

**VALIDASI METODE ANALISIS ASAM MEFENAMAT DAN
PENETAPAN KADAR DALAM TABLET DENGAN METODE
SPEKTROFLUOROMETRI**



SKRIPSI

LINAR WULANDARI

1408010110

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

**VALIDASI METODE ANALISIS ASAM MEFENAMAT DAN
PENETAPAN KADAR DALAM TABLET DENGAN METODE
SPEKTROFLUOROMETRI**



SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat
Untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi

LINAR WULANDARI

1408010110

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

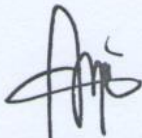
HALAMAN PERSETUJUAN

**VALIDASI METODE ANALISIS DAN PENETAPAN KADAR ASAM MEFENAMAT
DALAM TABLET MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFLUOROMETRI**

**LINAR WULANDARI
1408010110**

Skripsi ini telah disetujui dosen pembimbing skripsi untuk diajukan ke sidang skripsi

Pembimbing I



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

Pembimbing II



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

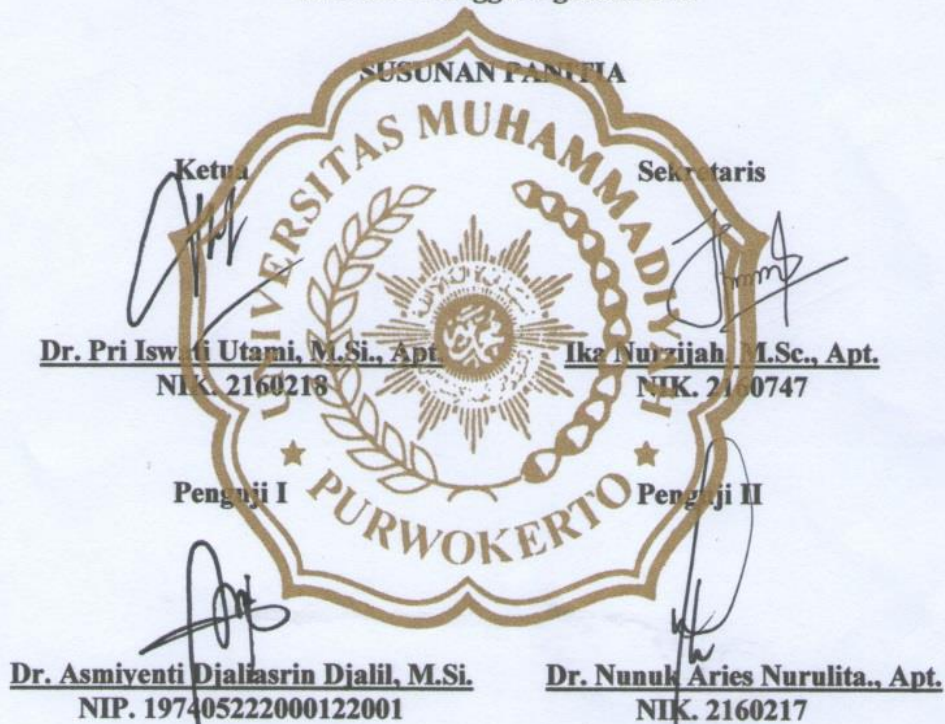
HALAMAN PENGESAHAN

**VALIDASI METODE ANALISIS DAN PENETAPAN KADAR ASAM
MEFENAMAT DALAM TABLET MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROFLUOROMETRI**

LINAR WULANDARI

1408010110

**Telah dipertahankan di depan Panitia Ujian Skripsi Pada
hari Sabtu tanggal Agustus 2018**



**Mengetahui
Dekan Fakultas Farmasi**

Universitas Muhammadiyah Purwokerto



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

HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Linar Wulandari
NIM : 1408010110
Prodi : Farmasi
Fakultas : Farmasi
Universitas : Universitas Muhammadiyah Purwokerto

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

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

Purwokerto, 27 Juli 2018

Yang membuat pernyataan



Linar Wulandari

1408010110

MOTTO

**“ Jangan pernah katakan tidak bisa padahal kamu belum membuktikannya.
Go ahead and reach your dream.”**



HALAMAN PERSEMBAHAN

Puji syukur saya ucapkan kepada Allah SWT, serta shalawat senantiasa tercurahkan unruk Nabi Muhammad SAW. Karya sederhana ini ku persembahkan untuk:

