

**PENETAPAN KADAR DEKSAMETASON
DALAM SEDIAAN TABLET SECARA KROMATOGRafi
CAIR KINERJA TINGGI**



OLEH
RISCHA THERESIA
NPM P2.31.35.0.17.054

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS FARMASI DAN MAKANAN
POLITEKNIK KESEHATAN KEMENKES JAKARTA II
2021**

**PENETAPAN KADAR DEKSAMETASON
DALAM SEDIAAN TABLET SECARA KROMATOGRafi
CAIR KINERJA TINGGI**

Karya Tulis Ilmiah Ini Diajukan sebagai Syarat Untuk Memperoleh Gelar
Ahli Madya Analis Farmasi dan Makanan



OLEH
RISCHA THERESIA
NPM P2.31.35.0.17.054

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS FARMASI DAN MAKANAN
POLITEKNIK KESEHATAN KEMENKES JAKARTA II
2021**

LEMBAR PERSETUJUAN

Karya Tulis Ilmiah dengan judul

**“Penetapan Kadar Dexametason Dalam Sediaan Tablet
Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi”**

Disusun oleh : Rischa Theresia

NPM P2.31.35.0.17.054

Telah disetujui untuk dipertahankan di hadapan Tim Penguji Karya Tulis Ilmiah Program Studi D III Analisis Farmasi dan Makanan Politeknik Kesehatan Kementerian Kesehatan Jakarta II dalam rangka Ujian Akhir Program untuk memenuhi syarat guna memperoleh Gelar Ahli Madya Analisis Farmasi dan Makanan.

Jakarta, Desember 2020

Pembimbing Utama,



Dian Maria Ulfa, M.Farm., Apt
NIP.198307312008122001

Pembimbing Pendamping,



Ai Emalia Sukmawati, S.Farm, M.Si.
NIP.196404141984092001

LEMBAR PENGESAHAN

Karya Tulis Ilmiah dengan judul

“Penetapan Kadar Deksametason Dalam Sediaan Tablet Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi ”

Disusun oleh : Rischa Theresia

NPM P2.31.35.0.17.054

Telah dipertahankan di hadapan Tim Penguji Karya Tulis Ilmiah Program Studi D III Analisis Farmasi dan Makanan Politeknik Kesehatan Kementerian Kesehatan Jakarta II dalam rangka Ujian Akhir Program untuk memenuhi syarat guna memperoleh Gelar Ahli Madya Analis Farmasi dan Makanan.

Jakarta, Desember 2020

Tim Penguji :

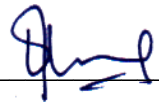
Ketua

Dian Maria Ulfa, M.Farm., Apt
NIP.198307312008122001

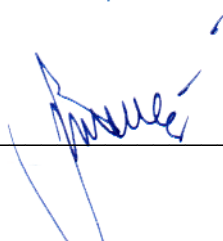


Anggota

1. Ai Emalia Sukmawati, S.Farm.,M.Si
NIP.196404141984092001



2. Silvester Maximus Tulandi, S.Farm, M.Si
NIP. 197405121995031001



Ketua Program Studi



Ai Emalia Sukmawati, S.Farm.,M.Si
NIP.196404141984092001

ABSTRACT

Rischa Theresia, "By High Performance Liquid Chromatography Assay of Dexamethasone in Tablets", under the guidance of Dian Maria Ulfa, M.Farm., Apt., and Ai Emalia Sukmawati, S.Farm., M.Si., 2020.

Dexamethasone as a glucocorticoid has been used widely to reduce tissue damage in a variety of conditions. This drug is usually prescribed in combination with other compounds such as chlorpheniramine maleate for the treatment of asthma. Tests are carried out to ensure the quality of drug and safety. One of the tests to be done is the assay. This test aims to determine Dexamethasone levels in tablet dosage form by High Performance Liquid Chromatography (HPLC method). The mobile phase is mixture of acetonitrile: aquadest (1: 3). This test was carried out on December 4, 2020 at Laboratory Department of Pharmacy and Food Analysis, Health Polytechnic, Ministry of Health, Jakarta 2. Sample testing was carried out three repetition based on the experiments and calculations that have been carried out, the average level of Dexamethasone in tablets is 113,95 % the samples does not meet the requirements according to the monograph requirements of Dexamethasone tablets in the 2014 Indonesian Pharmacopoeia Edition.

Keywords: Dexamethasone, glucocorticoid, high performance liquid chromatography, tablets

ABSTRAK

Rischa Theresia, “Penetapan Kadar Deksametason dalam Sediaan Tablet secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi”, dibawah bimbingan Dian Maria Ulfa, M.Farm., Apt., dan Ai Emalia Sukmawati, S.Farm., M.Si., 2020.

Deksametason sebagai glukokortikoid telah digunakan secara luas untuk mengurangi peradangan dan kerusakan jaringan pada berbagai kondisi. Senyawa ini biasa diresepkan dalam kombinasi dengan senyawa lain seperti klorfeniramin maleat untuk terapi penderita asma. Pengujian perlu dilakukan untuk menjamin mutu keamanan obat. Salah satu pengujian yang perlu dilakukan adalah penetapan kadar. Pengujian ini bertujuan untuk menetapkan kadar dexametason dalam sediaan tablet menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Fase geraknya yaitu campuran asetonitril : air (1 : 3) . Pengujian ini dilakukan pada tanggal 4 Desember 2020 di Laboratorium jurusan Analisis Farmasi dan Makanan Politeknik Kesehatan Kementerian Kesehatan Jakarta 2. Pengujian sampel dilakukan tiga kali pengulangan. Berdasarkan percobaan dan perhitungan yang telah dilakukan diperoleh kadar rata-rata Deksametason dalam tablet sebesar 113,95 % maka dapat disimpulkan bahwa sampel tidak memenuhi syarat sesuai dengan persyaratan monografi tablet Deksametason pada Farmakope Indonesia Edisi V tahun 2014.

Kata kunci : Deksametason, glukokortikoid, kromatografi cair kinerja tinggi, tablet

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa, yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah (KTI) ini. Adapun judul KTI ini adalah Penetapan Kadar Dekسامetason Dalam Sediaan Tablet Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.

Karya Tulis Ilmiah ini dibuat untuk memenuhi salah satu syarat kelulusan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Analis Farmasi dan Makanan di Poltekkes Kemenkes Jakarta II Program Studi Diploma III Analisis Farmasi dan Makanan. Pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih terutama kepada:

1. Orang tua dan adik yang telah memberikan doa, dukungan, perhatian dan semangat sehingga penulis dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini.
2. Ibu Ai Emalia Sukmawati, S.Farm, M.Si selaku Ketua Program Studi D-III Analisis Farmasi dan Makanan Politeknik Kesehatan Kemenkes Jakarta II dan pembimbing pendamping KTI.
3. Ibu Dian Maria Ulfa, M.Farm., Apt., selaku pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam pembuatan Karya Tulis Ilmiah.
4. Seluruh dosen, staf dan karyawan Program Studi Diploma III Analisis Farmasi dan Makanan Politeknik Kesehatan Kemenkes Jakarta II.
5. Teman-teman dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah banyak membantu selama penyusunan Karya Tulis Ilmiah ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan KTI ini masih banyak kekurangan, untuk itu saran dan kritik yang membangun sangat penulis harapkan. Akhir kata penulis berharap semoga pengujian ini dapat bermanfaat bagi penulis maupun rekan-rekan lainnya.

Jakarta, Desember 2020

Penulis

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kortikosteroid saat ini sudah dianggap sebagai obat “dewa” karena hampir beberapa penyakit dapat diobati dengan obat ini, seperti anafilatik, serangan asma yang berat dan beberapa penyakit lainnya (1). Preparat kortikosteroid terus dikembangkan dan dimodifikasi. Telah terdapat pula sintesa baru dari preparat ini sehingga kortikosteroid tidak lagi dianggap sebagai obat baru (2). Salah satunya adalah deksamethason.

Deksamethason, seperti kortikosteroid lainnya memiliki efek anti inflamasi dan anti alergi dengan pencegahan pelepasan histamin (1). Deksamethason merupakan salah satu kortikosteroid sintesis terampuh. Kemampuannya dalam menanggulangi peradangan dan alergi kurang lebih sepuluh kali lebih hebat dari pada yang dimiliki prednison (3). Penggunaan deksametason di masyarakat sering kali kita jumpai, antara lain : pada terapi gangguan inflamasi kronis, lupus eritematosus sistemik, alergi debu, asma, leukimia, kanker kelenjar getah bening, anemia hemolitik atau *auto immune*, selain itu deksametason dapat digunakan untuk menegakkan diagnosis sindroma cushing. Efek samping pemberian deksametason antara lain terjadinya insomia, osteoporosis, retensi cairan tubuh, glaukoma dan lain – lain (3)((4). Penggunaan obat deksametason seringkali menimbulkan banyak sekali permasalahan, sedangkan tingkat kesadaran masyarakat yang rendah tentang penggunaan obat ini perlu diwaspadai dampaknya. Untuk menghindari penggunaan obat dan menimbulkan rasa aman makan perlu dilakukan pengawasan dan pengujian.

Parameter pengujian mutu yang dilakukan pada sediaan obat berbentuk tablet antara lain adalah uji penetapan kadar. Uji penetapan kadar bertujuan untuk memastikan bahwa obat tidak menimbulkan risiko yang membahayakan penggunaanya karena tidak aman, mutu rendah atau tidak efektif (5).

