

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI
DEKSAMETASON DAN SIPTROHEPTADIN HCL
DALAM JAMU PENGGEMUK BADAN SECARA
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS – DENSITOMETRI**



RIZKY WINDI PRATAMA

2443018177

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

2022

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI DEKSAMETASON DAN
SIPROHEPTADIN HCL DALAM JAMU PENGGEMUK BADAN
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:

RIZKY WINDI PRATAMA

2443018177

Telah disetujui pada 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



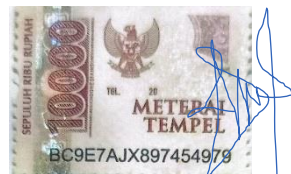
(apt. Diana, S.Farm., M.Si.)
NIK. 241.18.0993

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul: **Validasi Metode Identifikasi Deksametason dan Siproheptadin HCl dalam Jamu Penggemuk Badan 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, 13 Juni 2022



Rizky Windi Pratama
2443018177

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, 13 Juni 2022



Rizky Windi Pratama
2443018177

ABSTRAK

VALIDASI METODE IDENTIFIKASI DEKSAMETASON DAN SIPROHEPTADIN HCL DALAM JAMU PENGGEMUK BADAN SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS – DENSITOMETRI

RIZKY WINDI PRATAMA
2443018177

Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 007 tahun 2012, obat tradisional dilarang mengandung bahan kimia obat yang merupakan hasil isolasi atau sintetik berkhasiat obat. Berdasarkan *public warning* yang dikeluarkan oleh BPOM masih terdapat jamu penggemuk badan yang mengandung deksametason dan siproheptadin HCl. Tujuan dari penelitian ini untuk memperoleh metode yang valid yang digunakan untuk identifikasi deksametason dan siproheptadin HCl yang ditambahkan dalam jamu penggemuk badan. Metode yang dipilih adalah KLT-densitometri karena sederhana, murah, dan cepat. Densitometer digunakan untuk memindai pelat KLT agar diperoleh luas area dan melihat spektrum noda. Validasi pengotor dalam produk jadi termasuk kategori II bagian uji batas. Uji yang dilakukan yaitu selektivitas dan batas deteksi (*Limit of Detection/LOD*). Fase gerak terpilih yaitu kloroform : metanol (9:1,v/v). Noda diamati menggunakan densitometer pada panjang gelombang 240 nm. Deksametason muncul pada Rf 0,42 dan siproheptadin HCl muncul pada Rf 0,66 dengan nilai resolusi (Rs) 3,63. Nilai batas deteksi (LOD) dari deksametason adalah 4,5383 µg/ml (0,091 mg/600 mg kapsul) dan siproheptadin HCl adalah 4,2867 µg/ml (0,085 mg/600 mg kapsul). Metode diaplikasikan pada 10 merek sampel jamu penggemuk badan yang dibeli di pasaran. Dari 10 merek sampel jamu penggemuk badan yang diamati, 2 merek sampel jamu penggemuk badan positif mengandung deksametason dan 1 merek sampel jamu penggemuk badan positif mengandung siproheptadin HCl.

Kata kunci: deksametason, siproheptadin HCl, jamu penggemuk badan, kromatografi lapis tipis, densitometri

ABSTRACT

VALIDATION OF THIN LAYER CHROMATOGRAPHY- DENSITOMETRY METHODS FOR IDENTIFICATION OF DEXAMETHASONE AND CYPROHEPTADINE HCL IN WEIGHT GAIN HERBAL

**RIZKY WINDI PRATAMA
2443018177**

Regulation of the Minister of Health of the Republic of Indonesia No. 007 of 2012, traditional medicines are prohibited from containing medicinal chemicals which are isolated or synthetic with medicinal properties. Based on the public warning issued by BPOM, there are still weight gain herbal containing dexamethasone and cyproheptadine HCl. The purpose of this study was to obtain a valid method used for the identification of dexamethasone and cyproheptadine HCl added to weight gain herbal. The method chosen is TLC-densitometry because it is simple, cheap, and fast. The densitometer was used to scan the TLC plate in order to obtain the area and see the spectrum of the stain. The validation of impurities in the finished product belongs to the category II section of the limit test. The tests carried out are selectivity and limit of detection (LOD). The selected mobile phase was chloroform: methanol (9:1,v/v). The stains were observed using a densitometer at a wavelength of 240 nm. Dexamethasone appeared at Rf 0.42 and cyproheptadine HCl appeared at Rf 0.66 with a resolution value (Rs) 3.63. The limit of detection (LOD) of dexamethasone was 4.5383 µg/ml (0.091 mg/600 mg capsules) and cyproheptadine HCl was 4.2867 µg/ml (0.085 mg/600 mg capsules). The method was applied to 10 brands of weight gain herbal samples purchased in the market. Of the 10 brands of weight gain herbal samples that were observed, 2 sample brand was positive for dexamethason and 1 sample brand was positive for cyproheptadine HCl.

