ≤0.20	0.09
Related substances	Impurities A ≤0.25%	N.D
	Impurities B ≤0.25%	0.13%
	Impurities C ≤0.20%	0.05%
	Impurities E ≤0.0005%	<LOD,LOD=0.00005%
	Any other Impurities ≤0.10%	0.01%
	total ≤0.5%	0.19%
Heavy metals	≤0.002%	<0.002%
Loss on drying	≤0.2%	0.09%
Sulphated ash	≤0.1%	0.08%
Assay	99.0-101.0%	100.40%
(calculated on the dried basis)		

Concaluted : the product meets the requirements of ph.Eur.7.0

Address: 4 #3-601, City Mansion, the 4th road of High-tech zone, Baoji City, Shaanxi Province China
 Phone: +86-0917-3909592
 Web: <http://bjgk.en.alibaba.com/> , <http://www.bjgksw.com>

Lampiran 10. Surat Keterangan Laboratorium



**UNIVERSITAS WAHID HASYIM
FAKULTAS FARMASI
BAGIAN KIMIA FARMASI**

Jl. Menoreh Tengah X / 22 Sampangan – Semarang 50236 Telp. (024) 8505680 – 8505681 fax. (024) 8505680

SURAT KETERANGAN

No. 00/Lab. Kimia Farmasi/ C.05/UWH/I/ 2019

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Yang bertanda tangan dibawah ini, Kepala Bagian Kimia Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang menerangkan bahwa :

Nama : Neng Faurtimar Dewi
NIM : 135010929
Fak/ Univ/ Sekolah : Farmasi / Universitas Wahid Hasyim Semarang

Telah melakukan Penelitian Penetapan Kadar Fenilbutazon dan Natrium Diklofenak menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi di Laboratorium Kimia Analisa, Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang, dengan judul penelitian :

“ Validasi Penetapan Kadar Fenilbutazon dan Natrium Diklofenak dengan Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan Aplikasinya Pada Obat Tradisional Pegal Linu ”

Demikian surat keterangan ini dibuat untuk dipergunakan semestinya.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Semarang, Februari 2019

Ka. Bag Kimia Farmasi



Maria Ulfah, M.Sc, Apt

Lampiran 11. Dokumentasi Penelitian

a. Penimbangan bahan dan sampel



b. Pembuatan larutan baku, larutan dapar asetat dan larutan sampel



Lampiran 11. Lanjutan

- c. Pengujian dengan menggunakan KCKT

