

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR ALKALOID PADA
EKSTRAK ETANOL DAUN ASAM JAWA (*Tamarindus indica L.*)
SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

SKRIPSI



Oleh
SHERLY SUMARNITA YOLANDA
194010031

PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS SAINS DAN KESEHATAN
UNIVERSITAS PGRI ADI BUANA SURABAYA

2023

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR ALKALOID PADA
EKSTRAK ETANOL DAUN ASAM JAWA (*Tamarindus indica L.*)
SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

SKRIPSI



Oleh
SHERLY SUMARNITA YOLANDA
194010031

PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS SAINS DAN KESEHATAN
UNIVERSITAS PGRI ADI BUANA SURABAYA

2023

LEMBAR PERSETUJUAN

LEMBAR PERSETUJUAN

Skripsi oleh : Sherly Sumarnita Yolanda
194010031

Judul Skripsi : Validasi Metode Penetapan Kadar Alkaloid Pada Ekstrak
Etanol Daun Asam Jawa (*Tamarindus Indica L.*) Secara
Spektrofotometri UV-Vis

Telah diperiksa dan disetujui untuk diuji:

Surabaya, 24 Juli 2023

Pembimbing Utama

Pembimbing Anggota

apt. Prisma Trida Hardani, M.Farm
NIDN 0706069105

apt. Amanda Safithri Sinulingga, M.Si
NPP 2207941



Mengetahui
Ketua Program Studi Farmasi

apt. Asri Wido Mukti, M.Farm.Klin
NIDN 0725098904

HALAMAN PENGESAHAN

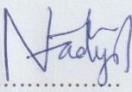
Skripsi oleh Sherly Sumarnita Yolanda dengan judul **Validasi Metode Penetapan Kadar Alkaloid Pada Ekstrak Etanol Daun Asam Jawa (*Tamarindus Indica L.*) Secara Spektrofotometri UV-Vis**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 24 Juli 2023

Tim Penguji:

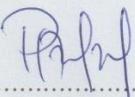
1. apt. Nadya Ambarwati, M.Farm

Ketua



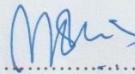
2. apt. Prisma Trida Hardani, M.Farm

Anggota



3. apt. Amanda Safithri Sinulingga, M.Si

Anggota



Mengesahkan,

Dekan Fakultas Sains dan Kesehatan



Dr. Setiawandari, S.ST., M.Kes
NIDN 0727027508

Mengetahui,

Ketua Program Studi Farmasi



apt. Asri Wido Mukti, M.Farm.Klin
NIDN 0725098904

BERITA ACARA UJIAN SKRIPSI

BERITA ACARA UJIAN SKRIPSI

Hari, Tanggal : Senin, 24 Juli 2023
Jam : 11.00 – 12.30 WIB
Tempat : Ruangan 202 Prodi Farmasi, Fakultas Sains dan Kesehatan,
Universitas PGRI Adi Buana Surabaya

Tim penguji telah menyelenggarakan penilaian ujian untuk:

Nama : Sherly Sumarnita Yolanda
Semester : 8
Judul : Validasi Metode Penetapan Kadar Alkaloid Pada Ekstrak
Etanol Daun Asam Jawa (*Tamarindus Indica L.*) Secara
Spektrofotometri UV-Vis

Tim Penguji

Penguji 1

apt. Nadya Ambarwati, M.Farm
NPP 2207939

Penguji 2

apt. Prisma Trida Hardani, M.Farm
NIDN 0706069105

Penguji 3

apt. Amanda Safithri Sinulingga, M.Si
NPP 2207941

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas limpahan rahmat, karunia serta ridho-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul **“Validasi Metode Penetapan Kadar Alkaloid pada Ekstrak Etanol Daun Asam Jawa (*Tamarindus indica L.*) Secara Spekrofotometri UV-Vis”** ini merupakan salah satu persyaratan dalam menyelesaikan studi pada Program Studi Farmasi di Fakultas Sains dan Kesehatan Universitas PGRI Adi Buana Surabaya. Dalam kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan rasa hormat dan ucapan terimakasih yang tulus dan sedalam dalamnya kepada pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan naskah ini, antara lain:

1. Dr. Hartono, M.Si, selaku rektor Universitas PGRI Adi Buana Surabaya yang telah memberikan kesempatan untuk menyelesaikan program pendidikan S1 Farmasi di Universitas PGRI Adi Buana Surabaya.
2. Dr. Setiawandari, SST., M.Kes selaku dekan Fakultas Sains dan Kesehatan Universitas PGRI Adi Buana Surabaya yang telah memberikan kesempatan untuk menyelesaikan program pendidikan S1 Farmasi di Universitas PGRI Adi Buana Surabaya.
3. apt. Asri Wido M, M.Farm.Klin selaku Ketua Program Studi Farmasi di Fakultas Sains dan Kesehatan Universitas PGRI Adi Buana Surabaya Atas kesempatan dan fasilitas yang diberikan kepada saya untuk mengikuti dan menyelesaikan program studi farmasi.
4. apt. Prisma Trida Hardani, S.Farm., M.Farm. selaku dosen pembimbing utama dan Amanda Safithri Sinulingga, M.Si selaku dosen pembimbing anggota yang dengan tulus ikhlas dan penuh kesabaran meluangkan banyak waktu untuk membantu, membimbing dan mengarahkan penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
5. apt. Nadya Ambarwati, M.Farm selaku penguji yang telah memberikan ilmu dan masukan selama penggerjaan skripsi ini.
6. Seluruh Bapak dan Ibu dosen, karyawan Fakultas Sains dan Kesehatan yang telah membantu, mendidik dan membimbing selama menjalani perkuliahan

di Program Studi Farmasi Fakultas Sains dan Kesehatan Universitas PGRI
Adi Buana Surabaya.

7. Ayah Agus Siswaji Eseri dan ibu Sri Kasmiati yang selalu mendoakan, memberikan semangat dan motivasi selama penulis menyelesaikan skripsi ini.
8. Untuk kedua kakak dan kakak ipar saya yang selalu mendukung dan mendokan saya selama penulis menyelesaikan skripsi ini.
9. Untuk teman-teman saya rika, maulivia, suci, febi, salsa, amanda, eka yang sudah banyak membantu dan mendukung saya untuk menyelesaikan skripsi ini.

Semoga Allah SWT senantiasa melimpahkan rahmat-Nya kepada pihak-pihak yang telah membantu dalam penyelesaian penyusunan skripsi ini. Penulis juga berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat. Akhir kata penulis menyadari bahwa skripsi ini jauh dari sempurna, untuk itu penulis mengharap kritik dan saran sebagai upaya penyempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan dunia kefarmasian.

Penulis

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Sherly Sumarnita Yolanda
NIM : 194010031

Adalah mahasiswa Program Studi Farmasi, fakultas Sains dan Kesehatan, Universitas PGRI Adi Buana Surabaya. Menyatakan dengan sesungguhnya skripsi yang saya tulis dengan judul **“VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR ALKALOID PADA EKSTRAK ETANOL DAUN ASAM JAWA (*Tamarindus indica L.*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS”** adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. Apabila dikemudian hari diketahui isi naskah skripsi ini merupakan hasil plagiasi, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Demikian surat pernyataan ini saya buat untuk dapat dipergunakan sebagaimana mestinya.

Surabaya, 24 Juli 2023

Yang membuat pernyataan



Sherly Sumarnita Yolanda

NIM : 194010031

RINGKASAN

VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR ALKALOID PADA EKSTRAK ETANOL DAUN ASAM JAWA (*Tamarindus indica L.*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

