

LAMPIRAN



Lampiran 1. Perhitungan pembuatan larutan buffer fosfat pH 6,8

Rumus Molar $M = \frac{n}{v}$ $n = \frac{gr}{mr}$
--

1. KH_2PO_4 (Kalium Fosfat Monobasa) 0,02 M sebanyak 250 mL.

a. BM = 136,08

$$\begin{aligned}
 0,02 &= \frac{n}{250 \text{ mL}} \\
 &= \frac{n}{0,25 \text{ L}} \\
 &= \frac{gr}{136,08 \cdot 0,25 \text{ L}} \\
 &= 0,02 \times 34,02 \\
 &= 0,6804 \text{ gr} \\
 &= 680,4 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

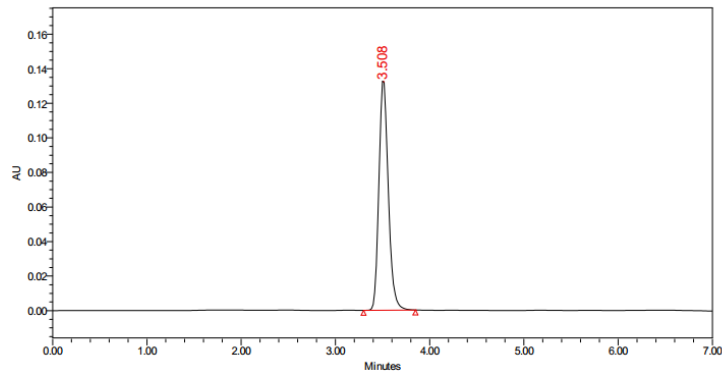
2. K_2HPO_4 (Kalium Hidrogen Fosfat) 0,02 M sebanyak 250 mL

a. BM = 174,18

$$\begin{aligned}
 0,02 &= \frac{n}{250 \text{ mL}} \\
 &= \frac{n}{0,25 \text{ L}} \\
 &= \frac{gr}{174,18 \cdot 0,25 \text{ L}} \\
 &= 0,02 \times 43,545 \\
 &= 0,8709 \text{ gr} \\
 &= 870,9 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

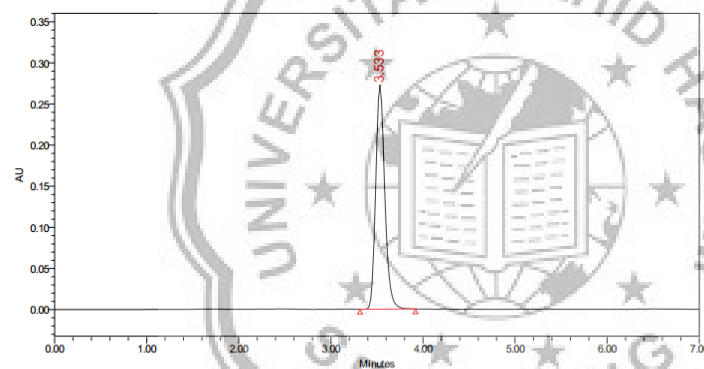
Lampiran 2. Contoh kromatogram kurva baku metilprednisolon

1. Larutan baku metilprednisolon 20 µg/mL



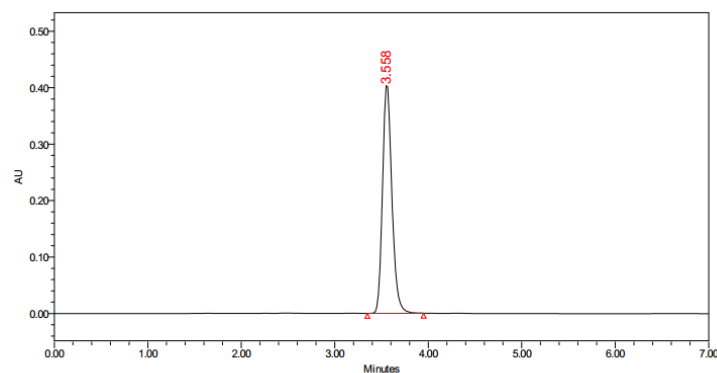
	RT	Area	% Area	Height	Width (sec)
1	3.508	926993	100.00	133780	33.000