Berdasarkan pemikiran diatas, pada kesempatan kali ini penulis melakukan pengujian penetapan kadar Deksametason dengan menggunakan prosedur metode penetapan kadar Deksametason dari Farmakope Indonesia Edisi

V tahun 2014. Diharapkan pengujian ini memberikan informasi tentang kualitas tablet Dekسامetason 0,5 mg.

1.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah pengujian ini adalah apakah tablet Dekسامetason memenuhi persyaratan jumlah kadar yang ditetapkan ?

1.3 Batasan Masalah

Pembatasan masalah pada pengujian ini yaitu melakukan penetapan kadar Dekسامetason dalam sediaan tablet secara kromatografi cair kinerja tinggi.

1.4 Tujuan Masalah

1.4.1 Tujuan Umum

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui kadar tablet Dekسامetason 0,5 mg.

1.4.2 Tujuan Khusus

Tujuan khusus dari pengujian ini yaitu untuk mengetahui kadar Dekسامetason dalam sediaan tablet tersebut apakah memenuhi syarat atau tidak.

1.5 Manfaat Penelitian

1.5.1 Bagi Mahasiswa

Pengujian ini diharapkan dapat menambah wawasan, pengetahuan dan pengalaman penulis dapat menerapkan ilmu teori maupun praktikum yang telah di dapatkan selama menempuh pendidikan, sehingga menjadi analis yang terampil dalam melakukan tugas dalam rangka pengawasan mutu.

1.5.2 Bagi Masyarakat

Karya Tulis Ilmiah ini diharapkan dapat memberikan informasi bagi pembaca dan masyarakat tentang mutu tablet Dekسامetason 0,5 mg khususnya untuk parameter penetapan kadar.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Landasan Teori

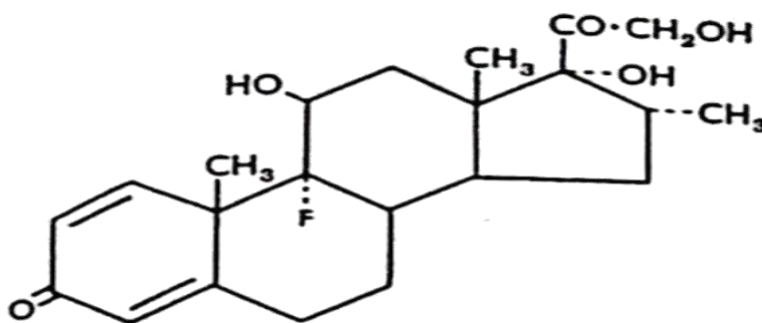
2.1.1 Deksametason

Deksametason lebih kurang 6 kali lebih kuat dari kortisol, zat ini menekan adrenal relatif kuat, maka risiko insufisiensi juga agak besar. Deksametason sering digunakan sebagai zat diagnostik untuk menentukan hiperfungsi adrenal (tes-supresi Deksametason).

Secara oral deksametason memiliki efek mineralokortikoid ringan (retensi garam dan air) (6).

Nama Kimia : Deksametasone, Deksametason

Rumus Molekul : $C_{22}H_{29}FO_5$



Gambar 1. Rumus Bangun Deksametason (7)

Nama IUPAC : 9-Fluoro-11 β ,17 α ,21-trihidroksi-16 α -metilpregna-1,4-diena-3,20-dion [50-02-2].

Pemerian : Serbuk hablur, putih sampai praktis putih; tidak berbau; stabil di udara.

Kelarutan : Agak sukar larut dalam aseton, dalam etanol, dalam dioksan dan dalam metanol; sukar larut dalam kloroform; sangat sukar larut dalam eter, praktis tidak larut dalam air (8).

2.1.2 Tablet

Tablet adalah sediaan padat mengandung bahan obat dengan atau tanpa bahan pengisi. Berdasarkan metode pembuatan, dapat digolongkan sebagai tablet cetak dan tablet kempa (8).

Sebagian besar tablet dibuat dengan cara pengempaan dan merupakan bentuk sediaan yang paling banyak digunakan. Tablet kempa dibuat dengan memberikan tekanan tinggi pada serbuk atau granul menggunakan cetakan baja. Sedangkan tablet cetak dibuat dengan cara menekan masa serbuk lembab dengan tekanan rendah ke dalam lubang cetakan (8).

2.1.3 Uji Kesesuaian Sistem

Uji Kesesuaian Sistem (UKS) adalah bagian integral dari metode kromatografi cair dan kromatografi gas. Uji ini digunakan untuk verifikasi bahwa sistem kromatografi memadai untuk analisis tersebut (8). Uji Kesesuaian Sistem terhadap beberapa parameter, yaitu :

1. Presisi

Penentuan sistem presisi dilakukan setelah larutan baku diinjeksikan beberapa kali sehingga diperoleh % RSD dari respon puncak yang dapat diukur baik sebagai tinggi puncak atau luas area puncak (9)

2. Resolusi

Resolusi (R_s) adalah perbandingan antara 2 puncak pada tinggi maksimal dengan rata – rata lebar dasar kedua puncak. Pada saat nilai $R_s = 1$ menunjukkan bahwa pemisahan masing – masing puncak telah mencapai pemisahan base line nilai $R_s = 1,5$. Nilai R_s yang semakin besar menunjukkan pemisahan yang lebih baik (9).

3. Efisiensi Kolom

Jumlah plat teoritis (N) adalah banyaknya distribusi keseimbangan dinamis yang terjadi di dalam kolom. Dalam proses pemisahan diharapkan menghasilkan harga N yang besar. Pada umumnya efisiensi kolom KC KT meningkat dengan semakin kecilnya ukuran partikel yang ada pada kolom (9).

4. Faktor Ikutan

Faktor ikutan atau *Tailing Factor (TF)* adalah terjadinya pengekoran pada kromatogram sehingga bentuk kromatogram menjadi tidak simetris. Kromatogram yang mempunyai nilai $TF = 1$ menunjukkan bahwa kromatogram tersebut bersifat setangkup atau simetris. Semakin besar nilai TF maka kolom yang dipakai semakin kurang efisien (9).

5. Faktor Kapasitas

Faktor kapasitas (k') merupakan ukuran retensi suatu komponen dalam kolom. Jika nilai k' kecil, maka komponen tertahan sebentar dalam kolom. Jika nilai k' lebih besar, maka pemisahan baik tetapi waktu yang dibutuhkan untuk analisis lebih lama dan puncaknya melebar. Sehingga ditentukan nilai k' optimum antara 1- 10 (9).

2.1.4 Kromatografi

Teknik pemisahan kromatografi adalah metode pemisahan multi tahap dimana komponen suatu sampel didistribusikan antara dua fase, yaitu fase diam dan fase gerak. Fase diam dapat berupa padatan atau cairan pendukung pada suatu padatan atau gel. Fase diam dapat dikemas dalam suatu kolom, menyebar sebagai suatu lapisan, didistribusikan sebagai suatu film, atau diaplikasikan oleh teknik lain. Fase gerak dapat berupa gas atau cairan atau fluida superkritikal. Proses pemisahan dapat berupa suatu adsorpsi, distribusi masa (partisi), atau pertukaran ion, atau berdasarkan perbedaan antara sifat fisika kimia suatu molekul, seperti ukuran, masa dan volume (9).

2.1.5 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

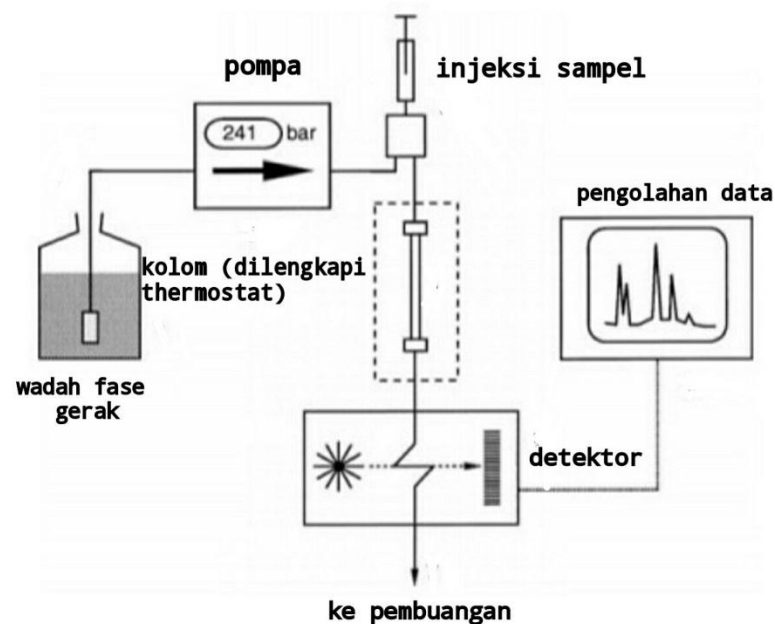
2.1.5.1 Definisi

HPLC atau KCKT merupakan salah satu teknik kromatografi cair yang digunakan secara luas. Prinsip kromatografinya bervariasi, tergantung bentuk dan karakter fasa diam yang digunakan serta jenis kemampuan fasa gerak yang dipilih. Fasa gerak yang digunakan adalah cairan, sehingga sampel yang akan dianalisis dengan HPLC harus cair atau bahan yang bisa dilarutkan (10).

