

**VALIDASI METODE ANALISIS DAN PENETAPAN KADAR
PARASETAMOL DALAM TABLET MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROFLUOROMETRI**



SKRIPSI

**IKA FAJAR RAKHMAWATI
1408010109**

**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH PURWOKERTO
2018**

**VALIDASI METODE ANALISIS DAN PENETAPAN KADAR
PARASETAMOL DALAM TABLET MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROFLUOROMETRI**



SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
Memperoleh gelar Sarjana Farmasi

**IKA FAJAR RAKHMAWATI
1408010109**

**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH PURWOKERTO
2018**

HALAMAN PERSETUJUAN

**VALIDASI METODE ANALISIS DAN PENETAPAN KADAR
PARASETAMOL DALAM TABLET MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROFLUOROMETRI**

IKA FAJAR RAKHMAWATI

1408010109

Diperiksa dan disetujui oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Asmiyenti Djaliasrin Djali, M.Si

NIP. 197405222000122001

Dr. Nunuk Aries Nurulita, M.Si., Apt

NIK. 2160217

HALAMAN PENGESAHAN

VALIDASI METODE ANALISIS DAN PENETAPAN KADAR
PARASETAMOL DALAM TABLET MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROFLUOROMETRI

IKA FAJAR RAKHMAWATI

1408010109


Telah dipertahankan di depan Panitia Ujian Skripsi
Pada Hari Sabtu tanggal 11 Agustus 2018

SUSUNAN PANITIA

Ketua

Sekretaris



Dr. Pri Iswati Utami, M.Si., Apt.
NIK. 2160218


Ika Nurziah, M.Sc., Apt.
NIK. 2160747

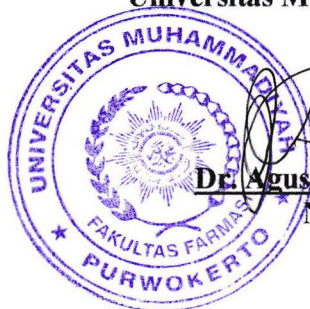
Penguji I

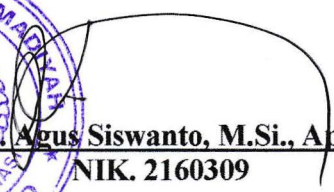
Penguji II


Dr. Asmiyenti Djaliasrin Djailil, M.Si.
NIP. 197405222000122001


Dr. Nunuk Arnes Nurulita, M.Si., Apt.
NIK. 2160217

Mengetahui
Dekan Fakultas Farmasi
Universitas Muhammadiyah Purwokerto




Dr. Agus Siswanto, M.Si., Apt.
NIK. 2160309

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ika Fajar Rakhmawati

NIM : 1408010109

Program Studi : Farmasi

Fakultas : Farmasi

Perguruan Tinggi : Universitas Muhammadiyah Purwokerto,

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini adalah hasil karya saya dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar serta bukan hasil penjiplakan dari karya orang lain.

Demikian pernyataan ini saya buat dan apabila kelak dikemudian hari terbukti ada unsur penjiplakan, saya bersedia mempertanggungjawabkan sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Purwokerto, Juli 2018

Yang membuat pernyataan



Ika Fajar Rakhmawati
Ika.

IKA FAJAR RAKHMAWATI

1408010109

MOTTO

“Bahagia itu bukan seberapa banyak yang kita dapatkan, tetapi seberapa besar kita dapat bersyukur atas Nikmat yang telah diberikan oleh-Nya”

“Bahagia yang sesungguhnya adalah melihat orang-orang yang ada disekitar kita bahagia karena kita”

(Penulis)



PERSEMBAHAN

Ucapan terima kasih dan syukur atas kehadiran Allah SWT, atas segala rahmat, nikmat dari karunia dan hidayah-Nya dengan kerendahan hati dan ketulusan hati, saya persembahkan karya ini kepada:

Bapak dan Ibu

Mugi Suyatno dan Sri Puji Lestari yang selalu mendo'akanku, terimakasih atas dukungan, serta kasih sayang yang tulus dan selalu memberikan semangat yang tiada hentinya serta dukungan materi sehingga saya dapat membersembahkan karya ini untuk kedua orang tua saya.