2. Larutan baku metilprednisolon 40 ppm



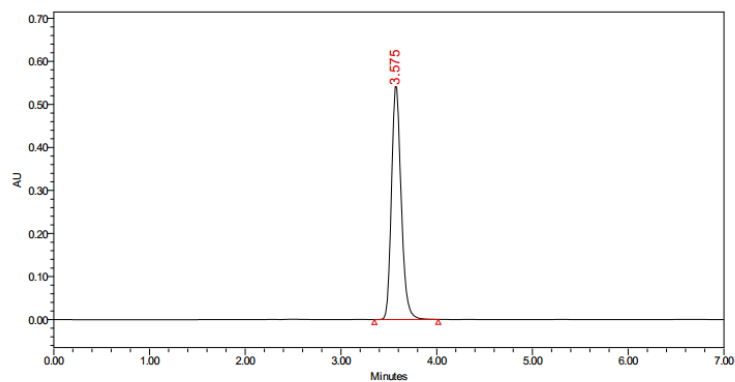
	RT	Area	% Area	Height	Width (sec)
1	3.533	1881871	100.00	271181	36.000

3. Larutan baku metilprednisolon 60 µg/mL



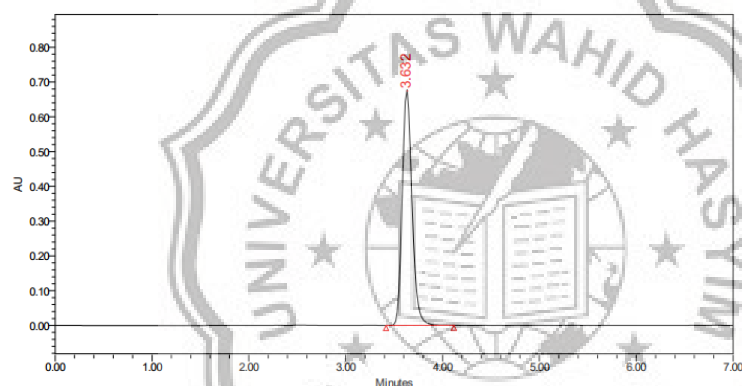
	RT	Area	% Area	Height	Width (sec)
1	3.558	2834707	100.00	406544	36.000

4. Larutan baku metilprednisolon 80 µg/mL



	RT	Area	% Area	Height	Width (sec)
1	3.575	3825450	100.00	546340	40.000

5. Larutan baku metilprednisolon 100 µg/mL



	RT	Area	% Area	Height	Width (sec)
1	3.632	4749455	100.00	674726	42.000

Lampiran 3. Contoh perhitungan uji akurasi

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

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 Metilprednisolon = 1843315
 - 2) Kadar Metilprednisolon berdasarkan persamaan garis $Y = 47943x - 32856$ adalah 38,26 µg/mL
 - b. Konsentrasi bahan baku yang ditambahkan (C)
 - 1) Luas puncak Metilprednisolon = 1415024
 - 2) Kadar Metilprednisolon berdasarkan persamaan garis $Y = 47943x - 32856$ adalah 30,20 µg/mL
 - c. Konsentrasi sampel yang diperoleh setelah penambahan bahan baku (A)
 - 1) Luas puncak total analit 1 = 3318277
 - 2) Luas puncak total analit 2 = 3187018
 - 3) Luas puncak total analit 3 = 3219444
 - 4) Berdasarkan persamaan garis $Y = 47943x - 32856$ maka :

Kadar total analit 1 = 69,90 µg/mL

Kadar total analit 2 = 67,16 µg/mL

Kadar total analit 3 = 67,84 µg/mL

d. Perhitungan perolehan kembali

a) Analit 1

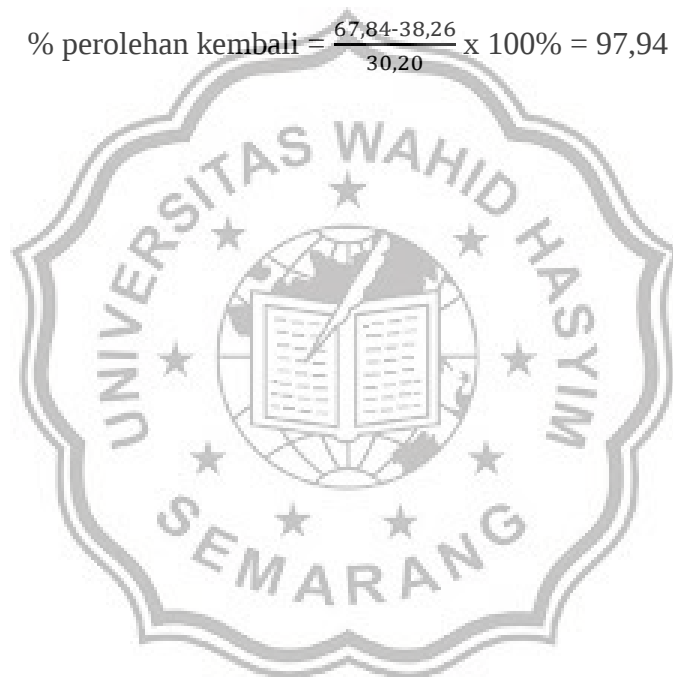
$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{69,90-38,26}{30,20} \times 100\% = 104,76 \%$$

