

IDENTIFIKASI SILDENAFIL SITRAT DALAM CAMPURAN
EURYCOMAE RADIX, ALII SATIVI BULBUS, RETROFRAC
TUS, EKSTRAK GINSENG DAN EKSTRAK YOHIMBE
SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS



OLEH:

ERNI SUSILOWATI
2443004003

FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA
SURABAYA

JUNI 2008

IDENTIFIKASI SILDENAFIL SITRAT DALAM CAMPURAN
EURYCOMAE RADIX, ALII SATIVI BULBUS, RETROFRACTI
FRUCTUS, EKSTRAK GINSENG, DAN EKSTRAK YOHIMBE
SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan
memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada Fakultas Farmasi
Universitas Katolik Widya Mandala
Surabaya

OLEH:

ERNI SUSILOWATI
2443004003

FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA
SURABAYA

JUNI 2008

LEMBAR PERSETUJUAN

Naskah skripsi berjudul Identifikasi sildenafil sitrat dalam campuran Eurycomae Radix, Alii Sativi Bulbus, Retrofracti Fructus, Ekstrak Ginseng dan Ekstrak Yohimbe secara kromatografi lapis tipis yang ditulis oleh Erni Susilowati (2443004003) telah disetujui dan diterima untuk diajukan ke Tim Penguji.



Pembimbing I: Drs. Kuncoro Foe, Ph.D., Apt.



Pembimbing II: Drs. J. Soemartojo

LEMBAR PENGESAHAN

Skripsi yang ditulis oleh Erni Susilowati NRP 2443004003

Telah disetujui pada tanggal 5 Juni 2008 dan dinyatakan LULUS.



Ketua Tim Penguji



Prof. Dr. Tutuk Budiati, MS., Apt.

"Mengetahui"



Dekan

Dra. Monica W. Setiawan, M.Sc., Apt.

KATA PENGANTAR

Puji syukur ke hadirat Tuhan yang Maha Esa karena atas kasih karunia dan rahmat-Nya, skripsi yang berjudul Identifikasi Sildenafil Sitrat dalam Campuran *Eurycomae Radix*, *Alii Sativi Bulbus*, *Retrofracti Fructus*, Ekstrak Ginseng, dan Ekstrak Yohimbe secara Kromatografi Lapis Tipis dapat diselesaikan dengan baik. Skripsi ini dibuat sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Keberhasilan penulisan skripsi ini tentu tidak terlepas dari dukungan dan bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu pada kesempatan ini, ucapan terima kasih disampaikan kepada:

1. Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D., Apt. sebagai pembimbing I dan Drs. J. Soemartojo sebagai pembimbing II, yang telah meluangkan banyak waktu, tenaga, pikiran, dan dengan penuh kesabaran mengarahkan dan memberikan petunjuk yang sangat bermanfaat bagi penulisan skripsi ini.
2. Prof. Dr. Tutuk Budiati, MS., Apt.; Henry Kurnia Setiawan, S.Si., M.Si., Apt.; Dra. Monica W. Setiawan, M.Sc., Apt. sebagai tim penguji skripsi yang telah memberikan saran dan masukan yang berharga guna penyempurnaan skripsi ini.
3. Prof. Dr. Ami Soewandi, Apt. sebagai Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

4. Dra. Monica W. Setiawan, M.Sc., Apt. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
5. Sumi Wijaya, S.Si., Apt. selaku wali studi, bapak dan ibu dosen beserta seluruh karyawan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
6. Kepala laboratorium Instrumen, Formulasi Bahan Alam dan Analisis Sediaan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang telah memberikan sarana dan fasilitas dalam melakukan penelitian.
7. Orang tua dan kedua kakak yang telah memberikan dukungan moril dan materiil.
8. Paul dan Riska yang telah banyak membantu dan memberikan dorongan dan semangat sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.

Akhir kata, sangat disadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, saran dan kritik yang membangun dari semua pihak sangat diharapkan untuk penyempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat memberikan sumbangan yang bermanfaat bagi ilmu kefarmasian.

