

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI SILDENAFIL SITRAT DAN  
FENILBUTAZON DALAM JAMU OBAT KUAT SECARA  
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS - DENSITOMETRI**



**STEPHANIE**

**2443015024**

**PROGRAM STUDI S 1  
FAKULTAS FARMASI  
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA  
2018**

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI SILDENAFIL SITRAT DAN  
FENILBUTAZON DALAM JAMU OBAT KUAT SECARA  
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS – DENSITOMETRI**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan  
memperoleh gelar Sarjana Farmasi Program Studi Strata 1  
di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya

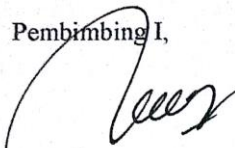
**OLEH:**

**STEPHANIE**

**2443015024**

Telah disetujui pada tanggal 12 Desember 2018 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



Henry Kurnia Setiawan, M.Si., Apt.

NIK. 241.97.0283

Pembimbing II,



Dra. Emi Sukarti, MS., Apt.

NIK. 241.81.0081

Mengetahui,  
Ketua Penguji



(Prof. Dr. Tutuk Budiati MS., Apt.)

NIK. 241.18.0996

**LEMBAR PERSETUJUAN  
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi pengembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul: **Validasi Metode Identifikasi Sildenafil Sitrat dan Fenilbutazon dalam Jamu Obat Kuat secara Kromatografi Lapis Tipis – Densitometri** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain 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, 15 Desember 2018



Stephanie  
2443015024

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, 15 Desember 2018



Stephanie  
2443015024

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya, sehingga skripsi dengan judul “Validasi Metode Identifikasi Sildenafil Sitrat dan Fenilbutazon dalam Jamu Obat Kuat secara Kromatografi Lapis Tipis - Densitometri” dapat terselesaikan. Penyusunan skripsi ini dimaksudkan untuk memenuhi persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu selama proses pembuatan naskah skripsi ini:

1. Henry Kurnia Setiawan, M.Si., Apt. dan Dra. Emi Sukarti MS., Apt. selaku pembimbing yang telah meluangkan waktu dan tenaga serta dukungan, petunjuk, pemikiran dan saran yang sangat berharga selama proses perancangan hingga penyusunan naskah skripsi ini.
2. Prof. Dr. Tutuk Budiati MS., Apt. dan Catherine Caroline, M.Si., Apt. selaku tim penguji yang telah memberikan arahan, kritik serta saran yang sangat berguna dalam pengembangan skripsi ini.
3. Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D., Apt. selaku Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, atas sarana dan prasarana yang diberikan selama menempuh pendidikan di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
4. Sumi Wijaya, S.Si., Ph.D., Apt. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah membantu dalam menyediakan sarana dan fasilitas sehingga skripsi ini dapat selesai dengan baik.

5. Dr. F. V. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si. selaku Ketua Prodi S1 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah memberikan waktu selama proses penyelesaian naskah ini.
6. Mas Dwi sebagai Laboran di Laboratorium Penelitian dan Mbak Evi sebagai Laboran di Laboratorium Bioanalisis yang telah sabar dan tulus membantu penulis selama pengerjaan skripsi.
7. Teman seperjuangan skripsi Neysa, Jenny dan Pauline yang telah membantu dan bekerja sama dengan baik demi terselesaikannya skripsi ini.
8. Keluarga, Hendrianto, Jacqueline serta teman-teman seperjuangan angkatan 2015 yang telah memberikan dukungan semangat dan doa sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.

Dengan keterbatasan pengalaman, pengetahuan maupun pustaka yang ditinjau, penulis menyadari kekurangan dalam penulisan naskah skripsi ini. Akhir kata penulis sangat mengharapkan kritik dan saran agar naskah skripsi ini dapat lebih disempurnakan.

Surabaya, 15 Desember 2018

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR .....	i
DAFTAR ISI .....	iii
DAFTAR TABEL .....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	vii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xi
ABSTRAK .....	xii
ABSTRACT .....	xiii
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b>	
1.1. Latar Belakang Penelitian .....	1
1.2. Perumusan Masalah .....	4
1.3. Tujuan Penelitian .....	4
1.4. Hipotesa Penelitian .....	5
1.5. Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1. Tinjauan Tentang Jamu Obat Kuat .....	6
2.2. Tinjauan Tentang Sildenafil .....	7
2.2.1. Sifat Fisika Kimia Sildenafil Sitrat .....	7
2.2.2. Mekanisme Kerja Sildenafil Sitrat .....	8
2.2.3. Farmakokinetik dan Farmakodinamik Sildenafil Sitrat .....	8
2.2.4. Efek Samping Sildenafil Sitrat .....	9
2.3. Tinjauan Tentang Fenilbutazon .....	9
2.3.1. Sifat Fisika Kimia Fenilbutazon .....	10
2.3.2. Mekanisme Kerja Fenilbutazon .....	10

