

**VALIDASI METODE ANALISIS SILDENAFIL
SITRAT, TADALAFIL, DAN PARASETAMOL DALAM
OBAT TRADISIONAL PENAMBAH STAMINA SECARA
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS - DENSITOMETRI**



SANDYAWAN WIJAYA

2443014052

**PROGRAM STUDI S1
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA
2019**

**VALIDASI METODE ANALISIS SILDENAFIL SITRAT,
TADALAFIL, DAN PARASETAMOL DALAM OBAT
TRADISIONAL PENAMBAH STAMINA SECARA
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS –DENSITOMETRI**

SKRIPSI

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

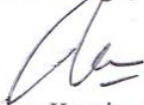
OLEH :

SANDYAWAN WIJAYA

2443014052

Telah disetujui

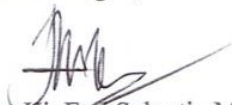
Pembimbing I,



Henry Kurnia., S.Si., M.Si., Apt

NIK.241.97.0283

Pembimbing II,

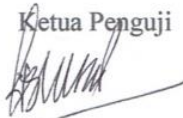


Dra. Hj. Emi Sukarti., M.Si., Apt

NIK.241.81.0081

Mengetahui,

Ketua Penguji



Prof. Dr. Tutuk Budiafti, M.S., Apt.

NIK.241.18.0996

LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul :**Validasi Metode Analisis Sildenafil Sitrat, Tadalafil, dan Parasetamol dalam Obat Tradisional Penambah Stamina 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, 12 November 2019



Sandyawan Wijaya

2443014052

ABSTRAK

VALIDASI METODE ANALISIS SILDENAFIL SITRAT, TADALAFIL, DAN PARASETAMOL DALAM OBAT TRADISIONAL PENAMBAH STAMINA SECARA KLT- DENSITOMETRI

SANDYAWAN WIJAYA
2443014052

Obat tradisional yang ada di Indonesia telah melalui sejarah yang panjang dan dikenal sejak dahulu. Berdasarkan *Public Warning* yang dikeluarkan oleh BPOM terdapat banyak obat tradisional penambah stamina yang mengandung sildenafil sitrat, tadalafil, dan parasetamol secara tidak rasional. Penelitian ini dilakukan karena masih belum ada metode yang dapat digunakan untuk memisahkan sildenafil sitrat, tadalafil, dan parasetamol sekaligus. Untuk dapat mengidentifikasi sildenafil sitrat, tadalafil, dan parasetamol dengan baik maka validasi perlu dilakukan. Penelitian ini dilakukan dengan metode KLT – Densitometri menggunakan eluen *n*-heksan : etil asetat : metanol (7:8:1 v/v/v) yang telah diuji selektivitasnya sebagai fase gerak dengan panjang gelombang 240 nm. Hasil *R_f* yang didapat untuk sildenafil ialah 0,24, untuk tadalafil ialah 0,53, dan untuk parasetamol ialah 0,35. Hasil yang didapat dari parameter *R_s* yang didapat, ketiganya berada diatas 1,5 dan memenuhi spesifikasi. Pada penelitian ini juga dilakukan uji batas deteksi (LOD) untuk mengetahui batas jumlah kandungan minimum yang dapat terdeteksi oleh metode yang digunakan. Nilai LOD yang didapat pada penelitian ini ialah 0,70 mg/600mg sampel untuk sildenafil, 0,20 mg/600 mg sampel untuk tadalafil, dan 0,17 mg/600 mg sampel untuk parasetamol. Pada penelitian ini, sampel yang digunakan merupakan 10 obat tradisional yang beredar di pasaran. Tujuan dilakukannya penelitian ini ialah untuk memperoleh kondisi pemisahan yang optimum, dengan spesifik dan sensitif. Hasil densitometri pada sampel-sampel yang digunakan pada penelitian ini terdapat 7 sampel yang mengandung sildenafil sitrat.

