

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI SILDENAFIL
SITRAT DAN PARASETAMOL DALAM SERBUK KOPI
PENAMBAH STAMINA SECARA KROMATOGRAFI
LAPIS TIPIS – DENSITOMETRI**



VIVER EUNIKE NATHANIA LOMBU

2443020228

PROGRAM STUDI S1

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2024

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI SILDENAFIL SITRAT DAN
PARASETAMOL DALAM SERBUK KOPI PENAMBAH STAMINA
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

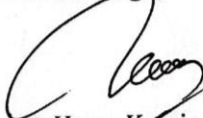
OLEH :

VIVER EUNIKE NATHANIA LOMBU

2443020228

Telah disetujui pada tanggal 28 Juni 2024 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



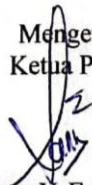
apt. Henry Kurnia Setiawan, M.Si.
NIK. 241.97.0283

Pembimbing II,



apt. Maria Anabella J., M.S.Farm.
NIK. 241.19.1033

Mengetahui,
Ketua Penguji



apt. Semmy Y. Esar, S.Si., M.Si.
NIK. 241.01.0520

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **Validasi Metode Identifikasi Sildenafil Sitrat dan Parasetamol dalam Serbuk Kopi 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 publikasikan karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 28 Juni 2024



Viver Eunike Nathania Lombu
2443020228

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, 28 Juni 2024



Viver Eunike Nathania Lombu
2443020228

ABSTRAK

VALIDASI METODE IDENTIFIKASI SILDENAFIL SITRAT DAN PARASETAMOL DALAM SERBUK KOPI PENAMBAH STAMINA SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS – DENSITOMETRI

VIVER EUNIKE NATHANIA LOMBU

2443020228

Kopi merupakan salah satu minuman yang cukup digemari oleh kalangan masyarakat, sehingga banyak industri mengembangkan produk kopi dengan memanfaatkan bahan alam dengan berbagai macam khasiat, salah satunya kopi penambah stamina. Berdasarkan lampiran *public warning* yang dikeluarkan oleh BPOM, masih terdapat banyak produk kopi penambah stamina yang mengandung bahan kimia obat (BKO) sildenafil sitrat dan parasetamol. Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk memperoleh metode tervalidasi yang dapat mengidentifikasi sildenafil sitrat dan parasetamol dalam kopi penambah stamina secara Kromatografi Lapis Tipis (KLT) – Densitometri. Penelitian ini menggunakan metode KLT-Densitometri karena selain prinsip kromatografi yaitu pemisahan, metode ini relatif terjangkau dan sederhana. Kategori validasi yang digunakan adalah kategori II bagian batas deteksi dengan tujuan untuk mengidentifikasi pengotor dalam produk jadi yang terdiri atas 2 parameter uji, yaitu selektivitas dan batas deteksi (LOD). Plat KLT diekspansi dengan fase gerak terpilih yaitu etil asetat : metanol : amonia (45 : 1,5 : 0,5, v/v/v) kemudian diamati dengan densitometer pada panjang gelombang 234 nm. Nilai Rf sildenafil sitrat adalah 0,2 dan untuk parasetamol sebesar 0,58 dengan keterpisahan yang baik antara sildenafil sitrat, parasetamol, dan matriks kopi. Nilai LOD yang didapat untuk sildenafil sitrat adalah sebesar 7,7325 µg/ml (3,093 mg/20.000 mg sampel) dan LOD untuk parasetamol sebesar 3,8028 µg/ml (1,5211 mg/20.000 mg sampel). Metode diaplikasikan pada 11 sampel kopi penambah stamina yang beredar di pasaran. Dari 11 sampel kopi yang dianalisa, terdapat 10 sampel yang mengandung sildenafil sitrat dan 1 sampel kopi mengandung sildenafil sitrat dan parasetamol.

Kata kunci: sildenafil sitrat, parasetamol, kopi penambah stamina, kromatografi lapis tipis, densitometri

ABSTRACT

VALIDATION OF THIN LAYER CHROMATOGRAPHY – DENSITOMETRY METHODS FOR IDENTIFICATION OF SILDENAFIL CITRATE AND PARACETAMOL IN COFFEE POWDER FOR STAMINA ENHANCER

