

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR FLUOSINOLON ASETONID
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA DALAM SEDIAAN KRIM**

SKRIPSI



**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS WAHID HASYIM
SEMARANG
2017**

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR FLUOSINOLON ASETONID
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA DALAM SEDIAAN KRIM**

SKRIPSI

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



Oleh :

Mar'atun Sholihah
125010881

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS WAHID HASYIM
SEMARANG
2017**

PENGESAHAN SKRIPSI

Berjudul

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR FLUOSINOLON ASETONID
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA DALAM SEDIAAN KRIM**

Oleh :
Mar'atun Sholihah
125010881

**Dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi
Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang
Pada tanggal : 10 Maret 2017**

Mengetahui :
Fakultas Farmasi
Universitas Wahid Hasyim Semarang

Pembimbing Utama,



(Dr. Sumantri, M.Sc., Apt.)



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

Penguji :

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



(.....)

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



(.....)

3. Dr. Sumantri, M.Sc., Apt



(.....)

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Mar'atun Sholihah

NIM : 125010881

Judul Skripsi : Validasi Metode Penetapan Kadar Fluosinolon Asetonid

Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan
Aplikasinya dalam Sediaan Krim.

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 untuk dapat digunakan sebagaimana mestinya.

Semarang, 10 Maret 2017



Mar'atun Sholihah

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

*Apapun boleh saja terjadi, karena memang Alloh itu Maha Kuasa.
Namun satu hal yang tidak boleh terjadi, yaitu berkurang iman kita
kepada-Nya.*

Karya ilmiah ini dipersembahkan kepada :

*Bapak dan ibu yang telah memberikan
semangat, dukungan, dan kasih sayang.*



KATA PENGANTAR

Dengan menyebut nama Allah yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang
Segala puji dan rasa syukur semoga senantiasa tercurah kepada Allah SWT karena atas
Ridho dan Rahman RahimNya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul
**“Validasi Metode Penetapan Kadar Fluosinolon Asetonid Menggunakan
Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan Aplikasinya dalam Sediaan Krim”**.
Keselamatan dan salam senantiasa bersanding kepada Habiballah Muhammad SAW yang
atas cinta kasihnya, nafas Islam sampai kepada umatnya. Skripsi ini disusun guna
memenuhi tugas akhir sebagai persyaratan memperoleh gelar sarjana 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 terima kasih sebesar-
besarnya kepada :

1. Ibu Aqnes Budiarti, S.F., M. Sc., Apt. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas
Wahid Hasyim Semarang.
2. Bapak Dr. Sumantri M.Sc., Apt. dan Ibu Anita Dwi Puspitasari S.Si., M.Pd selaku
pembimbing yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran untuk
memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penyusunan skripsi ini
3. Ibu Aqnes Budiarti, S.F., M.Sc., Apt. dan Bapak Drs. Ibrahim Arifin M.Sc., Apt.
selaku penguji skripsi atas saran, masukan dan koreksi terhadap skripsi ini.
4. Dosen-dosen Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang yang telah
memberikan bekal ilmu pengetahuan sebagai dasar penulisan skripsi ini.

5. Pimpinan dan staf Laboratorium Kimia Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang yang telah membantu pelaksanaan penelitian ini.
6. PT. Phapros yang telah memberikan bantuan bahan untuk penelitian ini.
7. Teman-teman Pondok Pesantren Tarbiyatul Khoirot Semarang atas segala duka dan tawa.
8. Sahabatku Putri Nara Aqidah P, Puji Lestari dan Eko Vitryani yang telah membantu dan bekerja sama dalam penelitian serta penyusunan skripsi.
9. 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.

Segala Puji Bagi Allah, Tuhan Semesta Alam.

