

## Identifikasi Simultan Sildenafil Sitrat dan Tadalafil pada Kopi Herbal menggunakan Kromatografi Lapis Tipis – Densitometri

Sofia Fatmawati\*, Berliana Hanifa, Almawati Situmorang

<sup>1</sup>Department of Pharmaceutical Chemistry, Pharmacy and Sciences Faculty, Muhammadiyah Prof Dr Hamka University, Delima II Street, Perumnas Klender, Jakarta.

\*Corresponding author: \*sofia.fatmawati@uhamka.ac.id

Received: 16 November 2022; Accepted: 29 December 2022.

**Abstract:** In Indonesia, people frequently turn to herbal remedies as an alternative to conventional medicine. For more convenient use, herbs are currently packed as coffee or other powdered drinks. Because the transactions were more frequent and extensive, sildenafil and tadalafil were found in herbal coffee sold in internet retailers in this investigation. Thin-layer chromatography densitometry tests were conducted on samples of herbal coffee and the standard using ethyl acetate-methanol-ammonia as the mobile phase. The method's selectivity demonstrated that sildenafil and tadalafil in herbal beverages may be distinguished using this technique. Four samples from the ten herbal coffee samples tested positive for sildenafil, and four samples tested positive for tadalafil, according to the test results.

**Keywords:** Coffee, Chromatography, Herbal, Sildenafil, Tadalafil.

**Abstrak:** Di Indonesia, masyarakat sering beralih ke pengobatan herbal sebagai alternatif pengobatan konvensional. Agar lebih nyaman digunakan, jamu saat ini dikemas dalam bentuk kopi atau minuman bubuk lainnya. Karena transaksi lebih sering dan luas, sildenafil dan tadalafil ditemukan dalam kopi herbal yang dijual di pengecer internet dalam penyelidikan ini. Uji densitometri kromatografi lapis tipis dilakukan pada sampel kopi herbal dan standar menggunakan etil asetat-metanol-amonia sebagai fase gerak. Selektivitas metode menunjukkan bahwa sildenafil dan tadalafil dalam minuman herbal dapat dibedakan dengan menggunakan teknik ini. Empat sampel dari sepuluh sampel kopi herbal dinyatakan positif sildenafil, dan empat sampel dinyatakan positif tadalafil, menurut hasil tes.

**Kata Kunci:** Herbal, Kromatografi, kopi, Sildenafil, Tadalafil.

DOI: 10.15408/pbsj.v4i2.29735

### 1. PENDAHULUAN

Minuman herbal merupakan minuman tradisional yang mempunyai beberapa manfaat jika dikonsumsi. Minuman herbal terdiri dari beberapa bahan tumbuhan yang bermanfaat bagi kesehatan. Di Indonesia, jamu umumnya digunakan sebagai alternatif penggunaan obat modern pada masyarakat ekonomi rendah, menengah, dan atas hingga mencapai 58 persen (Andriati & Wahjudi, 2016). Saat ini herbal juga dikemas dalam bentuk kopi atau minuman serbuk lainnya sehingga lebih memberikan rasa nyaman dalam konsumsinya.

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 007 Tahun 2012 tentang registrasi

obat tradisional yang menyatakan bahwa Obat tradisional dilarang mengandung bahan kimia obat yang merupakan hasil isolasi atau sintetik berkhasiat obat (Kementrian Kesehatan RI, 2012). Bahan kimia obat merupakan zat-zat kimia yang digunakan sebagai bahan utama obat kimiawi yang biasanya ditambahkan dalam sediaan obat tradisional/jamu untuk memperkuat indikasi dari obat tradisional tersebut. Jamu dengan kandungan bahan kimia obat menyebabkan citra jamu sebagai budaya Indonesia, menjadi buruk. Bahan kimia obat yang sering ditambahkan ke dalam jamu antara lain: Fenilbutazon, antalgin, diklofenak sodium, piroksikam, parasetamol, prednison, deksametason, sibutramin hidroklorida, sildenafil sitrat, glibenklamid, dan teofilin (BPOM Padang, 2021).

