



**PENGEMBANGAN DAN VALIDASI METODE ANALISIS
PENETAPAN KADAR *GLICLAZIDE* DALAM SEDIAAN TABLET
SECARA KLT DENSITOMETRI**

SKRIPSI

Oleh

Feby Erliana

NIM 082210101070

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER
2012**



**PENGEMBANGAN DAN VALIDASI METODE ANALISIS
PENETAPAN KADAR *GLICLAZIDE* DALAM SEDIAAN TABLET
SECARA KLT DENSITOMETRI**

SKRIPSI

Diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan Strata I (SI) Farmasi dan mencapai gelar Sarjana Farmasi

Oleh

Feby Erliana
NIM 082210101070

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER
2012**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Tuhan Yesus Kristus atas segala penyertaan dan berkatNya menuntun setiap langkah hidupku sampai terwujud cita-citaku;
2. Papa ku Suherman dan Mama ku Eny Sunarto serta kakakku Christiana Natalia yang telah memberiku banyak inspirasi, mereka segalanya bagiku, terima kasih atas kepercayaan, pengorbanan dan doanya;
3. Bapak dan ibu Guru di TK Siswa Rini II, SDK Maria Fatima 2, SMPK Maria Fatima dan SMAK Santo Paulus dan Universitas Jember yang telah memberikan ilmu dan wawasan yang tak bertepi;
4. Almamater Fakultas Farmasi Universitas Jember semoga skripsi ini bermanfaat dan dapat menambah referensi ilmu pengetahuan khususnya dalam bidang kimia farmasi.

MOTTO

Tetapi seperti ada yang tertulis: “Apa yang tidak pernah dilihat oleh mata, dan tidak pernah didengar oleh telinga, dan yang tidak pernah timbul di dalam hati manusia: semua yang disediakan Allah untuk mereka yang mengasihi Dia”.

(I Korintus 2:9)

Sebab Allah setia dan karena itu Ia tidak akan membiarkan kamu dicobai melampaui kekuatanmu. Pada waktu kamu dicobai Ia akan memberikan kepadamu jalan keluar sehingga kamu dapat menanggungnya.

(I Korintus 10:13b)

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Feby Erliana

Nim : 082210101070

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “*Pengembangan dan Validasi Metode Analisis Penetapan Kadar Gliclazide dalam Sediaan Tablet Secara KLT Densitometri*” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 11 Juni 2012

Yang menyatakan,

Feby Erliana

082210101070

SKRIPSI

**PENGEMBANGAN DAN VALIDASI METODE ANALISIS PENETAPAN
KADAR GLICLAZIDE DALAM SEDIAAN TABLET SECARA KLT
DENSITOMETRI**

Oleh

Feby Erliana

082210101070

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Yuni Retnaningtyas, S.Si., Apt., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Lestyo Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “*Pengembangan dan Validasi Metode Analisis Penetapan Kadar Gliclazide dalam Sediaan Tablet Secara KLT Densitometri*” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Farmasi Universitas Jember pada :

Hari, Tanggal : Senin, 11 Juni 2012

Tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember

Tim Penguji

Ketua,

Sekretaris,

Yuni Retnaningtyas, S.Si., Apt., M.Si.

NIP 197806092005012004

Lestyo Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm.

NIP 197604142002122001

Dosen Penguji I,

Dosen Penguji II,

Ayik Rosita P, S.Farm., Apt., M.Farm.

NIP 198102012006042001

Lidya Ameliana, S.Si., Apt., M.Farm.

NIP 198004052005012005

Mengesahkan,

Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember

Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc., Ph.D.