1. Orang tua tercinta Bapak Sunarto dan Ibu Yuli Wiloedjeng Lila W yang selalu memberikan dukungan serta doa.
2. Dosen pembimbing terbaik Dr. Asmiyenti Djaliasrin Djalil, M.Si dan Dr. Nunuk Aries Nurulita, M.Si., Apt yang selalu memberikan senyum dan semangat dalam mengajarkan dan membimbing saya dalam mengerjakan skripsi ini.
3. Sahabat yang selalu ada dikala senang dan sedih Andys Novira R, Eka Febriani, Ika Fajar R, Rizka Nabilah, Eka Rahayu Berakit F, dan Rizqi Larasati, Zaim Firdaus I, Bondan Bagus W.
4. Sahabat putih abu-abu yang selalu ada dan menjadi tempat berkeluh kesah Elfrida Ayu K, Lintang Cahyaningtyas, Mentari, Puput Ayu P.
5. Team Spektrofluoro Eka Febriani, Ika Fajar R, Rizka Nabilah, Eka Rahayu Berakit F, Bondan Bagus W yang selalu semangat dan tidak pernah lelah.
6. Teman BEM yang akan selalu menjadi bagian dari cerita hidup saya Venna Krisna Budi dan Resa Sistanti R.
7. Farmasi B angkatan 2014 yang selalu memberikan keceriaan dalam hidup saya.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin, segala puji bagi Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi ini yang berjudul "Validasi Metode Analisis dan Penetapan Kadar Asam Mefenemat dalam Tablet Menggunakan Metode Spektrofluorometri". Skripsi ini disusun guna memenuhi persyaratan untuk mencapai derajat Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto.

Dalam kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Dr. Agus Siswanto, M.Si., Apt selaku Dekan Farmasi yang telah memberikan berbagai informasi dan bimbingan tentang tata laksana penyusunan skripsi.
2. Dr. Asmiyenti Djaliasrin Djali, M.Si dan Dr. Nunuk Aries Nurulita, M.Si., Apt yang telah berkenan membimbing dan mengarahkan penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Laboran Kimia Organik ibu Dwi Wulansari, S.Si selaku laboran yang telah membantu dalam proses penelitian.
4. Orang tua saya yang selalu memberikan doa dan motivasinya dalam setiap langkah perjalanan saya.
5. Serta sahabat dan teman-teman yang selalu memberikan dukungan kepada saya dalam mengerjakan skripsi ini.

Demikian, semoga Allah SWT memberikan balatas atas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi setiap orang yang membacanya. Amin.

Purwokerto, 27 Juli 2018

Linar Wulandari

1408010110

RIWAYAT HIDUP

A. IDENTITAS

Nama : Linar Wulandari
Nim : 1408010110
Tempat/Tanggal Lahir : Bekasi, 02 Oktober 1996
Agama : Islam
Jenis Kelamin : Perempuan
Alamat : Jl. Musholla At-Taufiq 9 RT/RW 003/016
No. 85 Ujung Harapan, Bekasi

B. RIWAYAT PENDIDIKAN

1. TK Bina Cempaka : Lulus Tahun 2002
2. SDN Pejuang IV : Lulus Tahun 2008
3. SMPIT Gema Nurani : Lulus Tahun 2011
4. SMAIT PB. Soedirman Bekasi 2 : Lulus Tahun 2014
5. Fakultas Farmasi Ump : Masuk Tahun 2014

C. Pengalaman Organisasi

1. BEM Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto periode 2015-2016
2. BEM Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto periode 2016-2017

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

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

Nama : Linar Wulandari
NIM : 1408010110
Program Studi : S1 Farmasi
Fakultas : Farmasi
Perguruan Tinggi : Universitas Muhammadiyah Purwokerto
Jenis Karya : Skripsi

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

Validasi Metode Analisis dan Penetapan Kadar Asam Mefenamat dalam Tablet
Menggunakan Metode Spektrofluorometri

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Muhammadiyah Purwokerto berhak menyimpan, mengalihmedia/ mengalih formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat dan mempublikasi 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 : 27 Juli 2018

Yang menyatakan,

Linar Wulandari

NIM 1408010110

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iv
MOTTO	v
PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
RIWAYAT HIDUP	viii
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
ABSTRAK	xvi
<i>ABSTRACT</i>	xvii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1

