

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI
PARACETAMOL DAN PREDNISON DALAM
SEDIAAN JAMU PEGAL LINU SECARA
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS-DENSITOMETRI**



PRASETYO RISMAWAN PUTRA

2443018123

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

2022

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI
PARACETAMOL DAN PREDNISON DALAM SEDIAAN JAMU
PEGAL LINU 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:

PRASETYO RISMAWAN PUTRA

2443018123

Telah disetujui tanggal 13 Juni 2022 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I



apt. Henry Kurnia Setiawan, M.Si.

NIK. 241.97.0283

Pembimbing II



apt. Senny Y. Esar, S.Si., M.Si.

NIK. 241.01.0520

Mengetahui,

Ketua Penguji



apt. Diana, S.Farm., M.Si.

NIK. 241.18.0093

LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul **Validasi Metode Identifikasi Paracetamol dan Prednison dalam Sediaan Jamu Pegal Linu Secara Kromatografi Lapis Tipis-Densitometri** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu *Digital Library* Perpustakaan Unika Widya Madala Surabaya untuk kepentingan akademik sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

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

Surabaya, 13 Juni 2022



Prasetyo Rismawan Putra

2443018123

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

Surabaya, 13 Juni 2022



Prasetyo Rismawan Putra

2443018123

ABSTRAK

VALIDASI METODE IDENTIFIKASI PARACETAMOL DAN PREDNISON DALAM SEDIAAN JAMU PEGAL LINU SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS-DENSITOMETRI

PRASETYO RISMAWAN PUTRA
2443018123

Jamu merupakan salah satu obat tradisional yang ada di Indonesia berupa bahan atau ramuan dari simplisia tumbuhan maupun hewan dan galenik yang secara turun-temurun digunakan sebagai pengobatan berdasarkan pengalaman. Jamu masih menjadi pilihan dalam pengobatan karena harga relatif murah dan efek samping lebih kecil daripada obat sintetik. Persyaratan jamu sebagai obat tradisional tidak boleh mengandung bahan kimia obat (BKO) dan hanya berisi campuran dari bahan-bahan alam. Berdasarkan *public warning* yang dirilis oleh BPOM RI masih ditemukannya jamu pegal linu yang mengandung BKO paracetamol dan prednison. Tujuan penelitian ini adalah memperoleh metode yang valid untuk mengidentifikasi paracetamol dan prednison dalam sediaan jamu pegal linu. Metode yang dipilih ialah KLT-Densitometri karena sederhana, murah dan dapat menganalisa analit secara serentak. Kategori validasi yang diacu ialah validasi kategori II yang digunakan untuk mengidentifikasi pengotor dengan parameternya selektifitas dan uji batas deteksi atau *Limit of Detection* (LOD). Fase gerak terpilih ialah kloroform : metanol (9:1, v/v). Noda diamati pada densitometer pada panjang gelombang 245 nm. Paracetamol terdeteksi pada R_f 0,38 dan prednison pada R_f 0,69 dengan nilai R_s 3,78. Nilai batas deteksi (LOD) dari paracetamol 6,1501 $\mu\text{g/ml}$ (1,0762 mg/7 g *sachet*) dan prednison 7,1068 $\mu\text{g/ml}$ (1,2436 mg/7 g *sachet*). Metode diaplikasikan pada 10 sampel jamu pegal linu yang beredar dipasaran dan didapati hasil 2 sampel mengandung BKO paracetamol dan 1 sampel mengandung BKO paracetamol dan prednison.

Kata kunci: paracetamol, prednison, jamu pegal linu, kromatografi lapis tipis, densitometri.