NIP 196902011994031002

RINGKASAN

Pengembangan dan Validasi Metode Analisis Penetapan Kadar *Gliclazide* dalam Sediaan Tablet Secara KLT Densitometri; Feby Erliana, 082210101070; 2012: 46 halaman; Jurusan Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Gliclazide merupakan obat antidiabetes oral dari golongan sulfonilurea generasi II. Obat ini bekerja dengan cara merangsang pengeluaran insulin pada sel beta pankreas. Tujuan penelitian ini adalah mengembangkan suatu metode KLT Densitometri untuk menetapkan kadar *Gliclazide* dalam sediaan tablet. Analisis *Gliclazide* dengan KLT Densitometri, masih belum memiliki metode penentuan kadar yang terpublikasikan. Maka untuk mengembangkan analisis *Gliclazide*, penelitian tersebut dilakukan dengan metode KLT Densitometri.

Sesuai dengan hasil optimasi, *Gliclazide* dilarutkan dalam kloroform p.a dan dieluasi menggunakan fase diam KLT silika gel GF 254 dengan fase gerak menggunakan toluen p.a : etil asetat p.a (1:1). Lempeng dianalisis menggunakan Camag *TLC Scanner 3*, dengan konsentrasi uji 400 ppm menggunakan detektor UV-Vis pada panjang gelombang 234 nm. Metode KLT Densitometri untuk penentuan kadar tablet *Gliclazide* memberikan hasil analisis yang spesifik dengan uji *purity* > 0,99 dan uji *identity* > 0,99; linier ($r = 0,999$ dan $V_{xo} = 2,406 \%$); sensitif ($LOD = 28,78$ ng dan $LOQ = 86,35$ ng); presisi (RSD keterulangan 0,4086% dan presisi antara sebesar 1,077 %) dan akurat ($\% Recovery \pm SD = 100,5 \% \pm 0,113$).

Berdasarkan hasil penelitian, menunjukkan bahwa sampel tablet Glicab[®] (Tempo Scan Pacific) mengandung *Gliclazide* kadar $\pm SD$ sebesar $100,5 \% \pm 0,319$ dan Glucodex[®] (Dexa Medica) mengandung *Gliclazide* kadar $\pm SD$ sebesar $100,1 \% \pm 1,268$ dimana kadar tersebut memenuhi persyaratan yang tertera pada monografi yaitu kadar *Gliclazide* dalam sediaan tablet (95 % -105 %).

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Tuhan Yesus Kristus karena atas rahmat serta penyertaan-Nya, penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi tentang **“Pengembangan dan Validasi Metode Analisis Penetapan Kadar *Gliclazide* dalam Sediaan Tablet secara KLT Densitometri”** dengan baik. Adapun tulisan ini penulis selesaikan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan Strata I (SI) Farmasi dan mencapai gelar Sarjana Farmasi.

Skripsi ini tidak mungkin terwujud tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada beberapa pihak berikut ini yang telah membantu terselesaikannya skripsi ini:

1. Prof. Drs. Bambang Kuswandi, M.Sc. Ph.D., selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember;
2. Yuni Retnaningtyas, S.Si., Apt., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Lestyo Wulandari., S.Si., Apt., M.Farm., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang selalu dengan sabar memberikan ilmu dan bimbingan kepada penulis;
3. Ayik Rosita P, S.Farm., Apt., M.Farm selaku Dosen Penguji I dan Lidya Ameliana, S.Si., Apt., M.Farm selaku Dosen Penguji II yang telah banyak memberikan saran dan kritik membangun kepada penulis;
4. Afifah Machlaurin, S.Farm., Apt dan Ayik Rosita P, S.Farm., Apt., M.Farm selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah banyak memberikan saran dan dengan sabar mengarahkan, serta memberi masukan dalam aktivitas perkuliahan penulis;
5. PT. Ikapharmindo, yang telah memberikan bantuan bahan baku *Gliclazide*, terima kasih atas bantuannya;
6. Papa dan Mamaku tercinta serta kakakku Christiana Natalia atas setiap doa, dukungan, cinta, pengorbanan dan kasih sayang kalian;

