

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI TADALAFIL DAN
FENILBUTAZON DALAM JAMU OBAT KUAT SECARA
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS-DENSITOMETRI**



NEYSA MARCELLA KAHAR

2443015061

PROGRAM STUDI S1

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA SURABAYA

2018

**VALIDASI METODE IDENTIFIKASI TADALAFIL DAN
FENILBUTAZON DALAM JAMU OBAT KUAT SECARA
KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS-DENSITOMETRI**

SKRIPSI

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

OLEH :

NEYSA MARCELLA KAHAR

2443015061

Telah disetujui pada tanggal 12 Desember 2018 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



Henry Kurnia Setiawan, M.Si., Apt.

NIK. 241.97.0283

Pembimbing II,



Dra. Emi Sukarti M.Si., Apt.

NIK. 241.81.0081

Mengetahui,
Ketua Penguji



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

NIK. 241.18.0996

**LEMBAR PERSETUJUAN
PUBLIKASI KARYA ILMIAH**

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **Validasi Metode Identifikasi Tadalafil dan Fenilbutazon dalam Jamu Obat Kuat Secara Kromatografi Lapis Tipis-Densitometri** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain *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, 16 Januari 2019



Neysa Marcella Kahar
2443015061

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 sangsi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 16 Januari 2019



Necysa Marcella Kahar
2443015061

ABSTRAK

VALIDASI METODE IDENTIFIKASI TADALAFIL DAN FENILBUTAZON DALAM JAMU OBAT KUAT SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS- DENSITOMETRI

**NEYSA MARCELLA KAHAR
2443015061**

Jamu merupakan obat tradisional yang sangat digemari masyarakat Indonesia. Namun, sekarang banyak produsen jamu yang menambahkan BKO kedalam jamu agar khasiat jamu lebih terlihat. Banyak penarikan jamu yang mengandung tadalafil dalam jamu obat kuat, sedangkan fenilbutazon merupakan obat asam urat ditemukan dalam jamu obat kuat. Hal ini memungkinkan beberapa produsen jamu juga menambahkan tadalafil dan fenilbutazon ke dalam jamu tersebut. Metode yang dipilih adalah KLT-densitometri karena mudah, murah dan cepat. Identifikasi pengotor dalam produk jadi termasuk kategori 2 (uji batas). Uji yang perlu dilakukan adalah uji selektivitas dan uji batas deteksi. Fase gerak yang terpilih adalah kloroform: metanol: amonia (70:3:1.5, %v/v/v) dengan R_f tadalafil 0,7 dan fenilbutazon 0,15. R_s antara tadalafil, fenilbutazon dan matriks $\geq 1,5$. Panjang gelombang yang digunakan adalah 286 nm. Nilai LOD yang diperoleh tadalafil adalah 0,391 mg dan fenilbutazon adalah 1,890 mg per kapsul 600 mg. Dari 22 sampel yang diamati, tidak ada yang mengandung tadalafil dan fenilbutazon.

Kata kunci: Tadalafil, Fenilbutazon, KLT, jamu, identifikasi

ABSTRACT

VALIDATION OF IDENTIFICATION METHOD FOR TADALAFIL AND PHENYLBUTAZONE IN JAMU OBAT KUAT USING THIN LAYER CHROMATOGRAPHY- DENSITOMETRY

NEYSA MARCELLA KAHAR
2443015061

Jamu is a traditional medicine that is very popular with Indonesian people. However, many herbal medicine producers are adding drug chemicals to jamu so that the efficacy of herbal medicine is more visible. Many 'jamu obat kuat' containing tadalafil, while phenylbutazone is a gout drug found in 'jamu obat kuat' too. This allows some herbal producers also add tadalafil and phenylbutazone to jamu obat kuat. The chosen method was TLC-densitometry because it is easy, inexpensive and fast. Identification of impurities in finished products is includes in category 2 (limit test). The test that needs to be done is selectivity test and detection limit test. The selected mobile phase is chloroform: methanol: ammonia (70: 3: 1.5, % v/v/v) with Tadalafil's R_f 0.7 and phenylbutazone 0.15. R_s between tadalafil, phenylbutazone and matrix ≥ 1.5 . Wavelength that used is 286 nm. The LOD value obtained by tadalafil is 0.391 mg and phenylbutazone is 1.890 mg per 600 mg capsule. From 22 samples observed, none contained tadalafil and phenylbutazone.