Kata Kunci : Validasi, Identifikasi, Sildenafil, Tadalafil, Parasetamol

ABSTRACT

VALIDATION OF TLC-DENSITOMETRY ANALITICAL METHOD FOR THE DETERMINATION OF SILDENAFIL CITRATE, TADALAFIL, AND PARACETAMOL FOR TONICUM IN TRADITIONAL MEDICINE

SANDYAWAN WIJAYA

2443014052

Traditional medicine in Indonesia has gone through a long history and is known for a long time. Based on the Public Warning issued by BPOM, there are many traditional medicines to increase stamina that contain sildenafil citrate, tadalafil, and paracetamol irrationally. This research was conducted because there is still no method that can be used to separate sildenafil citrate, tadalafil, and paracetamol all at once. To be able to identify sildenafil citrate, tadalafil, and paracetamol well, validation needs to be done. This research was conducted by the TLC - densitometry method using *n*-hexane: ethyl acetate: methanol (7: 8: 1 v / v / v) eluent which was tested for selectivity as a mobile phase with a wavelength of 240 nm. The R_f result obtained for sildenafil is 0.24, for tadalafil is 0.53, and for paracetamol is 0.35. And the results of the parameters obtained R_s, all three are above 1.5 and meet specifications. In this study, a detection limit test (LOD) was also conducted to determine the minimum amount of content that could be detected by the method used. LOD values obtained in this study were 0.70 mg / 600 mg samples for sildenafil, 0.20 mg / 600 mg samples for tadalafil, and 0.17 mg / 600 mg samples for paracetamol. In this study, the samples used were 10 traditional medicines on the market. The purpose of this research is to obtain the optimum separation conditions, with specific and sensitive. The densitometry results in the samples used in this study contained 7 samples containing sildenafil citrate.

Keywords : Validation, Identification, Sildenafil, Tadalafil, Paracetamol

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, 12 November 2019



Sandyawan Wijaya

2443014052

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan rahmat dan karuniaNya, sehingga skripsi dengan judul Validasi Metode Analisis Sildenafil Sitrat, Tadalafil, dan Parasetamol dalam Obat Tradisional Penambah Stamina 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. Banyak kendala yang penulis hadapi di dalam proses pembuatan skripsi ini. Akan tetapi, penyusunan skripsi ini juga tidak akan berhasil dengan baik tanpa bantuan, bimbingan, dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Sumi Wijaya, Ph.D., Apt. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
2. Dr. Lanny Hartanti, S.Si. M.Si. selaku Ketua Program Studi Strata I Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
3. Henry KurniaSetiawan., S.Si., M.Si., Apt dan Dra. Hj. Emi Sukarti., M.Si., Apt selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan waktu, tenaga, dan pikiran, serta memberikan banyak nasihat dan dukungan selama penulisan skripsi ini.
4. Prof . Dr. TutukBudiarti, MS., Apt. dan Diana, M. Farm., Apt. yang telahbersediajadipengujidalampenelitianini
5. Senny Yesery Esar S.Si., M.Si., Apt selaku Penasihat Akademik yang terus memberikan semangat dalam penyusunan skripsi ini.
6. Segenap Dosen Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah memberikan ilmu pengetahuan selama studi penulis.

7. Segenap Staf Tata Usaha Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah membantu dalam mengurus setiap proses administrasi penulis.
 8. Para Laboran yang telah meluangkan waktu untuk mengurus keperluan laboratorium yang diperlukan penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini hingga akhir.
 9. Seluruh pihak yang tidak dapat disebutkan namanya satu persatu
- Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna karena terbatasnya kemampuan dan pengalaman penulis, oleh karena itu segala kritik dan saran yang membangun akan penulis terima dengan senang hati.