7. Bu Wayan dan Mbak Hani selaku teknisi Laboratorium Kimia Farmasi; Bu Widi dan Mbak Anggar selaku teknisi Laboratorium Biologi Farmasi. Terima kasih atas bantuannya selama orientasi penelitian dan penyusunan proposal ini;
8. Seluruh dosen Bagian Kimia Farmasi, Pak Koko dan Bu Indah. Terima kasih atas ilmu dan perhatian yang telah diberikan, sangat memberi motivasi dan pencerahan kepada penulis;
9. Teman-teman seperjuanganku di laboratorium kimia: Geby, Diyan, Putri K., Cindy, Yayak yang selalu ramai bergurau saat ngelab bersama,, aku pasti merindukan kalian!!;
10. Sahabatku dan teman-temanku: Geby, Fenny, Melyn, dan Sonya, *never ending friendship*.,
11. Seluruh staf dan karyawan Fakultas Farmasi Universitas Jember atas seluruh bantuan yang telah diberikan.
12. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan pada tulisan yang telah penulis susun ini sehingga kritik dan saran yang bersifat membangun sangat penulis harapkan dari para pembaca untuk menyempurnakan penyusunan selanjutnya di masa mendatang. Semoga Tuhan Yesus memberikan berkat dan anugerah, serta lindungannya kepada seluruh pihak yang telah membantu dalam penyelesaian tulisan ini. Amin.

Jember, Juni 2012

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PENYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKARTA	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Tinjauan tentang Sulfonilurea	4
2.2 Tinjauan tentang Gliclazide	5
2.3 Tinjauan tentang Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	6
2.3.1 Fase Gerak (Eluen)	6
2.3.2 Fase diam	7

2.3.3 Elusi	8
2.3.4 Analisis Kualitatif	8
2.3.5 Analisis Kuantitatif	9
2.4 Tinjauan tentang Densitometri	10
2.5 Tinjauan tentang Optimasi Kondisi KLT	12
2.5.1 Resolusi (Rs)	13
2.5.2 Lempeng Teoritis (<i>Theoretical Plate Number/N</i>)	13
2.5.3 Tinggi Pelat/Lempeng (H)	14
2.6 Tinjauan tentang Validasi Metode Analisis	14
2.6.1 Spesifisitas	15
2.6.2 Linearitas	16
2.6.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi(Sensitivitas)	17
2.6.4 Presisi (Keseksamaan)	18
2.6.5 Akurasi (Kecermatan)	20
BAB 3. METODE PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	23
3.2 Rancangan Penelitian	23
3.3 Alat dan Bahan	24
3.3.1 Alat	24
3.3.2 Bahan	24
3.4 Optimasi Kondisi Analisis	24
3.4.1 Optimasi Pelarut	24
3.4.2 Optimasi Eluen	24
3.4.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	25
3.4.4 Optimasi Konsentrasi Analit	25
3.5 Validasi Metode Analisis	25
3.5.1 Spesifisitas.....	25
3.5.2 Linieritas	27

3.5.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi (Sensitivitas)	27
3.5.4 Presisi	28
3.5.5 Akurasi	29
3.6 Penetapan Kadar <i>Gliclazide</i> dalam Sediaan Tablet	30
3.6.1 Preparasi Standar	30
3.6.2 Preparasi Eluen	30
3.6.3 Penjenuhan Chamber.....	30
3.6.4 Preparasi Sampel	30
3.6.5 Penotolan Larutan Standar dan Sampel	30
3.6.6 Eluasi Lempeng KLT	30
3.6.7 Analisis KLT	30
3.6.8 Menghitung Kadar % b/b <i>Gliclazide</i> dalam Sediaan Tablet	30
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	31
4.1 Optimasi Kondisi Analisis	31
4.1.1 Optimasi Pelarut	31
4.1.2 Optimasi Eluen.....	33
4.1.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	34
4.1.4 Optimasi Konsentrasi Analit.....	35
4.2 Validasi Metode Analisis	36
4.2.1 Spesifisitas	36
4.2.2 Linieritas	39
4.2.3 Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ).....	40
4.2.4 Presisi (Keseksamaan)	41
4.2.5 Akurasi (Kecermatan)	43
4.3 Penetapan Kadar <i>Gliclazide</i> dalam Sampel Tablet	44