Keywords: Tadalafil, Phenylbutazone, TLC, Jamu, identification

KATA PENGANTAR

Puji syukur atas kasih karunia Tuhan Yang Maha Esa, sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini dengan baik. Penulisan skripsi ini berjudul “Validasi Metode Identifikasi Tadalafil dan Fenilbutazon dalam Jamu Obat Kuat secara Kromatografi Lapis Tipis-Densitometri”. Skripsi ini dilakukan sebagai syarat kelulusan program sarjana di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Dalam penulisan ini, terdapat banyak bimbingan, bantuan dan nasihat dari berbagai pihak, sehingga penulisan ini dapat selesai pada waktunya. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Drs. Kuncoro Foe, G.Dip.Sc., Ph.D., Apt. selaku Rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
2. Ibu Sumi Wijaya, S. Si., Ph.D., Apt. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
3. Ibu Dr. F.V. Lanny Hartanti, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi Sarjana Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
4. Bapak Henry Kurnia Setiawan, S.Si., M.Si., Apt. dan Ibu Dra. Emi Sukarti M.Si., Apt., selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu dan tenaga serta memberikan kritik, saran dan arahan dalam penyusunan skripsi ini.
5. Ibu Prof. Dr. Tutuk Budiati MS., Apt. dan Ibu Caroline, S.Si., M.Si., Apt. selaku tim penguji yang telah memberikan kritik dan saran yang berguna untuk menyempurnakan skripsi ini.
6. Ibu Lucia Hendriati, S.Si., M.Sc., Apt. selaku penasehat akademik penulis, serta Bapak/Ibu dosen, staf dan laboran

Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya yang turut membantu dalam penulisan skripsi ini.

7. Khususnya kepada Orang Tua, Devi Marcella Kahar, dan Harris Pratama Halim dan keluarga penulis yang selalu mendoakan dan memberikan dorongan dalam menyelesaikan skripsi ini. Serta teman yang telah berjuang bersama selama kuliah yaitu Stephanie, Jenny dan Pauline. Juga untuk Monique, teman Gereja Elyon Satelit dan teman-teman angkatan 2015 atas dukungan dan bantuan selama ini.
8. Terima kasih juga kepada pihak-pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari dalam penulisan ini masih jauh dari sempurna, sehingga kritik dan saran dari pembaca sangat diperlukan untuk menyempurnakan penelitian ini. Semoga penelitian ini dapat bermanfaat. Tuhan Yesus memberkati.

Surabaya, November 2018

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK.....	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	4
1.3. Tujuan Penelitian.....	4
1.4. Hipotesa Penelitian.....	4
1.5. Manfaat Penelitian.....	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Tinjauan Jamu Obat Kuat	6
2.2. Tinjauan Bahan Aktif	8
2.2.1. Tadalafil	8
2.2.2. Fenilbutazon	11
2.3. Tinjauan Kromatografi	14
2.3.1. Tinjauan Kromatografi Lapis Tipis.....	15
2.3.2. Fase Diam	17
2.3.3. Fase Gerak	19
2.4. Tinjauan Densitometri	21
2.5. Metode Validasi untuk Analisis Kimia.....	26
2.5.1. Selektivitas.....	28

	Halaman
2.5.2. Linearitas dan Rentang	28
2.5.3. Presisi.....	30
2.5.4. Akurasi.....	31
2.5.5. Batas Deteksi	31
2.5.6. Batas Kuantitasi	32
2.5.7. Kekuatan	33
2.5.8. Ketangguhan	33
2.6. Tinjauan mengenai Penelitian Lain	33
BAB 3 METODE PENELITIAN	35
3.1. Bahan dan Alat	35
3.1.1 Bahan	35
3.1.2 Alat.....	35
3.2. Rancangan Penelitian	35
3.3. Prosedur Penelitian	36
3.3.1. Formulasi Simplisia sebagai Simulasi Jamu Obat	36
3.3.2. Penyiapan Fase Gerak.....	37
3.3.3. Larutan Baku Induk Tadalafil dalam Metanol	37
3.3.4. Larutan Baku Induk Fenilbutazon dalam Metanol.....	38
3.3.5. Larutan Baku Kerja Tadalafil dalam Metanol	38
3.3.6. Larutan Baku Kerja Fenilbutazon dalam Metanol	38
3.3.7. Larutan Baku Campuran Tadalafil dan Fenilbutazon dalam Metanol	38
3.3.8. Larutan Matriks dalam Metanol.....	38
3.3.9. Larutan Campuran Bahan Aktif dalam Matriks.....	39
3.4. Validasi Metode Identifikasi Tadalafil dan Fenilbutazon secara KLT-Densitometri	39
3.4.1. Selektivitas.....	39