Keunggulan metoda ini dibanding metoda pemisahan lainnya terletak pada ketepatan analisis dan kepekaan yang tinggi serta cocok untuk memisahkan senyawa-senyawa *nonvolatile* yang tidak tahan pada pemanasan. Peningkatan kecepatan dan efisiensi pemisahannya terkait dengan peningkatan performa kolomnya yang menggunakan kolom ukuran dimensi dan partikel yang jauh lebih kecil dari kolom yang biasa dipakai pada kromatografi kolom konvensional, sehingga agar fase gerak dapat mengalir pada kolom, fase gerak dipompa dengan tekanan tinggi. Kinerja tinggi dalam analisis didukung dengan adanya berbagai sistem deteksi dengan kepekaan tinggi yang dapat diintegrasikan dengan sistem kromatografinya. Prinsip pemisahan pada kromatografi cair kinerja tinggi memungkinkan pemanfaatan metoda ini dalam berbagai analisis (11).

2.1.5.2 Komponen Alat Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Komponen utama pada KCKT, adalah sebagai berikut :



Peralatan KCKT modern dilengkapi dengan satu atau beberapa reservoir pelarut yang terbuat dari kaca atau stainless steel yang mampu memuat 200 sampai 1000 ml pelarut. Reservoir dilengkapi dengan suatu alat *degasser* yang dapat menghilangkan gas terlarut pada fase gerak yang mengganggu analisis karena dapat membentuk gelembung pada kolom dan

sistem detektor. Biasanya sebelum dimasukan kedalam reservoir fase gerak disaring dengan penyaring milipore dalam kondisi vakum, hal ini penting karena partikel halus dapat menimbulkan kerusakan (menyumbat) sistem injektor, pompa dan juga kolom.

2. Pompa

Berbagai pompa tersedia untuk kromatografi cair. Semuanya dirancang untuk mendorong berbagai pelarut melalui kolom yang dikemas rapat. Karena tekanan kolom terhadap aliran tinggi maka pompa harus bekerja pada tekanan tinggi, seringkali lebih besar dari 1000 psi.

Beberapa persyaratan sistem pompa KCKT :

- a. Memberikan tekanan yang tinggi
- b. Bebas dari pulsa
- c. Memberikan kecepatan aliran 0,1 – 10 ml/menit
- d. Aliran terkontrol dengan reproduibilitas kurang dari 0,5%
- e. Tahan karat, oleh karena itu seal pompa terbuat dari bahan baja atau teflon
- f. Dapat memberikan aliran sistem isokratik maupun gradien

3. Injektor

Terdapat tiga tipe dasar injektor yang biasa digunakan dalam KCKT :

a. Injektor septum

Penyuntikan cuplikan dengan memasukan cuplikan itu kedalam syringe dan menusukkan jarum syringe melalui septum elastomer merupakan cara penyuntikan pada kolom yang paling sederhana.

b. Penyuntikan aliran henti

Penyuntikan pada bagian atas kolom menghasilkan kromatografi yang efisien. Injektor aliran henti dirancang untuk memungkinkan penempatan cuplikan langsung pada bagian atas (pangkal) kolom.

c. Katup kitar atau pipa dosis (loop valve)

Prinsip kerja katup kitar, dimana pada saat awal sampel akan masuk memenuhi volume loop terlebih dahulu dan akhirnya akan segera masuk menuju kolom pemisahan dengan volume yang tidak berkurang sedikitpun. Pipa dosis atau loop mempunyai ukuran volume dari 5 μl – 2000 μl . volume sampel yang diinjeksikan sebaiknya 5 kali dari volume

pipa dosisnya. Auto injector mempunyai cara kerja yang hampir sama dengan cara kerja sistem injeksi dengan menggunakan pipa dosis. Keuntungan sistem ini adalah volume yang diinjeksikan tidak akan berkurang selama proses injeksi (11).

4. Kolom

Kolom pada KCKT merupakan bagian yang sangat penting sebab pemisahan komponen-komponen sampel akan terjadi didalam kolom. Kolom umumnya dibuat dari stainlesssteel, dengan bentuk lurus dan biasanya dioperasikan pada temperatur kamar. Kolom dapat dipanaskan agar dihasilkan pemisahan yang lebih efisien, akan tetapi suhu di atas 60° jarang digunakan, karena dapat menyebabkan terjadi penguraian fase diam ataupun fase gerak pada suhu yang lebih tinggi tersebut (11).

Kolom dapat dibagi menjadi dua kelompok yaitu :

a. Kolom analitik

Kolom analitik digunakan untuk penentuan jenis dan jumlah analit yang diperiksa. Ditinjau dari ukurannya (panjang dan diameter) kolom KCKT dibagi menjadi beberapa bagian :

- Kolom konvensional dengan panjang 10 – 20 cm, diameter 4,5 mm
- Kolom microbore dengan panjang 10 cm diameter 2,4 mm
- Kolom High Speed dengan panjang 6 cm diameter 4,6 mm

b. Kolom preparatif

Kolom preparatif digunakan untuk memisahkan komponen – komponen analit dalam jumlah yang besar, kolom preparative biasanya juga memiliki diameter dalam dan panjang relative lebih besar dari kolom analitik.

5. Detektor

Detektor dibutuhkan pada KCKT untuk mendeteksi adanya komponen analit (analisis kualitatif) yang berhasil diekstraksi dari dalam kolom dan menentukan kadarnya (analisa kuantitatif). Detektor pada KCKT dikelompokkan menjadi dua golongan yaitu: berdasarkan pengukuran diferensial suatu sifat yang dimiliki baik oleh molekul sampel maupun fase gerak seperti detektor indeks bias, detektor konduktivitas dan detektor tetapan

dielektrika; dan golongan detektor berdasarkan pengukuran sifat yang spesifik dari molukel sampel seperti penyerapan sinar UV, fluoresensi dan detektor elektrokimia. Detektor yang ideal untuk kromatografi cair harus memiliki semua karakteristik berikut: (1) memiliki sensitifitas yang memadai. Kisaran umum sensitifitas berkisar dari 10^{-8} hingga 10^{-15} gram zat terlarut per pembacaan; (2) stabil dan memiliki keterulangan yang baik; (3) respon linear terhadap kenaikan konsentrasi; (4) waktu respon yang singkat; (5) kemudahan pada penggunaan; (5) memiliki volume internal yang kecil untuk mengurangi pelebaran puncak (11).

6. Sistem Pencatat

Sistem pencatat dilengkapi dengan sistem data untuk mengontrol, menyimpan, memproses dan menampilkan data. Menampilkan hasil pemisahan dalam bentuk grafik atau diagram (10).

2.1.5.3 Fase Gerak

Fase gerak atau eluen biasanya terdiri atas campuran pelarut yang dapat bercampur yang secara keseluruhan berperan dalam daya elusi dan resolusi. Daya elusi dan resolusi ini ditentukan oleh polaritas keseluruhan pelarut, polaritas fase diam dan sifat komponen – komponen sampel. Untuk KCKT fase normal (fase diam KCKT lebih polar dari pada fase gerak), kemampuan elusi meningkat dengan meningkatnya polaritas pelarut. Sementara untuk KCKT fase terbalik (fase diam kurang polar dibandingkan fase gerak), kemampuan elusi menurun dengan meningkatnya polaritas pelarut (11).

2.1.5.4 Sistem Elusi

Sistem pompa KCKT sudah diprogram untuk dapat melakukan elusi dengan satu macam pelarut atau lebih. Terdapat dua sistem elusi pada KCKT yaitu (11):

1. Sistem elusi isokratik

Elusi isokratik didefinisikan sebagai suatu sistem elusi dimana kelarutan fase gerak dibuat tetap dari awal sampai akhir analisis. Pada sistem ini elusi dilakukan dengan satu macam pelarut pengembang atau lebih dari satu macam pelarut pengembang dengan perbandingan yang tetap.

2. Sistem elusi gradien

Elusi gradien didefinisikan sebagai penambahan kekuatan fase gerak selama analisis kromatografi berlangsung. sistem elusi gradien dapat mempersingkat waktu retensi senyawa-senyawa yang tertahan kuat dalam kolom. Pada sistem ini elusi dilakukan dengan pelarut pengembang campur yang perbandingannya berubah dalam waktu tertentu.

Keuntungan elusi gradien adalah sebagai berikut :

- a. Mempersingkat total waktu analisis
- b. Meningkatkan resolusi persatuan waktu tiap senyawa
- c. Memberikan peak yang tajam (ramping)
- d. Meningkatkan sensitivitas

2.2 Penelitian Yang Relevan

Pada penelitian ini disajikan penelitian yang relevan, yaitu penelitian yang dilakukan oleh Anne Yulianti, Rika Rendrika, Endhayanti Oktovia Hermanto yang berjudul “ Penetapan Kadar Deksametason dan Deksklorfeniramin Maleat Secara Simultan Pada Sediaan Sirup Menggunakan Metode KCKT” yang dilakukan pada tahun 2017. Tujuan penelitian ini adalah untuk menetapkan kadar sirup yang mengandung lebih dari satu zat aktif yaitu deksametason dan dekslofeniramin maleat. Persamaan dari hasil penelitian ini adalah melakukan penetapan kadar deksametason dan menggunakan metode yang sama yaitu kromatografi cair kinerja tinggi, perbedaannya terdapat dalam bentuk sediaan sampel dan jumlah zat aktif yang terdapat dalam sampel.