Surabaya, November 2019

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR PENGESAHAN	i
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	ii
ABSTRAK.....	iii
LEMBAR PERNYATAAN KARYA ILMIAH NON PLAGIAT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1 : PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang Penelitian.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Hipotesa Penelitian	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
BAB 2 : TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Tinjauan Tentang Obat-Obatan Tradisional Penambah Stamina ...	6
2.2 Tinjauan Tentang Bahan Kimia Obat	7
2.2.1 Sildenafil Sitrat	7
2.2.2 Tadalafil.....	9
2.2.3 Parasetamol.....	11
2.3 Tinjauan Tentang Kromatografi	13
2.4 Tinjauan Tentang Densitometri	17
2.5 Tinjauan Tentang Metode Validasi.....	18
2.5.1 Uji Selektivitas	19

	Halaman
2.5.2. Uji Linieritas dan Rentang	20
2.5.3. Uji Ketepatan	21
2.5.4. Uji Ketelitian	21
2.5.5. Uji Batas Deteksi	22
2.5.6. <i>Robustness</i>	23
2.6 Tinjauan Tentang Penelitian Lain.....	23
BAB 3 : METODE PENELITIAN	26
3.1 Bahan dan Alat	26
3.1.1 .Bahan	26
3.1.2. Alat	26
3.2 Rancangan Penelitian.....	26
3.3 Prosedur Penelitian	27
3.3.1. Persiapan Formula Simulasi Jamu	27
3.3.2 .Persiapan Larutan Baku Induk Sildenafil	28
3.3.3. Persiapan Larutan Baku Tunggal Sildenafil	28
3.3.4. Persiapan Larutan Baku Induk Tadalafil	28
3.3.5. Persiapan Larutan Baku Tunggal Tadalafil	28
3.3.6. Persiapan Larutan Baku Induk Parasetamol.....	29
3.3.7. Persiapan Larutan Baku Tunggal Parasetamol	29
3.3.8. Larutan Matrix dalam Pelarut	29
3.3.9. Larutan Campuran Bahan Aktif dan Matrix	29
3.4 Validasi Metode Identifikasi secara KLT – Densitometri	30
3.4.1. Selektivitas.....	30
3.4.2. LOD	30
3.5 Aplikasi Metode Identifikasi pada Sampel.....	31
3.6 Analisis Data.....	31
3.6.1. Perhitungan Selektivitas	31

	Halaman
3.6.2.Perhitungan Batas Deteksi (LOD).....	32
3.7 Skema Kerja	33
BAB 4 : HASIL DAN PEMBAHASAN	34
4.1 Hasil Selektivitas	34
4.2 Hasil Uji LOD	49
4.3 Aplikasi Metode Identifikasi pada Sampel.....	54
4.4 Pembahasan dan Interpretasi Data	68
BAB 5 : KESIMPULAN DAN SARAN	72
5.1 Kesimpulan.....	72
5.2 Saran	72
DAFTAR PUSTAKA	73
LAMPIRAN	75

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Polaritas Pelarut	16
Tabel 2.2. Elemen yang Dibutuhkan dalam Validasi.....	19
Tabel 2.3. Rentang Minimum untuk Metode	20
Tabel 4.1 Harga Rf dan RS Sildenafil Sitrat, Tadalafil, Parasetamol dan Matrix	34
Tabel 4.2 Hasil uji LOD sildenafil sitrat.....	50
Tabel 4.3 Hasil uji LOD tadalafil	51
Tabel 4.4 Hasil uji LOD parasetamol	53
Tabel 4.5 Rf pada pengujian sampel.....	67

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Struktur Sildenafil Sitrat	7
Gambar 2.2. Struktur Tadalafil	9
Gambar 2.3. Struktur Parasetamol	11
Gambar 2.4. Migrasi senyawa pada pelat KLT	14
Gambar 3.1. Skema Kerja	33
Gambar 4.1. Hasil Pemisahan Sildenafil Sitrat, Tadalafil, dan Parasetamol	36
Gambar 4.2. Hasil Pemisahan Sildenafil Sitrat, Tadalafil, dan Parasetamol	37
Gambar 4.3. Hasil Pemisahan Sildenafil Sitrat, Tadalafil, dan Parasetamol	38
Gambar 4.4. Spektrum Sildenafil Sitrat	39
Gambar 4.5. Spektum Tadalafil	39
Gambar 4.6. Spektrum Parasetamol	40
Gambar 4.7. Spektrum Sildenafil Sitrat, Tadalafil, dan Parasetamol	40
Gambar 4.8. Densitogram Sildenafil Sitrat	41
Gambar 4.9. Densitogram Tadalafil	41
Gambar 4.10. Densitogram Parasetamol	42
Gambar 4.11. Densitogram Matrix	42
Gambar 4.12. Densitogram campuran Sildenafil Sitrat, Tadalafil, Parasetamol dan Matrix	43
Gambar 4.13. Densitogram Sildenafil Sitrat	44
Gambar 4.14. Densitogram Tadalafil	44
Gambar 4.15. Densitogram Parasetamol	45
Gambar 4.16. Densitogram Matrix	45