Semarang, 10 Maret 2017


Mar'atun Sholihah

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
PENGESAHAN SKRIPSI	ii
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	2
C. Tujuan Penelitian	3
D. Manfaat Penelitian	3
E. Tinjauan Pustaka	4
1. Fluosinolon asetonid	4
2. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)	5
3. Validasi	11
a. Ketelitian (Presisi)	12
b. Ketepatan (Akurasi)	13

c. Linieritas	14
d. Selektivitas	15
e. Sensitivitas	16
4. Krim	17
F. Landasan Teori	19
G. Hipotesis	19
BAB II METODE PENELITIAN	20
A. Bahan dan Alat Penelitian	20
1. Bahan	20
2. Alat	20
B. Jalannya Penelitian	20
1. Pembuatan Larutan Stok Baku Fluosinolon Asetonid	20
2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	21
3. Pembuatan Fase Gerak	21
4. Optimasi Fase Gerak	22
5. Pembuatan Kurva Baku	22
6. Validasi	22
a. Uji Ketelitian	22
b. Uji Ketepatan	23
c. Uji Linieritas	23
d. Uji Selektivitas	24
e. Uji Sensitivitas	25
7. Penetapan Kadar Fluosinolon Asetonid dalam Sediaan Krim ...	27

C. Alur Bagan Penelitian	28
BAB III HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	29
A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	29
B. Optimasi Komposisi Fase Gerak	29
C. Pembuatan Kurva Baku Fluosinolon Asetonid	31
D. Uji Validasi	32
a. Uji Ketelitian (Presisi)	32
b. Uji Ketepatan (Akurasi)	33
c. Linieritas	35
d. Selektivitas	36
e. Sensitivitas	37
E. Penetapan Kadar Krim Fluosinolon Asetonid	38
BAB IV KESIMPULAN DAN SARAN	40
A. Kesimpulan	40
B. Saran	40
DAFTAR PUSTAKA	42
LAMPIRAN	44

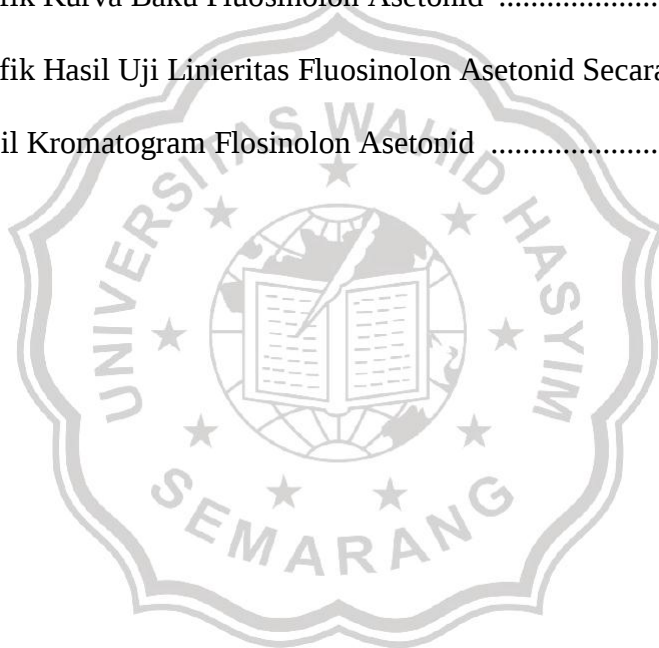
DAFTAR TABEL

Tabel 1.	Rentang Kesalahan yang diijinkan pada setiap Kosentrasi Analit pada Matriks	14
Tabel 2.	Hasil Optimasi Komposisi Fase Gerak	31
Tabel 3.	Hasil Kurva Baku Fluosinolon Asetonid Secara KCKT	32
Tabel 4.	Hasil Uji Ketelitian Fluosinolon Asetonid	33
Tabel 5.	Hasil Uji Akurasi Fluosinolon Asetonid dengan Metode Penambahan Baku Secara KCKT	34
Tabel 6.	Hasil Uji Linieritas Menggunakan KCKT	35
Tabel 7.	Hasil Perhitungan Kadar Fluosinolon Asetonid dalam Sediaan Krim	39



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Struktur Kimia Fluosinolon Astonid	4
Gambar 2. Skema Komponen KCKT	8
Gambar 3. Skema Uji Validasi Penetapan Kadar Krim Fluosinolon Asetonid	28
Gambar 4. Hasil Scanning Optimasi Panjang Gelombang Fluosinolon Asetonid Menggunakan Spektrofotometri UV	29
Gambar 5. Kromatogram Hasil Optimasi Komposisi Fase Gerak	30
Gambar 6. Grafik Kurva Baku Fluosinolon Asetonid	32
Gambar 7. Grafik Hasil Uji Linieritas Fluosinolon Asetonid Secara KCKT	36
Gambar 8. Hasil Kromatogram Flosinolon Asetonid	37