Surabaya, Juni 2008

DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR.....	i
DAFTAR ISI.....	iii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
ABSTRAK.....	xvi
ABSTRACT.....	xvii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	5
1.3. Tujuan Penelitian.....	6
1.4. Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1. Tinjauan tentang Jamu.....	7
2.1.1. Definisi Jamu.....	7
2.1.2. Persyaratan Jamu.....	7
2.1.3. Komposisi Jamu Kuat.....	8
2.1.3.1. Tinjauan tentang Eurycomae Radix.....	9
2.1.3.1.1. Klasifikasi Tanaman.....	9

	Halaman
2.1.3.1.2. Morfologi Tanaman.....	10
2.1.3.1.3. Definisi Akar (Radix).....	10
2.1.3.1.4. Identifikasi Makroskopis Eurycomae Radix.....	11
2.1.3.1.5. Kandungan Kimia.....	11
2.1.3.1.6. Khasiat.....	12
2.1.3.2. Tinjauan tentang Alii Sativi Bulbus.....	12
2.1.3.2.1. Klasifikasi Tanaman.....	12
2.1.3.2.2. Morfologi Tanaman.....	12
2.1.3.2.3. Definisi Umbi Lapis (Bulbus).....	13
2.1.3.2.4. Identifikasi Makroskopis Alii Sativi Bulbus.....	15
2.1.3.2.5. Kandungan Kimia.....	15
2.1.3.2.6. Khasiat.....	15
2.1.3.3. Tinjauan tentang Retrofracti Fructus.....	16
2.1.3.3.1. Klasifikasi Tanaman.....	16
2.1.3.3.2. Morfologi Tanaman.....	16
2.1.3.3.3. Definisi Buah (Fructus).....	17
2.1.3.3.4. Identifikasi Makroskopis Retrofracti Fructus.....	18
2.1.3.3.5. Kandungan Kimia.....	19
2.1.3.3.6. Khasiat.....	19
2.1.3.4. Tinjauan tentang Ekstrak Ginseng.....	19

	Halaman
2.1.3.4.1. Klasifikasi Tanaman.....	19
2.1.3.4.2. Morfologi Tanaman.....	20
2.1.3.4.3. Definisi Akar (Radix).....	21
2.1.3.4.4. Spesifikasi Ekstrak Ginseng.....	22
2.1.3.4.5. Kandungan Kimia.....	22
2.1.3.4.6. Khasiat.....	23
2.1.3.5. Tinjauan tentang Ekstrak Yohimbe.....	23
2.1.3.5.1. Klasifikasi Tanaman.....	23
2.1.3.5.2. Morfologi Tanaman.....	23
2.1.3.5.3. Spesifikasi Ekstrak Yohimbe.....	24
2.1.3.5.4. Kandungan Kimia.....	25
2.1.3.5.5. Khasiat.....	25
2.1.4. Tinjauan tentang Afrodisiak.....	25
2.2. Tinjauan tentang Sildenafil Sitrat.....	27
2.2.1. Sifat Fisika.....	27
2.2.2. Sifat Kimia.....	28
2.2.3. Farmakologi.....	28
2.2.4. Farmakokinetik.....	29
2.2.5. Farmakodinamik.....	29
2.3. Tinjauan tentang Kromatografi.....	30

	Halaman
2.3.1. Kromatografi.....	30
2.3.2. Kromatografi Lapis Tipis.....	31
2.3.2.1. Fase Diam (Adsorben).....	33
2.3.2.2. Fase Gerak.....	34
2.3.2.3. Analisis Kuantitatif dengan Metode KLT.....	35
2.4. Densitometri.....	35
2.4.1. Teori Kubelka-Munk.....	36
2.4.2. Prinsip Pengukuran Densitometer.....	37
2.4.3. Analisis Kualitatif dengan Densitometri.....	39
2.4.4. Analisis Kuantitatif dengan Densitometri.....	39
2.5. Metode Validasi pada Analisis Kimia.....	40
2.5.1. Uji Selektivitas.....	41
2.5.2. Uji Linieritas.....	42
2.5.3. Uji Ketepatan (Akurasi).....	43
2.5.4. Uji Ketelitian (Presisi).....	44
2.5.5. Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ).....	45
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	46
3.1. Alat dan Bahan.....	46
3.1.1. Alat.....	46
3.1.2. Bahan.....	46