**VIVER EUNIKE NATHANIA LOMBU
2443020228**

Coffee is a drink that is popular among the public, many industries develop coffee products using natural ingredients with various benefits, one of them is coffee for stamina enhancer. Based on public warning issued by BPOM, there are still many coffee product for stamina enhancer contain the medical chemicals (BKO) sildenafil citrate and paracetamol. This research was conducted with the aim of obtaining a validated method that can identify sildenafil citrate and paracetamol in coffee for stamina enhancer using Thin Layer Chromatography (TLC) – Densitometry. This research uses the TLC – Densitometry method because apart from the principle of chromatography, which is separation, this method is relatively affordable and simple. The validation category used is category II, detection limit section with the aim of identifying impurities in the finished product which consists of 2 parameters, namely selectivity and detection limit. The TLC plate was eluted with the selected mobile phase, ethyl acetate : methanol : ammonia (45 : 1.5 : 0.5, v/v/v) and then observed with a densitometer at 234 nm. The R_f value for sildenafil citrate is 0.2 and for paracetamol is 0.58 with good separation between sildenafil citrate, paracetamol, and coffee matrix. The LOD value for sildenafil citrate was 7.7325 µg/ml (3.093 mg/20000 mg sample) and the LOD of paracetamol was 3.8028 µg/ml (1.5211 mg/20000 mg sample). The method was applied to 11 samples of coffee for stamina enhancer. Of the 11 coffee samples analyzed, 10 samples contained sildenafil citrate and 1 coffee sample contained sildenafil citrate and paracetamol.

Keywords: sildenafil citrate, paracetamol, stamina enhancing coffee, thin layer chromatography, densitometry

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan kasih dan karunianya, sehingga skripsi dengan judul **“Validasi Metode Identifikasi Sildenafil Sitrat dan Parasetamol dalam Serbuk Kopi Penambah Stamina secara Kromatografi Lapis Tipis – Densitometri”** dapat terselesaikan dengan baik. Penyusunan skripsi ini dimaksudkan untuk memenuhi persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya. Dalam proses penyusunan skripsi ini, penulis mendapatkan banyak bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu selama proses pembuatan naskah skripsi ini:

1. Tuhan Yang Maha Esa, yang senantiasa memberikan kasih, perlindungan, dan berkatNya, sehingga proses studi farmasi di Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya dapat berjalan lancar hingga akhir pengerjaan skripsi ini.
2. apt. Henry Kurnia Setiawan, S.Si., M.Si. dan apt. Maria Anabella Jessica, S.Farm., M.S.Farm. selaku dosen pembimbing yang sudah meluangkan waktu, tenaga, kesabaran, serta saran selama proses penyusunan skripsi ini.
3. apt. Senny Y. Esar, S.Si., M.Si. dan apt. Diana, S.Farm., M.Si. selaku dosen penguji yang telah memberikan saran serta nasihat dalam penyusunan skripsi ini.
4. Kedua orang tua (Eddy Kurniawan Lombu dan Wiwik Yuniarti), terima kasih atas kepercayaan yang diberikan untuk melanjutkan pendidikan, terima kasih untuk segala pengorbanan, cinta, kasih sayang, nasihat, doa, dan dukungan baik secara moril ataupun

materil sejak penulis dalam kandungan hingga dapat menyelesaikan studi di S1 Farmasi.

5. Nenek tersayang (Mbah Sumiati), terima kasih untuk doa, kasih sayang, semangat, motivasi, dan dukungan yang diberikan kepada penulis dari kecil hingga saat ini.
6. Saudara kandung penulis (Marchelino Nathanael Lombu dan Lavita Gavriela Anastasya Lombu), terima kasih atas dukungan doa, semangat, usaha, dan motivasi yang diberikan selama proses perkuliahan hingga akhir pengerjaan skripsi ini.
7. Robertus Calvyn Candra Wijaya, sebagai partner dan pendengar yang baik, terima kasih telah menjadi bagian dari perjalanan penulis, terima kasih atas waktu, doa, dukungan, motivasi yang diberikan, dan kontribusinya dalam pengerjaan skripsi ini.
8. Dr. F.V. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si., selaku dosen penasihat akademik yang telah membimbing selama proses kuliah di Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
9. apt. Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D., selaku Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
10. Prof. Dr. apt. J.S. Ami Soewandi, selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
11. apt. Diga Albrian Setiadi, S.Farm., M.Farm., selaku Ketua Program Studi S1 Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
12. Seluruh dosen yang telah memberikan ilmu dan pengalaman selama proses perkuliahan di S1 Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
13. Seluruh staf Tata Usaha dan laboran yang telah membantu selama proses perkuliahan hingga akhir pengerjaan skripsi.