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Kromatogram KCKT Larutan Standar Fluosinolon Asetonid pada Berbagai Kosentrasi	44
Lampiran 2. Contoh Perhitungan Perolehan Kembali Fluosinolon Asetonid dengan Metode <i>Standard Addition Method</i> KCKT	47
Lampiran 3. Perhitungan LOD dan LOQ Fluosinolon Asetonid Secara KCKT	49
Lampiran 4. Contoh Perhitungan Kadar Krim Fluosinolon Asetonid Secara KCKT	51
Lampiran 5. Surat Permintaan Bahan Fluosinolon Asetonid	52
Lampiran 6. Gambar Alat-Alat yang digunakan pada saat Penelitian	53
Lampiran 7. Surat Keterangan Telah Melakukan Penelitian di Laboratrium Kimia, Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang	54

VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR FLUOSINOLON ASETONID MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN APLIKASINYA DALAM SEDIAAN KRIM

INTISARI

Fluosinolon asetonid merupakan salah satu obat kortikosteroid yang digunakan pada kelainan radang kulit. Krim fluosinolon asetonid sering digunakan di masyarakat namun kadarnya kecil, dan penelitiannya jarang dilakukan, maka perlu adanya pengembangan. Tujuan penelitian ini adalah melakukan validasi metode penetapan kadar fluosinolon asetonid menggunakan KCKT dan aplikasinya dalam sediaan krim.

Validasi penetapan kadar krim fluosinolon asetonid menggunakan KCKT dengan detektor uv-visibel 235 nm, kolom C₁₈ dan fase gerak hasil optimasi campuran metanol:air (80:20 v/v). Uji validasi yang dilakukan meliputi akurasi, presisi, selektivitas, linieritas dan sensitivitas.

Hasil penelitian menunjukkan uji validasi memenuhi persyaratan yaitu : Uji presisi dengan nilai RSD 0,649%, uji akurasi dengan perolehan kembali 100,341-101,091%, selektivitas yang baik, linieritas dengan nilai korelasi (r) 0,999, LOD sebesar 0,716 µg/mL dan LOQ sebesar 2,389 µg/mL. Hasil penetapan kadar menggunakan metode KCKT pada sediaan krim diperoleh hasil 100,176%. Hal ini memenuhi persyaratan kadar yang ditetapkan Farmakope Indonesia Edisi V (2014).

Kata kunci : Validasi, fluosinolon asetonid, KCKT, dan krim.

**VALIDATION METHOD OF DETERMINATION OF FLUOSINOLON
ASETONID USING HIGH PERFORMANCE LIQUID
CHROATOGRAPHY AND ITS APLICATION IN PREPARATION
CREAM**

ABSTRACT

Fluosinolon acetone is a corticosteroid drug used in inflammatory skin disorders. Fluosinolon acetone cream is often used in public but the levels are small, and the research is rarely done, hence the need for development. The purpose of this study was to validate a method of assay fluosinolon acetone using HPLC and its application in cream.

Validation the assay of fluosinolon acetone cream using HPLC with UV-visible detector at a wavelength of 235 nm, the stationary phase used C_{18} and mobile phase optimization results a mixture of methanol:water (80:20 v/v). Validation test was conducted on the test of accuracy, precision, selectivity, linearity and sensitivity.

The results showed the validation test meets the requirements, namely: Test precision to the value of RSD 0.649%, accuracy test with the recovery of 100.341 to 101.091%, good selectivity, linearity with a correlation value (r) 0.999, LOD of 0.716 $\mu\text{g/mL}$ and the LOQ of 2,389 $\mu\text{g/mL}$. Results of the assay using HPLC method on a cream preparation obtained results of 100.176%. It meets the requirements specified levels of Indonesian Pharmacopoeia V Edition (2014).

Keywords: Validation, fluosinolon acetone, KCKT and cream.