	Halaman
2.3.3. Farmakokinetik dan Farmakodinamik Fenilbutazon .....	11
2.3.4. Efek Samping Fenilbutazon.....	11
2.4. Tinjauan Tentang Kromatografi .....	11
2.4.1. Kromatografi Lapis Tipis .....	12
i. Fase Diam .....	13
ii. Fase Gerak .....	14
2.5. Tinjauan Tentang Densitometri .....	14
2.6. Tinjauan Tentang Validasi Metode.....	16
2.6.1. Selektifitas .....	18
2.6.2. Linearitas .....	19
2.6.3. Batas Deteksi/ <i>Limit of Detection</i> (LOD).....	20
2.6.4. Batas Kuantitasi/ <i>Limit of Quantitation</i> (LOQ)	22
2.6.5. Akurasi .....	23
2.6.6. Presisi .....	24
2.6.7. Rentang .....	26
2.6.8. Ketahanan .....	27
2.7. Tinjauan Tentang Penelitian Terdahulu .....	27
<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1. Jenis Penelitian .....	29
3.2. Bahan dan Alat .....	29
3.2.1. Bahan .....	29
3.2.2. Alat .....	29
3.3. Rancangan Penelitian .....	29
3.4. Tahapan Penelitian.....	30
3.4.1. Penyiapan Formula Simulasi Jamu .....	30
3.4.2. Penyiapan Fase Gerak .....	31



	Halaman
3.4.3. Pembuatan Baku Induk Sildenafil Sitrat .....	31
3.4.4. Pembuatan Baku Induk Fenilbutazon .....	31
3.4.5. Pembuatan Larutan Matriks dalam Metanol ..	32
3.4.6. Pembuatan Baku Campuran Bahan Aktif dalam Matriks .....	32
3.4.7. Uji Selektifitas .....	32
3.4.8. Uji Batas Deteksi (LOD) .....	32
3.4.9. Aplikasi Metode pada Sampel .....	33
3.5. Analisis Data .....	33
3.5.1. Perhitungan Selektifitas .....	33
3.5.2. Perhitungan Batas Deteksi (LOD) .....	34
3.6. Skema Kerja .....	34
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1. Hasil Uji Selektifitas .....	35
4.2. Hasil Uji Batas Deteksi/ <i>Limit of Detection</i> (LOD).....	43
4.3. Hasil Aplikasi Metode pada Sampel.....	45
4.4. Pembahasan dan Intepretasi Data .....	65
<b>BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1. Kesimpulan.....	69
5.2. Saran.....	69
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>70</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>72</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Sifat fisika kimia sildenafil sitrat .....	7
2.2. Farmakokinetik dan farmakodinamik sildenafil .....	8
2.3. Sifat fisika kimia fenilbutazon .....	10
2.4. Farmakokinetik dan farmakodinamik fenilbutazon .....	11
2.5. Prosedur analisis yang diperlukan dalam validasi .....	17
4.1. Harga faktor retardasi (Rf) dan resolusi (Rs) dari sildenafil sitrat dan fenilbutazon dengan menggunakan beberapa macam fase gerak .....	35
4.2. Hasil uji LOD sildenafil sitrat .....	43
4.3. Hasil uji LOD fenilbutazon.....	44
4.4. Harga faktor retardasi (Rf) dari noda pada sampel merek A-U yang diduga mengandung sildenafil sitrat dan fenilbutazon serta verifikasi spektrumnya .....	47

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Diagram jalur cahaya dari densitometer .....	15
3.1. Skema kerja keseluruhan .....	34
4.1. Hasil pemisahan noda sildenafil sitrat dan fenilbutazon dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:2:5, v/v/v).....	36
4.2. Hasil pemisahan noda sildenafil sitrat dan fenilbutazon dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:2:3, v/v/v).....	36
4.3. Hasil pemisahan noda sildenafil sitrat dan fenilbutazon dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:3:1,5, v/v/v).....	37
4.4. Spektrum sildenafil sitrat dan fenilbutazon pada panjang gelombang pengamatan 200-360 nm.....	37
4.5. Densitogram hasil eluasi sildenafil sitrat tunggal dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:2:5, v/v/v).....	38
4.6. Densitogram hasil eluasi fenilbutazon tunggal dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:2:5, v/v/v).....	38
4.7. Densitogram hasil eluasi matriks jamu obat kuat dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:2:5, v/v/v).....	39
4.8. Densitogram hasil eluasi campuran sildenafil sitrat dan fenilbutazon dalam matriks jamu obat kuat dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:2:5, v/v/v).....	39
4.9. Densitogram hasil eluasi sildenafil sitrat tunggal dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:2:3, v/v/v).....	40
4.10. Densitogram hasil eluasi fenilbutazon tunggal dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:2:3, v/v/v).....	40
4.11. Densitogram hasil eluasi matriks jamu obat kuat dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:2:3, v/v/v).....	40