Keywords: dexamethasone, cyproheptadine HCl, weight gain herbal, thin layer chromatography, densitometry

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas berkat rahmat dan karunia-Nya sehingga skripsi dengan judul **“Validasi Metode Identifikasi Deksametason dan Siproheptadin HCl dalam Jamu Penggemuk Badan 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. Selama proses penyusunan skripsi ini, penulis mendapat banyak bantuan dari berbagai pihak baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan ucapan terimakasih yang tulus kepada semua pihak yang telah membantu proses penyusunan naskah skripsi ini:

1. apt. Henry Kurnia Setiawan, M.Si. selaku dosen pembimbing I dan apt. Senny Y. Esar, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing II yang telah meluangkan waktu dan tenaga dalam memberikan bimbingan serta bantuan dalam menyelesaikan skripsi ini.
2. apt. Diana, S.Farm., M.Si. selaku ketua penguji dan apt. Dra. Emi Sukarti, M.Si. selaku dosen penguji yang telah memberikan kritik dan saran demi perbaikan skripsi ini
3. apt. Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D. selaku Rektor, apt. Sumi Wijaya, S.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Farmasi dan apt. Diga Albrian Setiadi, S.Farm., M.Farm. selaku Ketua Program Studi S1 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, atas sarana dan prasarana serta kesempatan yang diberikan untuk menempuh pendidikan jenjang Strata 1 di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

4. apt. Galuh Nawang Prawesti, S.Farm., M.Farm-Klin. selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan waktu dan tenaga serta bantuan terhadap berbagai macam persoalan yang penulis hadapi selama proses perkuliahan.
5. Kepala laboratorium dan Laboran laboratorium Bioanalisa, laboratorium Kimia Analisa dan laboratorium Penelitian yang telah mengizinkan melakukan penelitian dan membantu serta melayani banyak keperluan dalam melakukan penelitian.
6. Orang tua dan keluarga yang telah memberikan motivasi dan semangat kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi dan pendidikan strata 1 (S1) di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya dengan baik dan tepat waktu.
7. Yolanda Virgi Firdaus, S.Farm. yang telah memberikan waktu dan doa serta dukungan dan perhatian yang tulus kepada penulis. Terimakasih masih menemani hingga saat ini.
8. Partner seperjuangan skripsi, Prasetyo yang telah membantu dan bekerja sama sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
9. Sobat “Anonymous” Prasetyo, Firman (Dobleh), Burhanuddin dan Lutfi yang telah memberi dukungan dalam menyelesaikan skripsi ini.
10. Semua pihak yang membantu selama proses penyelesaian skripsi ini yang tidak bisa disebutkan satu-persatu.

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, Juni 2022

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
<i>ABSTRACT</i>	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang Penelitian	1
1.2. Rumusan Masalah	5
1.3. Tujuan Penelitian	5
1.4. Hipotesis Penelitian	5
1.5. Manfaat Penelitian	6
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1. Tinjauan tentang Obat Tradisional	7
2.1.1. Definisi	7
2.1.2. Persyaratan Obat Tradisional	7
2.1.3. Penggolongan Obat Tradisional	8
a. Jamu	8
b. Obat Herbal Terstandar	9
c. Fitofarmaka	10
2.2. Tinjauan tentang Bahan Kimia Obat dalam Obat Tradisional	11
2.3. Tinjauan tentang Jamu Penggemuk Badan	12
2.4. Tinjauan tentang Bahan Kimia Obat dalam Jamu Penggemuk Badan	13

	Halaman
2.4.1. Deksametason	13
2.4.2. Siproheptadin HCl	14
2.5. Tinjauan tentang Kromatografi Lapis Tipis	15
2.5.1. Definisi	15
2.5.2. Komponen Kromatografi Lapis Tipis.....	16
a. Fase diam	16
b. Fase gerak	18
c. Penotolan sampel pada pelat KLT	19
d. Bejana KLT (<i>TLC Chamber</i>)	20
e. Deteksi dan Visualisasi	21
2.6. Tinjauan tentang Densitometri.....	22
2.7. Tinjauan tentang Analisis KLT-Densitometri	24
2.7.1. Analisis Kualitatif.....	24
2.7.2. Analisis Kuantitatif.....	25
2.8. Tinjauan tentang Penelitian Terdahulu	25
2.9. Tinjauan tentang Validasi Metode	26
2.9.1. Definisi	26
2.9.2. Parameter Validasi Metode	28
a. Spesifisitas dan Selektivitas	28
b. Linieritas	28
c. LOD (batas deteksi) dan LOQ (batas kuantitasi)	29
d. Akurasi.....	30
e. Presisi.....	31
f. Ketahanan (<i>Robustness</i>).....	32
g. Rentang	32
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	33

