

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI SILDENAFIL
SITRAT DAN KAFEIN DALAM MINUMAN SERBUK
HERBAL PENAMBAH STAMINA PRIA DENGAN
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS- DENSITOMETRI**



GIOVANNI EGGI DANIELA KURNIAWATI LERE

2443020079

PROGRAM STUDI S1

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2024

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI SILDENAFIL SITRAT
DAN KAFEIN DALAM MINUMAN SERBUK HERBAL
PENAMBAH STAMINA PRIA DENGAN
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

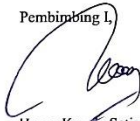
OLEH:

GIOVANNI EGGI DANIELA KURNIAWATI LERE

2443020079

Telah disetujui pada tanggal 8 Juli 2024

Pembimbing I,



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

Pembimbing II,



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

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 Sildenafil Sitrat dan Kafein dalam Minuman Serbuk Herbal Penambah Stamina Pria 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, 2024



Giovanni Eggi Daniela Kurniawati Lere
244302007

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, 2024



Giovanni Eggi Daniela Kurniawati Lere
2443020079

ABSTRAK

VALIDASI METODE IDENTIFIKASI SILDENAFIL SITRAT DAN KAFEIN DALAM MINUMAN SERBUK HERBAL PENAMBAH STAMINA PRIA DENGAN KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS- DENSITOMETRI

GIOVANNI EGGI DANIELA KURNIAWATI LERE
2443020079

Minuman herbal penambah stamina pria adalah salah satu dari obat tradisional yang sering digunakan oleh masyarakat sebagai upaya untuk menambah dan memelihara stamina serta meningkatkan kemampuan seksual. Menurut, data yang ada di BPOM ditemukan beberapa minuman herbal penambah stamina pria mengandung Bahan Kimia Obat (BKO) seperti sildenafil sitrat dan kafein. Tujuan dari penelitian ini adalah memperoleh metode yang valid untuk mengidentifikasi sildenafil sitrat dan kafein dalam minuman serbuk herbal penambah stamina pria. Metode yang dipilih ialah Kromatografi Lapis Tipis (KLT) - Densitometri karena memiliki beberapa keuntungan yaitu dapat memisahkan senyawa, sederhana, murah dan dapat menganalisa analit secara serentak. Kategori validasi yang diacu ialah validasi kategori II yang digunakan untuk mengidentifikasi pengotor dengan parameter yang diuji adalah selektivitas dan uji batas deteksi atau *Limit of Detection* (LOD). Fase gerak terpilih ialah etil asetat:metanol:amonia (45:3:1, v/v/v) dan noda diamati pada densitometer pada panjang gelombang 283 nm. Sildenafil sitrat didapatkan nilai R_f 0,33 dan kafein 0,53 dengan nilai keterpisahan sildenafil sitrat dan kafein R_s 2,9. Nilai batas deteksi (LOD) dari sildenafil sitrat yakni 5,38178 $\mu\text{g/ml}$ (3,363613 mg tiap *sachet* 25 g) dan kafein yakni 3,49607 $\mu\text{g/ml}$ (2,18504 mg tiap *sachet* 25 g). Metode diaplikasikan pada 10 sampel minuman serbuk penambah stamina pria yang beredar dipasaran dan didapatkan 4 sampel yang mengandung BKO sildenafil dan 1 sampel yang mengandung BKO kafein.

Kata Kunci: Sildenafil sitrat, kafein, minuman serbuk penambah stamina pria, densitometri, kromatografi lapis tinggi

ABSTRACT

VALIDATION OF THIN LAYER CHROMATOGRAPHY – DENSITOMETRY METHODS FOR IDENTIFICATION OF SILDENAFIL CITRATE AND CAFFEINE IN MALE STAMINA ENHANCER HERBAL POWDER DRINK

**GIOVANNI EGGI DANIELA KURNIAWATI LERE
2443020079**

Herbal drinks that increase male stamina are one of the traditional medicines that are often used by people as an effort to increase and maintain stamina and increase sexual ability. According to data from BPOM, it was found that several herbal drinks that increase male stamina contain medicinal chemicals (BKO) such as sildenafil citrate and caffeine. The aim of this research is to obtain a valid method for identifying sildenafil citrate and caffeine in herbal powder drinks that increase male stamina. The method chosen was Thin Layer Chromatography - Densitometry because it has several advantages, namely being able to separate compounds, being simple, cheap and being able to analyze analytes simultaneously. The validation category referred to is category II validation which is used to identify impurities with the parameters tested being selectivity and Limit of Detection (LOD) tests. The selected mobile phase was ethyl acetate:methanol:amonia (45:3:1, v/v/v) and the stain was observed on a densitometer at a wavelength of 283 nm. Sildenafil citrate obtained an Rf value of 0.33 and caffeine 0.51 with a separation value of sildenafil citrate and caffeine of Rs 2.9. The limit of detection (LOD) value of sildenafil citrate is 5.38178 µg/ml (3.363613 mg in 25 g *sachet*) and caffeine is 3.49607 µg/ml (2.18504 mg in 25 g *sachet*). The method was applied to 10 samples of male stamina enhancing powder drinks spread on the market and obtained 4 samples containing sildenafil citrate and 1 sample containing caffeine

Keywords: Sildenafil citrate, caffeine, male stamina enhancing powder drink, densitometry, thin layer chromatography.