BAB III

METODE PENGUJIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Pengujian

3.1.1 Waktu Pengujian

Pengujian dilakukan pada tanggal 4 Desember 2020

3.1.2 Lokasi Pengujian

Pengujian dilakukan di Laboratorium F.2.4, Jurusan Analisis Farmasi dan Makanan Politeknik Kesehatan Kementrian Kesehatan Jakarta 2, Jl Raya Ragunan No. 29, Pasar Minggu, Jakarta Selatan

3.2 Prosedur Pengujian (FI V)

3.2.1 Prosedur Asli

Penetapan kadar Lakukan penetapan dengan cara Kromatografi cair kinerja tinggi seperti tertera pada Kromatografi <931>. Fase gerak Campuran asetonitril P-air (kira-kira 1:3), hingga waktu retensi deksametason antara 3 - 6 menit.

Larutan baku

Timbang saksama sejumlah Deksametason BPFI, larutkan dalam larutan metanol P (1 dalam 2) hingga kadar lebih kurang 0,1 mg per ml.

Larutan uji

Timbang dan serbukkan tidak kurang dari 10 tablet. Timbang saksama sejumlah serbuk setara dengan lebih kurang 5 mg deksametason, pindahkan ke dalam labu tentukur 50-ml dan tambahkan 30 ml larutan metanol P (1 dalam 2). Sonikasi labu selama 2 menit. Kocok secara mekanik selama 30 menit dan encerkan dengan pelarut yang sama sampai tanda. Saring sebagian campuran melalui penyaring yang sesuai hingga diperoleh filtrat jernih.

Prosedur

Suntikkan secara terpisah masing-masing sejumlah volume sama (5 - 25 µl) Larutan uji dan Larutan baku ke dalam kromatograf cair kinerja

tinggi yang dilengkapi dengan detektor 254 nm dan kolom 30 cm x 4,6 mm berisi bahan pengisi L1. Atur parameter sehingga respons puncak Larutan baku lebih kurang 0,6 kali skala penuh, koefisien variasi tidak lebih dari 3,0% pada lima kali penyuntikan. Rekam kromatogram dan ukur respons puncak utama Larutan uji dan Larutan baku.

Prosedur Modifikasi

Fase gerak Campuran asetonitril P-air (kira-kira 1:3), hingga waktu retensi Deksametason antara 3 - 6 menit.

Ditimbang dengan saksama sejumlah Deksametason BPFI, dilarutkan dalam larutan metanol P (1 dalam 2) hingga kadar lebih kurang 1 mg per ml.

Larutan uji ditimbang dan diserbukkan tidak kurang dari 10 tablet. Ditimbang saksama sejumlah serbuk setara dengan lebih kurang 5 mg Deksametason, pindahkan ke dalam labu tentukur 50-ml dan tambahkan 30 ml larutan metanol P (1 dalam 2). Disonikasi labu selama 2 menit. Dikocok secara mekanik selama 30 menit dan diencerkan dengan pelarut yang sama sampai tanda. Disaring sebagian campuran melalui penyaring yang sesuai hingga diperoleh filtrat jernih.

Disuntikkan secara terpisah masing-masing sejumlah volume sama (5 - 25 µl) Larutan uji dan Larutan baku ke dalam kromatograf cair kinerja tinggi yang dilengkapi dengan detektor 254 nm dan kolom 30 cm x 4,6 mm berisi bahan pengisi L1.

3.1.3 Prinsip Pengujian

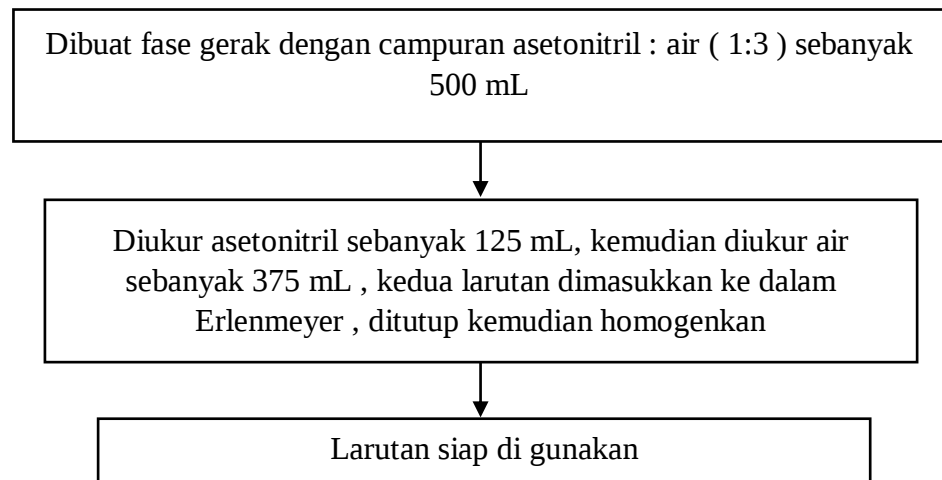
Deksametason dalam tablet ditetapkan kadarnya secara kromatografi cair kinerja tinggi.

3.1.4 Metode Pengujian

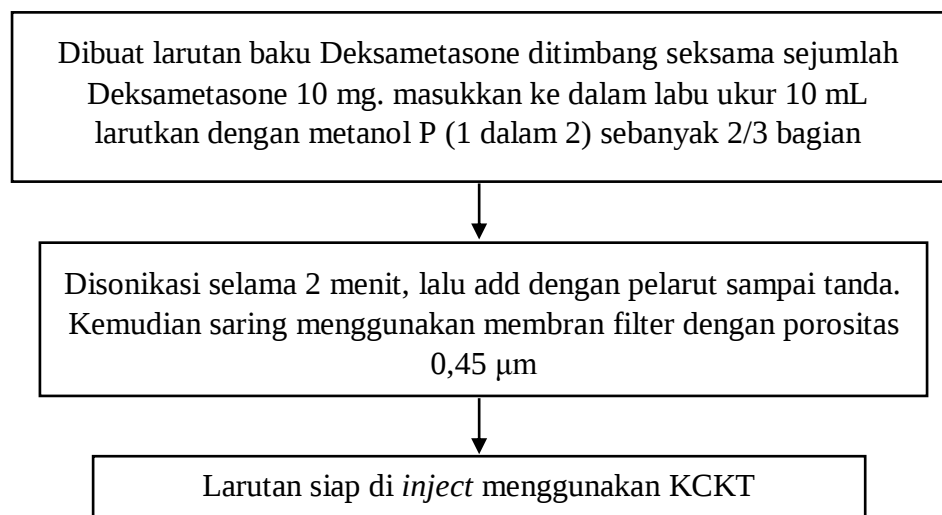
Kromatografi cair kinerja tinggi.