	Halaman
3.1. Jenis Penelitian	33
3.2. Bahan dan Alat	33
3.2.1. Bahan.....	33
3.2.2. Alat	34
3.3. Rancangan Penelitian.....	34
3.4. Tahapan Penelitian	35
3.4.1. Formula Simulasi Jamu	35
3.4.2. Penyiapan Fase Gerak	35
3.4.3. Pembuatan Larutan Baku Induk Deksametason dalam Metanol	35
3.4.4. Pembuatan Larutan Baku Induk Siproheptadin HCl dalam Metanol.....	35
3.4.5. Pembuatan Larutan Baku Kerja Deksametason dalam Metanol	36
3.4.6. Pembuatan Larutan Baku Kerja Siproheptadin HCl dalam Metanol.....	36
3.4.7. Pembuatan Larutan Matriks dalam Metanol	36
3.4.8. Pembuatan Larutan Baku Campuran dalam Matriks	36
3.4.9. Uji Selektivitas	36
3.4.10. Uji Batas Deteksi (LOD).....	37
3.4.11. Aplikasi Metode Identifikasi Deksametason dan Siproheptadin HCl pada Sampel Jamu Penggemuk Badan.....	38
3.5. Analisis Data.....	38
3.5.1. Perhitungan Selektivitas	38
3.5.2. Perhitungan Batas Deteksi (LOD).....	38
3.6. Skema Kerja Validasi Metode Identifikasi Deksametason dan Siproheptadin HCl dalam Jamu Penggemuk Badan Secara KLT-Densitometri	39

	Halaman
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	40
4.1. Hasil Uji Selektivitas	40
4.2. Hasil Uji Batas Deteksi (LOD).....	50
4.3. Hasil Aplikasi Metode pada Sampel.....	52
4.4. Pembahasan dan Interpretasi Data	57
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	62
5.1. Kesimpulan	62
5.2. Saran	62
DAFTAR PUSTAKA	63
LAMPIRAN	67

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1.	Data yang diperlukan dalam Validasi Metode..... 27
Tabel 2.2.	Kriteria Penerimaan Akurasi dan Presisi..... 30
Tabel 4.1.	Nilai Faktor Retardasi (Rf) dan Resolusi (Rs) Deksametason dan Siproheptatadin HCl Menggunakan 3 Komposisi Fase Gerak..... 40
Tabel 4.2	Hasil Uji Batas Deteksi (LOD) Deksametason.. 50
Tabel 4.3	Hasil Uji Batas Deteksi (LOD) Siproheptadin HCl..... 51
Tabel 4.4	Nilai Rf Sampel Jamu Penggemuk Badan Merek A-J dan Verifikasi Spektrum..... 54

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1.	Logo Jamu 9
Gambar 2.2.	Logo Obat Herbal Terstandar 10
Gambar 2.3.	Logo Fitofarmaka 11
Gambar 2.4.	Struktur Kimia Dekسامetason 14
Gambar 2.5.	Struktur Kimia Siproheptadin HCl 15
Gambar 2.6.	Ilustrasi Pemisahan Analit 16
Gambar 2.7.	Ilustrasi Proses Eluasi KLT 16
Gambar 2.8.	Polaritas Fase Diam KLT 18
Gambar 2.9.	Afinitas Gugus Fungsi Terhadap Silika Gel 18
Gambar 2.10.	Daftar Pelarut Sebagai Fase Gerak Berdasarkan Polaritas dan Kekuatan Eluasi Silika Gel Sebagai Fase Diam 19
Gambar 2.11.	Pembuatan Pipa Kapiler dari Pipet Pasteur Untuk Penotol Sampel pada Pelat KLT 20
Gambar 2.12.	Penotolan Sampel pada Pelat KLT 20
Gambar 2.13.	Bejana KLT 21
Gambar 2.14.	Visualisasi Noda Analit dibawah Sinar UV 22
Gambar 2.15.	Skema Optik Densitometer 23
Gambar 2.16.	Ilustrasi Migrasi Analit dan Fase Gerak pada Pelat KLT 25
Gambar 3.1.	Skema Kerja Penelitian 39
Gambar 4.1.	Hasil Pemisahan Noda Dekسامetason dan Siproheptadin HCl dengan Fase Gerak Kloroform : Metanol (9:1, v/v) 41
Gambar 4.2.	Hasil Pemisahan Noda Dekسامetason dan Siproheptadin HCl dengan Fase Gerak Etil Asetat : Toluena : Metanol (45:55:1, v/v/v) 42