A. Perumusan Masalah	2
B. Tujuan Penelitian	2
C. Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
A. Hasil Penelitian Terdahulu	4
B. Landasan Teori.....	4
1. Asam Mefenamat	4
2. Spektrofluorometri.....	5
3. Validasi metode.....	8
C. Kerangka Konsep	10
D. Hipotesis	11
BAB III METODE PENELITIAN	12
A. Jenis dan Rancangan Penelitian	12
B. Variabel Operasional	12
C. Waktu dan Tempat Penelitian	12
D. Alat dan Bahan	12
E. Cara Penelitian	13
F. Analisis Data	16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	16
A. Optimasi pelarut	18
B. Penentuan panjang gelombang optimum	18
C. Penentuan kurva baku dan penentuan linearitas.....	20
D. Penentuan LOD dan LOQ.....	21
E. Uji presisi	22

F. Uji akurasi	23
G. Penetapan Kadar.....	24
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	25
A. Kesimpulan	25
B. Saran	25
DAFTAR PUSTAKA	27
LAMPIRAN	29



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Hasil optimasi pelarut	18
Tabel 4.2 Hasil optimasi panjang gelombang emisi	19
Tabel 4.3 Hasil optimasi panjang gelombang eksitasi	19
Tabel 4.4 Hasil optimasi panjang gelombang eksitasi dan emisi optimai.....	20
Tabel 4.5 Hasil perhitungan batas deteksi dan batas kuantitasi	22
Tabel 4.6 Hasil uji presisi larutan standar asam mefenamat 4 µg/mL	23
Tabel 4.7 Hasil uji akurasi	24
Tabel 4.8 Hasil penetapan kadar	25

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur Asam mefenamat	5
Gambar 2.2 Komponen utama spektrofluoro	8
Gambar 2.3 Kerangka konsep penelitian	10
Gambar 4.1 Kurva hubungan antara konsentrasi dan intensitas fluoresensi.....	21



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Tabel koefisien sederhana r tabel	29
Lampiran 2. Uji linearitas	30
Lampiran 3. Data perhitungan LOD dan LOQ	31
Lampiran 4. Data perhitungan uji presisi	32
Lampiran 5. Data perhitungan akurasi	33
Lampiran 6. Data perhitungan penetapan kadar	36



Validasi Metode Analisis dan Penetapan Kadar Asam Mefenamat dalam Tablet
menggunakan Metode Spektrofluorometri

Linar Wulandari¹, Asmiyenti Djaliasrin Djalil¹, Nunuk Aries Nurulita¹

ABSTRAK

Asam mefenamat merupakan obat yang memiliki sifat anti-inflamasi dengan efek analgesik dan antipiretik. Penelitian ini didasarkan pada derivatisasi asam mefenamat dengan $AlCl_3$ sehingga membentuk senyawa kompleks. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan metode yang valid untuk analisis asam mefenamat 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 $\lambda_{ex} = 345$ dan $\lambda_{em} = 460$. Nilai RSD pada presisi 0,068% (<2%). Nilai persen perolehan kembali (*recovery*) rata-rata uji akurasi adalah 100,27% (98-102%). Limit deteksi dan limit kuantitasi yang diperoleh dari penelitian ini sebesar 0,3111 $\mu\text{g/mL}$ dan 1,039 $\mu\text{g/mL}$. Berdasarkan hasil validasi metode tersebut maka metode spektrofotometri dinyatakan valid dan dapat digunakan untuk penetapan kadar asam mefenamat dan diperoleh kadar rata-rata yaitu 116,06%

Kata kunci : Asam Mefenamat, Tablet, Spektrofotometri, Validasi metode.

Analytical Method Validation and Determination of Mefenamic Acid
Concentration in Tablet using Spectrofluorometric

Linar Wulandari¹, Asmiyenti Djaliasrin Djalil¹, Nunuk Aries Nurulita¹

ABSTRACT

Mefenamic acid is a drug used for anti-inflammatory with analgesic and antipyretic effects. This study aims to obtain a validation method for analysis of mefenamic acid in tablets using spectrofluorometric based on the derivatization of mefenamic acid with AlCl_3 to form complex compounds. Validation of analytical methods encompassed determination of excitation wavelength (λ_{ex}), emission wavelength (λ_{em}), linearity, LOD, LOQ, precision and accuracy. The excitation wavelength was $\lambda_{\text{ex}} = 345$ and where as the emission wavelength was $\lambda_{\text{em}} = 460$. The RSD value was 0.068% (<2%). The method accuracy was 100.27% (98-102%). The limit of detection and limit of quantification obtained from this study were 0.3111 $\mu\text{g} / \text{mL}$ and 1.039 $\mu\text{g} / \text{mL}$. Based on this study, the spectrofluorometric is a valid method and can be used for the determination of mefenamic acid. The average of mefenamic acid concentration in a tablet was 116.06%

Key word: Mefenamic acid, Tablets, Spectrofluorometric, Method validation.