

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR DEKSAMETASON
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA PADA OBAT TRADISIONAL PEGAL LINU**

SKRIPSI



**Oleh :
Muhamad Barik Ulfa Faza
135010933**

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS WAHID HASYIM
SEMARANG
2017**

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR DEKSAMETASON
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA PADA OBAT TRADISIONAL PEGAL LINU**

SKRIPSI

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

**Oleh :
Muhamad Barik Ulfa Faza
135010933**

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS WAHID HASYIM
SEMARANG
2017**

PENGESAHAN SKRIPSI

Berjudul

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR DEKSAMETASON
MENGUNAKAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI DAN
APLIKASINYA PADA OBAT TRADISIONAL PEGAL LINU**

Oleh:

Muhamad Barik Ulfa Faza

135010933

**Dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi
Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim
Pada tanggal : 9 Juni 2017**

Pembimbing,

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

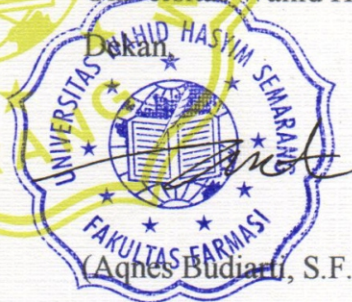


Mengetahui:

Fakultas Farmasi

Universitas Wahid Hasyim

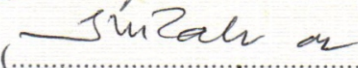
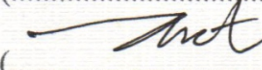
Dekan



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

Penguji:

1. Dr. Sumantri, M.Sc., Apt
2. Drs. H. Ibrahim Arifin, M.Sc., Apt
3. Aqnes Budiarti, S.F., M.Sc., Apt

()
()
()

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Muhamad Barik Ulfa Faza

NIM : 135010933

Judul Skripsi : Validasi Metode Penetapan Kadar Dekسامetason
Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan
Aplikasinya pada Obat Tradisional Pegal Linu.

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 dengan sebenar-benarnya dan dapat digunakan sebagaimana mestinya.

Semarang, 9 Juni 2017

A handwritten signature in black ink, featuring a large, stylized initial 'B' followed by a horizontal line and some additional strokes.

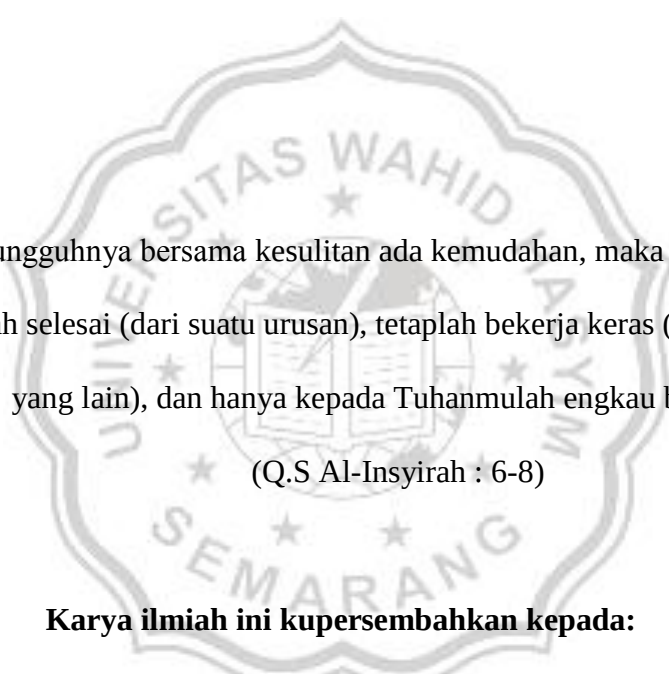
Muhamad Barik Ulfa Faza

HALAMAN PERSEMBAHAN

Berangkat dengan penuh keyakinan

Berjalan dengan penuh keikhlasan

Ingat hanya pada Allah apapun dan di manapun kita berada kepada Dia-lah tempat meminta dan memohon.



“Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan, maka apabila engkau telah selesai (dari suatu urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain), dan hanya kepada Tuhanmulah engkau berharap.

(Q.S Al-Insyirah : 6-8)

Karya ilmiah ini kupersembahkan kepada:

Bapak dan ibuku tercinta atas kasih sayang, doa dan semangatnya yang tiada henti untukku serta almamaterku sebagai wujud terima kasih

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 Deksametason Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dan Aplikasinya pada Obat Tradisional Pegal Linu”**. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam memperoleh derajat Sarjana Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang.

Melalui tulisan ini dengan segala ketulusan hati penulis menyampaikan rasa terimakasih sebesar-besarnya kepada :

1. Ibu Aqnes Budiarti, S.F., M.Sc., Apt selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang dan pembimbing yang telah bersedia meluangkan waktu, tenaga serta pikiran untuk memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Dr. Sumantri, M.Sc., Apt dan bapak Drs.H. Ibrahim Arifin, M.Sc., Apt selaku penguji skripsi atas saran, masukan dan koreksi terhadap skripsi ini.
3. Seluruh dosen Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang yang telah memberikan bekal ilmu pengetahuan sebagai dasar penulisan skripsi ini.
4. Kepala dan staf Laboratorium Kimia Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang yang telah membantu pelaksanaan penelitian ini.
5. PT. Phapros yang telah memberikan bantuan bahan untuk penelitian ini.

6. Sugito Chandra, S.Farm., dan Danang Novianto Wibowo, S.Farm., Apt., yang telah banyak membantu dalam proses pelaksanaan penelitian.
7. Agus Suharyono satu- satunya rekan dalam proses peneitian maupun proses penyusunan skripsi ini.
8. 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. Amin.

Semarang, 9 Juni 2017

A handwritten signature in blue ink, featuring a large, stylized loop at the beginning and several horizontal strokes extending to the right.

Muhamad Barik Ulfa Faza

DAFTAR ISI

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	3
1. Deksametason	3
2. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT).....	5
3. Validasi	8
a. Presisi	9
b. Akurasi	9
c. Selektivitas	10

d. Linieritas.....	10
e. Sensitivitas.....	11
4. Obat Tradisional.....	11
F. Landasan Teori.....	12
G. Hipotesis	13
BAB II. METODE PENELITIAN.....	14
A. Alat Dan Bahan Penelitian.....	14
1. Bahan	14
2. Alat.....	14
B. Jalannya Penelitian.....	14
1. Pembuatan Larutan Stok Dekسامetason.....	14
2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	15
3. Optimasi Komposisi Fase Gerak	15
4. Pembuatan Kurva Baku	15
5. Validasi	16
a. Uji Presisi	16
b. Uji Akurasi	16
c. Uji Selektivitas	17
d. Uji Linieritas.....	17
e. Uji Sensitivitas.....	18
6. Penetapan Kadar Dekسامetason dalam Obat Tradisional	19
C. Skema Jalannya Penelitian.....	20

BAB III. HASIL DAN PEMBAHASAN	21
A. Optimasi Panjang Gelombang Maksimum Deksametason.....	21
B. Optimasi Komposisi Fase Gerak	22
C. Pembuatan Kurva Baku Deksametason	25
D. Validasi Metode Analisis	26
1. Presisi	26
2. Akurasi	27
3. Selektivitas	29
4. Linieritas	30
5. Sensitivitas	32
E. Penetapan kadar deksametason dalam sediaan obat tradisional	33
BAB IV. KESIMPULAN DAN SARAN	35
A. Kesimpulan	35
B. Saran.....	34
DAFTAR PUSTAKA	36
LAMPIRAN	38