KATA PENGANTAR

Segala puji Syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan karunia-Nya yang dilimpahkan sehingga penulis dapat menyelesaikan dengan baik naskah skripsi yang berjudul **“Validasi Metode Identifikasi Sildenafil Sitrat dan Kafein dalam Sediaan Minuman Serbuk Herbal Penambah Stamina Pria secara Kromatografi Lapis Tipis-Densitometri”**. Menyusun skripsi ini sebagai sebagai persyaratan untuk memperoleh gelar sarjana Farmasi program studi strata 1 di fakultas farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Penulis menyadari bahwa dalam proses penulis naskah skripsi ini dapat selesai dikarenakan ada beberapa pihak yang telah mendukung dan memberi motivasi kepada penulis selama menyelesaikan naskah ini. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada semua pihak yang telah berkontribusi dalam Menyusun naskah ini

1. Tuhan Yang Maha Esa, yang selalu memberikan kesehatan dan kekuatan untuk menjalani setiap proses dalam program studi farmasi di Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya sampai bisa menyelesaikan tugas akhir skripsi ini.
2. apt. Henry Kurnia Setiawan, S.Si., M.Si dan apt. Maria Anabella Jessica, S.Farm, M.S.Farm selaku dosen pembimbing.
3. apt. Diana, S,Farm., M.Si dan apt Senny Yesery Esar, S.Si., M.Si selaku dosen penguji.
4. apt. Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

5. Caroline, S.Si., M.Si., Apt selaku dosen penasehat akademik yang telah membimbing penulis dari awal perkuliahan.
6. Kedua orang tua (Fajar D Kurniawan, SH dan Widiastuti G Rahayu, SP) yang selalu menjadi penyemangat penulis sebagai sandaran terkuat dari kerasnya dunia dan juga tanpa lelah mendukung segala keputusan dan pilihan dalam hidup penulis. Terima kasih selalu berjuang untuk kehidupan penulis. Sehat selalu dan hiduplah lebih lama lagi agar selalu ada di setiap perjalanan dan pencapaian penulis.
7. Kepada ketiga saudara penulis Bulan, Bintang dan Fiana. Terima kasih sudah ikut serta dalam proses penulis menempuh pendidikan selama ini, terima kasih atas semangat dan doa yang selalu diberikan kepada penulis.
8. Sofi dan Viver sebagai partner kerja yang sangat membantu dan memotivasi dalam proses pengerjaan skripsi ini.
9. Angelina, Kiya, Yuketty dan Retno sebagai teman yang memberikan bantuan berupa masukan, kritik dan saran, selalu memberikan waktu luang untuk menemani dan menjadi pendengar di setiap masalah penulis.
10. Kepada teman-teman “Parahhsehh” yang tidak dapat disebutkan satu per satu yang telah memberikan motivasi dan semangat selama menempuh studi di prodi S1 Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya
11. Seluruh staf Tata Usaha dan Laboran Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah banyak membantu dalam proses penelitian ini.

12. 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, 2024

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR PERSETUJUAN	i
ABSTRAK.....	i
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB 1	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Hipotesis Penelitian	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB 2.....	9
2.1 Tinjauan Tentang Obat Tradisional.....	7
2.1.1 Obat Tradisional	7
2.1.2 Minuman Herbal Penambah Stamina Pria.....	7
2.1.3 Tinjauan Tentang Tanaman Herbal	8
2.1.4 Persyaratan Obat Tradisional.....	11
2.2 Tinjauan Tentang Sildenafil Sitrat	12
2.3 Tinjauan tentang kafein	13
2.4 Tinjauan asam askorbat.....	15
2.5 Tinjauan tentang kromatografi lapis tipis (KLT)	15
2.5.1 Tinjauan Kromatografi	15
2.5.2 Tinjauan kromatografi lapis tipis (KLT)	16
2.5.3 Tinjauan Fase Diam.....	17
2.5.4 Tinjauan Fase Gerak	17

	Halaman
2.5.5 Tinjauan Penotolan	17
2.6 Tinjauan tentang Densitometri	18
2.7 Tinjauan tentang Validasi	18
2.7.1 Tinjauan Validasi Metode	18
2.7.2 Tinjauan Selektivitas	19
2.7.3 Tinjauan Linearitas	20
2.7.4 Tinjauan Batas Deteksi	20
2.7.5 Tinjauan Batas Kuantitasi	21
2.7.6 Tinjauan Akurasi	21
2.7.7 Tinjauan Presisi	21
2.7.8 Tinjauan Rentang.....	22
2.8 Tinjauan Tentang Penelitian Terdahulu	22
BAB 3	24
3.1 Alat dan Bahan	24
3.3.1 <i>Alat</i>	24
3.3.2 <i>Bahan</i>	24
3.2 Rancangan Penelitian	24
3.3 Prosedur Penelitian.....	25
3.3.1 Matriks Minuman Herbal	25
3.3.2 Penyiapan Fase Gerak	25
3.3.3 Penyiapan Larutan Baku Induk Sildenafil Sitrat	26
3.3.4 Penyiapan Larutan Baku Induk Kafein.....	26
3.3.5 Penyiapan Larutan Baku Kerja Sildenafil Sitrat	26
3.3.6 Penyiapan Larutan Baku Kerja Kafein	26