Pada tahun 2020 beberapa produk ilegal dimusnahkan salah satunya obat tradisional ilegal sebanyak 221 produk (46,13%). Dari produk-produk tersebut terdapat jamu yang mengandung bahan kimia obat yaitu Sildenafil Sitrat (BPOM RI, 2020). Obat herbal perkasa pria, atau obat kuat seperti yang lebih dikenal di masyarakat, telah banyak digunakan di masyarakat, baik dengan maupun tanpa nomor izin edar BPOM. Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) sering melihat penyalahgunaan jamu kuat ini dan yang paling banyak adalah penambahan bahan kimia obat 9BKO) yaitu Sildenafil Sitrat (BPOM RI, 2016). Sildenafil sitrat termasuk golongan obat keras yang hanya dapat diperoleh dengan resep dokter. Sildenafil merupakan salah satu bahan aktif yang digunakan dalam pengobatan disfungsi ereksi atau lebih dikenal dengan impotensi inhibitor dalam kelompok penghambat phosphodiesterase. Selain sildenafil, juga digunakan pada hipertensi pulmonal (PAH) (Mehta, 2023)

Beberapa peneliti yang telah melakukan penelitian mengenai kandungan sildenafil sitrat pada jamu kuat. Salah satunya pada penelitian yang dilakukan (Waris et al., 2013) yang mendapatkan hasil dari 4 sampel jamu kuat yang dianalisis terdapat 1 sampel yang positif mengandung sildenafil sitrat, penelitian ini menggunakan metode TLC-densitometri. Penelitian yang telah dilakukan oleh (Sarigih et al., 2010) mendapatkan hasil positif mengandung BKO sildenafil sitrat pada jamu perkasa merek A menggunakan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.

Pada penelitian dilakukan analisis kandungan Sildenafil Sitrat dan Tadalafil pada kopi herbal menggunakan alat KLT-Densitometri. Kromatografi lapis tipis merupakan Teknik kromatografi yang berguna untuk memisahkan senyawa organik. Karena kemudahan dan kecepatan penggunaan KLT, metode

ini banyak digunakan untuk memantau perkembangan reaksi sintesa organik dan untuk memeriksa kemurnian produk. Teknik penggunaan KLT memiliki banyak keuntungan karena KLT merupakan teknik serbaguna yang dapat diterapkan pada hampir semua senyawa. Karena adsorben yang baik dan pelarut yang bersih, pemisahan dapat dicapai dengan biaya rendah. Pemisahan dapat dicapai dalam waktu singkat, menjadikan KLT sebagai teknik yang dijamin berhasil untuk memisahkan campuran yang tidak diketahui (Rosamah, 2019). KLT juga memiliki tingkat ketelitian yang tinggi sehingga menghasilkan pemisahan yang lebih sempurna dan tingkat kepekaan yang tinggi (Asmawati et al., 2019).

## 2. MATERIAL AND METODA

### 2.1 Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, peralatan gelas, silika gel 60 GF 254, chamber, oven, lemari asam, hair dryer, microliter syringe, mikropipet, pensil, penggaris dan UV-Visible 254 nm dan Densitometer. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel kopi herbal yang diperoleh dari *online shop* Shopee, metanol 99,8% (Merck), kloroform (Merck), etil asetat (Merck), propanol (Merck), standar sildenafil sitrat (BPOM), standar Tadalafil (BPOM).

### 2.2 Metode Penelitian

Metode penelitian terdiri dari pengumpulan sampel kopi herbal, pembuatan sampel simulasi, optimasi fase gerak, uji selektivitas, LOD, dan uji sampel kopi herbal.