Sherly Sumarnita Yolanda

Tumbuhan bermanfaat bagi kehidupan masyarakat, selain sebagai bahan makanan utama, juga dimanfaatkan sebagai bahan untuk membuat masakan, tanaman hias, serta sebagai bahan ramuan untuk obat-obatan (Yunita & Khodijah, 2020). Senyawa yang diduga memiliki khasiat sebagai obat salah satunya adalah senyawa alkaloid. Alkaloid merupakan suatu golongan senyawa organik yang terbanyak ditemukan di alam. Hampir seluruh senyawa alkaloid berasal dari tumbuh-tumbuhan dan tersebar luas dalam berbagai jenis tumbuhan. Salah satunya yaitu daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*). Untuk mengetahui kandungan alkaloid pada ekstrak daun asam jawa perlu dilakukan penetapan kadar alkaloid pada ekstrak daun asam jawa. Salah satu metode yang dapat digunakan untuk menetapkan kadar alkaloid yaitu metode spektrofotometri. Metode spektrofotometri merupakan metode sederhana untuk menetapkan kuantitas zat yang sangat kecil, selain itu metode ini mudah, cepat, serta memiliki ketelitian yang tinggi. Sejauh ini belum ada peneliti yang melakukan validasi penetapan kadar senyawa alkaloid pada daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*). Validasi metode merupakan metode yang dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis akurat, spesifik, reproduksibel, dan tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis. Suatu metode analisis harus divalidasi untuk melakukan verifikasi bahwa parameter-parameter kinerja cukup mampu untuk mengatasi problem analisis, karenanya suatu metode harus divalidasi ketika metode baru dikembangkan untuk mengatasi problem analisis tertentu, metode yang sudah baku direvisi untuk menyesuaikan perkembangan atau karena munculnya suatu problem yang mengarahkan bahwa metode baku tersebut harus direvisi. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk melakukan validasi metode penentuan kadar alkaloid dalam ekstrak etanol daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*) agar memenuhi kriteria validasi metode analisis (*Limit Of Detection (LOD)*, *Limit Of Quantitation (LOQ)*, Linearitas, Presisi, Akurasi) secara Spektrofotometri Uv-Vis. Dalam menentukan kadar alkaloid dalam ekstrak etanol daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*). Hasil validasi metode analisis dalam penentuan kadar alkaloid total ekstrak daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*) memenuhi kriteria validasi metode analisis secara spektrofotometri UV-Vis. Hasil regresi linier pada uji linieritas adalah $y = 0,0742x + 0,1239$ dengan koefisien korelasi (r) 0,9972; spesifikasi yang baik, *limit of detection (LOD)* adalah 0,0375 ppm dan *limit of quantitation (LOQ)* adalah 0,1251 ppm, rata-rata hasil uji akurasi dengan rata-rata nilai % recovery 107,64% memenuhi persyaratan 75-120% (McCleary dkk., 2013), sedangkan rata-rata hasil uji presisi dengan rata-rata % RSD

1,0543% \pm 0,1443 memenuhi persyaratan < 8% (McCleary dkk., 2013) Kadar alkaloid total dalam ekstraksi daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*) didapatkan kadar rata-rata 1,6467% b/b \pm 0,0869.

ABSTRAK

VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR ALKALOID PADA EKSTRAK ETANOL DAUN ASAM JAWA (*Tamarindus indica L.*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

Sherly Sumarnita Yolanda

Alkaloid merupakan suatu golongan senyawa organik yang terbanyak ditemukan di alam. Hampir seluruh senyawa alkaloid berasal dari tumbuhan dan tersebar luas dalam berbagai jenis tumbuhan. Salah satunya yaitu daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*). Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk melakukan validasi metode penentuan kadar alkaloid dalam ekstrak etanol daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*), agar memenuhi kriteria validasi metode analisis (*Limit Of Detection (LOD)*, *Limit Of Quantitation (LOQ)*, Linearitas, Presisi, Akurasi) secara Spektrofotometri Uv-Vis dalam menentukan kadar alkaloid dalam ekstrak etanol daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*). Hasil validasi metode analisis dalam penentuan kadar alkaloid total ekstrak daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*) memenuhi kriteria validasi metode analisis secara spektrofotometri UV-Vis dengan hasil regresi linier pada uji linieritas adalah $y = 0,0742x + 0,1239$ dan koefisien korelasi (r) 0,9972; spesifikasi yang baik, *limit of detection (LOD)* adalah 0,0375 ppm dan *limit of quantitation (LOQ)* adalah 0,1251 ppm, rata-rata hasil uji akurasi dengan dengan konsentrasi rata-rata hasil uji akurasi dengan rata rata nilai % recovery 107,64% memenuhi persyaratan 75-120%, sedangkan rata-rata hasil uji presisi dengan rata rata %RSD $1,0543\% \pm 0,1443$ memenuhi persyaratan < 8%. Kadar alkaloid total dalam ekstraksi daun asam jawa (*Tamarindus indica L.*) didapatkan kadar rata-rata 1,6467% b/b $\pm 0,0869$.