ABSTRACT

VALIDATION IDENTIFICATION METHODS OF PARACETAMOL AND PREDNISONE IN “JAMU PEGAL LINU” WITH THIN LAYER CHROMATOGRAPHY-DENSITOMETRY

**PRASETYO RISMAWAN PUTRA
2443018123**

Jamu is one of the traditional medicines that exist in Indonesia in the form of ingredients or ingredients from plant and animal simplicia and galenic which have been used for generations as treatment based on experience. Traditional medicine is still an option in medicine because the price is relatively cheap and the side effects are smaller than synthetic drugs. Requirements *jamu* as a traditional medicine may not contain medicinal chemicals (BKO) and only contain a mixture of natural ingredients. Based on public warning released by the Indonesian National Food and Drug Administration (BPOM), there are still contain BKO paracetamol and prednisone. The purpose of this study was to obtain a valid method to identify paracetamol and prednisone in the *jamu pegal linu*. The method chosen is TLC-Densitometry because it is simple, inexpensive and can analyze analytes simultaneously. The validation category referred to is category II validation which is used to identify impurities with parameters selectivity and the *Limit of Detection* (LOD) test. The mobile phase selected was chloroform: methanol (9:1, v/v). Stains were observed on a densitometer at 245 nm. Paracetamol appears at Rf 0,38 and prednisone at Rf 0,69 at a value of Rs 3,78. The limit of detection (LOD) of paracetamol was 6,1501 g/ml (1,0762 mg/7 g sachet) and prednisone 7,1068 g/ml (1,2436 mg/7 g sachet). The method was applied to 10 samples of *jamu pegal linu* circulating in the market and the results were 2 samples containing paracetamol BKO and 1 sample containing paracetamol and prednisone BKO.

Keywords: paracetamol, prednisone, jamu pegal linu, thin layer chromatography, densitometry.

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, karena atas limpahan rahmat, berkah, dan karunia-Nya yang telah diberikan, sehingga penulis dapat menyelesaikan dengan baik naskah skripsi dengan judul **“Validasi Metode Identifikasi Paracetamol dan Prednison dalam Sediaan Jamu Pegal Linu Secara Kromatografi Lapis Tipis-Densitometri”**. Penyusunan skripsi ini sebagai syarat untuk menyelesaikan Program Sarjana (S1) pada Program Studi Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Penulis menyadari bahwasannya pada proses penulisan naskah skripsi ini dapat tuntas berkat beberapa pihak yang telah mendukung penulis selama menyelesaikan naskah ini. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan ucapan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu berkontribusi dalam penyusunan naskah ini:

1. Kedua orang tua (Suprpto, S.E. dan Endang Respatiningsih) yang selalu memberikan semangat dan doa selama menimba ilmu di Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya hingga mampu menyelesaikan tugas akhir skripsi ini.
2. apt. Henry Kurnia Setiawan, S.Si., M.Si. dan apt. Senny Yesery Esar, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing.
3. apt. Diana, S.Farm., M.Si. dan apt. Emi Sukarti, M.Si. selaku dosen penguji.
4. apt. Sumi Wijaya, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
5. apt. Diga Albrian Setiadi, M.Farm., selaku Ketua Prodi Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

6. dr. Hendy Wijaya, M.Biomed selaku dosen pendamping akademik, seluruh dosen dan staf Tata Usaha Fakultas Farmasi yang telah membantu penulis menyelesaikan studi Sarjana (S1) Farmasi.
7. Silvia yang selalu memberikan semangat dan motivasi selama menempuh studi di Prodi S1 Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
8. Rizky sebagai partner kerja dalam skripsi yang menjadi tempat bertukar pikiran dan membantu bila ada kesulitan.
9. Kawan-kawan ‘Pebe’, Alif, Septa, Candra, Romadon, Vicky, Lucky, Reksi dan Reza yang selalu menghibur dan berdiskusi ketika merasa penat hingga bisa meningkatkan semangat dalam menyelesaikan skripsi ini.
10. Rekan-rekan ‘The End Game Squad’, Rizky, Burhanuddin, Firman, Vidiya, Inggar, Flora dan Ajeng yang telah memberikan motivasi dan semangat selama jalannya penelitian.
11. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebut satu persatu yang telah membantu dalam penyelesaian naskah skripsi ini.