Adik Saya

Fikri Kurniawan, terima kasih atas dukungan dan selalu memberikan semangat selama ini, semoga kelak dapat menjadi contoh yang baik untukmu, dan dapat membanggakan keluarga

Sahabat Saya

Rizqi Larasati, Linar Wulandari, Eka Rahayu Berakit Fitriyaningsih, Rizka Nabilah, dan Andys Novira Rochana terima kasih selalu menemani saya, memberi segala masukan dan teguran kepada saya dan selalu mendengarkan cerita suka maupun duka dalam penyusunan skripsi ini

Spektrofluoro Team

Bondan Bagus, Linar Wulandari, Eka Febriani, Eka Rahayu Berakit, dan Rizka Nabilah yang berjuang bersama dari awal penelitian hingga akhir dan terselesaikan skripsi ini

Sahabat SMA

Wilma Fadilla, Metria Larasati, Dhea Imas, Fitri Nur Karomah, Fajrian Hardiansyah, dan Hanif Nasrulloh yang masih setia menemani hingga ke jenjang perkuliahan walaupun sudah mempunyai kesibukan masing-masing tetapi selalu memberikan dukungan dan doa hingga saat ini

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul Validasi Metode Analisis dan Penetapan Kadar Parasetamol dalam Tablet menggunakan Metode Spektrofluorometri. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi pada Program Studi S1 Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto.

Penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada yang terhormat:

- (1) Dr. H. Syamsuhadi Irsyad, S.H.,M.H., selaku Rektor Universitas Muhammadiyah Purwokerto
- (2) Dr. Agus Siswanto, M.Si.,Apt selaku Dekan Farmasi yang telah memberi berbagai informasi dan bimbingan tentang tata laksana penyusunan skripsi;
- (3) Wahyu Utamingrum, M.Sc.,Apt selaku Ketua Program Studi S1 Farmasi yang telah memberi berbagai informasi dan bimbingan tentang tata laksana penyusunan skripsi;
- (4) Dr. Asmiyenti Djaliasrin Djlalil, M.Si dan Dr. Nunuk Aries Nurulita, M.Si.,Apt selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan dalam penyusunan skripsi ini;
- (5) Dr. Pri Iswati Utami, M.Si.,Apt yang telah memberikan berbagai pertanyaan untuk menguji kelayakan sebagai sarjana Farmasi;
- (6) Ika Nurzijah, M.Sc.,Apt yang telah memberikan berbagai pertanyaan untuk menguji kelayakan sebagai sarjana Farmasi;

- (7) Seluruh Dosen Fakultas Farmasi yang telah membimbing dan memberikan ilmunya dengan penuh kesabaran dan keikhlasan.
- (8) Laboran Kimia Organik Bu Sari yang telah memberikan waktu, kesempatan dan arahan serta bimbingan dalam menyelesaikan skripsi ini.
- (9) Bapak dan Ibu serta Adik tercinta yang telah memberikan bantuan dan dukungan baik material maupun moral;

Akhir kata, semoga Allah SWT memberikan balasan atas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu. Amin.

Purwokerto, Juli 2018

Penulis

RAKHMAWATI

IKA

FAJAR

1408010109

RIWAYAT HIDUP

Nama : Ika Fajar Rakhmawati

NIM / Angkatan : 1408010109 / 2014

Tempat, tanggal lahir : Banyumas, 15 November
1996

Jenis Kelamin : Perempuan

Agama : Islam

Alamat : Perumahan Griya Satria Bantarsoka Blok
B-18 RT 01/09 Purwokerto barat

Riwayat Pendidikan : TK Al-Irsyad Al-Islamiyyah
Purwokerto

SD Al-Irsyad Al-Islamiyyah Purwokerto

SMP Negeri 8 Purwokerto

SMA Negeri 4 Purwokerto

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN
PUBLIKASI SKRIPSI UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademika Universitas Muhammadiyah Purwokerto dan demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Ika Fajar Rakhmawati

NIM : 1408010109

Program Studi : Farmasi

Fakultas : Farmasi

Perguruan Tinggi : Universitas Muhammadiyah Purwokerto,

Jenis karya : Skripsi

menyetujui untuk memberikan Hak Bebas Royalti Non eksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*) kepada Universitas Muhammadiyah Purwokerto atas karya ilmiah saya yang berjudul:

Validasi Metode Analisis Parasetamol dalam Tablet menggunakan Metode
Spektrofluorometri

