

**VALIDASI METODE ANALISIS ISOLAT ANDROGRAFOLID
DALAM SEDIAAN SUSPENSI MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

SKRIPSI

**AGISTY SALSABILA
A201033**



**SEKOLAH TINGGI FARMASI INDONESIA
YAYASAN HAZANAH
BANDUNG
2024**

**VALIDASI METODE ANALISIS ISOLAT ANDROGRAFOLID
DALAM SEDIAAN SUSPENSI MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi

**AGISTY SALSABILA
A201033**



**SEKOLAH TINGGI FARMASI INDONESIA
YAYASAN HAZANAH
BANDUNG
2024**

LEMBAR PENGESAHAN

**VALIDASI METODE ANALISIS ISOLAT ANDROGRAFOLID DALAM
SEDIAAN SUSPENSI MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

**AGISTY SALSABILA
A201033**

**Agustus 2024
Disetujui oleh :**

Pembimbing



Dr. apt. Wiwin Winingsih, M.Si.

Pembimbing



Dr. Syarif Hamdani, M.Si.

Kutipan atau saduran baik sebagian atau seluruh naskah harus menyebut nama pengarang dan sumber aslinya, yaitu Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia

Kupersembahkan skripsi ini untuk ayah, ibu dan adik-adikku tercinta yang telah senantiasa segala bentuk dukungan, motivasi dan senantiasa mendoakan saya, serta menjadi alasan terhebat saya untuk berjuang dalam menyelesaikan jenjang S1. Terima kasih selalu ada setiap perjuanganku hingga saat ini.

ABSTRAK

Validasi metode analisis dilakukan untuk memastikan bahwa metode analitik akurat, spesifik, reproduibel, dan toleran terhadap kisaran analit yang akan dianalisis. Penelitian ini bertujuan untuk menetapkan validasi metode analisis kadar andrografolid dalam sediaan suspensi menggunakan metode spektrofotometri Uv-Vis dengan pelarut metanol : air (1:2) dan panjang gelombang 225 nm. Parameter validasi metode analisis yang ditentukan pada penelitian ini yaitu linearitas dan rentang, akurasi, presisi, batas deteksi dan batas kuantitasi. Hasil penelitian menunjukkan koefisien korelasi yaitu 0,9995 dengan rentang konsentrasi 5 ppm – 80 ppm, batas deteksi 4,08 ppm, batas kuantitasi 12,38 ppm, akurasi 90,4%, dan presisi 0,003%. Hasil penetapan kadar andrografolid dalam sediaan suspensi yaitu sebesar 68,575% dengan nilai %RSD 0,006%. Berdasarkan hasil penelitian, tidak semua parameter validasi memenuhi persyaratan yang ditetapkan sehingga metode spektrofotometri Uv-Vis pada penelitian ini perlu dikembangkan kembali agar dapat diaplikasikan untuk penetapan kadar andrografolid dalam sediaan suspensi.

Kata Kunci : Andrografolid, spektrofotometri Uv-Vis, validasi metode analisis

ABSTRACT

The validation of the analytical method was carried out to ensure that the method is accurate, specific, reproducible, and tolerant of the range of analytes to be analyzed. This study aims to establish the validation of the analytical method for determining andrographolide levels in suspension preparations using the UV-Vis spectrophotometry method with methanol : water (1:2) as the solvent and a wavelength of 225 nm. The validation parameters determined in this study include linearity and range, accuracy, precision, detection limit and quantitation limit. The results showed a correlation coefficient of 0.9995 with a concentration range of 5 ppm – 80 ppm, a detection limit of 4.08 ppm, a quantitation limit of 12.38 ppm, accuracy of 90.4%, and precision of 0.003%. The results of determining the levels of andrographolide in suspension preparations were 68.575% with a %RSD value of 0.006%. Based on the results, not all validation parameters met the established requirements, indicating that the UV-Vis spectrophotometry method in this study needs further development to be applicable for determining andrographolide levels in suspension preparations.

Keywords : Andrographolide, UV-Vis spectrophotometry, analytical method validation,

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim

Puji dan syukur saya panjatkan ke hadirat Allah SWT atas segala berkah rahmat dan ridho-Nya saya dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **“PENGEMBANGAN METODE ANALISIS ISOLAT ANDROGRAFOLID DALAM SEDIAAN SUSPENSI MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS”** dibawah bimbingan Dr. apt. Wiwin Winingsih, M.Si. dan Dr. Syarif Hamdani, M.Si.