Semoga seluruh kebaikan yang telah diberikan oleh semua pihak mendapatkan balasan yang berlimpah dari Tuhan Yang Maha Esa. Akhir kata, penulis berharap agar tugas akhir ini dapat berguna untuk berbagai pihak yang memerlukannya.

Surabaya, 13 Juni 2022

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
ABSTRACT.....	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. Rumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian.....	3
1.4. Hipotesis Penelitian	3
1.5. Manfaat Penelitian.....	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Tinjauan tentang Jamu pegal linu.....	5
2.1.1. Obat tradisional (jamu)	5
2.1.2. Jamu pegal linu.....	5
2.1.3. BKO dalam sediaan jamu.....	7
2.2. Tinjauan tentang Paracetamol.....	7
2.2.1. Monografi.....	7
2.2.2. Sifat fisika kimia.....	7
2.2.3. Mekanisme kerja.....	8
2.2.4. Farmakokinetika	8
2.2.5. Efek samping	9
2.3. Tinjauan tentang Prednison.....	9

	Halaman
2.3.1. Monografi.....	9
2.3.2. Sifat fisika kimia.....	9
2.3.3. Mekanisme kerja	10
2.3.4. Farmakokinetika	10
2.3.5. Efek samping	11
2.4. Tinjauan tentang KLT.....	11
2.4.1. Tinjauan kromatografi	11
2.4.2. Tinjauan KLT	12
2.4.3. Tinjauan fase diam	13
2.4.4. Tinjauan fase gerak	13
2.4.5. Tinjauan penotolan	14
2.5. Tinjauan tentang Densitometri.....	14
2.6. Tinjauan tentang Validasi	15
2.6.1. Tinjauan validasi metode	15
2.6.2. Tinjauan selektifitas	17
2.6.3. Tinjauan linieritas	18
2.6.4. Tinjauan batas deteksi.....	18
2.6.5. Tinjauan akurasi	19
2.6.6. Tinjauan presisi.....	20
2.6.7. Tinjauan rentang	20
2.7. Tinjauan tentang Penelitian terdahulu	20
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	22
3.1. Alat dan Bahan	22
3.1.1. Alat.....	22
3.1.2. Bahan	22
3.2. Rancangan Penelitian	22
3.3. Prosedur Penelitian.....	23

	Halaman
3.3.1. Preparasi matriks jamu	23
3.3.2. Penyiapan fase gerak.....	24
3.3.3. Penyiapan baku induk paracetamol	24
3.3.4. Penyiapan baku induk prednison	24
3.3.5. Penyiapan baku kerja paracetamol	24
3.3.6. Penyiapan baku kerja prednison	24
3.3.7. Penyiapan larutan matriks	25
3.3.8. Penyiapan larutan bahan aktif dengan matriks	25
3.4. Validasi Metode Identifikasi Paracetamol dan Prednison secara KLT-Densitometri	25
3.4.1. Selektivitas	25
3.4.2. Uji batas deteksi (LOD)	26
3.5. Aplikasi Metode Identifikasi Paracetamol dan Prednison dalam Sediaan Jamu Pegal Linu yang Beredar di Pasaran	26
3.6. Analisis Data	27
3.6.1. Perhitungan selektivitas	27
3.6.2. Perhitungan uji batas deteksi (LOD)	27
3.7. Skema Kerja	28
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	29
4.1. Selektivitas	29
4.2. Uji Batas Deteksi (LOD)	40
4.3. Aplikasi Metode Identifikasi Paracetamol dan Prednison dalam Sediaan Jamu Pegal Linu yang Beredar di Pasaran	42
4.4. Pembahasan dan Intepretasi Data	48
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	52
5.1. Simpulan	52
5.2. Saran	52
DAFTAR PUSTAKA	53

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Data-data yang diperlukan untuk validasi prosedur analisis..... 16
Tabel 4.1	Harga Faktor Retardasi (Rf) dan Resolusi (Rs) dari Paracetamol dan Prednison. 30
Tabel 4.2	Batas Deteksi Paracetamol 40
Tabel 4.3	Batas Deteksi Prednison..... 41
Tabel 4.4	Harga Rf dari sampel jamu pegal linu dengan fase gerak terpilih 43

