

Pengembangan Metode Analisis Parasetamol dan Deksametason Pada Jamu Pegal Linu Menggunakan Metode Ekstraksi Fasa Padat dan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

¹Desi Lili Anggreani, ²Bertha Rusdi, ³Hilda Aprillia W

^{1,2,3}*Prodi Farmasi, Fakultas MIPA, Unisba, Jl. Tamansari No. 1 Bandung 40116*

e-mail: ¹desiafrilya@yahoo.com, ²bertharusdi78@gmail.com,

³hilda.aprillia@gmail.com

Abstrak. Telah dilakukan pengembangan metode analisis parasetamol dan deksametason pada jamu pegal linu menggunakan metode ekstraksi fasa padat dan kromatografi cair kinerja tinggi. Ekstraksi cair-cair dilakukan menggunakan pelarut pengestraksi natrium bikarbonat dan eter, dan ekstraksi fasa padat menggunakan cartridge Oasis HLB untuk memisahkan BKO parasetamol dan deksametason dalam jamu simulasi pegal linu. Hasil ekstraksi cair-cair dan ekstraksi fasa padat dipantau dengan KLT menggunakan fasa gerak kloroform:metanol (9:1) (v/v) menunjukkan hasil yang belum optimal dalam menarik BKO parasetamol dan deksametason dalam jamu

Kata kunci : Jamu pegal linu, Ekstraksi fasa padat, Parasetamol, Deksametason, KCKT

A. Pendahuluan

Jamu adalah obat tradisional Indonesia yang merupakan bahan atau ramuan yang secara turun temurun berdasarkan pengalaman telah digunakan untuk pengobatan (UU No. 23 tahun 1992). Di Indonesia, presentasi masyarakat yang mengkonsumsi jamu cukup tinggi yaitu 59.12%. Namun, dalam dua puluh tahun terakhir telah marak peredaran jamu berbahan baku kimia yang berpotensi mencemarkan perkembangan jamu tradisional. Banyak produsen jamu yang menambahkan bahan kimia obat (BKO) kedalam produk jamu untuk meraih keuntungan. Tujuan penambahan BKO tersebut agar menghasilkan efek terapi lebih kuat dan segera menyembuhkan penyakit. Diantara jamu yang paling sering ditambahkan BKO adalah jamu pegal linu yang ditambahkan BKO parasetamol dan deksametason. Penelitian BKO parasetamol dan deksametason dalam jamu menurut BPOM saat ini masih menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis untuk analisis kualitatif dengan menggunakan beberapa pelarut sehingga perlu dikembangkan metode analisis kuantitatif salah satunya dengan menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi yang lebih sensitif dan selektif.

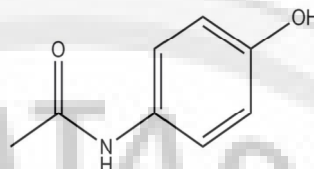
Tujuan penelitian ini adalah untuk menghasilkan metode analisis kualitatif dan kuantitatif BKO deksametason dan parasetamol dalam jamu pegal linu yang tervalidasi dengan baik. Hasil penelitian ini diharapkan dapat dimanfaatkan untuk uji paparan jamu berbahan kimia obat kepada masyarakat (terutama konsumen rutin jamu ber BKO) berdasarkan analisis kuantitatif yang telah dilakukan.

B. Landasan Teori

Jamu menurut peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 246 tahun 1992 adalah obat tradisional yang bahan bakunya simplisia yang sebagian besar belum mengalami standarisasi dan belum pernah diteliti, bentuk sediaan masih sederhana berwujud serbuk seduhan, rajangan simplisia yang sebagian besar belum mengalami standarisasi dan belum pernah diteliti. Jamu harus memenuhi tiga kriteria yaitu aman sesuai dengan persyaratan yang ditetapkan, klaim khasiat dibuktikan berdasarkan data empiris, dan memenuhi persyaratan mutu yang berlaku.