Penelitian dan penulisan skripsi ini dilakukan untuk memenuhi salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana pada Program Studi Sarjana Farmasi Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia.

Saya mengucapkan terima kasih kepada dosen pembimbing Dr. apt Wiwin Winingsih, M.Si. dan Dr. Syarif Hamdani, M.Si. atas bimbingan, nasihat, dukungan serta pengorbanan yang telah diberikan. Pada kesempatan ini, tidak lupa saya mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Dr. apt. Adang Firmansyah, M.Si., selaku Ketua Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia,
2. Dr. apt. Diki Prayugo, M.Si., selaku Wakil Ketua 1 Bidang Akademik Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia,
3. Dr. apt. Wiwin Winingsih, M.Si., selaku Ketua Program Studi Sarjana Farmasi,
4. apt. Deby Tristiyanti, M.Farm., selaku dosen wali yang telah banyak memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis,
5. Muhammad Demas, terima kasih telah menjadi sosok pendamping special dalam segala hal, memberikan segala bentuk dukungan, motivasi dan selalu menemani suka duka dalam menyelesaikan skripsi ini,
6. Teman-teman satu kosan saya selama perkuliahan yaitu Nurr, Uum, Aini, Intan dan Rista yang telah memberi semangat dan membantu kepada saya selama menempuh perkuliahan.

Dengan kerendahan hati, saya mengharapkan masukan berupa kritik dan saran yang bersifat membangun untuk perbaikan di masa yang akan datang semoga tugas akhir ini akan memberikan manfaat bagi saya sendiri dan juga bagi pihak lain yang berkepentingan

Bandung, Agustus 2024
Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	i
KUTIPAN	ii
PERSEMBAHAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Identifikasi Masalah	1
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Kegunaan Penelitian	2
1.5 Waktu dan Tempat Penelitian	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Andrografolid	3
2.2 Suspensi	4
2.2.1 Formula Umum Suspensi	4
2.2.2 Teknik Pembuatan Suspensi	5
2.2.3 Evaluasi Sediaan Suspensi	5
2.3 Validasi Metode Analisis	6
2.3.1 Akurasi	7
2.3.2 Presisi	8
2.3.3 Spesifisitas	8
2.3.4 Linearitas	9
2.3.5 Batas Deteksi (<i>Limit of Detection</i>)	9
2.3.6 Batas Kuantifikasi (<i>Limit of Quantification</i>)	10
2.4 Spektrofotometri Uv-Vis	10
BAB III TATA KERJA	14
3.1 Alat	14
3.2 Bahan	14
3.3 Prosedur	14
3.3.1 Preparasi Larutan Induk	14
3.3.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	14
3.3.3 Formula dan Pembuatan Sediaan Suspensi	14
3.3.4 Preparasi Isolat Andrografolid dalam Sediaan Suspensi	15
3.3.5 Validasi Metode Analisis	15
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	17

4.1	Preparasi Larutan Induk.....	17
4.2	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	17
4.3	Pembuatan Sediaan Suspensi.....	18
4.4	Validasi Metode Analisis	19
4.4.1	Linearitas dan Rentang	19
4.4.2	Akurasi	19
4.4.3	Presisi	21
4.4.4	Spesifisitas	21
4.4.5	LOD dan LOQ	22
4.4.6	Penetapan Kadar Andrografolid dalam Sediaan Suspensi	22
BAB V SIMPULAN DAN ALUR PENELITIAN SELANJUT NYA		24
5.1	Simpulan.....	24
5.2	Alur Penelitian Selanjutnya	24
DAFTAR PUSTAKA		25
LAMPIRAN-LAMPIRAN.....		28

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Formula Umum Suspensi.....	4
2.2 Data yang diperlukan untuk uji validasi	7
3.1 Formula Pembuatan Suspensi	14
4.1 Hasil Pengujian Akurasi Andrografolid.....	20
4.2 Hasil Pengukuran Presisi Andrografolid	21
4.3 Penetapan Kadar Andrografolid dalam Sediaan Suspensi	22

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur Senyawa Andrografolid	3
2.2 Diagram Alat Spektrofotometer <i>UV-vis</i> Double Beam.....	12
4.1 Hasil Penentuan Panjang Gelombang Maksimal Andrografolid	17
4.2 Kurva Baku Andrografolid	19

DAFTAR LAMPIRAN

1. Formulasi.....	28
2. Hasil Pengukuran Penentuan Panjang Gelombang	29
3. Hasil Pengukuran Linearitas	30
4. Hasil Pengukuran Akurasi.....	31
5. Hasil Pengukuran Presisi.....	32
6. Hasil Pengukuran Spesifisitas	33
7. Penetapan Kadar Andrografolid dalam Sediaan Suspensi	34

