

VALIDASI METODE KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS - DENSITOMETRI DALAM ANALISIS KANDUNGAN ALOPURINOL PADA JAMU

AHMAD HABIBIE

15/383259/PA/16919

ABSTRAK

Telah dilakukan validasi metode Kromatografi Lapis Tipis – Densitometri dalam analisis kandungan alopurinol pada jamu. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kinerja metode dengan mengukur spesifisitas, presisi, akurasi, batas deteksi dan batas kuantitasi. Penelitian ini diawali optimasi pemisahan dengan KLT dengan fasa gerak dan penentuan nilai faktor retardasi (R_f) alopurinol agar terjadi pemisahan yang baik. Validasi dilakukan dengan penentuan spesifisitas dengan membandingkan densitogram larutan blanko jamu, larutan standar alopurinol serta larutan adisi larutan standar yang ditambahkan jamu. Kurva kalibrasi larutan standar alopurinol dibuat untuk analisis kandungan alopurinol dan untuk menentukan nilai batas deteksi (*limit of detection*) serta batas kuantitasi (*limit of quantitation*). Akurasi metode diuji dengan penentuan persentase perolehan kembali alopurinol yang telah ditambahkan ke dalam sampel jamu. Presisi diuji dengan penentuan keterulangan (*repeatability*) dan presisi intermediet analisis larutan standar alopurinol. Metode diuji dengan simulasi analisis alopurinol dalam sediaan jamu.

Hasil yang diperoleh adalah spesifisitas larutan blanko jamu tidak memiliki puncak yang sama dengan larutan standar alopurinol pada daerah R_f 0,64. Hasil dari penentuan linearitas yaitu kurva kalibrasi dengan nilai koefisien determinasi (r^2) sebesar 0,9988. Batas deteksi dan batas kuantitasi yang diperoleh masing-masing adalah 68,17 ng dan 206,57 ng. Pada penentuan presisi, nilai %RSD yang diperoleh pada penentuan keterulangan adalah 1,85 %. Pada penentuan, presisi intermediet nilai %RSD yang diperoleh adalah 1,84 %. Pada pengukuran akurasi diperoleh nilai persentase perolehan kembali pada massa rendah, sedang dan tinggi masing-masing sebesar $101,64 \pm 0,65$ %, $98,62 \pm 1,66$ % dan $99,98 \pm 2,00$ %. Berdasarkan hasil simulasi diperoleh nilai persentase perolehan kembali dan %RSD sebesar 98,45 % dan 1,19 %. Parameter statistik yang diperoleh menunjukkan metode telah tervalidasi.

Kata kunci: alopurinol, analisis, jamu, KLT, validasi.

VALIDATION METHOD OF THIN LAYER CHROMATOGRAPHY - DENSITOMETRY IN ANALYSIS OF ALLOPURINOL CONTENT IN *JAMU*

AHMAD HABIBIE

15/383259/PA/16919

ABSTRACT

Validation of Thin-Layer Chromatography – Densitometry method on analysis of allopurinol content in *jamu* had been performed. This research's aims were to determine specification, precision, accuracy, limit of detection (LoD) and limit of quantitation (LoQ). This research began with optimization of separation using TLC method to determine the value of allopurinol retardation factor (Rf). Validation was carried out by determine the specificity of the *jamu* blank solution. Calibration curve of allopurinol standard was made to analyze the allopurinol content and to determine the limit of detection and quantitation. Accuracy of the method was tested by allopurinol recovery, which has been added to the *jamu*. Precision was tested by determining the repeatability and intermediate precision of analysis of the standard solution of allopurinol. The method was tested by simulating the analysis of allopurinol in *jamu*.

The results showed that the specificity of the *jamu* blank did not have the same Rf value as the standard allopurinol i.e. 0,64. Calibration curves showed a determination coefficient (r^2) of 0.9988. LoD and LoQ were obtained respectively 68.17 ng and 206.57 ng. Determination of precision showed that the value of %RSD on repeatability test was 1.85 %. In the determination of intermediate precision, the %RSD value obtained was 1.84 %. The recovery values obtained from measurement of accuracy at low, medium and high concentrations were 101.64 ± 0.65 %, 98.62 ± 1.66 % and 99.98 ± 2.00 %, respectively. Based on the simulation results, the recovery value and %RSD were 98.45 % and 1.19 %. Based on having proved the statistical parameters the method was validated.

Keyword : allopurinol, analysis, *jamu*, TLC, validation.