	Halaman
3.1.2.1. Bahan Jamu.....	46
3.1.2.2. Bahan Kimia.....	47
3.2. Rancangan Penelitian.....	47
3.3. Tahapan Penelitian.....	48
3.3.1. Penyiapan Larutan Sildenafil Sitrat.....	48
3.3.2. Penyiapan Formula Jamu.....	48
3.3.3. Penyiapan Fase Gerak.....	49
3.3.4. Proses Ekstraksi Jamu.....	49
3.3.5. Pengamatan Profil Spektrum Sildenafil Sitrat dan Sildenafil Base.....	49
3.3.5.1. Pengamatan Profil Spektrum Sildenafil Sitrat.....	49
3.3.5.2. Pengamatan Profil Spektrum Sildenafil Base.....	50
3.3.6. Penentuan Panjang Gelombang Pengamatan.....	50
3.3.7. Penentuan Nilai Rf.....	50
3.3.8. Pengembangan Fase Gerak untuk Pemisahan Sildenafil Sitrat dalam Campuran (Formula Jamu).....	51
3.3.9. Penentuan Linieritas.....	51
3.3.10. Penentuan Akurasi dan Presisi.....	51
3.3.11. Penetapan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ).....	52
3.3.12. Aplikasi Metode.....	52
3.4. Analisis Data.....	53

	Halaman
3.4.1. Perhitungan Selektivitas.....	53
3.4.2. Perhitungan Linieritas.....	54
3.4.3. Perhitungan Ketepatan dan Ketelitian.....	55
3.4.4. Perhitungan LOD dan LOQ.....	56
3.5. Hipotesis Statistik.....	57
3.5.1. Linieritas.....	57
3.5.2. Akurasi.....	57
3.6. Skema Kerja.....	58
3.6.1. Penentuan Panjang Gelombang Pengamatan.....	58
3.6.2. Selektivitas.....	58
3.6.3. Linieritas.....	59
3.6.4. Akurasi dan Presisi.....	60
3.6.5. LOD dan LOQ.....	61
3.6.6. Aplikasi Metode.....	62
BAB IV ANALISIS DATA DAN INTERPRETASI PENEMUAN.....	63
4.1. Analisis Data.....	63
4.1.1. Pengamatan Profil Spektrum Sildenafil Sitrat dan Sildenafil Base.....	63
4.1.1.1. Pengamatan Profil Spektrum Sildenafil Sitrat.....	63
4.1.1.2. Pengamatan Profil Spektrum Sildenafil Base.....	64
4.1.2. Pemilihan Panjang Gelombang Pengamatan.....	66

	Halaman
4.1.3. Larutan Sildenafil Sitrat Standar.....	67
4.1.4. Uji Selektivitas.....	70
4.1.5. Uji Linieritas.....	78
4.1.6. Akurasi dan Presisi.....	82
4.1.7. LOD dan LOQ.....	83
4.1.8. Aplikasi Metode Analisis Kuantitatif untuk Penetapan Kadar Sildenafil Sitrat dalam Jamu.....	85
4.2. Interpretasi Penemuan.....	87
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	94
5.1. Kesimpulan.....	94
5.2. Saran-saran.....	94
DAFTAR PUSTAKA.....	95
Lampiran.....	100

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. <i>Eurycoma longifolia</i> Jack.....	10
2.2. <i>Allium sativum</i> , L.....	13
2.3. <i>Piper retrofractum</i> Vahl.....	17
2.4. <i>Panax ginseng</i> C.A. Meyer.....	21
2.5. <i>Corynanthe johimbe</i>	24
2.6. Struktur molekul sildenafil sitrat.....	28
2.7. Skema aspek farmakodinamik sildenafil sitrat.....	30
2.8. Diagram optik densitometer berdasarkan transmisi.....	38
2.9. Diagram optik densitometer berdasarkan reflektansi.....	38
2.10. Diagram optik densitometer berdasarkan fluoresensi.....	39
4.1. Profil spektrum serapan ultraviolet sildenafil sitrat yang diamati pada rentang panjang gelombang 200-400 nm.....	64
4.2. Profil spektrum serapan ultraviolet sildenafil base yang diamati pada rentang panjang gelombang 200-400 nm.....	65
4.3. Profil spektrum serapan noda sildenafil sitrat yang diamati pada panjang gelombang 200-360 nm.....	66
4.4. Densitogram yang menunjukkan pemisahan sildenafil sitrat yang diekstraksi dari tablet Viagra setelah diekstraksi dengan fase gerak kloroform: amonia: metanol (70:5:3, v/v/v, lapisan bawah).....	68