Gambar	Halaman
4.12. Densitogram hasil eluasi campuran sildenafil sitrat dan fenilbutazon dalam matriks jamu obat kuat dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:2:3, v/v/v).....	41
4.13. Densitogram hasil eluasi sildenafil sitrat tunggal dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:3:1,5, v/v/v).....	41
4.14. Densitogram hasil eluasi fenilbutazon tunggal dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:3:1,5, v/v/v).....	42
4.15. Densitogram hasil eluasi matriks jamu obat kuat dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:3:1,5, v/v/v).....	42
4.16. Densitogram hasil eluasi campuran sildenafil sitrat dan fenilbutazon dalam matriks jamu obat kuat dengan fase gerak kloroform:metanol:amonia (70:3:1,5, v/v/v).....	42
4.17. Hubungan antara konsentrasi terhadap luas area sildenafil sitrat pada uji LOD .....	44
4.18. Hubungan antara konsentrasi terhadap luas area fenilbutazon pada uji LOD.....	45
4.19. Hasil eluasi sampel merek A-E dengan pembandingan campuran sildenafil sitrat dan fenilbutazon .....	46
4.20. Hasil eluasi sampel merek F-K dengan pembandingan campuran sildenafil sitrat dan fenilbutazon .....	46
4.21. Hasil eluasi sampel merek L-Q dengan pembandingan campuran sildenafil sitrat dan fenilbutazon .....	46
4.22. Hasil eluasi sampel merek R-V dengan pembandingan campuran sildenafil sitrat dan fenilbutazon .....	47
4.23. Densitogram hasil identifikasi sampel merek A .....	48
4.24. Hasil pengamatan spektrum sampel merek A dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	48
4.25. Densitogram hasil identifikasi sampel merek B.....	49
4.26. Hasil pengamatan spektrum sampel merek B dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	49
4.27. Densitogram hasil identifikasi sampel merek C.....	50

Gambar	Halaman
4.28. Hasil pengamatan spektrum sampel merek C dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	50
4.29. Densitogram hasil identifikasi sampel merek D .....	51
4.30. Hasil pengamatan spektrum sampel merek D dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	51
4.31. Densitogram hasil identifikasi sampel merek E.....	52
4.32. Hasil pengamatan spektrum noda 1 sampel merek E dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon .....	52
4.33. Hasil pengamatan spektrum noda 2 sampel merek E dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	52
4.34. Densitogram hasil identifikasi sampel merek F.....	53
4.35. Hasil pengamatan spektrum sampel merek F dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	53
4.36. Densitogram hasil identifikasi sampel merek G .....	54
4.37. Hasil pengamatan spektrum noda 1 sampel merek G dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon .....	54
4.38. Hasil pengamatan spektrum noda 2 sampel merek G dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	54
4.39. Densitogram hasil identifikasi sampel merek I.....	55
4.40. Hasil pengamatan spektrum sampel merek I dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	55
4.41. Densitogram hasil identifikasi sampel merek J.....	56
4.42. Hasil pengamatan spektrum sampel merek J dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon .....	56
4.43. Densitogram hasil identifikasi sampel merek L.....	57
4.44. Hasil pengamatan spektrum sampel merek L dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	57
4.45. Densitogram hasil identifikasi sampel merek N .....	57
4.46. Hasil pengamatan spektrum sampel merek N dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	58