Halaman

Gambar 4.17 Densitogram campuran Sildenafil Sitrat, Tadalafil, Parasetamol dan Matrix	46
Gambar 4.18. Densitogram Sildenafil Sitrat	47
Gambar 4.19. Densitogram Tadalafil.....	47
Gambar 4.20.Densitogram Parasetamol	48
Gambar 4.21.Densitogram Matrix	48
Gambar 4.22 Densitogram campuran Sildenafil Sitrat, Tadalafil, Parasetamol dan Matrix	49
Gambar 4.23.Kurva LOD Sildenafil Sitrat	51
Gambar 4.24.Kurva LOD Tadalafil	52
Gambar 4.25.Kurva LOD Parasetamol	54
Gambar 4.26.Hasil Densitometri Jamu Merek A.....	55
Gambar 4.27.Hasil SpektrumJamuMerek A pada Rf 0,2.....	55
Gambar 4.28.Hasil Densitometri Jamu Merek B	56
Gambar 4.29.Hasil SpektrumJamuMerek Bpada Rf 0,21	56
Gambar 4.30.Hasil Densitometri Jamu Merek C	57
Gambar 4.31.Hasil Spektrum Jamu Merek CpadaRf 0,22.....	57
Gambar 4.32.Hasil SpektrumJamuMerek C padaRf 0,43.....	58
Gambar 4.33.Hasil Densitometri Jamu Merek D.....	58
Gambar 4.34.Hasil SpektrumJamuMerek Dpada Rf 0,24.....	59
Gambar 4.35.Hasil Densitometri Jamu Merek E	59
Gambar 4.36.Hasil SpektrumJamuMerek Epada Rf 0,2	60
Gambar 4.37.Hasil Densitometri Jamu Merek F	60
Gambar 3.38.Hasil SpektrumJamuMerek Fpada Rf 0,51	61
Gambar 4.39.Hasil Densitometri Jamu Merek G.....	61
Gambar 4.40.Hasil SpektrumJamuMerek Gpada Rf 0,24.....	62
Gambar 4.41.Hasil Densitometri Jamu Merek H.....	62

Halaman

Gambar 4.42. Hasil Spektrum Jamu Merek H pada Rf 0,23	63
Gambar 4.43. Hasil Spektrum Jamu Merek H pada Rf 0,45.....	63
Gambar 4.44. Hasil Densitometri Jamu Merek I	64
Gambar 4.45. Hasil Spektrum Jamu Merek I pada Rf 0,22	64
Gambar 4.46. Hasil Densitometri Jamu Merek J	65
Gambar 4.47 Hasil Spektrum Jamu Merek J pada Rf 0,26.....	65
Gambar 4.48. Hasil Spektrum Jamu Merek J pada Rf 0,42.....	66
Gambar 4.49. Hasil Spektrum Jamu Merek J pada Rf 0,48	66

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Contoh Perhitungan Selektivitas	75
Lampiran 2. Perhitungan Uji Batas Deteksi Sildenafil Sitrat	76
Lampiran 3. Perhitungan Uji Batas Deteksi Tadalafil	78
Lampiran 4. Perhitungan Uji Batas Deteksi Parasetamol	80
Lampiran 5. Tabel R	82
Lampiran 6. Sertifikat Analisis Parasetamol	83
Lampiran 7. Sertifikat Analisis Sildenafil Sitrat	84