

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI PARACETAMOL
DAN ANTALGIN DALAM JAMU SAKIT GIGI DENGAN
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS-DENSITOMETRI**



**SOFIATUN
2443020271**

**PROGRAM STUDI S1
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA
2024**

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI PARACETAMOL DAN
ANTALGIN DALAM JAMU SAKIT GIGI 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:

SOFIATUN
2443020271

Telah disetujui tanggal 26 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. Senny Yesery 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 Parasetamol dan Antalgan dalam Jamu Sakit Gigi dengan 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, 23 Juni 2024



Sofiatun
2443020271

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil dari tugas 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, 23 Juni 2024



Sofiatun
2443020271

ABSTRAK

VALIDASI METODE IDENTIFIKASI PARACETAMOL DAN ANTALGIN DALAM JAMU SAKIT GIGI DENGAN KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS-DENSITOMETRI

**SOFIATUN
2443020271**

Hingga kini, penggunaan jamu di Indonesia masih dipercaya dapat mengatasi masalah kesehatan dan jamu banyak dikonsumsi karena dipercaya aman serta memiliki harga yang relatif murah. Berdasarkan peraturan yang berlaku jamu harus memenuhi syarat keamanan dan mutu dimana salah satunya adalah jamu tidak boleh mengandung bahan kimia obat (BKO). Berdasarkan data lampiran *public warning* yang dikeluarkan oleh Badan Pengawasan Obat dan Makanan (BPOM) selama 2 tahun terakhir masih ditemukan sediaan jamu yang mengandung BKO salah satunya paracetamol dan antalgin pada sediaan jamu sakit gigi. Tujuan dilakukan penelitian ini adalah untuk mendapatkan metode analisa tervalidasi yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi paracetamol dan antalgin dalam jamu sakit gigi dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)-Densitometri. Penggunaan KLT-Densitometri pada penelitian ini dipilih karena selain dapat memisahkan senyawa dari campurannya , metode ini juga lebih murah dan sederhana. Pada penelitian ini menggunakan validasi metode analisis kategori II yang bertujuan untuk mengidentifikasi pengotor pada sediaan jamu dengan menggunakan parameter selektivitas dan uji batas deteksi atau *Limit of Detection* (LOD). Fase gerak terpilih yang digunakan dalam penelitian ini adalah metanol : kloroform : asam asetat glasial (1,5:7:0,5, v/v/v). Plat KLT diamati dengan *Thin Layer Chromatography (TLC)-Scanner* pada panjang gelombang 250 nm. Nilai Rf paracetamol adalah 0,69 dan nilai Rf antalgin 0,21 dengan keterpisahan antara paracetamol, antalgin, dan matriks jamu yang baik. Nilai batas deteksi (LOD) paracetamol 4,2208 ppm (0,0844 mg dalam 500 mg sediaan) dan LOD antalgin adalah 7,76 ppm (0,1552 mg dalam 500 mg sediaan). Metode ini diaplikasikan pada 10 sampel jamu sakit gigi yang beredar dipasaran dan ditemukan 5 sampel mengandung paracetamol, 1 sampel mengandung paracetamol dan antalgin.

Kata kunci : paracetamol, antalgin, sakit gigi, kromatografi lapis tipis.

ABSTRACT

METHOD VALIDATION FOR IDENTIFICATION OF PARACETAMOL AND ANTALGIN IN TOOTHACHE HERBAL MEDICINE USING THIN LAYER CHROMATOGRAPHY- DENSITOMETRY

**SOFIATUN
2443020271**

Up until now, the use of herbal medicine in Indonesia is still trusted by the public to overcome health problems and it's still widely used because it is believed to be safe and relatively cheap. Based on the applicable regulations, herbal medicine must meet safety and quality standards which is that there must be no medicinal chemicals (BKO) contained in herbal medicine. Based on the data attached to the public warning issued by the Food and Drug Monitoring Agency (BPOM) over the last 2 years, herbal medicine containing BKO have still been found, one of which is paracetamol and antalgin in herbal preparations for toothache. The aim of this research is to obtain a validated analytical method that can be used to identify paracetamol and antalgin in herbal medicine for toothache using *Thin Layer Chromatography* (TLC)-Densitometry. The use of TLC-Densitometry in this study was chosen because od beside it can separate compounds from mixture, is cheaper and simpler. This research is a category II of analysis method validation which aims to identify impurities in herbal medicine preparations using selectivity parameters and Limit of Detection (LOD) tests. The selected mobile phase used in this research was methanol: chloroform: glacial acetic acid (1.5:7:0.5, v/v/v). The TLC plate was observed with TLC-Scanner at 250 nm The Rf value of paracetamol is 0.69 and the Rf value of antalgin is 0.21 with good separation between paracetamol, antalgin and the herbal matrix. LOD value for paracetamol is 4.2208 ppm (0.0844 mg in 500 mg preparation) and the LOD for antalgin is 7.76 ppm (0.1552 mg in 500 mg preparation). This method was applied to 10 samples of herbal medicine for toothache circulating on the market and it was found that 5 samples contained paracetamol, 1 sample contained paracetamol and antalgin.

