

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI FENILBUTAZON
DAN DEKSAMETASON DALAM JAMU ASAM URAT
SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS**



IGNATIA VICTORYA ARNI LAU MEOL

2443019293

PROGRAM STUDI S1

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2024

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI FENILBUTAZON DAN
DEKSAMETASON DALAM JAMU ASAM URAT SECARA
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS**

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan
memperoleh gelar Sarjana Farmasi Program Studi Strata 1
di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya

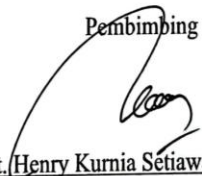
OLEH:

IGNATIA VICTORYA ARNI LAU MEOL


2443019293

Telah disetujui pada tanggal 11 Juni 2024 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,


apt. Henry Kurnia Setiawan, S.Si., M.Si.
NIK. 241.970283

Mengetahui,
Ketua Penguji


apt. Diana, S.Farm., M.Si
NIK. 241.180993

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya ini dengan judul : **Validasi Metode Identifikasi Fenilbutazon dan Deksametason dalam Jamu Asam Urat Secara Kromatografi Lapis Tipis** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu *Digital Library* Perpustakaan Unika Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan sebatas sesuai undang-Undang Hak Cipta.

Demikian pernyataan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 11 Juni 2024



Ignatia Victorya' Arni Lau Meol
2443019293

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 atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 11 Juni 2024



Ignatia Victorya Arni Lau Meol
2443019293

ABSTRAK

VALIDASI METODE IDENTIFIKASI FENILBUTAZON DAN DEKSAMETASON DALAM JAMU ASAM URAT SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPS

IGNATIA VICTORYA ARNI LAU MEOL
2443019293

Menurut *World Health Organization*, obat tradisional adalah senyawa dari tanaman yang diperoleh secara alami dengan sedikit atau tanpa proses industri yang dimanfaatkan untuk menyembuhkan penyakit dalam praktik di daerah lokal. Salah satu persyaratan obat tradisional adalah tidak mengandung Bahan Kimia Obat (BKO). Obat tradisional seperti jamu yang sering ditemukan di pasaran adalah jamu asam urat. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan metode analisa yang valid dalam mengidentifikasi ada tidaknya kandungan fenilbutazon dan deksametason pada sediaan jamu asam urat secara KLT-Densitometri. Metode KLT-Densitometri memiliki kelebihan seperti efisiensi kerja cepat dengan minim biaya dan menggunakan peralatan yang sederhana. Kategori validasi yang digunakan adalah validasi kategori II yaitu untuk mengidentifikasi pengotor dengan parameter uji selektivitas dan uji batas deteksi. Fase gerak yang digunakan pada penelitian ini adalah etil asetat : metanol : amonia (85:10:5, v/v/v) dengan panjang gelombang pengamatan 241 nm. Dari hasil penelitian didapatkan, nilai R_f fenilbutazon 0.35 dan R_f deksametason 0.84 dengan nilai R_s 4.68. Nilai batas deteksi dari fenilbutazon yaitu 0.0926 μg (0.22 mg per 600 mg kapsul) dan deksametason yaitu 0.0876 μg (0.21 mg per 600 mg kapsul). Metode yang tervalidasi diaplikasikan pada 10 sampel jamu asam urat yang beredar di pasaran dan didapati 2 sampel yang mengandung deksametason tetapi tidak ada sampel yang mengandung fenilbutazon.

Kata kunci: fenilbutazon, deksametason, asam urat, kromatografi lapis tipis.