b) Analit 2

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{67,16-38,26}{30,20} \times 100\% = 95,70 \%$$

c) Analit 3

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{67,84-38,26}{30,20} \times 100\% = 97,94 \%$$



Lampiran 4. Contoh perhitungan uji presisi

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

Keterangan :

SD : Standar Deviasi

$\bar{x}$: Kadar rata-rata sampel

1. Kadar 60 ppm replikasi 1

$$y = bx + a$$

$$y = 47943x - 32856$$

$$32856 + 2700054 = 47943x$$

$$x = \frac{2732910}{47943}$$

$$x = 57,00$$

2. Rata-rata replikasi 1, 2, 3, 4, 5, 6 dari kadar 60 ppm didapatkan

$$57,00 + 57,70 + 57,74 + 56,60 + 56,71 + 58,90$$

$$= 344,65$$

$$= \frac{344,65}{6}$$

$$= 57,44$$

3. % RSD (*relative standar deviasi*)

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

$$= \frac{0,86}{57,44} \times 100\%$$

$$= 1,50\%$$

Lampiran 5. Contoh perhitungan LOD dan LOQ metilprednisolon

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	20	400	-40	1600	926993	926004	989	978121
2	40	1600	-20	400	1881871	1884864	-2993	8958049
3	60	3600	0	0	2834707	2843724	-9017	81306289
4	80	6400	20	400	3825450	3802584	22866	522853956
5	100	10000	40	1600	4749455	4761444	-11989	143736121
6	60	22000		4000				757832536

Dari persamaan $Y = 47943x - 32856$ maka Y_c dapat dihitung :

- $$Y = 47943x - 32856$$

$$= 47943(20) - 32856$$

$$= 926004$$

- $$Y = 47943x - 32856$$

$$= 47943(40) - 32856$$

$$= 1884864$$

- $$Y = 47943x - 32856$$

$$= 47943(60) - 32856$$

$$= 2843724$$

- $$Y = 47943x - 32856$$

$$= 47943(80) - 32856$$

$$= 3802584$$

- $$Y = 47943x - 32856$$

$$= 47943(100) - 32856$$

$$= 4761444$$

6. Persamaan kurva baku $Y = 47943x - 32856$ ($r = 0,9999$)

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

$$= (757832536 / 4)^{1/2}$$

$$= 13764,37917$$

$$\begin{aligned}
 S_a &= S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum X_i^2}{n \sum (X_i - X_{rata-rata})^2}} \\
 &= 13764,37917 \times \sqrt{\frac{22000}{6 \times 4000}} \\
 &= 13764,37917 \times 0,957427108 \\
 &= 13178,38974
 \end{aligned}$$

Perhitungan 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)

$$\begin{aligned}
 Y &= - 32856 + 3 (13178,38974) \\
 &= - 32856 + 39535,16922 \\
 &= 6679,169223
 \end{aligned}$$

Maka nilai LOD

$$Y = 47943x - 32856$$

$$6679,169223 = 47943x - 32856$$

$$X = 0,825 \mu\text{g/mL}$$

Perhitungan LOQ : Dihitung berdasarkan rumus $Y = Y_B + 10 S_B$

$$\begin{aligned}
 Y &= - 32856 + 10 (13178,38974) \\
 &= - 32856 + 131783,8974 \\
 &= 98927,89741
 \end{aligned}$$

