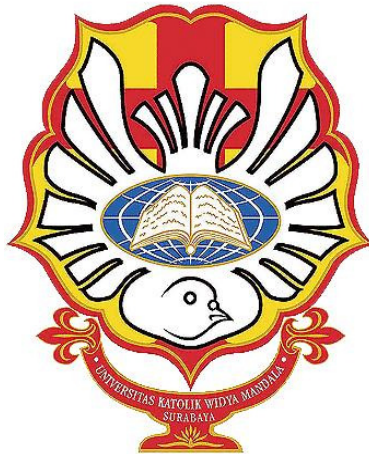


**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI DAN PENETAPAN  
KADAR SIBUTRAMIN HCI DALAM KAPSUL HERBAL  
PELANGSING SECARA KLT-DENSITOMETRI**



**ANGELINA FAUSTINE**

**2443010074**

**PROGRAM STUDI S1**

**FAKULTAS FARMASI**

**UNIKA WIDYA MANDALA SURABAYA**

**2014**

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI DAN PENETAPAN KADAR  
SIBUTRAMIN HCI DALAM KAPSUL HERBAL PELANGSING  
SECARA KLT-DENSITOMETRI**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan  
memperoleh gelar Sarjana Farmasi  
di Fakultas Farmasi Unika Widya Mandala Surabaya

**OLEH:**  
**ANGELINA FAUSTINE**  
**2443010074**

Telah disetujui pada tanggal 16 Januari 2014 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I



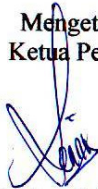
Henry K. S., M.Si., Apt  
NIK. 241. 97. 0283

Pembimbing II



Dra. Hj. Emi Sukarti, M.Si., Apt  
NIK. 241. 81. 0081

Mengetahui,  
Ketua Penguji,



Senny Y. Esar, S.Si., M.Si., Apt.  
NIK. 241.01.0520

**LEMBAR PERSETUJUAN  
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demikian perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **Validasi Metode Identifikasi Dan Penetapan Kadar Sibutramin HCl Dalam Kapsul Herbal Pelangsing Secara Kloroformometri** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media online yaitu Digital Library Perpustakaan Unika Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 16 Januari 2014



Angelina Faustine  
2443010074

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil tugas akhir ini adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. Apabila di kemudian hari diketahui bahwa skripsi ini merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh

Surabaya, 16 Januari 2014



Angelina Faustine  
2443010074

## ABSTRAK

### VALIDASI METODE IDENTIFIKASI DAN PENETAPAN KADAR SIBUTRAMIN HCl DALAM KAPSUL HERBAL PELANGSING SECARA KLT-DENSITOMETRI

ANGELINA FAUSTINE

2443010074

Sibutramin HCl merupakan bahan kimia obat (BKO) yang dilarang oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) untuk ditambahkan ke dalam kapsul herbal pelangsing. Pada bulan Oktober 2011, BPOM mengeluarkan *public warning* yang menyatakan bahwa beberapa obat herbal pelangsing yang beredar di pasaran mengandung BKO sibutramin HCl, sehingga dilakukan penelitian sibutramin HCl dalam obat herbal pelangsing secara KLT-densitometri. Sebanyak 33,5 mg tablet sibutramin HCl (setara dengan 2,5 mg sibutramin HCl) dan 112,5 mg matriks kapsul herbal pelangsing diekstraksi dengan 5,0 ml metanol, ditotolkan sebanyak 5 $\mu$ l dan dieluasi dengan metanol : etil asetat : asam formiat (1 :8 :1, v/v/v) pada plat silika gel GF<sub>254</sub>. Noda diamati dengan densitometer pada  $\lambda$ 223 nm. Pada uji linearitas dilakukan perhitungan uji F dengan hasil 0,17 yang lebih kecil dari F tabel yaitu 4,26. Pada uji akurasi dilakukan perhitungan t hitung dengan hasil lebih kecil dari t tabel yaitu 4,303. Pada uji presisi dilakukan perhitungan nilai KV, dimana harga KV yang diperoleh lebih kecil dari 5%. LOD yang diperoleh yaitu 0,0493 %b/b dan LOQ yang diperoleh yaitu 0,1643 %b/b. Aplikasi metode dilakukan pada 9 sampel kapsul herbal pelangsing dan kapsul herbal pelangsing merek A, B, C teridentifikasi mengandung sibutramin HCl dengan kadar sebesar 4,49% untuk sampel A, 6,53% untuk sampel B, 5,98% untuk sampel C. Dapat disimpulkan bahwa metode KLT dapat digunakan untuk mengidentifikasi dan menetapkan kadar sibutramin HCl dalam kapsul herbal pelangsing.