	Halaman
3.3.7	Penyiapan Matriks26
3.3.8	Penyiapan Larutan Bahan Aktif Dalam Matriks.....27
3.4	Validasi metode identifikasi sildenafil sitrat dan kafein dengan KLT Densitometri..... 27
3.4.1	Selektivitas27
3.4.2	Uji Batas Deteksi Limit of Detection (LOD).....27
3.5	Aplikasi metode identifikasi sildenafil sitrat dan kafein dalam sediaan minuman herbal stamina pria yang beredar di pasaran 228
3.6	Analisis Data 28
3.6.1	Perhitungan Selektivitas28
3.6.2	Perhitungan Uji Batas Deteksi (LOD).....29
3.7	Skema Kerja 30
BAB 4 30
4.1	Uji Selektivitas 31
4.2	Uji Batas Deteksi (LOD)..... 35
4.3	Hasil Aplikasi Metode pada Sampel 38
4.4	Pembahasan dan Interpretasi Data 42
BAB 5 46
5.1	Kesimpulan 46
5.2	Saran..... 46
DAFTAR PUSTAKA 47

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2 .1 Data yang dibutuhkan untuk validasi prosedur analisis (Anonim, 2020).....	20
Tabel 4. 1 Nilai Rf dan Rs sildenafil sitrat dan kafein menggunakan 3 komposisi fase gerak.....	33
Tabel 4. 2 Hasil uji batas deteksi (LOD) Sildenafil sitrat	36
Tabel 4. 3 Hasil uji batas deteksi (LOD) Kafein	37
Tabel 4. 4 Harga Rf dari sampel minuman herbal penambah stamina pria dengan fase gerak terpilih.....	40

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2. 1 Struktur Kimia Sildenafil Sitrat (Sweetman, 2009).....	12
Gambar 2. 2 Spektrum Sildenafil Sitrat (Clarke's, 2014)	13
Gambar 2. 3 Struktur Kimia Kafein (Anonim, 2020)	14
Gambar 2. 4 Spektrum Kafein (Clarke's, 2014).....	15
Gambar 2. 5 Struktur Kimia Asam Askorbat (Anonim, 2020).....	15
Gambar 2. 6 Spektrum Asam Askorbat (Clarke's,2014)	
Gambar 3. 1 Skema Kerja Penelitian	30
Gambar 4. 1 Hasil pemisahan noda sildenafil sitrat dan kafein dengan fase gerak etil asetat:metanol:amonia (45:5:1 v/v/v)	32
Gambar 4. 2 Overlay spektrum sildenafil dan kafein.....	33
Gambar 4. 3 Densitogram hasil eluasi sildenafil sitrat dengan fase gerak etil asetat:metanol:amonia (45:5:1 v/v/v)	33
Gambar 4. 4 Densitogram hasil eluasi sildenafil sitrat dengan fase gerak etil asetat:etanol (85:15 v/v)	34
Gambar 4. 5 Densitogram hasil eluasi sildenafil sitrat dengan fase gerak etil asetat:metanol:amonia (45:3:1 v/v/v)	35
Gambar 4. 6 Kurva hubungan antara konsentrasi sildenafil sitrat dengan luas area	37
Gambar 4. 7 Hubungan linier antara konsentrasi terhadap luas area kafein pada uji batas deteksi (LOD).....	38
Gambar 4. 8 Hasil eluasi sampel minuman herbal penambah stamina pria merek B,C,D,E,A dengan pembanding campuran sildenafil sitrat dan kafein.....	39
Gambar 4. 9 Hasil eluasi sampel minuman herbal penambah stamina pria merek F,G,H,I,J dengan pembanding campuran sildenafil sitrat dan kafein.....	39

Gambar 4. 10	Densitogram hasil identifikasi sampel minuman herbal merek A,H,I,J	41
Gambar 4. 11	Hasil pengamatan spektrum sampel minuman herbal merek A,H,I,J dengan pembandingan spektrum sildenafil sitrat	41
Gambar 4. 12	Densitogram hasil identifikasi sampel minuman herbal merek B	42
Gambar 4. 13	Hasil pengamatan spektrum sampel minuman herbal merek B dengan pembandingan spektrum kafein	42

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Tabel indeks polaritas beberapa macam pelarut	50
Lampiran 2 Perhitungan indeks polaritas.....	51
Lampiran 3 Perhitungan LOD.....	52
Lampiran 4 Certificate of analysis sildenafil	55
Lampiran 5 Certificate of analysis kafein	56
Lampiran 6 Certificate of analysis asam askorbat	57