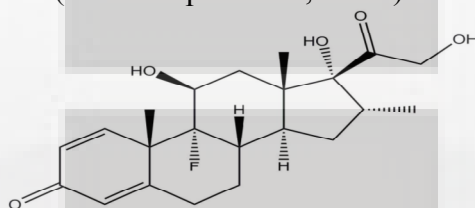
BKO adalah senyawa sintetis atau bisa juga produk kimiawi yang berasal dari bahan alam yang umumnya digunakan pada pengobatan modern (Direktorat Bakti Husada, 2014). Sampai tahun 2013, BPOM telah menemukan 59 merek obat tradisional yang mengandung bahan kimia obat (BKO) dari seluruh Indonesia. BKO yang paling banyak digunakan adalah parasetamol, sildenafil, fenilbutason dan deksametason. Parasetamol menduduki posisi puncak dengan 11 kasus (Widiyani, 2013).

Parasetamol memiliki pemerian berupa serbuk hablur, putih tidak berbau dan rasa sedikit pahit. Serta memiliki sifat larut dalam air mendidih dan dalam Natrium Hidroksida 1N; mudah larut dalam etanol (Farmakope ed. IV, 1995).



Gambar 1. Struktur Kimia Parasetamol

Deksametason memiliki pemerian serbuk hablur, putih sampai praktis putih, tidak berbau, stabil di udara serta praktis tidak larut dalam air, agak sukar larut dalam aseton dalam etanol, dalam dioksan, dan dalam metanol sukar larut dalam kloroform sangat sukar larut dalam eter (Farmakope ed. IV, 1995).



Gambar 2. Struktur Kimia Dekسامetason

Ekstraksi fasa padat adalah metode alternatif dari ekstraksi cair-cair dimana pelarut pengekstraksinya digantikan oleh zat padat (sorben). Ekstraksi fasa padat dibagi menjadi empat tahapan yaitu :

1. Aktivasi penjerap dengan pelarut organik seperti metanol
2. Ekstraksi sampel
3. Pembilasan untuk mengeluarkan pengotor
4. Elusi analit dengan pelarut organik kuat (Cook, 2000)

Metode ekstraksi fasa padat memberikan banyak keuntungan dibanding metode ekstraksi konvensional karena hanya menggunakan pelarut yang lebih sedikit, yaitu hanya beberapa mililiter namun dapat mengekstrak dan meluluskan analit 10-100 mL atau lebih, dan lebih cepat karena hanya membutuhkan 15-20 menit serta lebih selektif (Cook, 2000).

Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi memiliki kelebihan mampu memisahkan senyawa dari suatu campuran, waktu analisis yang lebih cepat, kepekaan tinggi, dan sensitif karena volume sampel yang digunakan lebih sedikit (Edward dan Robert, 1991). Parameter Analisis kualitatif di KCKT adalah melihat waktu retensi dan identifikasi puncak karena bisa saja senyawa yang berbeda, memiliki waktu retensi yang sama namun sifat kromatogramnya bisa berbeda (Edward dan Robert, 1991). Untuk analisis kuantitatif dengan KCKT dilakukan dengan mengukur luas puncak atau menghitung kadar menggunakan metode kurva kalibrasi dan *One Point Method*.

C. Metode Penelitian

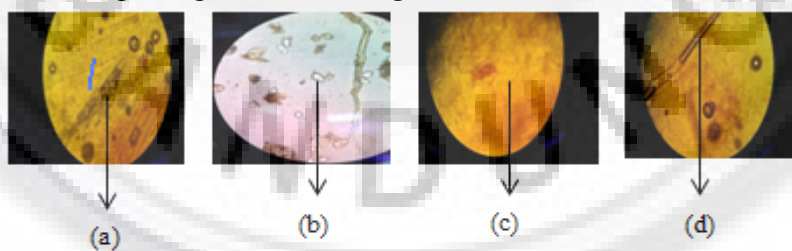
Tahap pertama dari penelitian adalah membuat simulasi jamu pegal linu yang ditambahkan bahan kimia Dekametason dan Parasetamol. Jamu pegal linu dibuat berdasarkan resep tradisional menggunakan bahan simplisia *Curcuma xanthorrhiza rhizoma*, *Curcuma domesticae rhizoma* dan *Zingiberis officinale rhizoma* (Wisnuwardhani *et.al*, 2013). Kemudian simplisia tersebut dipastikan kebenarannya dengan melakukan analisis mikroskopik fragmen penanda pada masing-masing simplisia sesuai yang tertera pada Farmakope Herbal Indonesia tahun 2008.

