

SKRIPSI SARJANA FARMASI

**OPTIMASI DAN VALIDASI METODE ANALISIS SENYAWA
TETRAPRENILTOLUQUINON (TPTQ) DALAM DARAH
MENGUNAKAN KCKT DENGAN PREPARASI
SAMPEL SECARA *DRIED BLOOD SPOT* (DBS)**



Oleh:

TRILIZA AVRIANI
NIM: 1911011042

Dosen Pembimbing

1. **Dr. apt. Meri Susanti, M.Farm**
2. **apt. Annisa Fauzana, S. Farm., M. Farm.**

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2023**

**OPTIMASI DAN VALIDASI METODE ANALISIS SENYAWA
TETRAPRENILTOLUQUINON (TPTQ) DALAM DARAH
MENGUNAKAN KCKT DENGAN PREPARASI
SAMPEL SECARA *DRIED BLOOD SPOT* (DBS)**

Oleh:

TRILIZA AVRIANI

NIM: 1911011042



Dosen Pembimbing

- 1. Dr. apt. Meri Susanti, M.Farm**
- 2. apt. Annisa Fauzana, S. Farm., M. Farm.**

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
2023**

ABSTRAK

OPTIMASI DAN VALIDASI METODE ANALISIS SENYAWA TETRAPRENILTOLUQUINON (TPTQ) DALAM DARAH MENGUNAKAN KCKT DENGAN PREPARASI SAMPEL SECARA *DRIED BLOOD SPOT* (DBS)

Oleh :

TRILIZA AVRIANI

NIM : 1911011042

(Program Studi Sarjana Farmasi)

Tetrapreniltoluquinon (TPTQ) adalah salah satu senyawa metabolit sekunder hasil isolasi dari tumbuhan *Garcinia cowa* Roxb. Senyawa ini telah dilaporkan memiliki aktivitas farmakologi sebagai anti inflamasi sehingga berpotensi dijadikan sebagai obat. Diperlukan metode analisis yang valid dan preparasi sampel yang optimal untuk memperoleh data profil farmakokinetika agar didapatkan regimen dosis yang aman. *Dried Blood Spot* (DBS) merupakan metode preparasi sampel dengan menggunakan volume sampel yang jauh lebih kecil dibandingkan metode preparasi lainnya. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan optimasi dan validasi metode analisis senyawa TPTQ dengan preparasi sampel secara DBS dan dianalisis menggunakan KCKT fase terbalik dengan laju alir 0,2 mL/menit, fase gerak asetonitril : asam formiat 0,4% (87:13), menggunakan fenofibrat sebagai internal standar. Pada penelitian ini dilakukan optimasi jenis dan volume pelarut pengekstraksi dan optimasi volume rekonstitusi. Jenis pelarut pengekstraksi yang digunakan yaitu metanol dan asetonitril dengan volume masing-masing 300, 600, 900 μ L. Rekonstitusi dilakukan menggunakan campuran fase gerak volume 50 dan 100 μ L. Dari hasil penelitian, diperoleh jenis dan volume pelarut pengekstraksi yang optimal yaitu metanol 900 μ L dengan volume rekonstitusi 50 μ L. Pengujian linearitas TPTQ diperoleh hubungan lurus antara konsentrasi dan luas area di bawah kurva pada rentang konsentrasi 3,3 – 105,6 μ g/mL ($r \geq 0,99$). Batas kuantifikasi terendah (LLOQ) 3,3 μ g/mL. Nilai %akurasi yaitu dari -8,2915 % sampai 15,1654% dan koefisien variasi (%KV) 9,3866. Perolehan Kembali yang didapat untuk konsentrasi rendah (9,9 μ g/mL) yaitu 79,3695%, konsentrasi sedang (52,8 μ g/mL) 81,2592%, dan konsentrasi tinggi (118,8 μ g/mL) 93,0446%. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode KCKT valid digunakan untuk analisis TPTQ dalam darah.

Kata Kunci : TPTQ, bioanalisis, KCKT, DBS, optimasi, validasi, kromatografi

ABSTRACT

**OPTIMIZATION AND VALIDATION OF ANALYSIS OF
TETRAPRENILTOLUQUINONE (TPTQ) METHODS IN BLOOD
WITH DRIED BLOOD SPOT (DBS) SAMPLE PREPARATION**

By :
TRILIZA AVRIANI
Student ID Number : 1911011042
(Bachelor of Pharmacy)

Tetraprenyltoluquinone (TPTQ) is a secondary metabolite isolated from the *Garcinia cowa* Roxb plant. This compound has been reported to have pharmacological activity as an anti-inflammatory so that it has the potential to be used as a drug. Valid analytical methods and optimal sample preparation are needed to obtain pharmacokinetic profile data in order to obtain a safe dosing regimen. Dried Blood Spot (DBS) is a sample preparation method using a much smaller sample volume compared to other preparation methods. This study aims to optimize and validate the TPTQ compound analysis method with sample preparation by DBS and analyzed using the reversed phase HPLC at a flow rate of 0.2 mL/minute, the mobile phase of acetonitrile: 0.4% formic acid (87:13), using fenofibrate as internal standard. In this research, optimization of the type and volume of extracting solvent and optimization of the reconstitution volume were carried out. The types of extracting solvents used were methanol and acetonitrile with a volume of 300, 600, 900 μL respectively. Reconstitution was carried out using a volume of 50 and 100 μL mobile phase mixture. From the research results, the optimal type and volume of extracting solvent was obtained, namely methanol 900 μL with a reconstitution volume of 50 μL . The TPTQ linearity test obtained a straight relationship between the concentration and the area under the curve in the concentration range of 3.3 – 105.6 $\mu\text{g/mL}$ ($r \geq 0.99$). Lower quantification limit (LLOQ) 3.3 $\mu\text{g/mL}$. The % accuracy value is from -8.2915% to 15.1654% and the coefficient of variation (% KV) is 9.3866. The recovery obtained for low concentration (9.9 $\mu\text{g/mL}$) was 79.3695%, medium concentration (52.8 $\mu\text{g/mL}$) 81.2592%, and high concentration (118.8 $\mu\text{g/mL}$) 93.0446 %. Based on these results it can be concluded that the HPLC method is valid for TPTQ analysis in blood.

Keywords: TPTQ, bioanalysis, HPLC, DBS, optimization, validation, chromatogram