DAFTAR PUSTAKA

- Ahriani, Zelviani, S., Hernawati, & Fitriyanti. (2021). Analisis Nilai Absorbansi Untuk Menentukan Kadar Flavonoid Daun Jarak Merah (*Jatropha gossypifolia* L.) Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Fisika Dan Terapannya*, 8(2), 56–64.
- Anngela, O., Muadifah, A., & Nugraha, D. P. (2021). Validasi Metode Penetapan Kadar Boraks pada Kerupuk Puli Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. *Jurnal Sains Dan Kesehatan*, 3(4), 375–381.
- Ayu, D., Tetha, E. S., & Sugiarto, R. D. (2016). *Pebandingan Metode Analisa Kadar Besi antara Serimetri dan Spektrofotometer UV-Vis dengan*. 1(1), 8–13.
- Chan, CC., Lam, H., Lee., Zang, XM., (2004), ‘Analytical Method Validation and Instrument Performance Verification’, John Wiley & Sons Inc, Canada, p 16-18
- Chao, W. W., & Lin, B. F. (2010). Isolation and identification of bioactive compounds in *Andrographis paniculata* (Chuanxinlian). *Chinese Medicine*, 5, 1–15.
- Handoyo Sahumena, M., Ruslin, R., Asriyanti, A., & Nurrohanta Djuwarno, E. (2020). Identifikasi Jamu Yang Beredar Di Kota Kendari Menggunakan Metode Spektrofotometri Uv-Vis. *Journal Syifa Sciences and Clinical Research*, 2(2), 65–72.
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi dan Cara Penggunaannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3), 117.
- Harmono, H. D. (2020). Validasi Metode Analisis Logam Merkuri (Hg) Terlarut pada Air Permukaan dengan Automatic Mercury Analyzer. *Indonesian Journal of Laboratory*, 2(3), 11.
- Harron, D. W. G. (2013). Technical Requirements for Registration of Pharmaceuticals for Human Use: The ICH Process. *The Textbook of Pharmaceutical Medicine*, 1994(November), 447–460.
- ICH Harmonised Tripartite Guideline, (2005) ‘Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology Q2’.
- Imanta, E., & Hidajati, N. (2017). Uji BIOLARVASIDA NYAMUK *Aedes aegypti* DARI HASIL ISOLASI EKSTRAK METANOL TANAMAN SAMBILOTO (*Andrographis paniculata* NESS) Test of Biolarvasida *Aedes Aegypti* From Isolation Methanol Extract of Plant Sambiloto (*Andrographis paniculata* NESS) Elasti Imant. *UNESA Journal of Chemistry*, 6(1), 36–41.
- Iqbal, Rustam, N., & Kasman. (2016). Analysis of Absorbance Value on the Flavonoid Level of Red Betel (*Piper Crocatm*) and Green Betel (*Piper Betle* L) Leaves. *Journal Gravitasi*, 15(1), 1–8.
- Jain, P. K., Ravichandran, V., Jain, P. K., & Agrawal, R. K. (2010). High-performance thin layer chromatography method for estimation of andrographolide in herbal extract and polyherbal formulations. *Journal of Saudi Chemical Society*, 14(4), 383–389.
- Kementrian Kesehatan Republik Indonesia. (2020) ‘Farmakope Indonesia VI’, Jakarta: Kemenkes RI.
- Kondratova, Y., Logoyda, L., Voloshko, Y., Abdel-Megied, A., Korobko, D., & Soroka, Y. (2017). Development and validation of HPLC-dad method for the