**Kata Kunci :** sibutramin HCl, kapsul herbal pelangsing, KLT.

## ABSTRACT

### VALIDATION OF THIN LAYER CHROMATOGRAPHY- DENSITOMETRY IDENTIFICATION METHOD AND ASSAY OF SIBUTRAMINE HYDROCHLORIDE IN HERBAL SLIMMING CAPSULE

ANGELINA FAUSTINE  
2443010074

Sibutramine HCl is a chemical substance which is forbidden by The Medicine & Food Monitoring Centre to be added in herbal slimming capsule. On October 2011, they announced a *public warning* stated that there are some kinds of herbal slimming capsule containing sibutramine HCl, so that the research sibutramine HCl in herbal slimming capsule by TLC-Densitometry was conducted. Thirty three point five mg of sibutramine HCl tablet (equivalent to 2,5 mg sibutramine HCl) and 112,5 mg of herbal slimming capsule matrix were extracted by 5,0 ml methanol then spotted on silica gel GF<sub>254</sub> plate as much as 5 µl before it eluated by methanol : ethyl acetate : formiac acid (1:8:1,%v/v/v). It were analyzed by densitometer at  $\lambda$ 223 nm. On linearities test, the calculation of F was done with 0,17 as result. It less than 4,26 as put on table of F. The parameter of accuracy is a t test. This test was done and give a result that does not more than 4,303 as put on table of t. The parameter of precision is a variation of coefficient which is less than 5%. The LOD was 0,0493 %b/b and the LOQ was 0,1643 %b/b. The method was applied to 9 samples of herbal slimming capsule. Herbal slimming capsule coded "A", "B", and "C" were indicated containing 4,49% of sibutramine HCl in sample A, 6,53% of sibutramine HCl in sample B, and 5,98% of sibutramine HCl in sample C. Based on the result, it could be concluded that TLC method can be used for identification and assay of sibutramine HCl in herbal slimming capsule.

**Keywords :** sibutramine HCl, herbal slimming capsule, TLC.

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kepada Tuhan Yesus yang telah melimpahkan berkat dan kasih-Nya sehingga penulisan skripsi yang berjudul : “VALIDASI METODE IDENTIFIKASI DAN PENETAPAN KADAR SIBUTRAMIN HCl DALAM KAPSUL HERBAL PELANGSING SECARA KLT-DENSITOMETRI” dapat terselesaikan.

Adapun skripsi ini dibuat untuk memenuhi persyaratan dalam menyelesaikan Pendidikan Strata-1 di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Dalam pembuatan skripsi ini, didapatkan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu pada kesempatan ini dengan tulus penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Henry Kurnia Setiawan, M.Si., Apt dan Dra. Hj. Emi Sukarti, M.Si., Apt selaku Dosen Pembimbing I dan Dosen Pembimbing II yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing dan mengarahkan sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
2. Senny Yesery Esar, S. Si. M. Si. Apt., dan Sumi Wijaya, Ph. D., Apt., selaku Dosen Penguji yang telah banyak memberikan saran dan masukan untuk kesempurnaan skripsi ini.
3. Martha Ervina, S.Si., M.Si., Apt. selaku Pembimbing Akademik serta Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
4. Bapak dan Ibu Dosen Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah memberikan banyak ilmu pengetahuan.

5. Pihak Tata Usaha Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah banyak membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.
6. Kepala Laboratorium dan laboran Analisis Sediaan Farmasi yang telah memberikan ijin untuk menggunakan fasilitas laboratorium.
7. Papa, Mama, Albert Tribudi, Stefanus Alfianto, dan seluruh anggota keluarga yang telah memberikan bantuan moril maupun materiil sehingga pendidikan Strata-1 di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya ini dapat terselesaikan.
8. Teman-teman Farmasi, terutama Kristalia Anggar, Della Fabrina, Angela Nyaga, Yuliani So, Lanny Raimanus dan lainnya yang telah banyak membantu sejak awal pelaksanaan skripsi ini.
9. Teman-teman terdekat, terutama Angela Listiarini, Lisa Anggraeni, Stephanie Setiawan Hartanto yang telah memberikan motivasi studi hingga skripsi ini dapat terselesaikan.