3.1.5 Langkah Kerja

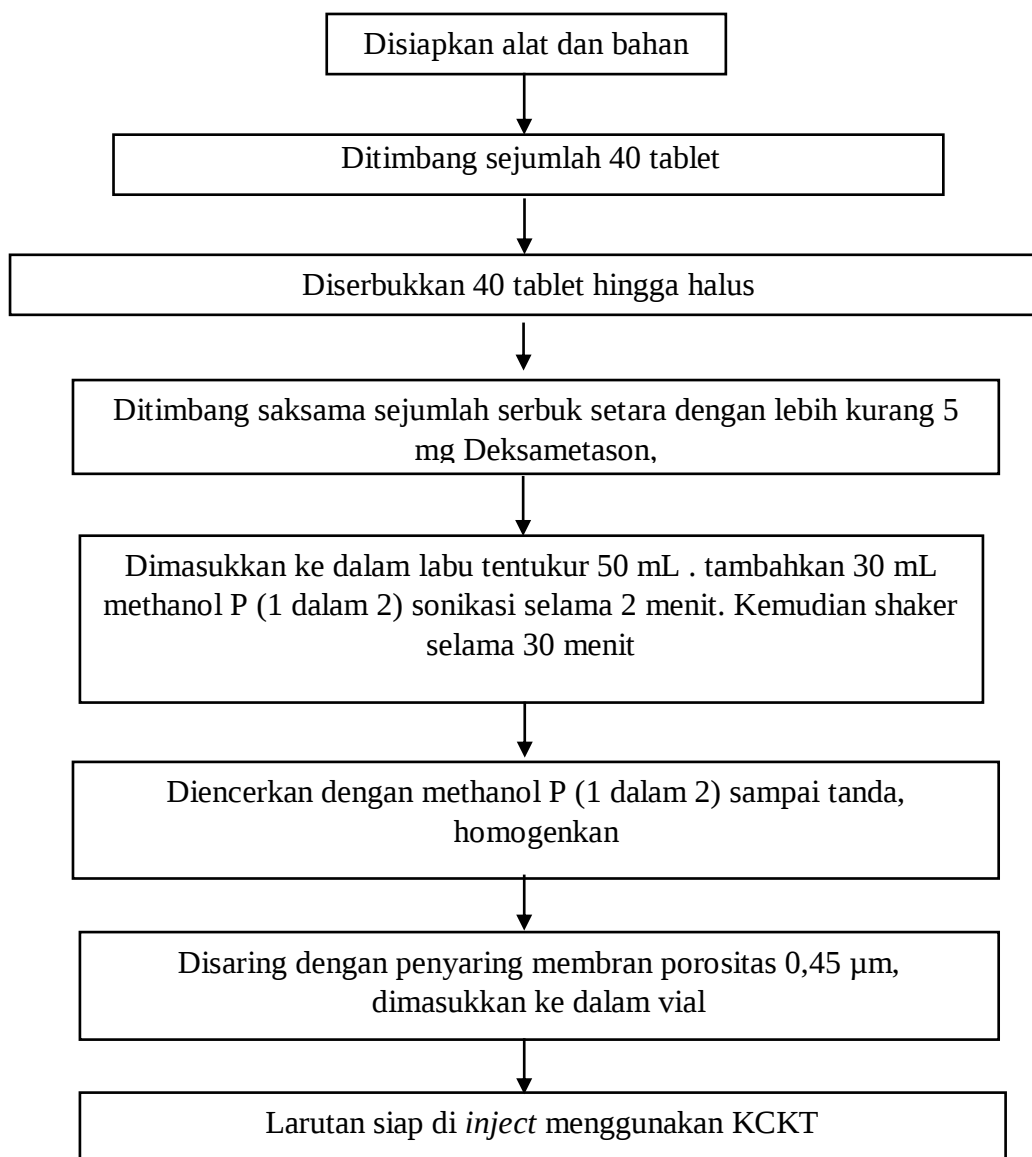
a. Pembuatan fase gerak



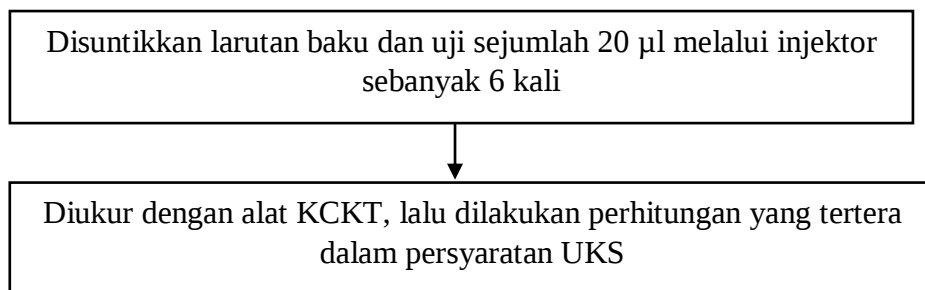
b. Pembuatan Larutan Baku



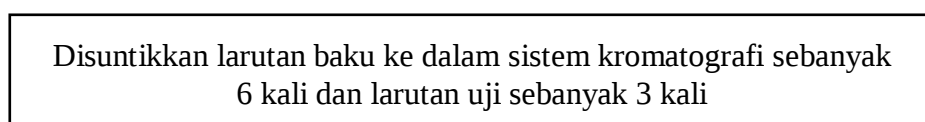
c. Pembuatan Larutan Uji



d. Uji Kesesuaian Sistem



e. Penetapan Kadar



3.2 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Dalam pengujian ini alat yang digunakan adalah sebagai berikut :

1. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi merk Agilent
2. Timbangan Analitik
3. Ultrasonik
4. Shaker
5. Alat Gelas
6. Syringe
7. Penyaring membran porositas 0,45 μ m

3.3.2 Bahan

1. Baku pembanding Deksametason SIGMA
2. Sampel tablet Deksametason
3. Asetonitril
4. Metanol
5. Aqua pro injeksi

3.3.2.1 Data Sampel

Nama Sampel	: Tablet “X”
Produksi	: PT “A”
No. Batch	: 0083054
Tanggal Kadaluarsa	: Juni 2022
Komposisi	: Tiap tablet mengandung Dexametason 0,5 mg
Pemerian	: Tablet warna orange, berbentuk lonjong, berbau khas, rasa (-).

3.3.2.2 Data Baku

Nama Baku	: Deksametason Sigma-Aldrich
Kadar	: 99,60%
No. Lot	: LRAC2894

3.3.2.3 Pelarut Sampel

Larutan metanol P (1 dalam 2)

3.4 Rumus Perhitungan

1. Bobot Rata-rata

$$BR = \frac{\text{Bobot seluruh tablet (mg)}}{\text{Jumlah Tablet}}$$

2. Bobot Penimbangan

$$BP = \frac{B\sim}{BE} \times BR$$

Keterangan :

BP : Bobot Penimbangan (mg)

B~ : Bobot Kesetaraan (mg)

BE : Bobot Etiket (mg)

BR : Bobot Rata-rata (mg)

3. Kadar tablet Deksametasone

$$\% = \frac{Lu}{Lb} \times \frac{Bb}{Bu} \times \frac{Fu}{Fb} \times \frac{BR}{BE} \times \%Bk \times 100\%$$

Keterangan :

- Lu : luas area larutan uji
 Lb : luas area larutan baku
 Bb : bobot penimbangan baku (mg)
 Bu : bobot penimbangan uji (mg)
 Fu : faktor pengenceran uji
 Fb : faktor pengenceran baku
 BR : bobot rata-rata
 BE : bobot etiket
 %Bk : persen kadar baku deksamethason

4. Analisis Data Secara Statistik

a. Standar Deviasi

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N |x_i - \bar{x}|^2}{N - 1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N d^2}{N - 1}}$$

Keterangan :

- $\sum d$: jumlah kuadrat deviasi rata-rata
 N : banyaknya nilai atau data yang di dapat

b. Relatif Standar Deviasi (RSD)

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Keterangan :

- SD : standar deviasi
 x : rata-rata

3.5 Persyaratan

Berdasarkan Farmakope Indonesia Edisi V tablet deksametason mengandung Deksametason, C₂₂H₂₉FO₅, tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 110,0% jumlah yang tertera pada etiket.

BAB IV HASIL PENGUJIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pengujian

Data uji kesesuaian sistem

Data Kromatografi Uji Kesesuaian Sistem dapat dilihat pada Lampiran 1.

Tabel 1. Data Waktu Retensi dan Luas Area UKS

No Baku	Waktu Retensi (menit)	$ x_i - \bar{x} $	$ x_i - \bar{x} ^2$	Luas Area	$ x_i - \bar{x} $	$ x_i - \bar{x} ^2$
1	2,791	0,0775	0,00600625	478,47507	112,65978	12692,2260
2	2,782	0,0865	0,00748225	363,70782	2,10747	4,4414
3	2,906	0,0375	0,00140625	126,66824	239,14705	57191,3115
4	2,900	0,0315	0,00099225	361,17596	4,63933	21,5233
5	2,914	0,0455	0,00207025	419,26889	53,4536	2857,2873
6	2,918	0,0495	0,00245025	445,59576	79,78047	6364,9233
Σ			0,0204075			79131,7131
$\bar{x}$	2,8685			365,81529		

4.1.1 Data Penimbangan

a. Penimbangan 40 tablet

Tabel 2. Data Penimbangan 40 Tablet Dexametason

No	Keterangan	Bobot (g)
1	Bobot 40 Tablet	8,4171

b. Perhitungan Bobot Rata-rata

$$BR = \frac{\text{Bobot 40 Tablet}}{\text{jumlah tablet}} = \frac{8,4171}{40} \text{ g} = 0,2104 \text{ g}$$

c. Perhitungan Bobot Penimbangan

$$BP = \frac{\text{Bobot Kesetaraan}}{\text{bobot etiket}} \times \text{Bobot Rata - rata} = \frac{\sim 5 \text{ mg}}{0,5 \text{ mg}} \times 210,4 \text{ mg} \\ = 2140 \text{ mg}$$

d. Perhitungan Konsentrasi Larutan Baku

$$Cb = \frac{10 \text{ mg}}{10 \text{ mL}} = 1 \text{ mg/mL}$$

e. Perhitungan Konsentrasi Larutan Uji

$$Cu = \frac{5 \text{ mg}}{50 \text{ mL}} = 0,1 \text{ mg/mL}$$

f. Penimbangan Baku

Tabel 3. Data Penimbangan Baku

No	Keterangan	Bobot (mg)
1	Bobot Baku	10

g. Penimbangan Sampel

Tabel 4. Data Penimbangan Sampel

No	Keterangan	Bobot Sampel 1 (mg)	Bobot sampel 2 (mg)	Bobot Sampel 3 (mg)
1	Bobot Wadah	225,0	220,0	212,5
2	Bobot Wadah + Sampel	2366,6	2332,5	2326,5
3	Bobot Wadah + Sisa	226,1	220,8	213,2
4	Bobot Sampel	2140,5	2111,7	2113,3

4.1.1 Data Waktu Retensi dan Luas Area Baku dan Sampel

Tabel 5. Data Waktu Retensi dan Luas Area Sampel

No	Keterangan	Waktu Retensi (menit)	Luas Area
1	Baku	2,8685	365,81529
2	Sampel 1	2,7530	4366,80566
3	Sampel 2	2,8120	2459,34229
4	Sampel 3	2,6840	4146,48682

4.1.1 Perhitungan

4.1.1.1 Uji Kesesuaian Sistem

1. Presisi

a. Waktu Retensi

$$SD = \frac{\sqrt{\sum |x_i - \bar{x}|^2}}{n - 1}$$

$$SD = \frac{\sqrt{0,02040}}{6 - 1} = 0,2019$$

$$RSD = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$RSD = \frac{0,2019}{2,8685} \times 100\% = 0,0703 \%$$

b. Luas Area

$$SD = \frac{\sqrt{\sum |x_i - \bar{x}|^2}}{n - 1}$$

$$SD = \frac{\sqrt{79131,7131}}{6-1} = 125,80$$

$$RSD = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

$$RSD = \frac{125,80}{365,81529} \times 100\% = 0,3438 \%$$

4.1.1.1 Perhitungan Kadar Sampel

Sampel 1

$$\begin{aligned} \% &= \frac{4366,80566}{365,81529} \times \frac{10 \text{ mg}}{2140,5 \text{ mg}} \times \frac{50}{10} \times \frac{210,4 \text{ mg}}{0,5 \text{ mg}} \times 0,996 \times 100\% \\ &= 115,52\% \end{aligned}$$