Keywords: paracetamol, antalgin, toothache, thin layer chromatography.

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, karena atas ridha dan rahmat yang telah diberikan, penulis mampu menyelesaikan naskah skripsi dengan judul “**Validasi Metode Identifikasi Paracetamol dan Antalgin dengan Kromatografi Lapis Tipis-Densitometri**” dengan baik. Penyusunan skripsi ini merupakan syarat utama untuk menyelesaikan Program Sarjana (S1) pada Program Studi Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya. Penulisan naskah skripsi ini dapat selesai karena adanya dukungan dari beberapa pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Allah SWT yang selalu memberikan kemudahan dan kelancaran kepada penulis selama proses studi farmasi di Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
2. apt. Henry Kurnia Setiawan, S.Si., M.Si. dan apt. Maria Anabella Jessica, S.Farm., M.S.Farm., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan saran dan dukungan hingga penulis dapat menyelesaikan proses skripsi ini.
3. apt. Senny Yesery Esar, S.Si., M.Si. dan apt. Diana, S.Farm., M.Si., selaku dosen pengujii.
4. apt. Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D., selaku Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
5. Prof. Dr. apt. J.S. Ami Soewandi, selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
6. apt. Diga Albrian Setiadi, M.Farm., selaku Ketua Prodi Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
7. Dr. F.V. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si., selaku dosen penasehat akademik yang telah membimbing penulis dari awal perkuliahan.

8. Seluruh dosen dan staf pengajar yang tidak dapat disebutkan satu per satu yang sudah memberikan ilmu dan pengalaman selama proses studi SI Farmasi di Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
9. Staf Tata Usaha Fakultas Farmasi yang telah membantu penulis menyelesaikan studi Sarjana (S1) Farmasi.
10. Panutanku, Ayahanda tercinta H. Hanafi yang telah mendidik, mendoakan, dan memberi motivasi tiada henti hingga penulis dapat menyelesaikan studinya.
11. Ibunda tercinta HJ. Jumah yang telah mendoakan dan menjadi penguat dalam segala situasi dan kondisi.
12. Keempat kakak penulis yaitu Zahrotul Amanah, S.Kom., Zainal Arifin, S.E., Rusmiyatun, S.Ak., dan Abdul Syakur, S.K.M. yang selalu memberikan dukungan, semangat, serta doa yang selalu dipanjatkan sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir skripsi ini.
13. Nailis Sa'adeh dan Aghnia Khalish, sahabat dari bangku sekolah menengah pertama yang telah memberikan motivasi, doa, dan dukungan kepada penulis hingga penulis dapat menyelesaikan studinya.
14. Viver Eunike dan Giovanni, teman seperjuangan dalam penggerjaan skripsi, terima kasih telah menjadi tempat berkeluh kesah selama proses penggerjaan skripsi ini.
15. Destya Luthfy Arfarani, teman seperjuangan selama perkuliahan, terima kasih atas dukungan dan doa yang telah diberikan kepada penulis.
16. 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, 23 Juni 2024

Sofiatun
2443020271

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
<i>ABSTRACT</i>	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
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 Hipotesa Penelitian	5
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Tinjauan tentang Jamu sakit gigi	7
2.1.1 Obat tradisional.....	7
2.1.2 Bahan Kimia Obat (BKO) dalam sediaan jamu	7
2.1.3 Jamu sakit gigi	8
2.1.4 Buah Cabe Jawa.....	8
2.1.5 Jahe Merah.....	9
2.1.6 Buah Lada Hitam	10
2.1.7 Rimpang Lengkuas	10
2.1.8 Biji Pala	11
2.1.9 Rimpang Kunyit.....	11

	Halaman
2.1.10 Buah adas	12
2.2 Tinjauan tentang Senyawa	13
2.2.1 Parasetamol.....	13
2.2.2 Antalgin	14
2.3 Tinjauan Kromatografi Lapis Tipis	16
2.3.1 Tinjauan Kromatografi.....	16
2.3.2 Tinjauan KLT	17
2.3.3 Tinjauan fase diam.....	18
2.3.4 Tinjauan fase gerak	19
2.3.5 Tinjauan penotolan.....	20
2.4 Tinjauan tentang Densitometri	21
2.5 Tinjauan tentang Validasi	22
2.5.1 Tinjauan validasi metode.....	22
2.5.2 Tinjauan selektivitas	23
2.5.3 Tinjauan linearitas.....	24
2.5.4 Tinjauan batas deteksi.....	25
2.5.5 Tinjauan batas kuantitasi	25
2.5.6 Tinjauan akurasi.....	26
2.5.7 Tinjauan presisi.....	26
2.5.8 Tinjauan rentang	27
2.6 Tinjauan tentang Penelitian Terdahulu	27
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	29
3.1 Alat dan Bahan	29
3.1.1 Alat	29
3.1.2 Bahan.....	29
3.2 Rancangan Penelitian.....	29