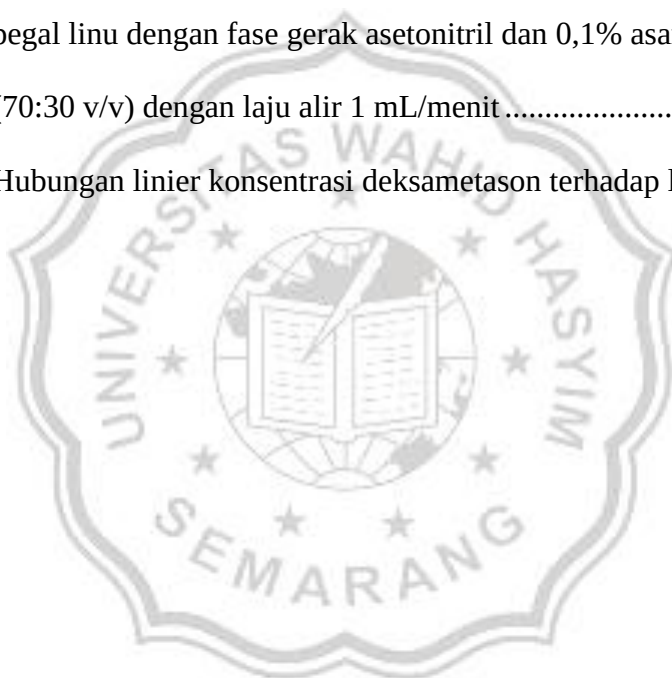
DAFTAR TABEL

Tabel I.	Hasil optimasi komposisi fase gerak	25
Tabel II.	Hasil kurva baku deksametason secara KCKT.....	25
Tabel III.	Hasil uji presisi deksametason.....	27
Tabel IV.	Hasil uji akurasi deksametason pada obat tradisional dengan metode penambahan bahan baku	28
Tabel V.	Hasil linieritas deksametason secara KCKT.....	31
Tabel VI.	Hasil uji penetapan kadar deksametason dalam sediaan obat tradisional pegal linu.....	33



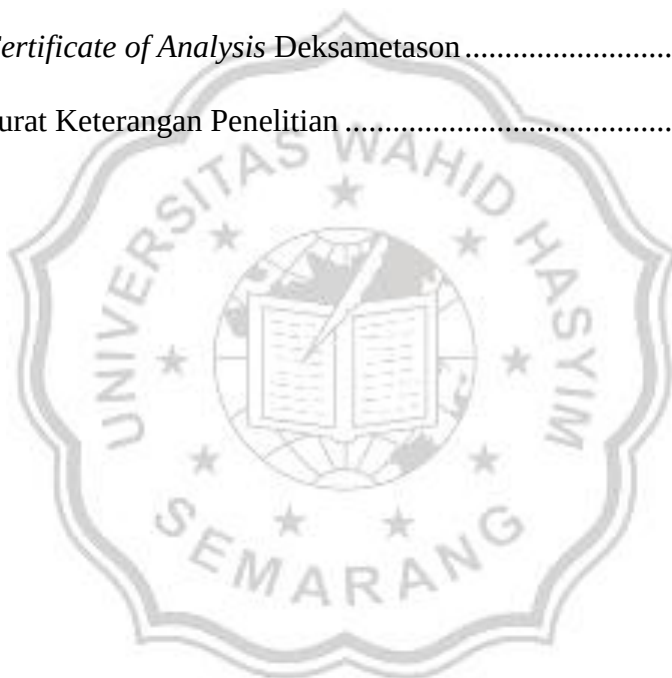
DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Struktur Kimia Deksametason	4
Gambar 2.	Skema Komponen KCKT	5
Gambar 3.	Skema jalannya penelitian	20
Gambar 4.	Hasil <i>Scanning</i> Optimasi Panjang Gelombang Deksametason.....	22
Gambar 5.	Kromatogram hasil optimasi komposisi fase gerak	24
Gambar 6.	Grafik hasil kurva baku deksametason	26
Gambar 7.	Kromatogram deksametason dalam sediaan obat tradisional pegal linu dengan fase gerak asetronitril dan 0,1% asam ortofosfat (70:30 v/v) dengan laju alir 1 mL/menit	30
Gambar 8.	Hubungan linier konsentrasi deksametason terhadap luas area	32