Sampel 2

$$\begin{aligned} \% &= \frac{2459,34299}{365,81529} \times \frac{10 \text{ mg}}{2111,7 \text{ mg}} \times \frac{50}{10} \times \frac{210,4 \text{ mg}}{0,5 \text{ mg}} \times 0,996 \times 100\% \\ &= 66,71\% \end{aligned}$$

Sampel 3

$$\% = \frac{4146,48682}{365,81529} \times \frac{10 \text{ mg}}{2113,3 \text{ mg}} \times \frac{50}{10} \times \frac{210,4 \text{ mg}}{0,5 \text{ mg}} \times 0,996 \times 100\%$$

$$= 112,39\%$$

Kadar Rata-rata

$$\bar{x} = \frac{115,52\% + 112,39\%}{2} = 113,95\%$$

Tabel 6. Data Hasil Perhitungan Kadar Sampel

No	Keterangan	Kadar (%)
1	Sampel 1	115,52
2	Sampel 3	112,39
Σ		227,91
Rata-rata		113,95

4.1.4.3 Perhitungan RSD Sampel

Tabel 7. Data Perhitungan RSD Sampel

No	Kadar (%) (x_i)	D $ x_i - \bar{x} $	D^2 $ x_i - \bar{x} ^2$
1	115,52	1,57	2,4649
2	112,39	1,56	2,4336
Σ	227,91	113,96	12986,88 16
Rata-rata	113,95		

$$SD = \frac{\sqrt{\Sigma |x_i - \bar{x}|^2}}{n - 1}$$

$$SD = \frac{\sqrt{12986,8816}}{2 - 1} = 113,96$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$RSD = \frac{113,96}{113,95} \times 100\% = 1,00 \%$$

4.2 Pembahasan

Berdasarkan prosedur pada Farmakope Indonesia Edisi V, dilakukan penimbangan 10 tablet dari *batch* yang sama yaitu untuk mendapatkan bobot rata-rata yang mewakili bobot per tabletnya kemudian diserbuk haluskan antara sampel dengan pelarut agar mudah dilarutkan. Tetapi karena kandungan Deksametason hanya 0,5 mg maka dilakukan penimbangan sebanyak 40 tablet dari *batch* yang sama untuk mendapatkan bobot rata-rata yang mewakili bobot per tabletnya. Pada prosedur penetapan kadar Deksametason ditimbang setara 5 mg. Kemudian ditambahkan 30 mL Metanol P (1 dalam 2), penambahan Metanol P (1 dalam 2) dikarenakan deksametason agak sukar larut dalam aseton, dalam etanol, dalam dioksan dan dalam metanol; sukar larut dalam kloroform; sangat sukar larut dalam eter; praktis tidak larut dalam air. Pada penyiapan larutan uji, dilakukan sonikasi selama ± 2 menit yang bertujuan untuk melarutkan sampel dan kemudian dikocok selama 30 menit hal ini bertujuan agar sampel larut secara lebih sempurna. Setelah dikocok selama 30 menit, kemudian sampel ditepatkan dengan Metanol P (1 dalam 2) sampai tanda. Kemudian larutan di saring.

Baku yang digunakan dalam pengujian ini adalah baku induk, dikarenakan jika baku yang digunakan adalah baku dengan konsentrasi 0,1mg/mL tidak di dapatkan hasil RetTime dan Area.

Fase gerak yang digunakan pada pengujian ini adalah campuran asetonitril: air (1:3). Untuk menghilangkan gas-gas terlarut dilakukan dengan teknik 'degas'. Adanya gas dapat menimbulkan gelembung-gelembung yang akan menyebabkan terjadinya pelebaran pita dan jika ada pengotor juga dapat mengganggu kerja detektor (13).

Uji Kesesuaian Sistem perlu dilakukan setiap akan melakukan penetapan kadar secara kromatografi cair kinerja tinggi, untuk mengetahui keefektifan suatu sistem kromatografi yang digunakan memenuhi syarat yang telah ditentukan atau tidak, sehingga data analisis yang dihasilkan akurat dan dapat digunakan untuk suatu pengujian. Pada UKS parameter presisi waktu retensi diperoleh nilai RSD 0,0703 % yang dinyatakan $< 3\%$ dan parameter presisi untuk luas area diperoleh nilai RSD 0,3438 % $< 3\%$. Sehingga dapat dikatakan bahwa pengujian ini memenuhi persyaratan yang sesuai dengan prosedur penetapan kadar tablet

Deksametason.

Berdasarkan hasil perhitungan, rata-rata kadar tablet Deksametason pada sampel adalah 113,95 % . RSD dihitung untuk mengetahui presisi data pengujian yang dilakukan. Data pengujian dapat dikatakan presisi jika diperoleh RSD lebih kecil dari 2 %. Berdasarkan hasil tersebut, rata-rata kadar yang didapat tidak memasuki rentang persyaratan penetapan kadar tablet Deksametason yang ditentukan berdasarkan Farmakope Indonesia Edisi V tahun 2014.

Beberapa hal yang dapat menyebabkan sampel tidak memenuhi syarat yaitu, kesalahan pada penimbangan, ketelitian pada saat penyaringan serta penyuntikkan sampel. Diharapkan kepada analis untuk lebih teliti dalam melakukan setiap pengujian yang akan dilakukan.

BAB V

SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Berdasarkan pengujian penetapan kadar tablet Dekسامetason secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) diperoleh kadar rata-rata 113,95 %, dapat disimpulkan bahwa kadar deksametason dalam sampel tersebut Tidak Memenuhi Syarat (TMS) sesuai persyaratan monografi pada Farmakope Indonesia Edisi V Tahun 2014.

5.2 Saran

Untuk menjamin bahwa suatu sediaan obat layak dan aman digunakan oleh masyarakat sebaiknya dilakukan parameter pengujian lainnya selain penetapan kadar, seperti uji disolusi, uji keseragaman sediaan dan lain sebagainya.

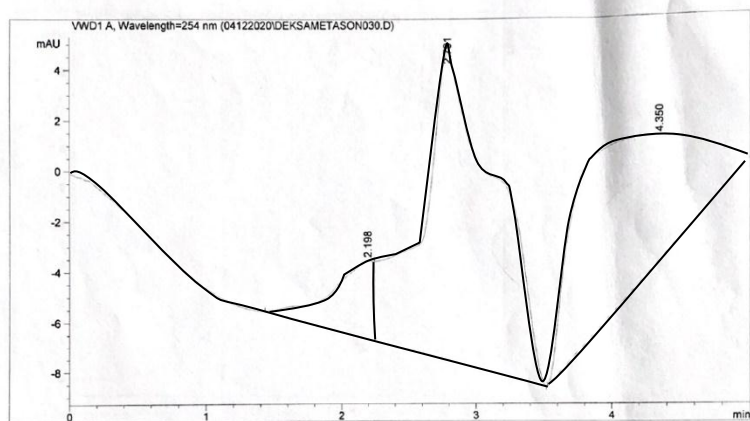
Daftar Pustaka

1. Ridho MR. Pengaruh Pemberian Deksametason Dosis Bertingkat per Oral 30 Hari Terhadap Kerusakan Tubulus Ginjal Tikus Wistar. Pendidik Sarj Kedokt Univ Diponogoro. 2010;
2. T I, S M. Kadar Plasma Kortisol Pada Beberapa Macam Manifestasi Efek samping Kortikosteroid Pada Kulit. J Berk Ilmu Penyakit Kulit dan Kelamin. 2013;15.
3. GB K. Farmakologi Dasar dan Klinik. 8th ed. Airlangga BFFK, editor. Jakarta: Salemba Medika; 2002. 582-90 p.
4. Departemen Farmakologi dan Terapeutik Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia. Farmakologi dan Terapi. 5th ed. Jakarta: Gaya Baru; 2007. 502-13 p.
5. Badan Pengawas Obat dan Makanan. Pedoman Cara Pembuatan Obat yang Baik. 2006.
6. Tjay TH, Rahardja K. Obat Obat Penting. VI. Jakarta: PT Alex Media Komputindo; 2008.
7. AC M, MD O, B W. Clarke's Analysis Of Drugs and Poisons. London; 2011. 1066-1067 p.
8. Kementrian Kesehatan Republik Indonesia. Farmakope Indonesia. V. Jakarta: Kementrian Kesehatan RI; 2014.
9. Kurnia D, Pujilestari ET, Pamudjo I, Farmasi PS. Pengembangan Metode Penetapan Kadar Metil Prednisolon dalam Sediaan Dry Injection dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. 2019;4(01):13–25.
10. Rubiyanto D. Teknik Dasar Kromatografi. Yogyakarta: Deeppublish Publisher; 2016.
11. Susanti M, Dachriyanus. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. Padang: LPTIK Universitas Andalas; 2017.
12. Mayer VR. Practical High Performance Liquid Chromatography. 5th ed. Cornwall: TJ International; 2010.
13. Rachman, Saadah D, Mukhtari Z S. Alga Merah (*Gracilaria coronopifolia*) sebagai Sumber Fitohormon Sitokinin yang Potensial. Chim Nat Acta. 2017;

Lampiran 1. Kromatogram Uji Kesesuaian Sistem

Data File C:\CHEM32\1\DATA\04122020\DEKSAMETASON030.D
Sample Name: BAKU 1

```
=====
Acq. Operator   : RISCHA THERESIA
Acq. Instrument : lc1260
Injection Date  : 12/4/2020 4:11:23 PM
Location       : -
Inj Volume     : No inj
Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 4:05:37 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 4:16:32 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Sample Info    : Fase Gerak = ASETONITRIL: AQUADEST = 1:3 laju alir 1 mL
                /min
=====
```



```
=====
Area Percent Report
=====
```

```
Sorted By      :      Signal
Multiplier:    :      1.0000
Dilution:      :      1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
```