Maka nilai LOQ :

$$Y = 47943x - 32856$$

$$98927,89741 = 47943x - 32856$$

$$X = 2,749 \mu\text{g/mL}$$

Lampiran 6. Contoh perhitungan kadar metilprednisolon dalam sediaan tablet

Persamaan regresi linier kurva baku adalah

$$Y = BX + A$$

$$Y = 47943x - 32856$$

Replikasi 1

$$Y = 47943x - 32856$$

$$1766454 = 47943x - 32856$$

$$= 37,530 \mu\text{g}/\text{Ml}$$

Sehingga kadar Metilprednisolon dalam 4 mg pada sediaan tablet adalah

$$X = 75,06 \mu\text{g}/\text{mL} \times 50 \text{ mg}$$

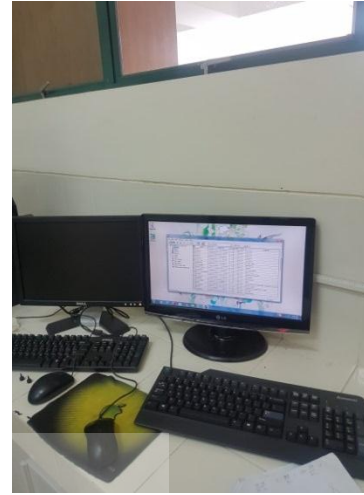
$$= 3753 / 1000$$

$$= 3,753 \text{ mg}$$

% Kadar Metilprednisolon dalam sediaan tablet adalah

$$\% = \frac{3,753 \text{ mg}}{4 \text{ mg}} \times 100\% = 93,825\%$$

Lampiran 7 . Dokumentasi penelitian



Lampiran 8. Surat keterangan telah melakukan penelitian di laboratorium instrumentasi terpadu Universitas Islam Indonesia (UII) Yogyakarta



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: 002/Korlab/20/LabFar/1/2019

Assalamu'alaikum Wt. Wb.

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

Nama : Nur Khawah (145010116)
 Instansi : Farmasi Wahid Hasyim

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

Validasi Metode Pengukuran Kadar Metilprednisolon Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan Aplikasi dalam Sediaan Tablet

Demikian surat keterangan ini dibuat agar dapat dipergunakan sebagaimana mestinya.

Wassalamu'alaikum Wt. Wb.



Yogyakarta, 8 Januari 2019
 Koordinator Laboratorium Farmasi
 Bambang Harnawan S., M.Sc., Apt.

Telp. (0274) 665620; 666502 Fax. (0274) 666429 Statistika, ext. 3017; Rm Kimia, ext. 3012; Farmasi, ext. 3021
 Pendidikan Kimia, ext. 3011; Program Pendidikan Profesi Apoteker, ext. 3048; Fac. ext. 3002; Program Di Iii Anlisa Kimia, ext. 3055
<http://www.sciences.uii.ac.id>; e-mail: fmipa@uii.ac.id

Lampiran 9. Surat penerimaan bahan baku



057/S.Pr/PPPP-LPP/XI/18
Semarang, 8 November 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. 1035/C.07/FF-UWH/X/2018 tgl. 10 Oktober 2018, bersama ini kami kirimkan :

No.	Nama bahan baku	Unit	Jumlah	Certificate Of Analysis
1	Methylprednisolon	Gr	2	
2	Gemfibrosil	Gr	2	

Untuk keperluan penelitian Mahasiswa

No.	Nama	NIM
1	Nur Khawah	145010116
2	Dwi Setyorini	145010138

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. Dharma Raya Koy Dili
Kuningan, Jakarta 12950, INDONESIA
Phone: (62-21) 627 6263, 252 3820
Fax: (62-21) 633 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 8572
P.O. Box: 1233
E-mail: factory@phapros.co.id
Website: http://www.phapros.co.id

Lampiran 10. Certificate Of Analysis Methylprednisolone

Quality Order	Batch	Item Number	Insp Loc	Location	Procedure	Qty Pending	Qty Accepted	Qty Rejected	Order Date	Due Date	Eff Date	St
BB.18/0913	16535	14313207 METHYL PREDNISOLON MICRONIZE	PM	GBB	Pemeriksaan BB/BK	2.0	2.0	0.0	14/08/18	23/08/18	16/08/18	C

Op Number	Characteristic	Actual Results	Specification	Measure	Pass
204 01	PEMERIAN	SESUAI	*		yes
02	KELARUTAN	SESUAI	*		yes
03	IDENTIFIKASI	SESUAI	*		yes
04	ROTASI OPTIK SPESIFIK	+82.946	*		yes
05	SUSU PENGERINGAN	0.278	<= 0.0	PERSEN	yes
06	KADAR ABU	0	<= 0.2	PERSEN	yes
07	KADAR	100.850	97.103	PERSEN	yes
08	PETUGAS SAMPLING	CBG, MAK	*		yes
09	PENGEKSA	MAA, DEP	*		yes
091	CATATAN				yes