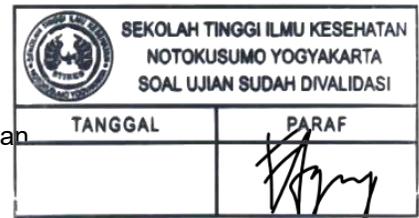


	SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN NOTOKUSUMO YOGYAKARTA	
	UJIAN AKHIR SEMESTER GENAP TA 2023/2024 PROGRAM STUDI S-1 FARMASI	
Mata Kuliah	:	Analisis Obat
Dosen	:	Desy Ayu Irma Permatasari, S.Si., M.Pharm.Sci.
Hari/Tanggal	:	Jumat, 28 Juni 2024
Waktu	:	Dikirimkan maks pukul 08.00 WIB, 28 Juni 2024
Tingkat/semester	:	II / IV
Jenis Ujian	:	Take Home Exam, Essay tertulis

PETUNJUK:

- Kerjakan soal berikut ini dengan **uraian** yang tepat, lengkap dan jelas!
- **Kerjakan secara mandiri. Jika ditemukan narasi jawaban yang sama antar mahasiswa, maka mahasiswa tersebut akan didiskualifikasi, dan diberikan nilai nol (0).**
- Tuliskan jawaban pada lembar jawab yang tersedia.
- Kumpulkan lembar jawab pada google form yang telah disediakan: <https://forms.gle/4LDmhgJEi7ZzcKih8>.
- Pada saat jadwal ujian, mahasiswa hadir offline untuk presensi kehadiran
- Selamat mengerjakan. Goodluck.



PRA-SYARAT:

Salin pernyataan berikut:

“Saya menyatakan bahwa saya mengerjakan ujian ini dengan jujur dan berintegritas.”

LITERATUR:

Simak literatur berikut ini. Lembar artikel jurnal selengkapnya dilampirkan terpisah.

Bushra Tuwfeeq Alquadeib, Development and validation of a new HPLC analytical method for the determination of diclofenac in tablets, Saudi Pharmaceutical Journal, Volume 27, Issue 1, 2019, Pages 66-70, ISSN 1319-0164, <https://doi.org/10.1016/j.jsps.2018.07.020>.

Saudi Pharmaceutical Journal 27 (2019) 66–70



King Saud University

Contents lists available at [ScienceDirect](https://www.sciencedirect.com)

Saudi Pharmaceutical Journal

journal homepage: www.sciencedirect.com



Original article

Development and validation of a new HPLC analytical method for the determination of diclofenac in tablets

Bushra Tuwfeeq Alquadeib

King Saud University, Riyadh, Saudi Arabia



ARTICLE INFO

Article history:
Received 21 March 2018
Accepted 19 July 2018
Available online 3 August 2018

Keywords:
Diclofenac
Reverse phase high performance liquid chromatography
HPLC

ABSTRACT

A new selective and sensitive high-performance liquid chromatography (HPLC) method was developed for the quantification of diclofenac sodium (DS) in pharmaceutical dosage form using lidocaine as internal standard (IS). Chromatographic separation was achieved on a symmetry C18 column (4.6 mm × 150 mm, 3 μm spherical particles) using 0.05 M orthophosphoric (pH 2.0) 35% and acetonitrile as 65%, as the mobile phase at a flow rate of 2.0 mL/min and monitored at 210 nm. The run time was 2 min.

The method was validated to fulfill International Conference on Harmonisation (ICH) requirements and this validation included specificity, linearity, limit of detection (LOD), limit of quantification (LOQ), accuracy, precision and robustness. The calibration curve was linear over the concentration range from 10 to 200 μg/ml, and lower limit of detection of 12.5 ng/ml. The accuracy and precision of the method were within the acceptable limit of ±20% at the lower limit of quantitation and ±15% at other concentrations. Diclofenac was unstable at room temperature it showed more than 25% loss after 24 h. While, DS is very stable at refrigerator 4 °C auto-sampler, freeze/thaw cycles and 30 days storage in a freezer at -35 ± 2 °C.

All results were acceptable and this confirmed that the method is suitable for its intended use in routine quality control and assay of drugs.

© 2018 The Author. Production and hosting by Elsevier B.V. on behalf of King Saud University. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

Pahami isi literatur tersebut. Kemudian jawab soal/pertanyaan di bawah dengan bahasa Anda sendiri sesuai yang Anda pahami. Tidak diperbolehkan meniru narasi jawaban dari teman/mahasiswa yang lain. Jangan membagikan jawaban Anda dengan teman/mahasiswa yang lain. Jika ditemukan narasi jawaban yang sama antar mahasiswa, maka mahasiswa tersebut (baik yang dicontek maupun yang mencontek) akan didiskualifikasi dan diberikan nilai nol (0).

SOAL:

1. Apa tujuan dari penelitian tersebut?
2. Apa perbedaan sampel dan analit? Apa analit yang akan diteliti dari sampel yang digunakan pada jurnal tersebut?
3. Berapa macam tablet Sodium Diclofenac yang digunakan sebagai sampel dalam penelitian? Merk apa saja?
4. Validasi analitis apa yang dilakukan oleh peneliti pada jurnal tersebut? Berapa hasil dari perhitungan validasi analitis yang dilakukan?
5. Bagaimana hasil dari penelitian tersebut? (Dititik beratkan pada penggunaan instrumennya (HPLC)).
6. Mengapa kolom HPLC yang digunakan pada penelitian tersebut adalah kolom C18, bagaimana pengaruhnya terhadap waktu retensi dari sampel yang digunakan?
7. Berikan kesimpulan singkat yang dapat Anda pahami dari jurnal tersebut!
8. Mengapa metode HPLC dengan penggunaan asetonitril sebagai *main solvent* memiliki beberapa kerugian?
9. Bacalah dan cermati kondisi instrumen HPLC yang digunakan dalam penelitian dibawah ini! Analisis dan tuliskan data kondisi dari HPLC tersebut! **(dalam bentuk tabel)**

2.2. Liquid chromatography conditions

The HPLC system consisted of Waters 1525 binary pump Separation module (Waters, USA) fitted with C₁₈ column (300 mm × 4.6 mm). The autosampler injection system (Waters 2707) used was a 10 µl sample loop. A Millipore Swinnex type filter (pore size = 0.45 µm) was obtained from Millipore (Bangalore, India). A Waters HPLC system equipped with a Waters 484 variable UV absorbance detector and a Waters 2707 plus autosampler was used. Waters 515 solvent delivery system was used to operate the gradient flow through a symmetry C₁₈ column (4.6 × 75 mm, 3.5 µm spherical particles). with 0.05 M orthophosphoric pH 2.0 and acetonitrile as 35 and 65%, respectively as a mobile phase at a flow rate of 2.0 mL/min and the run time was 2 min. Degassing was achieved via filtration through a 0.45 µm Millipore membrane filter and sonication for 10 min. The injection volume was 20 µl and detection was at 210 nm. The HPLC system was operated at 25 °C. Data were collected with a Breeze Chromatography Manager Data Collection System. A daily standard calibration curve (6 standards ranging from 10 to 200 µg/ml) was prepared to determine the unknown DS concentration.

10. Pada validasi metode, tentunya akan dibutuhkan suatu larutan standar yang akan difungsikan sebagai kurva kalibrasi, pada penelitian ini ada berapa variasi konsentrasi larutan standar yang dibuat, silahkan dapat disebutkan masing-masing konsentrasi yang digunakan dan pengaruhnya terhadap hasil kurva kalibrasi standarnya!