#### a. Pengumpulan sampel kopi herbal

Pemilihan dan pembelian sampel ini dilakukan secara

*purposive sampling*, yaitu adalah salah satu cara menentukan sampel dengan pertimbangan tertentu (Sugiyono, 2018). Pemilihan sampel kopi dilakukan pembelian di *online shop* Shopee dengan kriteria sebagai berikut:

Kriteria inklusi sampel jamu kuat pria

- a. Kopi yang memiliki atau tidak memiliki nomor izin edar BPOM atau tidak terdaftar di BPOM, tetapi mencantumkan nomor izin edar fiktif pada kemasan.
- b. Kopi mempunyai kandungan herbal.
- c. Kopi menyatakan narasi “Kuat”, “Tahan Lama”, dan/atau “Perkasa”.
- d. Produk yang terjual di toko sudah lebih dari 1000 produk.

#### **b. Pembuatan sampel kopi herbal simulasi**

Kopi herbal dibuat dengan komposisi :

1. Pasak bumi (*Eurycoma longifolia*) 1,25 gr
2. Ginger powder (*Zingiberis rhizoma*) 1,25 gr
3. Purwoceng (*Pimpinella pruatjan*) 1 gr
4. Ginseng (*Panax*) 0,25 gr
5. Tribulus (*Tribulus terrestris*) 0,25 gr
6. Kopi dan Gula ad 25 gr

#### **c. Pembuatan Larutan Baku**

Baku sildenafil dan baku tadalafil masing-masing dilarutkan dalam metanol dengan konsentrasi 1000 ppm.

#### **d. Optimasi fase gerak**

Pengujian berbagai macam variasi fase gerak yang terdiri dari methanol, etanol, etil asetat, asetonitril, amonia, diklorometana pada plat silika gel 60 GF254 yang berisi baku sildenafil, baku tadalafil, kopi herbal simulasi dan *spiked* kopi herbal.

#### **e. Uji Selektifitas**

Pengujian menggunakan fase gerak yang paling optimum pada plat silika gel 60 GF254 yang berisi baku sildenafil, baku tadalafil, baku campuran, kopi herbal simulasi dan *spiked* kopi herbal.

#### **f. Limit Deteksi**

Pengujian menggunakan fase gerak yang paling optimum pada plat KLT yang berisi baku sildenafil konsentrasi 20, 30, 40, 50 dan 60 ppm sedangkan untuk baku tadalafil 5, 10, 15, 20 dan 30 ppm. Hasil AUC puncak dihitung dengan metode standar deviasi residual.

#### **g. Preparasi dan pengujian sampel**

Sampel serbuk kopi herbal sebanyak 400 mg dimaserasi 1 – 2 hari dengan metanol 5 ml. Ekstrak jamu disaring dan ditampung (Waris et al., 2013). Plat silika gel 60 GF 254 disiapkan kemudian menotolkan baku pembanding sildenafil sitrat, baku pembanding tadalafil, baku campuran dan 10 ekstrak sampel kopi herbal ditotolkan masing-masing 5 µL dengan jarak antar totolan 1 cm. Selanjutnya dilakukan elusi pada fase gerak optimum, diamati dengan bantuan sinar *Ultra Violet* (UV) 254 nm. Noda yang terbentuk pada senyawa pembanding dengan ekstrak dan standar dibandingkan jarak rambatnya. Selanjutnya diukur menggunakan KLT-Densitometri pada panjang gelombang maksimum 292 nm, dan dilakukan analisis terhadap hasil scan (Waris et al., 2013).

### **3. HASIL DAN DISKUSI**

Sampel kopi herbal yang didapatkan sebanyak 10 kopi herbal. Penelusuran Nomor Ijin Edar (NIE) melalui website BPOM ditemukan bahwa 5 sampel

mempunyai NIE yang sesuai label kemasan, 1 sampel NIE fiktif dan 4 sampel tidak mempunyai NIE.

Kopi herbal simulasi dibuat dengan cara mencampurkan beberapa herbal yang tercantum dalam komposisi kopi herbal sampel hasil pencarian di *online shop* Shopee. Komposisi herbal antara lain pasak bumi, jahe, purwoceng, ginseng dan tribulus.