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Non eksklusif ini Universitas Muhammadiyah Purwokerto berhak menyimpan, mengalih media / mengalih formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan skripsi saya dengan tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Purwokerto

Pada tanggal : Juli 2018

Yang menyatakan,



Ika Fajar Rakhmawati

1408010109

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS	iv
MOTTO	v
LEMBAR PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
RIWAYAT HIDUP	xi
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xi
v	
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
ABSTRAK	xvii
<i>ABSTRACT</i>	
xviii	
BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	2
C. Tujuan Penelitian	2
D. Manfaat penelitian	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

A. Penelitian Terdahulu	4
B. Parasetamol	5
C. Tablet	7
D. Spektrofluorometri	8
E. Validasi Metode	11
F. Kerangka Konsep	13
G. Hipotesis	13

BAB III METODE PENELITIAN

A. Jenis dan Rancangan Penelitian	14
B. Definisi Variabel Operasional	14
C. Waktu dan Tempat Penelitian	14
D. Alat dan Bahan	14
E. Cara Penelitian	15
1. Pembuatan reagen	15
2. Validasi metode	15
a. Penentuan Panjang Gelombang Eksitasi dan Emisi	15
b. Optimasi pH	16
c. Kurva Baku dan Linearitas	16
d. Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	16
e. Keseksamaan (Presisi)	16
f. Ketepatan (Akurasi)	17
3. Penetapan Kadar	17
F. Analisis Hasil	18

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Validasi Metode

1. Optimasi Panjang Gelombang Optimum 20
2. Optimasi pH 22
3. Penentuan Kurva Baku dan Linearitas 23
4. Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) 24
5. Presisi 25
6. Akurasi 25

B. Penetapan Kadar 27

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan 28

B. Saran 28

DAFTAR PUSTAKA 29**LAMPIRAN** 31

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Optimasi Panjang Gelombang Emisi pada Eksitasi 330 nm	20
Tabel 4.2 Optimasi Panjang Gelombang Eksitasi pada Emisi 430 nm	21
Tabel 4.3 Optimasi Panjang Gelombang Emisi pada Eksitasi 310 nm	21
Tabel 4.4 Data Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	24
Tabel 4.5 Data Hasil Presisi	25
Tabel 4.6 Data Hasil Perolehan Kembali (<i>recovery</i>)	26
Tabel 4.7 Data Hasil Penetapan Kadar Parasetamol	27



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Kimia Parasetamol	6
Gambar 2.2 Komponen-Komponen Fluorometer	9
Gambar 2.3 Komponen-Komponen Spektrofluorometer	10
Gambar 2.4 Kerangka Konsep Penelitian	13
Gambar 4.1 Reaksi Oksidasi Parasetamol	19
Gambar 4.2 Hasil Optimasi pH	23
Gambar 4.3 Kurva Baku Parasetamol	23



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Certificate of Analys Paracetamol	31
Lampiran 2 Tabel Koefisien sederhana, r tabel taraf kepercayaan 5% dan 1%	32
Lampiran 3 Data Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	33
Lampiran 4 Data Perhitungan Presisi	34
Lampiran 5 Data Penimbangan Bobot Tablet Parasetamol	35
Lampiran 6 Data Hasil Perhitungan Akurasi	36
Lampiran 7 Data Hasil Perhitungan Penetapan Kadar	39
Lampiran 8 Data Asli Hasil Spektrofluorometer	41