14. Karunia Sidi Metta dan Stefani Ananda Putri Widjanarko, teman gereja sejak kecil hingga saat ini, terima kasih telah menghibur, memberikan dukungan, doa, dan motivasi yang diberikan kepada penulis dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini.
15. Claudia Amanda dan Klara Dinda, teman seperjuangan dalam menyelesaikan skripsi di bidang masing-masing, terima kasih atas motivasi, dukungan, dan doa yang diberikan selama proses pengerjaan skripsi ini.
16. Sofiatun dan Giovanni Eggi, teman seperjuangan dalam mengerjakan skripsi dari awal hingga akhir dan tempat bertukar pikiran, terima kasih untuk waktu, motivasi, doa, dan bantuan yang diberikan kepada penulis.
17. Axvrelia Sinta, Chintya Yemima, dan Donna Audy, selaku teman berdiskusi selama proses perkuliahan, terima kasih untuk waktu, bantuan, motivasi, dan dukungan yang diberikan selama proses perkuliahan berlangsung.
18. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Semoga Tuhan yang membalas segala kebaikan yang telah diberikan oleh semua pihak kepada penulis. Penulis menyadari adanya keterbatasan pengalaman, pengetahuan, dan literatur yang ditinjau. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran agar naskah skripsi ini dapat disempurnakan dan dapat berguna bagi banyak pihak.

Surabaya, 28 Juni 2024

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
<i>ABSTRACT</i>	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Penelitian	1
1.2 Rumusan Masalah.....	6
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Hipotesis Penelitian	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1. Tinjauan tentang Kopi Penambah Stamina	8
2.1.1. Tinjauan tentang Tanaman Herbal	8
2.2. Tinjauan tentang Senyawa	11
2.2.1. Sildenafil Sitrat.....	11
2.2.2. Parasetamol.....	14
2.3. Tinjauan tentang Kromatografi Lapis Tipis	17
2.3.1. Definisi	17
2.3.2. Komponen Kromatografi Lapis Tipis	18
2.4. Tinjauan tentang Densitometri.....	24
2.5. Tinjauan tentang Validasi Metode.....	25
2.5.1. Definisi Validasi Metode	25

Halaman

2.5.2.	Parameter Validasi Metode	26
2.6.	Tinjauan tentang Penelitian Terdahulu.....	31
BAB 3. METODE PENELITIAN		33
3.1.	Jenis Penelitian	33
3.2.	Bahan dan Alat Penelitian.....	33
3.2.1.	Bahan.....	33
3.2.2.	Alat.....	33
3.3.	Metode Penelitian	33
3.4.	Tahapan Penelitian.....	34
3.4.1.	Preparasi Matriks Kopi.....	34
3.4.2.	Penyiapan Fase Gerak	35
3.4.3.	Penyiapan Baku Induk Sildenafil Sitrat.....	35
3.4.4.	Penyiapan Baku Kerja Sildenafil Sitrat	35
3.4.5.	Penyiapan Baku Induk Parasetamol	36
3.4.6.	Penyiapan Baku Kerja Parasetamol.....	36
3.4.7.	Penyiapan Larutan Matriks.....	36
3.4.8.	Penyiapan Larutan Baku Sildenafil Sitrat dan Parasetamol dalam Matriks.....	36
3.4.9.	Uji Selektivitas	37
3.4.10.	Uji Batas Deteksi (LOD).....	37
3.4.11.	Aplikasi Metode Identifikasi Sildenafil Sitrat dan Parasetamol pada Sampel Kopi Penambah Stamina.....	38
3.5.	Analisis Data.....	39
3.5.1.	Perhitungan Selektivitas	39
3.5.2.	Perhitungan Batas Deteksi (LOD).....	39
3.6.	Skema Kerja.....	40
BAB 4. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN		41

	Halaman
4.1. Uji Selektivitas.....	41
4.1.1. Pemilihan Fase Gerak.....	41
4.1.2. Pemilihan Panjang Gelombang Pengamatan	46
4.2. Uji Batas Deteksi (LOD)	47
4.3. Aplikasi Metode Identifikasi Sildenafil Sitrat dan Parasetamol dalam Sampel Kopi Penambah Stamina yang Beredar di Pasaran ..	50
4.4. Pembahasan dan Interpretasi Data	63
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	68
5.1. Kesimpulan	68
5.2. Saran	68
DAFTAR PUSTAKA.....	69
LAMPIRAN	73

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Unsur Data yang Diperlukan untuk Validasi Metode	26
Tabel 2.2 Kriteria Penerimaan Akurasi dan Presisi	27
Tabel 2.3 Rentang Minimum Linearitas	30
Tabel 4.1 Nilai Faktor Retardasi (Rf) dan Resolusi (Rs) Sildenafil Sitrat dan Parasetamol dengan Menggunakan 3 Fase Gerak	41
Tabel 4.2 Hasil Uji Batas Deteksi (LOD) Sildenafil Sitrat	48
Tabel 4.3 Hasil Uji Batas Deteksi (LOD) Parasetamol	49
Tabel 4.4 Nilai Rf Sampel Kopi Penambah Stamina dan Verifikasi Spektrum Sampel dengan Pembandingan	52