	Halaman
3.3	Prosedur Penelitian 30
3.3.1	Matriks Jamu 30
3.3.2	Penyiapan fase gerak 31
3.3.3	Penyiapan baku induk parasetamol 31
3.3.4	Penyiapan baku induk antalgin 31
3.3.5	Penyiapan baku kerja parasetamol 31
3.3.6	Penyiapan baku kerja antalgin 31
3.3.7	Penyiapan larutan matriks 32
3.3.8	Penyiapan larutan bahan aktif dengan matriks 32
3.4	Validasi Metode Identifikasi Parasetamol dan Antalgin dengan KLT Densitometri 32
3.4.1	Selektivitas 32
3.4.2	Uji batas deteksi (LOD) 33
3.5	Aplikasi Metode Identifikasi Parasetamol dan Antalgin dalam Sediaan Jamu Sakit Gigi yang Beredar di Pasaran 33
3.6	Analisis data 34
3.6.1	Perhitungan selektivitas 34
3.6.2	Perhitungan uji batas deteksi (LOD) 34
3.7	Skema Kerja 36
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN 37
4.1	Hasil Uji Selektivitas 37
4.2	Hasil Uji Batas Deteksi (LOD) 42
4.3	Hasil Aplikasi Metode pada Sampel 44
4.4	Pembahasan dan Interpretasi Data 50
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN 54
5.1	Kesimpulan 54
5.2	Saran 54

Halaman

DAFTAR PUSTAKA.....	55
LAMPIRAN.....	57

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Data yang diperlukan validasi metode 23
Tabel 4.1	Nilai (Rf) dan (Rs) parasetamol dan antalgin menggunakan 3 komposisi fase gerak..... 37
Tabel 4.2	Hasil Uji Batas Deteksi (LOD) Parasetamol 42
Tabel 4.3	Hasil Uji Batas Deteksi (LOD) Antalgin..... 43
Tabel 4.4	Harga Rf dari sampel jamu pada fase gerak terpilih 46

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Logo Jamu
Gambar 2.2	Struktur Parasetamol.....
Gambar 2.3	Spektrum Parasetamol
Gambar 2.4	Struktur Antalgin
Gambar 2.5	Spektrum Antalgin.....
Gambar 2.6	Gambaran Umum KLT
Gambar 2.7	Ilustrasi Pemisahan pada KLT
Gambar 2.8	Polaritas Fase Diam pada KLT
Gambar 2.9	Daftar Macam-Macam Pelarut
Gambar 4.1	Hasil Pemisahan Noda parasetamol dan antalgin dengan 3 Fase Gerak.....
Gambar 4.2	Overlay Spektrum Parasetamol dan Antalgin
Gambar 4.3	Densitogram Hasil Eluasi Parasetamol, Antalgin, Matriks dan Campuran BKO dalam Matriks dengan Fase Gerak Etil Asetat : Metanol (7:2, v/v)
Gambar 4.4	Densitogram Hasil Eluasi Parasetamol, Antalgin, Matriks dan Campuran BKO dalam Matriks dengan Fase Gerak Kloroform : Metanol : Asam Asetat Glasial (1,5:7:0,5, v/v/v)
Gambar 4.5	Densitogram Hasil Eluasi Parasetamol, Antalgin, Matriks dan Campuran BKO dalam Matriks dengan Fase Gerak Etil Asetat : Metanol (8:2, v/v)
Gambar 4.6	Hubungan Linier antara Konsentrasi terhadap Luas Area Parasetamol pada Uji Batas Deteksi (LOD)
Gambar 4.7	Hubungan Linier antara Konsentrasi terhadap Luas Area Antalgin pada Uji Batas Deteksi (LOD)

Halaman

Gambar 4.8	Hasil Eluasi Sampel Jamu Sakit Gigi dengan Merek Dagang A-J dengan Pembanding Campuran Parasetamol dan Antalgin.....	45
Gambar 4.9	Hasil Pengamatan Densitogram dan Spektrum Sampel Jamu Merek A.....	47
Gambar 4.10	Hasil Pengamatan Densitogram dan Spektrum Sampel Jamu Merek C	47
Gambar 4.11	Hasil Pengamatan Densitogram dan Spektrum Sampel Jamu Merek F	48
Gambar 4.12	Hasil Pengamatan Densitogram dan Spektrum Sampel Jamu Merek G	48
Gambar 4.13	Hasil Pengamatan Densitogram dan Spektrum Sampel Jamu Merek I.....	49
Gambar 4.14	Hasil Pengamatan Densitogram dan Spektrum Sampel Jamu Merek J.....	49

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Tabel Indeks Polaritas Beberapa Macam Pelarut 57
Lampiran 2	Perhitungan Indeks Polaritas 58
Lampiran 3	Perhitungan LOD Parasetamol 59
Lampiran 4	Perhitungan LOD Antalgin 60
Lampiran 5	<i>Certificate of Analysis</i> Parasetamol 61
Lampiran 6	<i>Certificate of Analysis</i> Antalgin 62
Lampiran 7	r Tabel 63