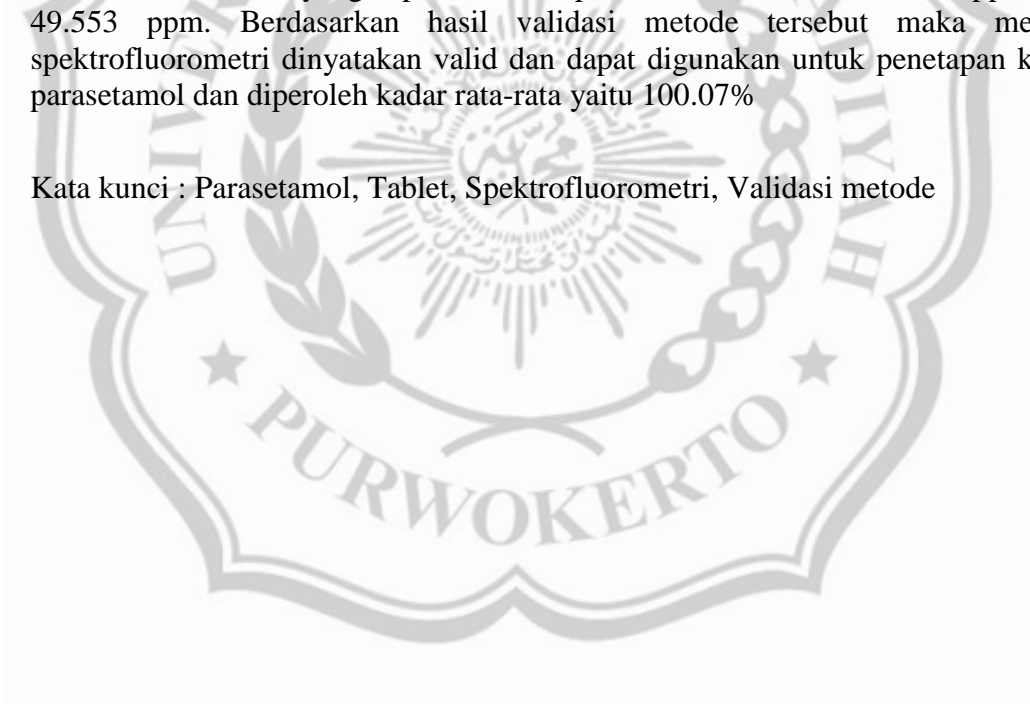
Validasi Metode Analisis dan Penetapan Kadar Parasetamol dalam Tablet menggunakan Metode Spektrofluorometri

Ika Fajar Rakhmawati¹, Asmiyenti Djaliasrin Djalil², Nunuk Aries Nurulita³

ABSTRAK

Parasetamol tablet merupakan salah satu sediaan yang sering dikonsumsi pada masyarakat biasa digunakan sebagai obat analgetik antipiretik. Parasetamol berupa serbuk hablur putih dan tidak berbau. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan metode yang valid untuk analisis parasetamol dalam tablet menggunakan spektrofotometri. Validasi metode analisis meliputi penentuan panjang gelombang eksitasi (λ_{ex}) dan panjang gelombang emisi (λ_{em}), linearitas, LOD, LOQ, presisi dan akurasi. Untuk panjang gelombang yang diperoleh yaitu $\lambda_{ex} = 310$ dan $\lambda_{em} = 427$. Nilai RSD pada presisi 0.208 (<2%). Nilai persen perolehan kembali (*recovery*) rata-rata uji akurasi adalah 100.23% (98-102%). Limit deteksi dan limit kuantitasi yang diperoleh dari penelitian ini sebesar 14.866 ppm dan 49.553 ppm. Berdasarkan hasil validasi metode tersebut maka metode spektrofotometri dinyatakan valid dan dapat digunakan untuk penetapan kadar parasetamol dan diperoleh kadar rata-rata yaitu 100.07%

Kata kunci : Parasetamol, Tablet, Spektrofotometri, Validasi metode



Analytical Method Validation and Determination of Paracetamol Concoction in Tablets using Spectrofluorometric Method

Ika Fajar Rakhmawati¹, Asmiyenti Djaliasrin Djalil², Nunuk Aries Nurulita³

ABSTRACT

Paracetamol tablets are one of the most common preparations that are widely consumed by people as an antipyretic analgesic drug. The drug is in the form of white crystal powder and odorless. This study aims to obtain a valid method for the analysis of paracetamol in tablets by using spectrofluorometric. Validation of analytical methods included the determination of excitation wavelength (λ_{ex}), emission wavelength (λ_{em}), linearity, LOD, LOQ, precision and accuracy. For the wavelength obtained was $\lambda_{ex} = 310$ and $\lambda_{em} = 427$. RSD value was 0.208 (<2%). The average percent recovery (recovery) value of the assay test was 100.23% (98-102%). Limit of detection and limit of quantitation obtained from this research were 14.866 ppm and 49.553 ppm, respectively. Based on the validation of the method, the spectrofluorometric method was valid and can be used for the determination of paracetamol content and obtained the average content of 100.07%

Keywords: Paracetamol, Tablet, Spectrofluorometric, Method Validation