- determination of bisoprolol in tablet dosage forms. *International Journal of Applied Pharmaceutics*, 9(6), 54–59.
- Laksmiani, Susanti, Widjaja, Rismayanti, & Wirasuta. (2015). Pengembangan Metode Refluks untuk Ekstraksi Andrografolid dari Herba Sambiloto (*Andrographis paniculata* (Burm.f.) Nees). *Jurnal Farmasi Udayana*, 4(2), 82–90.
- Nasution, A. Y., Pratiwi, D., Frimananda, Y., & Ardiansyah, A. (2021). VALIDASI METODE ANALISIS VITAMIN C PADA BUAH DAN KERIPIK NANAS SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis. *Kartika : Jurnal Ilmiah Farmasi*, 8(1), 16.
- Nuryasyfi, A. A. (n.d.). *TABLET DISPERSIBEL ANDROGRAFOLID DENGAN KOMPLEKSASI ARS – CU (II)*. *Ii*, 9918.
- Ramadhan, S. A., & Musfiroh, I. (2021). Review Artikel: Verifikasi Metode Analisis Obat. *Farmaka*, 19(3), 87–92.
- Rao, T.N., (2018) ‘Validation of Analytical Methods,. In, Stauffer,M.T. (ed), Calibration and Validation of Analytical Methods’. IntechOpen, Rijeka, hal. 131 141.
- Ravisankar, P., Naga Navya, C., Pravallika, D., & Sri, D. N. (2015). A review on step-by-step analytical method validation. *IOSR Journal Of Pharmacy*, 5(10), 2250–3013.
- Rohmah, S. A. A., Muadifah, A., & Martha, R. D. (2021). Validasi Metode Penetapan Kadar Pengawet Natrium Benzoat pada Sari Kedelai di Beberapa Kecamatan di Kabupaten Tulungagung Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis. *Jurnal Sains Dan Kesehatan*, 3(2), 120–127.
- Rohman, A., Luthfianasari, H., Irnawati, Riyanto, S., Rafi, M., Prajogo, B., & Amran, M. B. (2021). HPLC-FTIR spectroscopy combined with multivariate calibration for analysis of Andrographolide in *Andrographis paniculata* extract. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 11(5), 32–38.
- Sanna, S., Rajani, A., Sumedha, N., & Mahesh, B. (2012). Formulation and evaluation of taste masked oral suspension of Dextromethorphan hydrobromide. *International Journal of Drug Development and Research*. Vol. 4 No .2 :159- 172.
- Sukmawati sudewi S, Pontoh J. (2018) ‘Optimasi dan Validasi Metode Analisis Dalam Penentuan Kandungan Total Flavonoid Pada Ekstrak Daun Gedi Hijau (*Abelmoscus Manihot* L.) yang Diukur Menggunakan Spektrofotometer UvVis’, *Pharmacon*.;7(3):32–41.
- Syukri, Y., Nugroho, A. E., Martien, R., & Lukitaningsih, E. (2015). Validasi Penetapan Kadar Isolat Andrografolid dari Tanaman Sambiloto (*Andrographis paniculata* Nees) Menggunakan HPLC. *Jurnal Sains Farmasi & Klinis*, 2(1), 8.
- Umapathi, P., Ayyappan, J., & Darlin Quine, S. (2012). Quantitative determination of metformin hydrochloride in tablet formulation containing croscarmellose sodium as disintegrant by HPLC and UV spectrophotometry. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 11(1), 107–116.
- United States Pharmacopeia-National Formulary (USP-NF)*. (2014).
- USP-NF. (2007). Validation of Compendial Procedures <1225>. *Rockville, MD: USP*, 1–5.
- Vijaykumar, K., Murthy, P. B. S., Kannababu, S., Syamasundar, B., & Subbaraju,

- G. V. (2007). Estimation of Andrographolide in *Andrographis paniculata* Herb, Extracts and Dosage forms. *International Journal of Applied Science and Engineering*, 5(April), 1.
- Wahyuni Rina, Syofyan, Septa Yunalti. (2017). Formulasi dan Evaluasi Stabilitas Fisik Suspensi Ibuprofen Menggunakan Kombinasi Polimer Serbuk Gom Arab dan Natrium Karboksimeselulosa. Fakultas Farmasi Universitas Padang. STIFARM Padang.
- Warono, D., & Syamsudin. (2013). Unjuk Kerja Spektrofotometer Analisa Zat Aktif Ketoprofen. *Konversi*, 2, 60.
- Wijaya, H. M., & Lina, R. N. (2021). Formulasi Dan Evaluasi Fisik Sediaan Suspensi Kombinasi Ekstrak Biji Pepaya (*Carica Papaya L.*) Dan Umbi Rumput Teki (*Cyperus Rotundus L.*) Dengan Variasi Konsentrasi Suspending Agent Pga (Pulvis Gummi Arabici) Dan Cmc-Na (Carboxymethylcellulosum Natrium). *Cendekia Journal of Pharmacy*, 5(2), 166–175.
- Wulansari, S. A., & Lubada, E. I. (2020). Validasi Metode Analisa Pada Penetapan Kadar Koenzim Q10 Dalam Sediaan Mikroemulsi Menggunakan Metode Spektrofotometer Uv-Vis. *Jurnal Kimia Riset*, 5(1), 29.
- Ziegel, E. R. (2004). Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry. In *Technometrics* (Vol. 46, Issue 4).