	Halaman
3.4.2. Uji Batas Deteksi (LOD)	40
3.5. Aplikasi Metode Identifikasi Tadalafil dan Fenilbutazon dalam Jamu Obat Kuat yang Beredar di Pasaran	40
3.6. Analisis Data	40
3.6.1 Perhitungan Selektivitas.....	40
3.6.2 Perhitungan Batas Deteksi (LOD)	41
3.7. Skema Kerja	41
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	42
4.1. Selektivitas	42
4.1.1. Pemilihan Panjang Gelombang.....	42
4.1.2 Pemilihan Fase Gerak.....	44
4.2. Uji Batas Deteksi.....	51
4.3. Aplikasi Metode Identifikasi Tadalafil dan Fenilbutazon dalam Jamu Obat Kuat yang Beredar di Pasaran	54
4.4. Pembahasan dan Interpretasi Data.....	71
BAB 5 SIMPULAN DAN SARAN.....	77
5.1. Simpulan.....	77
5.2. Saran.....	77
DAFTAR PUSTAKA.....	78

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. BKO yang sering ditambahkan pada obat tradisional.....	7
2.2. Sifat fisika kimia Tadalafil	9
2.3. Karakteristik Farmakokinetikdan Farmakodinamik Tadalafil ...	10
2.4. Sifat Fisika Kimia Fenilbutazon	12
2.5. Karakteristik farmakokinetik dan farmakodinamik fenilbutazon	13
2.6. Karakteristik yang harus dipenuhi untuk validasi.....	27
4.1. Harga Faktor Retardasi (Rf) dan Resolusi (Rs) dari Tadalafil dan Fenilbutazon.....	44
4.2. Batas Deteksi Tadalafil.....	52
4.3. Batas Deteksi Fenilbutazon	52
4.4. Harga Rf dari Sampel Jamu Obat Kuat dengan Fase Gerak Terpilih	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Ilustrasi migrasi senyawa pada pelat KLT	17
2.2. Jalur cahaya pada Alat Pemindai KLT	24
2.3. Resolusi kolom kromatografi.....	25
3.1. Skema kerja penelitian	41
4.1. Spektrum Tadalafil pada panjang gelombang 200-360 nm....	43
4.2. Spektrum Fenilbutazon pada panjang gelombang 200-360 nm.	43
4.3. Spektrum gabungan Tadalafil dan Fenilbutazon pada panjang gelombang 200-360 nm.....	43
4.4. Hasil Pemisahan noda Tadalafil dan Fenilbutazon dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:2:5,%v/v/v).....	45
4.5. Kromatogram hasil eluasi fenilbutazon dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:2:5,%v/v/v)	46
4.6. Kromatogram hasil eluasi campuran dalam matriks dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:2:5,%v/v/v).....	46
4.7. Kromatogram hasil eluasi tadalafil dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:2:5,%v/v/v)	46
4.8. Kromatogram hasil eluasi matriks jamu dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:2:5,%v/v/v)	47
4.9. Hasil Pemisahan noda Tadalafil dan Fenilbutazon dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:2:3,%v/v/v).....	48
4.10. Kromatogram hasil eluasi fenilbutazon dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:2:3,%v/v/v)	48
4.11. Kromatogram hasil eluasi campuran dalam matriks dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:2:3,%v/v/v).....	48
4.12. Kromatogram hasil eluasi fenilbutazon dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:2:3,%v/v/v)	49
4.13. Kromatogram hasil eluasi matriks dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:2:3,%v/v/v)	49