Akhir kata diharapkan semua yang telah ditulis dalam skripsi ini dapat memberikan masukan yang berarti bagi pembaca, khususnya masyarakat Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Surabaya, Januari 2014

Penulis



## DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
<i>ABSTRACT</i> .....	ii
KATA PENGANTAR .....	iii
DAFTAR ISI .....	v
DAFTAR TABEL .....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN .....	xi
BAB	
1. PENDAHULUAN .....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Masalah.....	5
1.3. Tujuan Penelitian.....	6
1.4. Manfaat Penelitian .....	6
2. TINJAUAN PUSTAKA .....	7
2.1. Obat Tradisional .....	7
2.2. Sibutramin .....	7
2.2.1. Sifat Fisika-Kimia.....	8
2.2.2. Dosis .....	8
2.2.3. Mekanisme Kerja.....	9
2.2.4. Farmakokinetik .....	9
2.2.5. Efek Samping.....	10
2.3. Tinjauan tentang Kromatografi.....	10
2.3.1. Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	11
2.3.2. Fase Diam .....	14
2.3.3. Fase Gerak (Larutan Pengembang).....	14

	Halaman
2.3.4. Analisis Kualitatif dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis.....	15
2.3.5. Analisis Kuantitatif dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis.....	18
2.4. Tinjauan tentang Densitometri.....	19
2.4.1. Prinsip Pengukuran Densitometri .....	20
2.5. Metode Validasi pada Analisis Kimia .....	20
2.5.1. Selektivitas atau Spesifisitas.....	22
2.5.2. Linearitas .....	22
2.5.3. Akurasi/Kecermatan .....	23
2.5.4. Presisi/Keseksamaan.....	25
2.5.5. Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ).....	26
3. METODE PENELITIAN .....	28
3.1. Bahan dan Alat .....	28
3.1.1. Sampel .....	28
3.1.2. Matriks.....	28
3.1.3. Bahan Kimia .....	28
3.1.4. Alat .....	29
3.2. Prosedur Penelitian .....	29
3.2.1. Formula Matriks Kapsul Herbal Pelangsing.....	29
3.2.2. Penyiapan Fase Gerak.....	30
3.2.3. Larutan Baku Induk Sibutramin HCl dalam Metanol.....	30
3.2.4. Larutan Matriks dalam Metanol.....	30
3.2.5. Larutan Campuran Bahan Aktif dan Matriks.....	30

	Halaman
3.3. Validasi Metode Identifikasi dan Penetapan Kadar ..	30
3.3.1. Selektivitas.....	30
3.3.2. Linearitas .....	31
3.3.3. LOD dan LOQ .....	32
3.3.4. Ketepatan (Akurasi) dan Ketelitian (Presisi).....	32
3.3.5. Aplikasi Metode pada Sampel Kapsul Herbal Pelangsing yang Ada di Pasaran ..	32
3.4. Skema Kerja .....	34
4. HASIL PERCOBAAN DAN BAHASAN.....	35
4.1. Uji Selektivitas .....	35
4.2. Pemilihan Panjang Gelombang.....	42
4.3. Uji Linearitas .....	43
4.4. Akurasi dan Presisi .....	46
4.5. Uji Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) .....	48
4.6. Identifikasi Sibutramin HCl pada Beberapa Sampel Kapsul Herbal Pelangsing yang Beredar di Pasaran .....	50
4.7. Pembahasan dan Interpretasi Data .....	57
5. KESIMPULAN .....	62
5.1. Kesimpulan .....	62
5.2. Saran .....	62
DAFTAR PUSTAKA .....	63
LAMPIRAN .....	66

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Parameter validasi metode analisa kuantitatif.....	21
2.2. Rentang prosen kesalahan analisis konsentrasi analit dalam sampel .....	25
4.1. Harga faktor retardasi (Rf) dari sibutramin HCl dengan dua fase gerak .....	35
4.2. Hasil uji linearitas hari pertama .....	44
4.3. Hasil uji linearitas hari kedua .....	44
4.4. Hasil uji linearitas hari ketiga .....	44
4.5. Ringkasan hasil perhitungan regresi linear kurva linearitas sibutramin HCl .....	45
4.6. Kurva baku linearitas sibutramin HCl .....	46
4.7. Hasil uji akurasi dan presisi konsentrasi 80% .....	47
4.8. Hasil uji akurasi dan presisi konsentrasi 100% .....	47
4.9. Hasil uji akurasi dan presisi konsentrasi 120% .....	47
4.10. Hasil uji LOD dan LOQ .....	49
4.11. Harga Rf sampel yang dievaluasi dengan fase gerak terpilih .....	51
4.12. Hasil perhitungan kadar sibutramin HCl dalam sampel A .....	56
4.13. Hasil perhitungan kadar sibutramin HCl dalam sampel B .....	56
4.14. Hasil perhitungan kadar sibutramin HCl dalam sampel C .....	56