Gambar	Halaman
4.47. Densitogram hasil identifikasi sampel merek O .....	58
4.48. Hasil pengamatan spektrum noda 1 sampel merek O dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon .....	59
4.49. Hasil pengamatan spektrum noda 2 sampel merek O dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	59
4.50. Densitogram hasil identifikasi sampel merek Q .....	60
4.51. Hasil pengamatan spektrum noda 1 sampel merek Q dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon .....	60
4.52. Hasil pengamatan spektrum noda 2 sampel merek Q dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	60
4.53. Densitogram hasil identifikasi sampel merek R.....	61
4.54. Hasil pengamatan spektrum noda 1 sampel merek R dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon .....	61
4.55. Hasil pengamatan spektrum noda 2 sampel merek R dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	62
4.56. Densitogram hasil identifikasi sampel merek S .....	62
4.57. Hasil pengamatan spektrum sampel merek S dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	62
4.58. Densitogram hasil identifikasi sampel merek T .....	63
4.59. Hasil pengamatan spektrum noda 1 sampel merek T dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon .....	63
4.60. Hasil pengamatan spektrum noda 2 sampel merek T dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	64
4.61. Densitogram hasil identifikasi sampel merek U .....	64
4.62. Hasil pengamatan spektrum sampel merek U dibandingkan dengan spektrum sildenafil sitrat.....	64

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Contoh Perhitungan Selektifitas.....	72
2. Perhitungan Uji Batas Deteksi ( <i>Limit of Detection/LOD</i> )..	73
3. Tabel R.....	75
4. Lembar <i>Certificate of Analysis</i> Sildenafil Sitrat .....	76
5. Lembar <i>Certificate of Analysis</i> Fenilbutazon .....	78

## ABSTRAK

### VALIDASI METODE IDENTIFIKASI SILDENAFIL SITRAT DAN FENILBUTAZON DALAM JAMU OBAT KUAT SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS – DENSITOMETRI

STEPHANIE  
2443015024

Jamu yang mengandung bahan kimia obat (BKO) telah dilarang oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM). Pada bulan Desember 2017, BPOM mengeluarkan *public warning* yang menemukan adanya jamu obat kuat yang ditambahkan sildenafil sitrat dan fenilbutazon. Tujuan dari penelitian ini untuk memperoleh metode yang valid untuk identifikasi sildenafil sitrat dan fenilbutazon dalam jamu obat kuat. Pada penelitian ini, metode diaplikasikan pada 22 merek sampel jamu obat kuat. Sampel diekstraksi dengan metanol kemudian ditotolkan sebanyak 5  $\mu$ l pada plat silika gel 60 F<sub>254</sub> dan dieluasi dengan fase gerak terpilih yaitu kloroform : metanol : amonia (70 : 3 : 1,5, v/v/v). Noda akan diamati dengan densitometer pada  $\lambda$  236 nm. Sildenafil sitrat muncul pada Rf 0,76 dan fenilbutazon muncul pada Rf 0,12 dengan nilai resolusi (Rs) 7,78. Batas deteksi dari sildenafil sitrat yaitu 8,552  $\mu$ g/ml (2,053 mg/600 mg kapsul) dan fenilbutazon yaitu 8,505  $\mu$ g/ml (2,041 mg/600 mg kapsul). Hasil yang diperoleh 14 merek positif mengandung sildenafil sitrat dan tidak ada sampel jamu yang positif mengandung fenilbutazon.

**Kata Kunci** : sildenafil sitrat, fenilbutazon, jamu obat kuat, kromatografi lapis tipis, densitometri.



## ABSTRACT

### VALIDATION OF THIN LAYER CHROMATOGRAPHY – DENSITOMETRY METHOD FOR IDENTIFICATION OF SILDENAFIL CITRATE AND PHENYLBUAZONE IN APHRODISIAC HERBAL MEDICINE

STEPHANIE  
2443015024

Jamu/Herbal Medicine that contain chemical compounds/Pharmaceutical compounds has been banned by The National Agency of Drug and Food Control in Indonesia, but in 2017 December, BPOM released a public warning about aphrodisiac herbal medicine that contain chemical compound like sildenafil citrate and phenylbutazone in the market. The aim of this study was to find out the valid method for identification of sildenafil citrate and phenylbutazone in aphrodisiac herbal medicine. In this study, the developed method was applied to 22 brands of aphrodisiac herbal medicine sample. Sample was extracted with methanol, then 5  $\mu$ l of sample spotted on silica gel plate 60 F<sub>254</sub> and eluated by chloroform : methanol : amonia (70:3:1.5, v/v/v). The spots were analyzed by TLC scanner at  $\lambda$  236 nm. Sildenafil citrate was appeared at Rf 0.76 and phenylbutazone was appeared at Rf 0.12 with resolution (Rs) value 7.78. Limit of detection of sildenafil citrate was 8.552  $\mu$ g/ml (2.053 mg/600 mg capsul) and phenylbutazone was 8.505  $\mu$ g/ml (2.041 mg/600 mg capsul). This study found 14 brands that gave a positive result containing sildenafil citrate and no sample contain phenylbutazone.

**Keywords :** sildenafil citrate, phenylbutazone, aphrodisiac traditional herbal medicine, thin layer chromatography, densitometry.