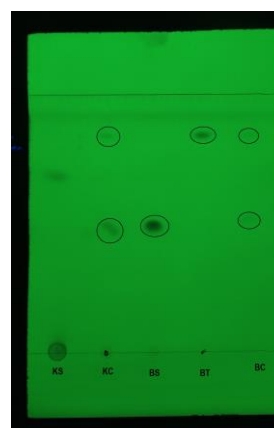
Gambar 1: Kopi Herbal Simulasi

Optimasi fase gerak menghasilkan fase gerak etil asetat:metanol:amonia (45:5:1) yang paling optimum. Fase gerak tersebut dapat memberikan noda baku sildenafil, baku tadalafil, dan *spiked* kopi herbal simulasi yang terpisah dengan baik.

Tabel 1: Hasil Optimasi Fase Gerak

Fase Gerak	Baku Sildenafil	Baku Tadalafi	Kopi Simulasi	Spiked Kopi Simulasi
Metanol : Kloroform 4:1	Tampak	-	-	-
Kloroform:Metanol:Amonia (70:3;1,5)	Tampak	Tampak	-	-
Etil asetat: Asetonitril: Ammonia (45:5:1)	Tampak	Tampak		Tampak (hanya sildenafil)
Etil asetat: Metanol: Ammonia (45:5:1)	Tampak	Tampak		Tampak
Kloroform: Metanol: Ammonia (45:5:1)	Tampak	Tampak		
Diklormetan: Metanol: Ammonia (45:5:1)	Tampak	Tampak		Tampak (sildenafil tailing)

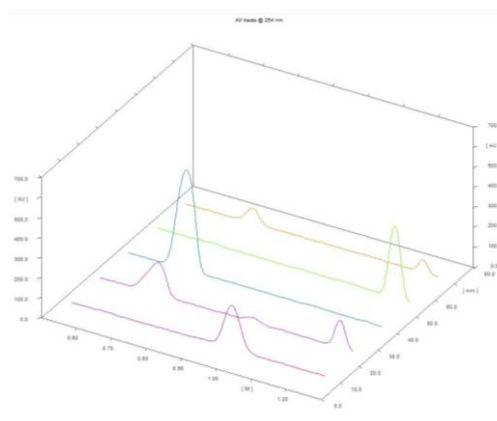
Hasil selektivitas menunjukkan pemisahan yang baik untuk spiked kopi herbal simulasi. Tadalafil dan sildenafil dalam spiked kopi herbal memberikan Rf dan panjang gelombang yang sama dengan baku sildenafil dan baku tadalafil. Pada sampel kopi herbal simulasi menunjukkan noda pada Rf 0,98 yang diasumsikan sebagai kafein dari komposisi kopi dalam sampel tersebut karena sesuai dengan Panjang gelombang ultraviolet kafein yaitu 273 nm (Dibbern et al., 2002)



Gambar 2: Hasil plat silica gel 60 GF254 uji selektivitas menggunakan fase gerak etil asetat:metanol:ammonia (45:5:1) (KS:kopi simulasi, KC:Spiked kopi simulasi, BS:Baku Sildenafil, BT:Baku Tadalafil, BC:Baku Campuran)

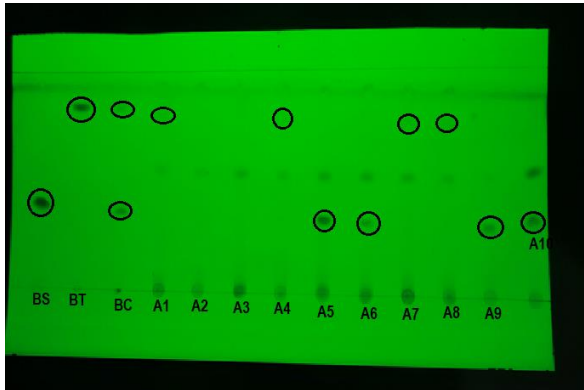
Tabel 2: Hasil Uji Selektifitas

Sampel	Senyawa	Rf	λ maks
Kopi Simulasi	Kafein Kopi	0.98	275
Spiked Kopi Simulasi	Sildenafil	0.69	304
Spiked Kopi Simulasi	Kafein Kopi	0.97	275
Spiked Kopi Simulasi	Tadalafil	1.21	200
Baku Sildenafil	Sildenafil	0.69	304
Baku Tadalafil	Tadalafil	1.21	200
Baku Campuran	Sildenafil	0.72	305
Baku Campuran	Tadalafil	1.21	200