ABSTRACT

VALIDATION IDENTIFICATION METHODS OF PHENYLBUTAZONE AND DEXAMETHASONE IN “JAMU ASAM URAT” WITH THIN LAYER CHROMATOGRAPHY

**IGNATIA VICTORYA ARNI LAU MEOL
2443019293**

According to the World Health Organization, traditional medicines are compounds from plants obtained naturally with little or no industrial processing that are used to cure diseases in local practice. One of the requirements for traditional medicine is that it does not contain medicinal chemicals (BKO). Traditional medicine such as herbal medicine that is often found on the market is herbal medicine for gout. The aim of this research is to obtain a valid analytical method for identifying the presence or absence of phenylbutazone and dexamethasone content in herbal medicines for gout using TLC-Densitometry. The KLT-Densitometry method has advantages such as fast work efficiency with minimal costs and using simple equipment. The validation category used is category II validation, namely to identify impurities with selectivity test parameters and detection limit tests. The mobile phase used in this study was ethyl acetate: methanol: ammonia (85:10:5, v/v/v) with an observation wavelength of 241 nm. From the research results, it was found that the R_f value for phenylbutazone was 0.35 and the R_f for dexamethasone was 0.84 with a value of R_s 4.68. The detection limit value for phenylbutazone is 0.0926 µg (0.22 mg per 600 mg capsule) and dexamethasone is 0.0876 µg (0.21 mg per 600 mg capsule). The validated method was applied to 10 samples of gout herbal medicine on the market and it was found that 2 samples contained dexamethasone but no samples contained phenylbutazone.

Keywords: phenylbutazone, dexamethasone, uric acid, thin layer chromatography.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis haturkan kepada Allah Yang Maha Kuasa atas rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Validasi Metode Identifikasi Fenilbutazon dan Deksametason dalam Jamu Asam Urat Secara Kromatografi Lapis Tipis”** sebagai syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Dalam penyusunan skripsi ini tentunya banyak menghadapi kesulitan serta rintangan yang penulis hadapi, namun berkat dukungan dan bimbingan dari berbagai pihak sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. apt. Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
2. Prof. Dr. apt. J. S. Ami Soewandi dan apt. Diga Albrian S, S.Farm., M.Farm. selaku dekan dan ketua prodi S1 Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, yang telah menyediakan fasilitas dan pelayanan yang baik selama pengerjaan skripsi ini.
3. apt. Henry Kurnia Setiawan, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing yang telah meluangkan waktu dan tenaga untuk memberikan bimbingan, masukan, serta arahan sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
4. apt. Diana, S.Farm., M.Si. dan apt Maria Anabella Jessica, S.Farm., M.S.Farm. selaku Dosen Penguji yang telah bersedia memberikan kritik serta saran yang sangat berguna sehingga terselesaikannya skripsi ini.

5. apt Yufita Ratnasari Wilianto, S.Farm., M.Farm.Klin. sebagai penasehat akademik yang telah membantu penulis selama masa perkuliahan berlangsung
6. Seluruh Dosen dan Laboran Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah membimbing dan memberikan banyak ilmu pengetahuan selama masa perkuliahan.
7. Kepada Bapa Dominggus Meol, Mama Fransiska Yasinta Lau, dan Kakak Markus Antonius Lau Meol yang telah memberikan doa, dukungan, perhatian, kekuatan dan segala motivasi sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dan penulis dapat menyelesaikan pendidikan Strata-1 di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
8. Kepada teman-teman seperjuangan Lita, Grace dan Delsi yang selalu ada untuk penulis, selalu membantu penulis selama masa perkuliahan dan membantu penulis menyelesaikan skripsi ini.
9. Kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu. Semoga Tuhan Yang Maha Esa membalas semua kebaikan yang telah diberikan.

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, 11 Juni 2024

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Hipotesis Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Tinjauan Obat Tradisional	6
2.1.1 Definisi Obat Tradisional.....	6
2.1.2 Penggolongan Obat Tradisional.....	6
2.1.3 Jamu.....	6
2.1.4 Obat Herbal Terstandar.....	7
2.1.5 Fitofarmaka.....	8
2.2 Tinjauan Penyakit Asam Urat	9
2.2.1 Patofisiologi Penyakit Asam Urat.....	10
2.2.2 Efektivitas Jamu Asam Urat	10
2.3 Tinjauan Tanaman Herbal	12
2.3.1 <i>Piper nigrum</i>	12