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Struktur kimia sibutramin HCl.....	8
3.1. Skema kerja penelitian sibutramin HCl dalam kapsul herbal pelangsing .....	34
4.1. Kromatogram sibutramin HCl menggunakan fase gerak metanol: etil asetat : asam formiat (1:8:1,%v/v/v).....	36
4.2. Spektrum sibutramin HCl dengan densitometer. ....	37
4.3. Kromatogram matriks kapsul herbal pelangsing menggunakan fase gerak metanol : etil asetat : as. formiat (1:8:1,v/v/v).....	37
4.4. Kromatogram campuran sibutramin HCl dan matriks kapsul herbal pelangsing menggunakan fase gerak metanol : etil asetat : as. formiat (1:8:1,v/v/v). ....	38
4.5. Hasil identifikasi sibutramin HCl dengan penampak noda dragendorff menggunakan fase gerak metanol : etil asetat : as. formiat (1:8:1,v/v/v).....	39
4.6. Kromatogram matriks kapsul herbal pelangsing menggunakan fase gerak toluena :etil asetat : as. formiat (1:8:1,v/v/v).....	40
4.7. Kromatogram sibutramin HCl menggunakan fase gerak toluena : etil asetat : asam formiat (1:8:1,v/v/v) .....	40
4.8. Kromatogram campuran sibutramin HCl dan matriks kapsul herbal pelangsing menggunakan fase gerak toluena etil asetat : as. formiat (1:8:1,v/v/v).....	41

Gambar	Halaman
4.9. Hasil identifikasi sibutramin HCl dengan penampak noda dragendorff menggunakan fase gerak toluena : etil asetat : as. formiat (1:8:1,v/v/v).....	42
4.10. Spektrum sibutramin HCl dengan densitometer .....	43
4.11. Kurva hubungan antara konsentrasi dan luas area sibutramin HCl pada uji linearitas. ....	45
4.12. Hasil identifikasi sampel dengan penampak noda dragendorff .....	50
4.13. Kromatogram sampel A yang dieluasi dengan fase gerak methanol : etil asetat : asam formiat (1:8:1, %v/v/v) .....	51
4.14. Spektrum <i>peak</i> no. 2 sampel A yang dieluasi dengan fase gerak methanol : etil asetat : asam formiat (1:8:1, %v/v/v) .....	53
4.15. Kromatogram sampel B yang dieluasi dengan fase gerak methanol : etil asetat : asam formiat (1:8:1, %v/v/v) .....	54
4.16. Spektrum <i>peak</i> no. 2 sampel B yang dieluasi dengan fase gerak methanol : etil asetat : asam formiat (1:8:1, %v/v/v) .....	54
4.17. Kromatogram sampel C yang dieluasi dengan fase gerak methanol : etil asetat : asam formiat (1:8:1, %v/v/v) .....	55
4.18. Spektrum <i>peak</i> no. 3 sampel C yang dieluasi dengan fase gerak methanol : etil asetat : asam formiat (1:8:1, %v/v/v) .....	55

## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN		Halaman
1	Contoh perhitungan faktor retardasi(Rf) .....	66
2	Contoh perhitungan resolusi analit.....	67
3	Perhitungan harga F yang dihasilkan pada uji linearitas sibutramin HCl menggunakan tiga kali replikasi .....	68
4	Tabel F .....	70
5	Tabel R.....	71
6	Contoh perhitungan akurasi dan presisi metode penetapan kadar sibutramin HCl pada konsentrasi 80, 100, 120% dalam matriks kapsul herbal pelangsing .....	72
7	Hasil perhitungan Thitung dalam uji akurasi menggunakan SPSS .....	76
8	<i>T table</i> .....	77
9	Hasil ekstrapolasi grafik hubungan antara jumlah sibutramin HCl (x) vs luas area pada uji LOD dan LOQ.....	78
10	Perhitungan LOD dan LOQ .....	79
11	Contoh perhitungan sibutramin HCl dalam sampel kapsul herbal pelangsing .....	81