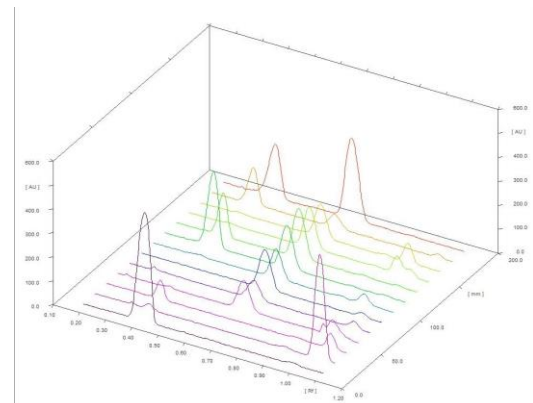
Gambar 3: Plot spektrum hasil selektivitas

Limit deteksi dilakukan menggunakan metode eksperimen dengan jalan membuat rentang kadar baku sildenafil atau tadalafil sebanyak 5 konsentrasi dan setiap konsentrasi diukur luas areanya. Perhitungan limit deteksi menggunakan rumus  $3.3 \cdot SD/S$  (European Medicines Agency, 1995). Limit Deteksi untuk sildenafil adalah 8,8 ppm. Limit deteksi untuk tadalafil adalah 5,0 ppm.



Gambar 4: Hasil uji plat silica gel 60 GF254 sampel kopi herbal menggunakan fase gerak etil asetat:metanol: ammonia (45:5:1) (BS:Baku Sildenafil, BT:Baku Tadalafil, BC:Baku Campuran, A1-A10:Sampel Kopi Herbal)

Hasil pengujian sampel adalah semua sampel kopi memberikan noda pada Rf kafein yang merupakan bahan aktif dari serbuk kopi. Dari 10 sampel kopi herbal tersebut menunjukkan bahwa 4 sampel positif tadalafil pada sampel A1, A4, A7 dan A8 yang memiliki noda pada Rf yang sama dengan baku tadalafil dan panjang gelombang 287 nm. Sampel positif sildenafil sebanyak 4 sampel yaitu A5, A6, A9 dan A10 yang memiliki noda pada Rf yang sama dengan baku sildenafil panjang gelombang 305 nm. Peneliti juga telah melaporkan sampel kopi yang terdeteksi positif baik sildenafil maupun tadalafil ke Badan POM melalui mekanisme Unit Layanan Pengaduan Konsumen (ULPK).



Gambar 5: Hasil uji sampel kopi herbal pada Kromatografi Lapis Tipis-Densitometri

#### 4. KESIMPULAN

Kromatografi Lapis Tipis – Densitometri dengan pelarut etil asetat – metanol – amonia mampu mendeteksi sildenafil dan tadalafil pada sampel kopi herbal. Dari 10 sampel yang dianalisis, 4 sampel terdeteksi mengandung sildenafil dan 4 sampel terdeteksi mengandung tadalafil.