Kata Kunci : Alkaloid, Spektrofotometri UV-Vis, Validasi Metode

ABSTRACT

VALIDATION METHOD FOR DETERMINING ALKALOID INTENSITY IN ETHANOL EXTRACTS (*Tamarindus indica L.*) THE UV-VIS SPECTROPHOTOMETRY

Sherly Sumarnita Yolanda

Alkaloids are a class of organic compounds that are most commonly found in nature. Almost all alkaloid compounds come from plants and are widespread in various types of plants. One of them is tamarind leaves (*Tamarindus indica L.*). The purpose of this study is to validate the method of determining alkaloid levels in tamarind leaf ethanol extract (*Tamarindus indica L.*), in order to meet the validation criteria of analytical methods (*Limit Of Detection* (LOD), *Limit Of Quantitation* (LOQ), Linearity, Precision, Accuracy) by Uv-Vis Spectrophotometry in determining alkaloid levels in tamarind leaf ethanol extract (*Tamarindus indica L.*). The results of the validation of the analytical method in determining the total alkaloid levels of tamarind leaf extract (*Tamarindus indica L.*) meet the validation criteria of the analysis method by UV-Vis spectrophotometry with linear regression results in the linearity test are $y = 0.0742x + 0.1239$ and the correlation coefficient (r) 0.9972; good specificity, the limit of detection (LOD) is 0.0375 ppm and the limit of quantitation (LOQ) is 0.1251 ppm, the average accuracy test results with the average concentration of accuracy test results with an average % recovery value of 107.64% meet the requirements of 75-120%, while the average precision test results with an average of %RSD $1.0543\% \pm 0.1443$ meet the requirements < 8%. Total alkaloid levels in the extraction of tamarind leaves (*Tamarindus indica L.*) are obtained average levels $1.6467\% \text{ w/b} \pm 0.0869$.

Keywords: Alkaloids, UV-Vis Spectrophotometry, Validation Methods

DAFTAR ISI

COVER	1
COVER DALAM.....	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
BERITA ACARA UJIAN SKRIPSI.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
SURAT PERNYATAAN	vii
RINGKASAN.....	viii
ABSTRAK.....	x
ABSTRACT	xi
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
DAFTAR SINGKATAN	xviii
BAB 1 PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Uraian Tanaman	4
2.1.1 Klasifikasi Tanaman Asam Jawa	4
2.1.2 Nama Daerah Asam Jawa (<i>Tamarindus indica L.</i>)	5
2.1.3 Morfologi Tanaman Asam Jawa (<i>Tamarindus indica L.</i>)	6
2.1.4 Kandungan Kimia	7

2.1.5 Kegunaan	DAFTAR ISI	7
2.1.6 Ekstraksi		7
2.2 Tujuan Ekstraksi.....		8
2.2.1 Metode Ekstraksi.....		8
2.2.2 Uraian Alkaloid.....		8
2.3 Validasi Metode Analisis		10
2.3.1 Presisi		10
2.3.2 Akurasi		11
2.3.3 Batas Deteksi		12
2.3.4 Batas Kuantifikasi		12
2.3.5 Spesifisitas		12
2.3.6 Linieritas		13
2.4 Spektrofotometri UV-Vis.....		13
2.5 Kerangka Konsep		16
2.6 Hipotesis.....		17
BAB 3 METODE PENELITIAN.....		18
3.1 Jenis Penelitian		18
3.1.1 Definisi Operasional.....		18
3.1.2 Waktu dan Tempat Penelitian.....		18
3.2 Alat dan Bahan		18
3.2.1 Alat		18
3.2.2 Bahan.....		18
3.3 Rancangan Penelitian		19
3.4 Prosedur Penelitian		20
3.4.1 Teknik Pengolahan		20
3.5 Penyiapan Larutan Baku Induk Sampel Ekstrak Daun Asam Jawa		22
3.6 Uji Validasi Metode Analisis		22
3.7 Penetapan Kadar Alkaloid Total		24
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....		26