Signal 1: VWD1 A, Wavelength=254 nm

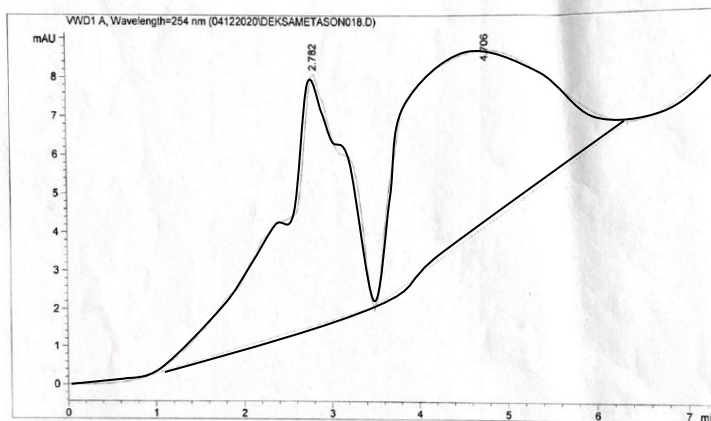
Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	2.198	BV	0.2725	65.39317	3.13456	7.1307
2	2.791	VB	0.4963	478.47507	12.17821	52.1746
3	4.350	BDA	0.8989	373.19769	4.89946	40.6948

```
Totals :                      917.06593  20.21223
```

Data File C:\CHEM32\1\DATA\04122020\DEKSAMETASON018.D
 Sample Name: BARU 2

```
=====
Acq. Operator   : RISCHA THERESIA
Acq. Instrument : lc1260
Injection Date  : 12/4/2020 2:36:23 PM
Location       : -
Inj Volume     : No inj

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG.M
Last changed   : 12/4/2020 2:28:33 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG.M
Last changed   : 12/4/2020 2:43:52 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Sample Info    : Fase Gerak = ASETONITRIL: AQUADEST = 1:3 laju alir 1 mL
                /min
=====
```



=====
 Area Percent Report
 =====

```
Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
```

Signal 1: WVD1 A, Wavelength=254 nm

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	2.782	BB	0.6869	363.70782	6.53807	40.6655
2	4.706	BB	1.3692	530.68054	4.54600	59.3345

Totals : 894.38837 11.08407

Data File C:\CHEM32\1\DATA\04122020\DEKSAMETASON024.D
 Sample Name: BAKU 3

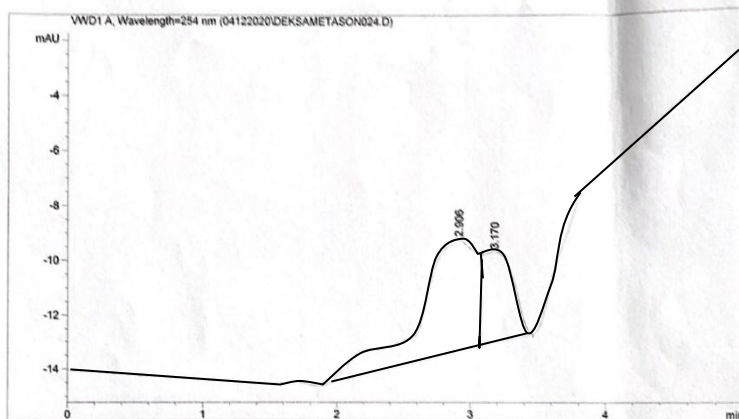
=====

Acq. Operator : RISCHA THERESIA
 Acq. Instrument : lc1260 Location : -
 Injection Date : 12/4/2020 3:26:57 PM Inj Volume : No inj

Acq. Method : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
 Last changed : 12/4/2020 3:24:09 PM by RISCHA THERESIA
 (modified after loading)

Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
 Last changed : 12/4/2020 3:32:04 PM by RISCHA THERESIA
 (modified after loading)

Sample Info : Fase Gerak = ASETONITRIL: AQUADEST = 1:3 laju alir 1 mL/min



=====
 Area Percent Report
 =====

Sorted By : Signal
 Multiplier: : 1.0000
 Dilution: : 1.0000
 Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: VWD1 A, Wavelength=254 nm

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	2.906	BV	0.3742	126.66824	4.16016	71.1281
2	3.170	VB	0.2490	51.41647	3.37809	28.8719

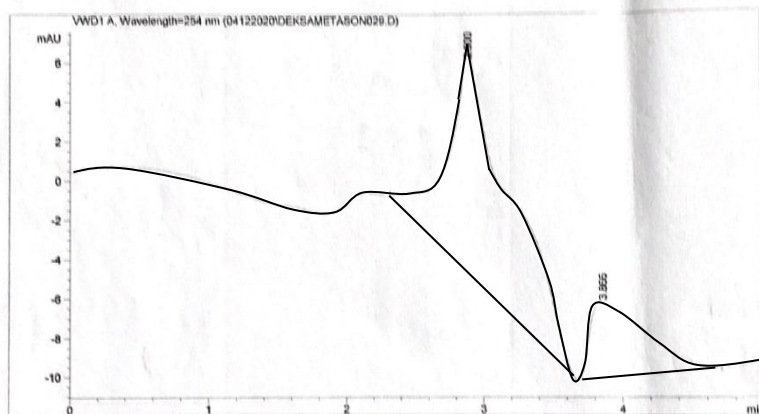
Totals : 178.08471 7.53825

Data File C:\CHEM32\1\DATA\04122020\DEKAMETASON029.D
Sample Name: BARU 4

```

=====
Acq. Operator   : RISCHA THERESIA
Acq. Instrument : 1c1260
Injection Date  : 12/4/2020 4:00:29 PM
Location       :
Inj Volume     : No Inj
Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 3:57:30 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 4:05:36 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Sample Info    : Fase Gerak = ASETONITRIL: AQUADEST = 1:3 laju alir 1 ml.
                /min
=====

```



Area Percent Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
=====

```

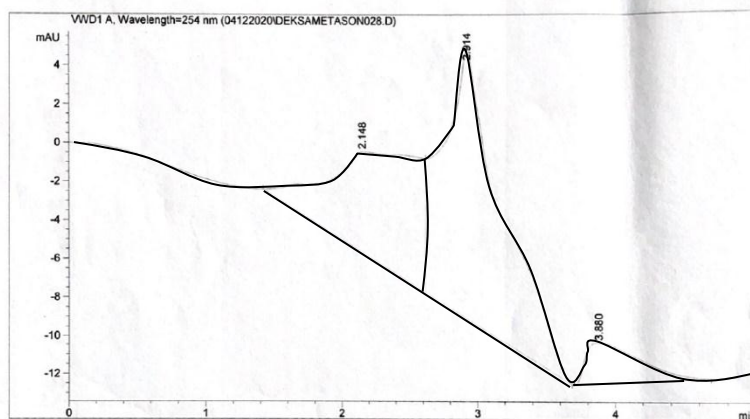
Signal 1: VWD1 A, Wavelength=254 nm

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	2.900	BB	0.3890	361.17596	11.47684	77.2735
2	3.866	BB	0.4111	106.22346	3.81173	22.7265

Totals : 467.39943 15.28856

Data File C:\CHEM32\1\DATA\04122020\DEKSAMETASON028.D
 Sample Name: BAKU 5

```
=====
Acq. Operator   : RISCHA THERESIA
Acq. Instrument : lc1260
Injection Date  : 12/4/2020 3:52:21 PM
Location       : -
Inj Volume     : No inj
Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 3:50:30 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 3:57:29 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Sample Info    : Fase Gerak = ASETONITRIL: AQUADEST = 1:3 laju alir 1 mL
                /min
=====
```



Area Percent Report

```
=====
Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
=====
```

Signal 1: WVD1 A, Wavelength=254 nm

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	2.148	BV	0.6148	264.57623	5.20616	35.6876
2	2.914	VB	0.3740	419.26889	13.88962	56.5535
3	3.880	BB	0.3846	57.52217	2.15312	7.7589

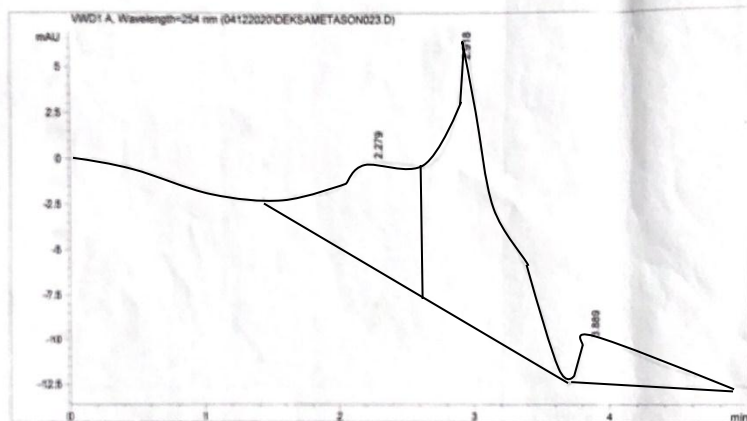
Totals : 741.36729 21.24890

Data File C:\CHEM32\1\DATA\04122020\DEKSAMETASON023.D
Sample Name: BAKU 6