Gambar	Halaman
4.5. Densitogram yang menunjukkan pemisahan sildenafil sitrat yang diekstraksi dari tablet Viagra setelah dieluasi dengan fase gerak kloroform: amonia: metanol (70:5:2, v/v/v, lapisan bawah).....	69
4.6. Densitogram yang menunjukkan pemisahan sildenafil sitrat yang diekstraksi dari tablet Viagra setelah dieluasi dengan fase gerak kloroform: dietilamin: metanol (70:5:3, v/v/v).....	70
4.7. KLT sildenafil sitrat dan matriks jamu dengan fase gerak kloroform: amonia: metanol (70:5:3, v/v/v, lapisan bawah) yang diamati di bawah lampu UV 254 nm dan UV 366 nm.....	72
4.8. KLT sildenafil sitrat dan matriks jamu dengan fase gerak kloroform: amonia: metanol (70:5:2, v/v/v, lapisan bawah) yang diamati di bawah lampu UV 254 nm dan UV 366 nm.....	73
4.9. KLT sildenafil sitrat dan matriks jamu dengan fase gerak kloroform: dietilamin: metanol (70:5:3, v/v/v) yang diamati di bawah lampu UV 254 nm dan UV 366 nm.....	74
4.10. Densitogram yang menunjukkan pemisahan sildenafil sitrat dengan senyawa endogen dalam matriks jamu setelah dieluasi dengan fase gerak kloroform: amonia: metanol (70:5:3, v/v/v, lapisan bawah).....	75

Gambar	Halaman
4.11. Densitogram yang menunjukkan pemisahan sildenafil sitrat dengan senyawa endogen dalam matriks jamu setelah diekstraksi dengan fase gerak kloroform: amonia: metanol (70:5:2, v/v/v, lapisan bawah)....	76
4.12. Densitogram yang menunjukkan pemisahan sildenafil sitrat dengan senyawa endogen dalam matriks jamu setelah diekstraksi dengan fase gerak kloroform: dietilamin: metanol (70:5:3, v/v/v).....	77
4.13. Kurva baku yang menunjukkan hubungan antara luas noda dengan jumlah sildenafil sitrat pada panjang gelombang 310 nm (replikasi 1)..	79
4.14. Kurva baku yang menunjukkan hubungan antara luas noda dengan jumlah sildenafil sitrat pada panjang gelombang 310 nm (replikasi 2)..	80
4.15. Kurva baku yang menunjukkan hubungan antara luas noda dengan jumlah sildenafil sitrat pada panjang gelombang 310 nm (replikasi 3)..	81
4.16. Kurva baku untuk penentuan LOD dan LOQ sildenafil sitrat dalam matriks jamu.....	84
4.15. Profil spektrum serapan noda sampel jamu yang diamati pada panjang gelombang 200-360 nm.....	85

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Parameter Validasi Metode Analisis Kuantitatif.....	41
4.1. Harga Faktor Retardasi (Rf) dari Sildenafil Sitrat yang Diekstraksi dari Tablet Viagra dengan Beberapa Macam Fase Gerak.....	67
4.2. Harga Faktor Retardasi (Rf) dari Sildenafil Sitrat dalam Matriks Jamu dengan Beberapa Macam Fase Gerak.....	71
4.3. Linieritas Sildenafil Sitrat (replikasi1).....	79
4.4. Linieritas Sildenafil Sitrat (replikasi 2).....	80
4.5. Linieritas Sildenafil Sitrat (replikasi 3).....	81
4.6. Hasil Akurasi dan Presisi Metode Penetapan Kadar Sildenafil Sitrat dalam Matriks Jamu dengan Fase Gerak Kloroform: Amonia: Metanol (70:5:2, v/v/v, lapisan bawah).....	82
4.7. LOD dan LOQ Sildenafil Sitrat.....	84
4.8. Kurva Baku Sildenafil Sitrat dalam Metanol.....	86
4.9. Perhitungan Jumlah dan Kadar Sildenafil Sitrat dalam Jamu.....	87

ABSTRAK

Identifikasi dan penetapan kadar sildenafil sitrat dalam campuran Eurycomae Radix, Alii Sativi Bulbus, Retrofracti Fructus, Ekstrak Ginseng, dan Ekstrak Yohimbe secara kromatografi lapis tipis
Erni Susilowati