#### 5. UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih kepada Lemlitbang UHAMKA atas pendanaan riset ini.

#### 6. REFERENCES (Times new roman, 10 pt, bold, 1 line, left, hanging, 2.5”)

- Andriati, A., & Wahjudi, R. M. T. (2016). Tingkat penerimaan penggunaan jamu sebagai alternatif penggunaan obat modern pada masyarakat ekonomi rendah-menengah dan atas. *Masyarakat, Kebudayaan Dan Politik*, 29(3), 133.
- Asmawati, A., Fajar, D. R., & Alawiyah, T. (2019). Kandungan Rhodamin B Pada Sediaan Lip Tint Yang Digunakan Mahasiswi Stikes Pelamonia. *Media Farmasi*, 15(2), 125.
- Ausó, E., Gómez-vicente, V., & Esquiva, G. (2021). Visual side effects linked to sildenafil consumption: An update. *Biomedicines*, 9(3).
- BPOM Padang. (2021). *Tahukah Kamu.. Apa itu Bahan Kimia Obat??* Bbpompadang.Id. <https://bbpompadang.id/read-artikel?slug=tahukah-kamu-apa-itu-bahan-kimia-obat>
- BPOM RI. (2004). Keputusan Kepala BPOM RI No.HK. 00.05.4.2411. *Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK. 00.05.4.2411*, 2.

- BPOM RI. (2016). *11,4 M Obat Tradisional Ilegal Diamankan Badan POM*. <https://www.pom.go.id/new/view/more/berita/11400/11-4-M-Obat-Tradisional-Ilegal-Diamankan-Badan-POM-.html>
- BPOM RI. (2020). *Pemusnahan Produk Ilegal Hasil Pengawasan dan Penindakan Balai Besar POM di Bandung Tahun 2020*.
- Brayfield, A. (2014). *Martindale The Complete Drug Reference 38th Edition* (38th ed.). Pharmaceutical Press.
- Calabrò, R. S., Manuli, A., Portaro, S., Naro, A., Maggio, M. G., & De Luca, R. (2021). Sildenafil induced sexual aggression: coincidence, rarity, or under-reported side effect. *International Journal of Impotence Research*, 4–5.
- Dibbern, H.W., Muller R.M., Wirbitzki, E. (2002). *UV and IR Spectra Pharmaceutical Substance*. Editio Cantor Verlag für Medizin und Naturwissenschaften GmbH
- Goldstein, I., Burnett, A. L., Rosen, R. C., Park, P. W., & Stecher, V. J. (2019). The Serendipitous Story of Sildenafil: An Unexpected Oral Therapy for Erectile Dysfunction. *Sexual Medicine Reviews*, 7(1), 115–128.
- Hermita, K., Harahap, Y., & Supandi. (2019). *Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS)*.
- Kementrian Kesehatan RI. (2012). *Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 007 Tahun 2012 Tentang Registrasi Obat Tradisional* (Vol. 10, Issue 9, p. 32).
- Mehta, S. (2003). Sildenafil for pulmonary arterial hypertension: Exciting, but protection required. *Chest*, 123(4), 989–992.
- Rosamah, E. (2019). Kromatografi Lapis Tipis Metode Sederhana dalam Analisis Kimia Tumbuhan Berkayu. In H. A. Khanz (Ed.), *Mularawan University Press*.
- Sarigih, A. T. W., Kusuma, A. mahardian, & Utami, P. iswati. (2010). Analisis Sildenafil Sitrat Pada Jamu Tradisional Kuat Lelaki Merk a Dan B Dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Pharmacy*, 07(02), 24–34.
- Sherma, J., & Rabel, F. (2018). A review of thin layer chromatography methods for determination of authenticity of foods and dietary supplements. *Journal of Liquid Chromatography and Related Technologies*, 41(10), 645–657.
- Sumati, T., Lonita, B., & Nurtiyah. (2017). *Analisis Sildenafil Sitrat dalam Jamu kuat di Kecamatan Bogor Barat dan Tanah Sereal dengan Menggunakan Kromatografi Cair Spektrometri Massa*.
- Waris, R., Kadir, A., & Akbar, C. (2013). Identifikasi Dan Penetapan Kadar Sildenafil Sitrat Pada Jamu Kuat Lelaki Yang Beredar Di Kota Makassar. *Jurnal Ilmiah As-Syifaa*, 5(1), 95–102.