```

=====
Acq. Operator   : RISCHA THERESIA
Acq. Instrument : lc1260
Injection Date  : 12/4/2020 3:19:00 PM
Inj Volume     : No inj
Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 3:17:13 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 3:24:08 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Sample Info    : Fase Gerak = ASETONITRIL: AQUADEST = 1:3 laju alir 1 mL
                /min
=====

```



Area Percent Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Multipliers    : 1.0000
Dilution       : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
=====

```

Signal 1: WVD1 A, Wavelength=254 nm

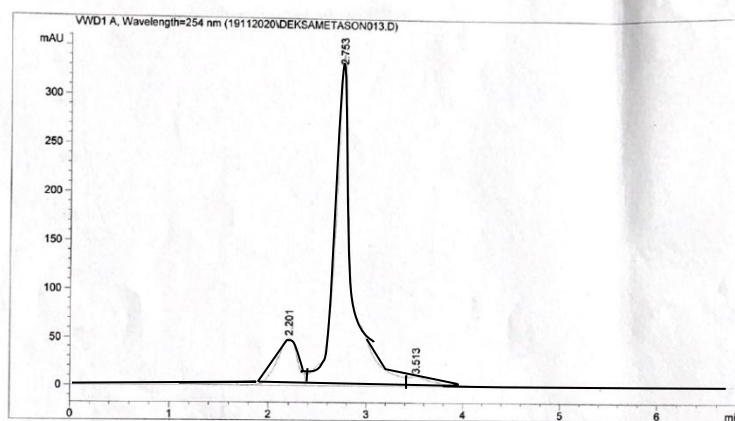
Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	2.279	BV	0.5391	266.88733	5.96961	33.3034
2	2.918	VB	0.3726	445.59576	14.94612	55.6035
3	3.889	BBH	0.6844	88.89794	2.47624	11.0931

Totals : 601.38103 23.99197

Lampiran 2. Kromatogram Hasil Penetapan Kadar Dekسامetason

Data File C:\CHEM32\1\DATA\19112020\DEKSAMETASON013.D
Sample Name: SAMPEL 1

```
=====
Acq. Operator   : RISCHA THERESIA
Acq. Instrument : lc1260
Injection Date  : 12/4/2020 1:24:32 PM
Location       : -
Inj Volume     : No inj
Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG.M
Last changed   : 12/4/2020 1:24:17 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG.M
Last changed   : 12/4/2020 1:31:34 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Sample Info    : Fase Gerak = ASETONITRIL: AQUADEST = 1:3 laju alir 1 mL
                /min
=====
```



Area Percent Report

```
=====
Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
=====
```

Signal 1: VWD1 A, Wavelength=254 nm

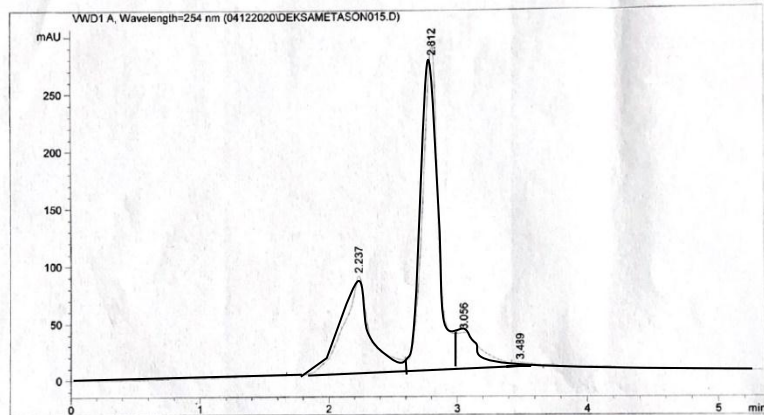
Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	2.201	BV	0.2132	703.81335	49.74984	13.3518
2	2.753	VV	0.1771	4366.80566	344.27426	82.8411
3	3.513	VB	0.2780	200.68530	9.99567	3.8071

Totals : 5271.30432 404.01977

Data File C:\CHEM32\1\DATA\04122020\DEKSAMETASON015.D
 Sample Name: SAMPEL 2

```
=====
Acq. Operator   : RISCHA THERESIA
Acq. Instrument : lc1260
Injection Date  : 12/4/2020 2:06:23 PM
Location       : -
Inj Volume     : No inj

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 1:54:22 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 2:11:55 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Sample Info    : Fase Gerak = ASETONITRIL: AQUADEST = 1:3 laju alir 1 mL
                /min
=====
```



Area Percent Report

```
=====
Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
=====
```

Signal 1: VWD1 A, Wavelength=254 nm

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	2.237	BV	0.1925	1256.44019	85.17278	30.1870
2	2.812	VV	0.1289	2459.34229	283.43869	59.0877
3	3.056	VV	0.1758	421.26053	31.92687	10.1211
4	3.489	VB	0.1332	25.14530	2.94463	0.6041

Totals : 4162.18830 403.48297

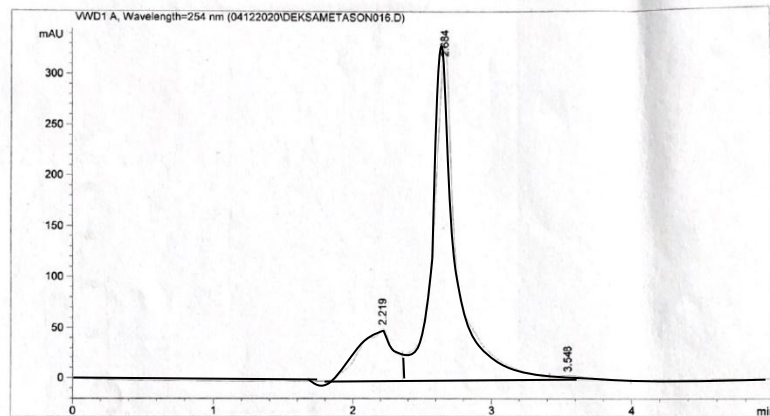
lc1260 12/4/2020 2:11:56 PM RISCHA THERESIA

Page 1 of 2

Data File C:\CHEM32\1\DATA\04122020\DEKSAMETASON016.D
 Sample Name: SAMPEL 3

```

=====
Acq. Operator   : RISCHA THERESIA
Acq. Instrument : lc1260
Injection Date  : 12/4/2020 2:14:09 PM
Location       : -
Inj Volume     : No inj
Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 2:14:02 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\PK DEKSAMETASON 0,5 MG .M
Last changed   : 12/4/2020 2:19:16 PM by RISCHA THERESIA
                (modified after loading)
Sample Info    : Fase Gerak = ASETONITRIL: AQUADEST = 1:3 laju alir 1 mL
                /min
=====
  
```



Area Percent Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
=====
  
```

Signal 1: VWD1 A, Wavelength=254 nm

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Height [mAU]	Area %
1	2.219	BV	0.2142	903.69220	53.20686	17.6058
2	2.684	VV	0.1709	4146.48682	330.99915	80.7823
3	3.548	VB	0.2166	82.73371	5.22961	1.6118

Totals : 5132.91273 389.43561

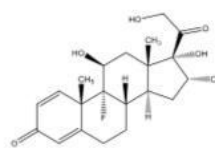
Lampiran 3. Sertifikat Baku Deksametason BPFI


[return to previous page](#)


Certificate of Analysis – Certified Reference Material

DEXAMETHASONE

Product no.: PHR1526-1G
Lot no.: LRAC2894
Description of CRM: White powder in amber vial
Expiry date: 30 September 2023
Storage: Room Temperature
Certificate version: LRAC2894.2 (Note: Certificates may be updated due to Pharmacopeial Lot Changes or the availability of new data. Check our website at: www.sigmaaldrich.com for the most current version.)
Chemical formula: $C_{22}H_{29}FO_5$
Molecular mass: 392.5
CAS No.: 50-02-2



Analyte	Certified Purity $\pm$ associated uncertainty U , $U=k \cdot u$ ($k=$) (Mass Balance/basis)
Dexamethasone	99.6 % Ucrm = $\pm 0.1\%$, $k = 2.0$ (as is basis)

Metrological traceability: Traceable to the SI and higher order standards from NIST through an unbroken chain of comparisons. Additional traceability to Primary Standards is established through comparative assay determinations. See "Details on metrological traceability" on page 2.
Measurement method: Where applicable, the certified value is based on a purity determination by mass balance. See "Certification process details" on page 3.
Intended use: Intended for R&D and Analytical Use only. Not for drug, household or other uses
Minimum sample size: 12mg
Instructions for handling and correct use: Do not dry, use on the as is basis. The internal pressure of the container may be slightly different from the atmospheric pressure at the user's location. Open slowly and carefully to avoid dispersion of the material. Attachment of a 20 mm aluminum crimp seal recommended for unused portions.
Health and safety information: All chemical reference materials should be considered potentially hazardous and should be used only by qualified laboratory personnel. Please refer to the Safety Data Sheet for detailed information about the nature of any hazard and appropriate precautions to be taken.
Accreditation: Sigma-Aldrich RTC is accredited by the US accreditation authority ANAB as a registered reference material producer AR-1470 in accordance with ISO 17034.
Certificate issue date: 09 July 2020



[Andy Ommen; Quality Control]

[Mark Pooler; Quality Assurance]

Sigma-Aldrich RTC, 2931 Soldier Springs Rd. Laramie, WY 82070, USA;
 Tel. 1 307-742-5452; Fax 1 307-855-831-9211; www.sigmaaldrich.com
 Sigma-Aldrich RTC is a subsidiary of Merck KGaA, Darmstadt, Germany.

[Certificate Page 1 of 6](#)
[Certificate version 02](#)