	Halaman
2.3.2	<i>Zingiberis rhizome</i> 13
2.3.3	<i>Curcumae aeruginosa roxb</i> 13
2.3.4	<i>Kaempferiae rhizome</i> 13
2.3.5	<i>Centella asiatica</i> 14
2.3.6	<i>Andrographidis folium</i> 14
2.4	Tinjauan Bahan Kimia Obat 14
2.4.1	Definisi BKO 14
2.4.2	Penyalahgunaan BKO 15
2.5	Tinjauan tentang Bahan Kimia Obat 15
2.5.1	Fenilbutazon 15
2.5.2	Deksametason 18
2.6	Tinjauan Kromatografi Lapis Tipis 19
2.6.1	Fase Diam 21
2.6.2	Fase Gerak 22
2.7	Tinjauan Densitometri 23
2.8	Tinjauan tentang Validasi Metode 24
2.8.1	Akurasi 25
2.8.2	Presisi 26
2.8.3	Selektivitas (spesifisitas) 26
2.8.4	Batas Deteksi (<i>limit of detection</i> , LOD) 27
2.8.5	Batas Kuantifikasi (<i>limit of quantification</i> , LOQ) 28
2.8.6	Linearitas 28
2.8.7	Rentang 29
2.9	Tinjauan tentang Penelitian Terdahulu 29
BAB 3	METODE PENELITIAN 32
3.1	Jenis Penelitian 32
3.2	Alat dan Bahan Penelitian 32

	Halaman
3.2.1	Alat32
3.2.2	Bahan32
3.3	Rancangan Penelitian.....32
3.4	Tahapan Penelitian33
3.4.1	Formulasi Smpilisia Jamu Obat33
3.4.2	Penyiapan Fase Gerak.....34
3.4.3	Pembuatan Larutan Baku Induk Fenilbutazon.....34
3.4.4	Pembuatan Larutan Baku Induk Deksametason34
3.4.5	Pembuatan Larutan Baku Kerja Fenilbutazon35
3.4.6	Pembuatan Larutan Baku Kerja Deksametason.....35
3.4.7	Penyiapan Larutan Matriks35
3.4.8	Pembuatan Larutan Bahan Aktif Dengan Matriks35
3.4.9	Uji Selektivitas.....35
3.4.10	Uji Batas Deteksi (LOD)36
3.4.11	Aplikasi Metode Identifikasi Fenilbutazon dan Deksametason dalam Jamu Asam Urat yang beredar di Pasaran.....37
3.5	Analisis Data.....37
3.5.1	Perhitungan Selektivitas37
3.5.2	Perhitungan Batas Deteksi (LOD)37
3.6	Skema Kerja38
BAB 4	PEMBAHASAN..... 39
4.1	Hasil Uji Selektivitas39
4.2	Hasil Uji Batas Deteksi (LOD).....49
4.3	Hasil Aplikasi Metode pada Sampel.....52
4.4	Pembahasan dan Interpretasi Data57
BAB 5	KESIMPULAN DAN SARAN 60

	Halaman
5.1 Kesimpulan.....	60
5.2 Saran.....	60
DAFTAR PUSTAKA.....	61
LAMPIRAN	66

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Sifat fisika kimia fenilbutazon	17
Tabel 2.2 Sifat fisika kimia deksametason.....	18
Tabel 2.3 Daftar pemilihan absorben	21
Tabel 2.4 Unsur data yang dibutuhkan validasi prosedur validasi	25
Tabel 4.1 Nilai (Rf) dan (Rs) fenilbutazon dan deksametason menggunakan 3 komposisi fase gerak.....	39
Tabel 4.2 Hasil uji batas deteksi (LOD) fenilbutazon.....	50
Tabel 4.3 Hasil uji batas deteksi (LOD) deksametason	51
Tabel 4.4 Nilai Rf sampel jamu asam urat merek A-J dan verifikasi spektrum.....	54