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Contoh Kromatogram Kurva Baku Deksametason	38
Lampiran 2. Contoh Kromatogram Sampel Deksametason Replikasi 6 kali	40
Lampiran 3. Contoh Perhitungan Perolehan Kembali Deksametason dengan	42
Lampiran 4. Perhitungan LOD dan LOQ Deksametason	44
Lampiran 5. Contoh Perhitungan Kadar Deksametason dalam sediaan Obat	47
Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian.....	48
Lampiran 7. <i>Certificate of Analysis</i> Deksametason	49
Lampiran 8. Surat Keterangan Penelitian	49



INTISARI

Deksametason merupakan bahan kimia obat yang seringkali ditambahkan secara ilegal pada obat tradisional pegal linu sehingga dapat membahayakan kesehatan. Dengan demikian perlu dilakukan analisis penetapan kadar bahan kimia obat dalam obat tradisional menggunakan metode yang tepat, teliti, selektif dan sensitif untuk memastikan keamanan obat tradisional. Tujuan penelitian ini adalah melakukan validasi metode penetapan kadar deksametason menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) dan mengaplikasikannya pada obat tradisional pegal linu yang ditambah deksametason.

Penetapan kadar deksametason menggunakan seperangkat metode KCKT (Jazco) yang dilengkapi dengan detektor UV-Vis pada panjang gelombang 242,5 nm. Fase diam yang digunakan yaitu C_{18} serta fase gerak berupa campuran asetonitril dan 0,1% asam ortofosfat (70:30, v/v) dengan laju alir 1 mL/menit. Uji validasi yang dilakukan meliputi uji presisi, akurasi, selektivitas, linieritas dan sensitivitas.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa uji validasi memenuhi persyaratan. Nilai-nilai parameter validasi yang diperoleh deksametason secara berturut-turut yaitu : uji presisi menghasilkan %RSD 0,321%, uji akurasi sebesar 100,189% - 100,804%, selektivitas yang baik, linieritas dengan nilai korelasinya (r)= 0,999, sedangkan LOD sebesar 0,926 $\mu\text{g/mL}$ dan LOQ sebesar 3,086 $\mu\text{g/mL}$. Kadar rata-rata deksametason dalam obat tradisional pegal linu adalah 100,185%. Hasil ini menunjukkan bahwa penetapan kadar deksametason dalam obat tradisional pegal linu dapat diaplikasikan dengan baik.

Kata Kunci : Validasi, deksametason, obat tradisional pegal linu, KCKT

ABSTRACT

Dexamethasone is a chemical drug that is often added illegally on traditional medicine stiff so it can be harmful to health. Thus the need to analyze the chemical assay of the drug in traditional medicine using an accuracy, precision, selectivity and sensitivity to ensure the safety of traditional medicines. The purpose of this study was to validate the assay method dexamethasone using high performance liquid chromatography (HPLC) and applying traditional medicine dexamethasone stiff add.

Determination of dexamethasone was performed using HPLC (Jazco) method equipped with UV-Vis detector at a wavelength of 242,5 nm. The stationary phase used is C₁₈ and the mobile phase is a mixture of acetonitrile and 0,1% orthophosphoric acid (70:30, v/v) with a flow rate of 1 mL/min. Validation test was conducted on the test of precision, accuracy, selectivity, linearity and sensitivity.

The results showed that the validation test meets the requirements. Parameter validation values obtained dexamethasone respectively, that is: precision test generates % RSD 0,321%, accuracy test of 100,189%- 100,804%, good selectivity, linearity with the correlation (r) = 0,999, while the LOD of 0,926 mg/mL and the LOQ of 3,086 mg/mL. The average levels of dexamethasone in traditional medicine stiff is 100,185%. Below the results indicate the assay of dexamethasone in traditional medicine can be applied with a stiff fine.

Keywords: Validation, dexamethasone, traditional medicines stiff, HPLC