4.1 Hasil Penelitian.....	DAFTAR ISI.....	26
4.1.1 Hasil Determinasi Tanaman.....	26	
4.1.2 Ekstraksi Daun Asam Jawa.....	26	
4.1.3 Uji Kualitatif Senyawa Alkaloid.....	27	
4.2 Uji Kuantitatif Senyawa Alkaloid	28	
4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	28	
4.2.2 Penentuan <i>Operating Time</i>	29	
4.3 Validasi Metode Analisis Secara Spektrofotometri Uv-vis	31	
4.3.1 Spesifisitas	31	
4.3.2 Linieritas.....	32	
4.3.3 <i>Limit Of Detection</i> (LOD) and <i>Limit Of Quantitation</i> (LOQ).....	34	
4.3.4 Akurasi	35	
4.3.5 Presisi	36	
4.4 Penetapan Kadar Alkaloid Total Ekstrak Daun Asam Jawa.....	38	
BAB 5 PENUTUP	42	
5.1 Kesimpulan	42	
5.2 Saran	42	
DAFTAR PUSTAKA	43	
LAMPIRAN	45	

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Persyaratan presisi (Wardani., 2022)	10
Tabel 2. 2 Persyaratan persen <i>recovery</i> (Wardani., 2022).....	11
Tabel 4. 1 Hasil Rendemen Ekstrak	27
Tabel 4. 2 Hasil Uji Kualitatif.....	27
Tabel 4. 3 Tabel <i>Operating Time</i>	30
Tabel 4. 4 Hasil spesifikasi	31
Tabel 4. 5 Hasil pengukuran absorbansi larutan standar kafein.....	33
Tabel 4. 6 Hasil LOD dan LOQ	34
Tabel 4. 7 Hasil Uji Akurasi	35
Tabel 4. 8 Hasil Uji Presisi	37
Tabel 4. 9 Penetapan Kadar Alkaloid Total.....	38
Tabel 4. 10 Parameter Validasi	40

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Asam Jawa (Zohrameena dkk., 2017)	5
Gambar 2. 2 Bagian Asam Jawa (Ustadzrofii., 2010).....	6
Gambar 2. 3 Struktur Alkaloid (Saeful Amin dkk., 2021)	9
Gambar 2. 4 Bagian Instrument Spektrofotometri UV-Vis (Emilia., 2019).....	14
Gambar 2. 5 Proses Dispersi Cahaya (Emilia., 2019)	15
Gambar 4. 1 Panjang Gelombang Maksimum.....	29
Gambar 4. 2 Penentuan <i>Operating Time</i>	30
Gambar 4. 3 Hasil Spesifikasi	31
Gambar 4. 4 Kurva Linieritas	33

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Surat Hasil Determinasi Tanaman	46
Lampiran 2 Daun Asam Jawa (<i>Tamarindus indica L.</i>)	47
Lampiran 3 Hasil Perhitungan % Rendemen	50
Lampiran 4 Uji Kualitatif Daun Asam Jawa	51
Lampiran 5 Pembuatan Larutan BCG dan Dapar Phospat.....	52
Lampiran 6 Perhitungan Akurasi, Presisi, LOD dan LOQ	53
Lampiran 7 Penetapan Kadar Alkaloid Total Ekstrak Daun Asam Jawa.....	62
Lampiran 8 Hasil Uji Spesifikasi	64
Lampiran 9 Form Bimbingan Skripsi.....	65
Lampiran 10 Form Revisi Skripsi	67

DAFTAR SINGKATAN

AOAC	= <i>Association of Official Analytical Chemists</i>
LOD	= <i>Limit of Detection</i>
LOQ	= <i>Limit of Quantitation</i>
USP	= <i>United States Pharmacopeia</i>
UV	= <i>Ultra Violet</i>
VIS	= <i>Visible</i>