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Logo Jamu 5
Gambar 2.2	Struktur kimia paracetamol 7
Gambar 3.1	Skema Kerja 28
Gambar 4.1	Spektrum gabungan Paracetamol dan Prednison panjang gelombang 200-400 nm..... 30
Gambar 4.2	Hasil eluasi paracetamol dan prednison pada fase gerak etil asetat : kloroform (6:4, v/v)..... 32
Gambar 4.3	Densitogram hasil eluasi paracetamol dan prednison pada fase gerak etil asetat : kloroform (6:4, v/v)..... 32
Gambar 4.4	Densitogram hasil eluasi paracetamol pada fase gerak etil asetat : metanol (6:4, v/v) 33
Gambar 4.5	Densitogram hasil eluasi prednison pada fase gerak etil asetat : metanol (6:4, v/v) 33
Gambar 4.6	Densitogram hasil eluasi matriks jamu pegal linu pada fase gerak etil asetat : metanol (6:4, v/v) 34
Gambar 4.7	Hasil eluasi paracetamol dan prednison pada fase gerak etil asetat : kloroform (4:6, v/v). 35
Gambar 4.8	Densitogram hasil eluasi paracetamol dan prednison pada fase gerak etil asetat : kloroform (4:6, v/v). 35
Gambar 4.9	Densitogram hasil eluasi paracetamol pada fase gerak etil asetat : metanol (4:6, v/v) 36
Gambar 4.10	Densitogram hasil eluasi prednison pada fase gerak etil asetat : metanol (4:6, v/v) 36
Gambar 4.11	Densitogram hasil eluasi matriks jamu pegal linu pada fase gerak etil asetat : metanol (4:6, v/v) 37
Gambar 4.12	Hasil eluasi paracetamol dan prednison pada fase gerak kloroform : metanol (9:1, v/v). 38
Gambar 4.13	Densitogram hasil eluasi paracetamol dan prednison pada fase gerak kloroform : metanol (9:1, v/v). 38
Gambar 4.14	Densitogram hasil eluasi paracetamol pada fase gerak kloroform : metanol (9:1, v/v). 39

	Halaman
Gambar 4.15	Densitogram hasil eluasi prednison pada fase gerak kloroform : metanol (9:1, v/v). 39
Gambar 4. 16	Densitogram hasil eluasi matriks jamu pegal linu pada fase gerak kloroform : metanol (9:1, v/v). 40
Gambar 4.17	Kurva hubungan antara konsentrasi paracetamol dengan luas area..... 41
Gambar 4.18	Kurva hubungan antara konsentrasi prednison dengan luas area..... 42
Gambar 4.19	Hasil eluasi sampel jamu pegal linu (A-J) dengan pembandingan paracetamol dan prednison (Pp) pada fase gerak kloroform : metanol (9:1, v/v) 42
Gambar 4.20	Densitogram sampel D..... 44
Gambar 4.21	Hasil overlay spektrum antara sampel D dengan paracetamol 44
Gambar 4.22	Densitogram sampel E 45
Gambar 4.23	Hasil overlay spektrum sampel E dengan paracetamol 45
Gambar 4.24	Hasil overlay spektrum sampel E dengan prednison 46
Gambar 4.25	Densitogram sampel H..... 47
Gambar 4.26	Hasil overlay spektrum sampel H dengan paracetamol 47
Gambar 4.27	Hasil overlay spektrum sampel H dengan Prednison 48

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN 1 Tabel Indeks Polaritas Beberapa Macam Pelarut	56
LAMPIRAN 2 Perhitungan Indeks Polaritas Fase Gerak.....	57
LAMPIRAN 3 Perhitungan LOD.....	58
LAMPIRAN 4 <i>Certificate of Analysis</i> Paracetamol.....	60
LAMPIRAN 5 <i>Certificate of Analysis</i> Prednison	61