Gambar	Halaman
4.14. Hasil Pemisahan noda Tadalafil dan Fenilbutazon dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:3:1.5,%v/v/v) ..	50
4.15. Kromatogram hasil eluasi fenilbutazon dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:3:1.5,%v/v/v)	50
4.16. Kromatogram hasil eluasi campuran tadalafil dan fenilbutazon dalam matriks jamu dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:3:1.5,%v/v/v)	50
4.17. Kromatogram hasil eluasi tadalafil dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:3:1.5,%v/v/v)	51
4.18. Kromatogram hasil eluasi matriks dengan fase gerak Kloroform: Metanol: Amonia (70:3:1.5,%v/v/v)	51
4.19. Kurva hubungan antara konsentrasi tadalafil dengan luas area pada uji LOD	53
4.20. Kurva hubungan antara konsentrasi fenilbutazon dan luas area pada uji LOD	53
4.21. Kurva hubungan antara konsentrasi fenilbutazon dan luas area pada uji LOD yang diaamati pada panjang gelombang 286 nm	53
4.22. Hasil eluasi sampel jamu obat kuat dengan tadalafil dan fenilbutazon dengan fase gerak terpilih	54
4.23. Kromatogram hasil eluasi sampel A	56
4.24. Hasil pengamatan spektrum sampel A <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	56
4.25. Kromatogram hasil eluasi sampel B	56
4.26. Hasil pengamatan spektrum sampel B <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	57
4.27. Kromatogram hasil eluasi sampel C	57
4.28. Hasil pengamatan spektrum sampel C <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	57
4.29. Kromatogram hasil eluasi sampel D	58

Gambar	Halaman
4.30. Hasil pengamatan spektrum sampel D <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	58
4.31. Kromatogram hasil eluasi sampel E.....	59
4.32. Hasil pengamatan spektrum sampel E <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon	59
4.33. Hasil pengamatan spektrum sampel E <i>peak</i> 2 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	59
4.34. Kromatogram hasil eluasi sampel F	60
4.35. Hasil pengamatan spektrum sampel F <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	60
4.36. Kromatogram hasil eluasi sampel G	61
4.37. Hasil pengamatan spektrum sampel G <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon	61
4.38. Hasil pengamatan spektrum sampel G <i>peak</i> 3 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	61
4.39. Kromatogram hasil eluasi sampel I.....	62
4.40. Hasil pengamatan spektrum sampel I <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	62
4.41. Kromatogram hasil eluasi sampel J.....	63
4.42. Hasil pengamatan spektrum sampel J <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon	63
4.43. Kromatogram hasil eluasi sampel L.....	63
4.44. Hasil pengamatan spektrum sampel L <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	64
4.45. Kromatogram hasil eluasi sampel N	64
4.46. Hasil pengamatan spektrum sampel N <i>peak</i> 2 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	64
4.47. Kromatogram hasil eluasi sampel O	65
4.48. Hasil pengamatan spektrum sampel O <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon	65

Gambar	Halaman
4.49. Hasil pengamatan spektrum sampel O <i>peak</i> 2 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	65
4.50. Kromatogram hasil eluasi sampel Q	66
4.51. Hasil pengamatan spektrum sampel Q <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon	66
4.52. Hasil pengamatan spektrum sampel Q <i>peak</i> 3 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	67
4.53. Kromatogram hasil eluasi sampel R	67
4.54. Hasil pengamatan spektrum sampel R <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon	68
4.55. Hasil pengamatan spektrum sampel R <i>peak</i> 2 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	68
4.56. Kromatogram hasil eluasi sampel S	69
4.57. Hasil pengamatan spektrum sampel S <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	69
4.58. Kromatogram hasil eluasi sampel T	69
4.59. Hasil pengamatan spektrum sampel T <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum fenilbutazon	70
4.60. Hasil pengamatan spektrum sampel T <i>peak</i> 3 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	70
4.61. Kromatogram hasil eluasi sampel U	71
4.62. Hasil pengamatan spektrum sampel U <i>peak</i> 1 dibandingkan dengan spektrum tadalafil	71

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
A. Spektrum IR Tadalafil	82
B. <i>Certificate of Analysis</i> Fenilbutazon.....	83
C. Perhitungan LOD Tadalafil	84
D. Perhitungan LOD Fenilbutazon.....	85
E. Perhitungan R _f dan R _s	87
F. Tabel R	88
G. Tabel Kepolaran Pelarut	89
H. Cara Perhitungan Polaritas Fase Gerak	90