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Logo jamu	7
Gambar 2.2 Logo obat herbal terstandar	8
Gambar 2.3 Logo fitofarmaka.....	9
Gambar 2.4 Spektrum fenilbutazon	16
Gambar 2.5 Spektrum deksametason.....	19
Gambar 2.6 Sistem kromatografi lapis tipis.....	21
Gambar 3.1 Skema kerja.....	38
Gambar 4.1 <i>Overlay</i> spektrum fenilbutazon dan deksametason	40
Gambar 4.2 Hasil pemisahan noda fenilbutazon dan deksametason dengan fase gerak kloroform : metanol (4:1, v/v)	41
Gambar 4.3 Densitogram hasil eluasi fenilbutazon dengan fase gerak kloroform : metanol (4:1, v/v).....	42
Gambar 4.4 Densitogram hasil eluasi deksametason dengan fase gerak kloroform : metanol (4:1, v/v).....	42
Gambar 4.5 Densitogram hasil eluasi campuran fenilbutazon dan deksametason dalam matrik jamu asam urat dengan fase gerak kloroform : metanol (4:1, v/v)	43
Gambar 4.6 Densitogram hasil eluasi matrik jamu asam urat dengan fase gerak kloroform : metanol (4:1, v/v).....	43
Gambar 4.7 Hasil pemisahan noda fenilbutazon dan deksametason dengan fase gerak etil asetat : kloroform (4:1, v/v).....	44
Gambar 4.8 Densitogram hasil eluasi fenilbutazon dengan fase gerak etil asetat : kloroform (4:1, v/v).....	45
Gambar 4.9 Densitogram hasil eluasi deksametason dengan fase gerak etil asetat : kloroform (4:1, v/v).....	45
Gambar 4.10 Densitogram hasil eluasi campuran fenilbutazon dan deksametason dalam matriks jamu asam urat dengan fase gerak etil asetat : kloroform (4:1, v/v).....	45

Halaman

Gambar 4.11	Densitogram hasil matriks jamu asam urat dengan fase gerak etil asetat : kloroform (4:1, v/v).....	46
Gambar 4.12	Hasil pemisahan noda fenilbutazon dan deksametason dengan fase gerak etil asetat : kloroform (4:1, v/v).....	47
Gambar 4.13	Densitogram hasil eluasi fenilbutazon dengan fase gerak etil asetat : metanol : amonia (85:10:5, v/v/v).....	47
Gambar 4.14	Densitogram hasil eluasi deksametason dengan fase gerak etil asetat : metanol : amonia (85:10:5, v/v/v).....	48
Gambar 4.15	Densitogram hasil eluasi campuran fenilbutazon dan deksametason dalam matrik jamu asam urat dengan fase gerak etil asetat : metanol : amonia (85:10:5, v/v/v).....	48
Gambar 4.16	Densitogram hasil eluasi matrik dengan fase gerak etil asetat : metanol : amonia (85:10:5, v/v/v).....	49
Gambar 4.17	Hubungan linier antara jumlah zat terhadap luas area fenilbutazon pada uji batas deteksi (LOD).....	51
Gambar 4.18	Hubungan linier antara jumlah zat terhadap luas area deksametason pada uji batas deteksi (LOD).	52
Gambar 4.19	Hasil eluasi sampel jamu asam urat merek A-J dengan pembandingan deksametason dan fenilbutazon	53
Gambar 4.20	Densitogram hasil identifikasi sampel jamu asam urat merek A.....	55
Gambar 4.21	Hasil pengamatan spektrum sampel jamu asam urat merek A dengan pembandingan spektrum deksametason.....	55
Gambar 4.22	Densitogram hasil identifikasi sampel jamu asam urat merek C	56
Gambar 4.23	Hasil pengamatan spektrum sampel jamu asam urat merek C dengan pembandingan spektrum deksametason	56

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Tabel Indeks Polaritas Beberapa Macam Pelarut 66
Lampiran 2	Perhitungan Indeks Polaritas Fase Gerak 67
Lampiran 3	Perhitungan LOD Fenilbutazon..... 68
Lampiran 4	Perhitungan LOD Deksametason 69
Lampiran 5	CoA Fenilbutazon..... 70
Lampiran 6	CoA Deksametason 71