Halaman

Gambar 4.3.	Hasil Pemisahan Noda Deksametason dan Siproheptadin HCl dengan Fase Gerak Etil Asetat : Metanol : Amonium Hidroksida 25% (85:10:5, v/v/v) ...	42
Gambar 4.4.	Spektrum Deksametason dan Siproheptadin HCl pada Panjang Gelombang 200-400 nm	43
Gambar 4.5	Densitogram Hasil Eluasi Deksametason dengan Fase Gerak Kloroform : Metanol (9:1, v/v)	44
Gambar 4.6	Densitogram Hasil Eluasi Siproheptadin HCl dengan Fase Gerak Kloroform : Metanol (9:1, v/v)	44
Gambar 4.7	Densitogram Hasil Eluasi Matriks Jamu Penggemuk Badan dengan Fase Gerak Kloroform : Metanol (9:1, v/v).....	45
Gambar 4.8	Densitogram Hasil Eluasi Campuran Deksametason dan Siproheptadin HCl dalam Matriks Jamu Penggemuk Badan dengan Fase Gerak Kloroform : Metanol (9:1, v/v)	46
Gambar 4.9	Densitogram Hasil Eluasi Deksametason dengan Fase Gerak Etil Asetat : Toluena : Metanol (45:55:1, v/v/v) ..	46
Gambar 4.10	Densitogram Hasil Eluasi Siproheptadin HCl dengan Fase Gerak Etil Asetat : Toluena : Metanol (45:55:1, v/v/v).....	46
Gambar 4.11	Densitogram Hasil Eluasi Matriks Jamu Penggemuk Badan dengan Fase Gerak Etil Asetat : Toluena : Metanol (45:55:1, v/v/v)	47
Gambar 4.12	Densitogram Hasil Eluasi Campuran Deksametason dan Siproheptadin HCl dalam Matriks Jamu Penggemuk Badan dengan Fase Gerak Etil Asetat : Toluena : Metanol (45:55:1, v/v/v).....	47
Gambar 4.13	Densitogram Hasil Eluasi Deksametason dengan Fase Gerak Etil Asetat : Metanol : Amonium Hidroksida (85:10:5,v/v/v)	48
Gambar 4.14	Densitogram Hasil Eluasi Siproheptadin HCl dengan Fase Gerak Etil Asetat : Metanol : Amonium Hidroksida (85:10:5,v/v/v)	48

Halaman

Gambar 4.15	Densitogram Hasil Eluasi Matriks Jamu Penggemuk Badan dengan Fase Gerak Etil Asetat : Metanol : Amonium Hidroksida (85:10:5,v/v/v)	49
Gambar 4.16	Densitogram Hasil Eluasi Campuran Deksametason dan siproheptadin HCl dalam Matriks Jamu Penggemuk Badan dengan Fase Gerak Etil Asetat : Metanol : Amonium Hidroksida (85:10:5,v/v/v)	49
Gambar 4.17	Hubungan Linier antara Konsentrasi terhadap Luas Area Deksametason pada Uji Batas Deteksi (LOD)	51
Gambar 4.18	Hubungan Linier antara Konsentrasi terhadap Luas Area Siproheptadin HCl pada Uji Batas Deteksi (LOD)	52
Gambar 4.19	Hasil Eluasi Sampel Jamu Penggemuk Badan Merek A-E dengan Pembanding Campuran Deksametason dan Siproheptadin HCl	53
Gambar 4.20	Hasil Eluasi Sampel Jamu Penggemuk Badan Merek F-J dengan Pembanding Campuran Deksametason dan Siproheptadin HCl	53
Gambar 4.21	Densitogram Hasil Identifikasi Sampel Jamu Merek A	55
Gambar 4.22	Hasil Pengamatan Spektrum Sampel Jamu Merek A dengan Pembanding Spektrum Siproheptadin HCl	55
Gambar 4.23	Densitogram Hasil Identifikasi Sampel Jamu Merek D	56
Gambar 4.24	Hasil Pengamatan Spektrum Sampel Jamu Merek D dengan Pembanding Spektrum Deksametason	56
Gambar 4.25	Densitogram Hasil Identifikasi Sampel Jamu Merek H	57
Gambar 4.26	Hasil Pengamatan Spektrum Sampel Jamu Merek H dengan Pembanding spektrum Deksametason.....	57

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A	<i>Certificate of Analysis</i> Deksametason 67
Lampiran B	<i>Certificate of Analysis</i> Siproheptadin HCl 68
Lampiran C	Tabel Indeks Polaritas Pelarut 70
Lampiran D	Cara Perhitungan Polaritas Fase Gerak 71
Lampiran E	Perhitungan LOD Deksametason 72
Lampiran F	Perhitungan LOD Siproheptadin HCl..... 74
Lampiran G	Tabel R 76