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur Kimia Sildenafil Sitrat	12
Gambar 2.2 Spektrum UV Sildenafil Sitrat	12
Gambar 2.3 Struktur Kimia Parasetamol.....	14
Gambar 2.4 Spektrum UV Parasetamol	15
Gambar 2.5 Migrasi Senyawa pada Plat KLT	18
Gambar 2.6 Daftar Macam-macam Pelarut Berdasarkan Tingkat Polaritas dan Kekuatan Eluasi Silika Gel sebagai Fase Diam	20
Gambar 2.7 Ilustrasi Penotolan Sampel pada Plat KLT	21
Gambar 2.8 Ilustrasi Proses Pengembangan Plat KLT	22
Gambar 3.1 Skema Kerja	40
Gambar 4.1 Hasil Eluasi Sildenafil Sitrat dan Parasetamol dengan 3 Fase Gerak	42
Gambar 4.2 Densitogram Hasil Eluasi dengan Fase Gerak Etil Asetat : Etanol (85:15/v/v).....	43
Gambar 4.3 Densitogram Hasil Eluasi dengan Fase Geark Etil Asetat : Metamol : Amonia (45:1,5:0,5, v/v/v)	44
Gambar 4.4 Densitogram Hasil Eluasi dengan Fase Gerak Etil Asetat : Metanol : Amonia (45:5:1, v/v/v)	45
Gambar 4.5 Spektrum Sildenafil Sitrat dan Parasetamol pada Panjang Gelombang 200-400 nm	47
Gambar 4.6 Kurva Hubungan Antara Konsentrasi Sildenafil Sitrat terhadap Luas Area pada Uji Batas Deteksi.....	48
Gambar 4.7 Kurva Hubungan Antara Konsentrasi Parasetamol terhadap Luas Area pada Uji Batas Deteksi	49
Gambar 4.8 Hasil Eluasi 11 Sampel Kopi Penambah Stamina dengan Pembanding Campuran Sildenafil Sitrat dan Parasetamol ..	51
Gambar 4.9 Densitogram Hasil Eluasi Sampel A.....	53

	Halaman
Gambar 4.10 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel A dengan Pembanding Sildenafil Sitrat	53
Gambar 4.11 Densitogram Hasil Eluasi Sampel B.....	54
Gambar 4.12 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel B dengan Pembanding Sildenafil Sitrat	54
Gambar 4.13 Densitogram Hasil Eluasi Sampel C.....	55
Gambar 4.14 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel C dengan Pembanding Sildenafil Sitrat	55
Gambar 4.15 Densitogram Hasil Eluasi Sampel D	56
Gambar 4.16 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel D dengan Pembanding Sildenafil Sitrat	56
Gambar 4.17 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel D dengan Pembanding Parasetamol.....	56
Gambar 4.18 Densitogram Hasil Eluasi Sampel E.....	57
Gambar 4.19 Hasil pengamatan Spektrum Sampel E dengan Pembanding Sildenafil Sitrat	57
Gambar 4.20 Densitogram Hasil Eluasi Sampel F	58
Gambar 4.21 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel F dengan Pembanding Sildenafil Sitrat	58
Gambar 4.22 Densitogram Hasil Eluasi Sampel G	59
Gambar 4.23 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel G dengan Pembanding Sildenafil Sitrat	59
Gambar 4.24 Densitogram Hasil Eluasi Sampel H	60
Gambar 4.25 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel H dengan Pembanding Sildenafil Sitrat	60
Gambar 4.26 Densitogram Hasil Eluasi Sampel I.....	61
Gambar 4.27 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel I dengan Pembanding Sildenafil Sitrat	61
Gambar 4.28 Densitogram Hasil Eluasi Sampel J.....	62

Halaman

Gambar 4.29 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel J dengan Pembanding Sildenafil Sitrat 62

Gambar 4.30 Densitogram Hasil Eluasi Sampel K 63

Gambar 4.31 Hasil Pengamatan Spektrum Sampel K dengan Pembanding Sildenafil Sitrat 63

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Tabel Indeks Polaritas Pelarut	73
Lampiran 2. Perhitungan Indeks Polaritas	74
Lampiran 3. Tabel r (Koefisien Korelasi)	75
Lampiran 4. CoA Sildenafil Sitrat	76
Lampiran 5. CoA Parasetamol	77
Lampiran 6. Perhitungan LOD Sildenafil Sitrat	78
Lampiran 7. Perhitungan LOD Parasetamol	79