BAB5. KESIMPULAN DAN SARAN.....	45
5.1 Kesimpulan	45
5.2 Saran	46
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	50



DAFTAR GAMBAR

Nomor	Judul	Halaman
2.1	Struktur Kimia <i>Gliclazide</i>	5
2.2	Evaluasi Kromatogram Densitometri dengan <i>TLC Scanner</i> dan Software.....	10
2.3	Skema Kerja Densitometer Model Reflektan (Fried dan Sherma, 2003:313)	11
2.4	Skema Kerja Densitometer Model Transmittan (Fried and Sherma, 2003: 313)	12
3.1	Diagram Alur Penelitian Analisis Kuantitatif <i>Gliclazide</i> dalam Sampel Tablet secara KLT – Densitometri	23
4.1	Hasil Pengamatan Kromatogram Analit dengan Pelarut Metanol	32
4.2	Hasil Pengamatan Kromatogram Analit dengan Pelarut Kloroform.....	32
4.3	Spektra Standar <i>Gliclazide</i> pada Panjang Gelombang 200 – 400 nm	34
4.4	Spektra Sampel dan Standar <i>Gliclazide</i> pada Uji <i>Identity</i>	37
4.5	Spektra Sampel dan Standar <i>Gliclazide</i> pada Uji <i>Purity</i>	37
4.6	Kurva Linieritas Massa Berbanding Area pada <i>Gliclazide</i>	40

DAFTAR TABEL

Nomor	Judul	Halaman
2.1	Sifat-Sifat Dasar Beberapa Adsorben untuk KLT (Adnan, 1997:11)	7
2.2	Perbedaan Parameter Validasi Menurut ICH dan USP (Huber, 2007:141) ..	15
2.3	Konsentrasi analit berbanding presisi (Huber, 2007:144)	20
2.4	Persen <i>Recovery</i> Analit pada Konsentrasi yang Berbeda (Huber, 2007: 146)	22
4.1	Hasil Pengamatan Secara Visual Kelarutan <i>Gliclazide</i> dalam Pelarut yang Bervariasi	31
4.2	Perbandingan Parameter Efisiensi Kromatogram pada Komposisi Eluen yang Berbeda	33
4.3	Perbandingan Nilai Parameter Efisiensi Kromatogram dengan Konsentrasi Analit yang Berbeda	34
4.4	Hasil <i>Scanning</i> Spektrum <i>Purity</i> dari Densitometri	38
4.5	Hasil <i>Scanning</i> Spektrum <i>Identity</i> dari Densitometri	38
4.6	Koefisien Korelasi Massa dan Area Standar <i>Gliclazide</i> pada Percobaan Linieritas	39
4.7	Koefisien Korelasi Massa dan Area Standar <i>Gliclazide</i> pada Percobaan LOD dan LOQ	41
4.8	Hasil Keterulangan dengan n=6	42
4.9	Hasil Presisi Antara dalam Tiga Hari Percobaan <i>Gliclazide</i> dengan n=6	42
4.10	Hasil Akurasi <i>Gliclazide</i>	43
4.11	Hasil Penetapan Kadar <i>Gliclazide</i> dalam Sampel Tablet	44

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Judul	Halaman
A.	Data Optimasi Pelarut, Eluen, Penentuan Panjang Gelombang dan Konsentrasi Optimum	50
B.	Data Uji Spesifisitas	58
C.	Data Uji Linieritas	60
D.	Data Hasil Uji Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	62
E.	Data Presisi	64
F.	Data Akurasi	67
G.	Data Hasil Uji Penentuan Kadar <i>Gliclazide</i> dalam Sampel Tablet	71
H.	Sertifikat Analisis	73