Telah dilakukan penelitian untuk identifikasi dan penetapan kadar sildenafil sitrat dalam campuran Eurycomae Radix, Alii Sativi Bulbus, Retrofracti Fructus, Ekstrak Ginseng, dan Ekstrak Yohimbe secara kromatografi lapis tipis (KLT). Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan metode kromatografi lapis tipis untuk mengidentifikasi dan menetapkan kadar sildenafil sitrat dalam campuran jamu tersebut. Berdasarkan ketentuan dari Balai POM, sildenafil sitrat yang dicampurkan ke dalam jamu merupakan suatu bahan pencemar karena sildenafil sitrat merupakan suatu bahan kimia obat dan tidak diperbolehkan berada dalam jamu. Menurut USP XXIX (2006), penelitian ini termasuk kategori II, sehingga parameter yang perlu divalidasi adalah selektivitas, linieritas, akurasi, presisi, batas deteksi, dan batas kuantitasi. Metode yang digunakan adalah KLT-Densitometri dengan fase diam silika gel GF₂₅₄ dan fase pengembang kloroform : amonia : metanol (70:5:2, v/v/v), dengan cairan pengeksraksi metanol. Panjang gelombang terpilih untuk pengamatan adalah 310 nm. Hasil uji linieritas menunjukkan ada korelasi yang linier antara luas noda dengan jumlah sildenafil sitrat dalam densitogram. Pada uji akurasi dan presisi, didapatkan persen perolehan kembali $\pm$ KV sildenafil sitrat dalam campuran jamu adalah $101,65 \pm 2,00\%$. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) sildenafil sitrat berturut-turut adalah 0,02 dan $0,08\% \frac{b}{b}$. Ketika metode ini diaplikasikan pada sampel jamu yang terbukti positif mengandung sildenafil sitrat, didapatkan bahwa kadar sildenafil sitrat yang ditambahkan ke dalam tiap kapsul jamu adalah $9,01\% \frac{b}{b}$. Dengan demikian, metode kromatografi lapis tipis dapat digunakan untuk mengidentifikasi dan menetapkan kadar sildenafil sitrat dalam campuran Eurycomae Radix, Alii Sativi Bulbus, Retrofracti Fructus, Ekstrak Ginseng, dan Ekstrak Yohimbe.

Kata-kata kunci: identifikasi; kromatografi lapis tipis; penetapan kadar; sildenafil sitrat.

ABSTRACT

Identification and determination of sildenafil citrate in the mixture of Eurycomae Radix, Alii Sativi Bulbus, Retrofracti Fructus, Ginseng Extract, and Yohimbe Extract using thin layer chromatography

A study on the identification and determination of sildenafil citrate in the mixture of Eurycomae Radix, Alii Sativi Bulbus, Retrofracti Fructus, Ginseng Extract, and Yohimbe Extract using thin layer chromatography has been conducted. The aim of this study was to develop a thin layer chromatography method for the identification and determination of sildenafil citrate in the above mixture. Based on the National Agency of Drug and Food Control's regulation, the spiking of sildenafil citrate into 'jamu' was classified as an adulteration, since it was an active chemical that should not be incorporated into 'jamu'. According to the USP XXIX (2006), this analytical method was classified into category II. The validation parameters include selectivity, linearity, accuracy, precision, limits of detection and quantitation. The thin layer chromatography conditions employed in this study were as follows: silica gel GF₂₅₄ as a stationary phase, and a mixture of chloroform : ammonia : methanol (70:5:2, v/v/v) as a development phase, and UV detection at 310 nm. Methanol was employed as an extracting solvent. The linearity study revealed a linear correlation between peak areas and the amount of sildenafil citrate. From accuracy and precision studies, the percentage of recovery and coefficient of variation of sildenafil citrate in the mixture was found to be $101.65 \pm 2.00\%$. The respective limits of detection and quantitation of this method for sildenafil citrate were 0.02 and $0.08\% w/w$. From application study, the percentage of sildenafil citrate in traditional herbs capsule was $9.01\% w/w$. Thus, the developed thin layer chromatography method can be used for the identification and determination of sildenafil citrate in the mixture of Eurycomae Radix, Alii Sativi Bulbus, Retrofracti Fructus, Ginseng Extract, and Yohimbe Extract.

Key words: assay; identification; sildenafil citrate; thin layer chromatography.