Tahap kedua adalah proses optimasi preparasi sampel menggunakan metode pemisahan yang dicoba yaitu ekstraksi cair-cair bertingkat dengan pelarut natrium bikarbonat (NaHCO_3) dan eter serta metode ekstraksi fasa padat menggunakan cartridge ekstraksi fasa padat oasis *Hydrophyl Lypophyl Balance* (HLB), dengan menggunakan berbagai campuran pelarut. (Baranowska dan Kowalski, 2011). Hasil dari ekstraksi cair-cair dan ekstraksi fasa padat kemudian di analisis dengan metoda KLT mengacu pada metoda yang dikerjakan oleh Wisnuwardhani (2013) menggunakan eluen kloroform-metanol dan dibandingkan dengan pembanding.

Tahap ketiga adalah optimasi sistem kromatografi fase balik menggunakan fasa diam Oktadesil silika (ODS atau C18) dan optimasi fasa gerak KCKT menggunakan campuran air-metanol dengan berbagai konsentrasi, serta detektor UV pada panjang gelombang 254 nm. Selanjutnya dilakukan uji kesesuaian sistem kromatografi untuk memeriksa apakah sistem KCKT memenuhi syarat atau tidak.

D. Hasil Penelitian

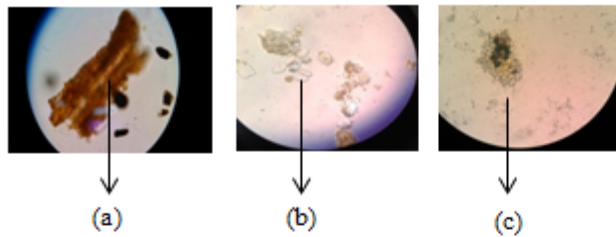
Penelitian ini diawali dengan melakukan pengujian mikroskopik terhadap serbuk simplisia yang digunakan yaitu *Curcuma xanthorrhiza rhizoma*, *Curcuma domesticae rhizoma* dan *Zingiberis officinale rhizoma*. Pemeriksaan secara mikroskopik bertujuan sebagai identifikasi dan uji kualitatif kebenaran simplisia. Dari hasil pemeriksaan mikroskopik, disimpulkan bahwa simplisia yang digunakan adalah benar. Hasil pemeriksaan mikroskopik dapat dilihat dari gambar berikut :



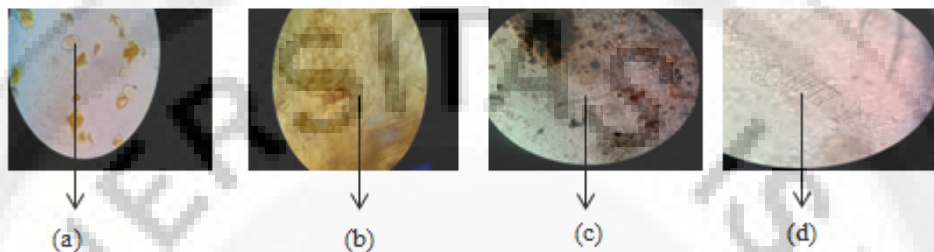
Gambar 3

Hasil analisis mikroskopik serbuk simplisia *Curcuma domesticae rhizoma* dengan perbesaran 400 kali

- (a) Berkas pengangkut, pelarut kloral hidrat
- (b) Amilum, pelarut aquades
- (c) Jaringan gabus, pelarut kloral hidrat
- (d) Rambut penutup, pelarut kloral hidrat

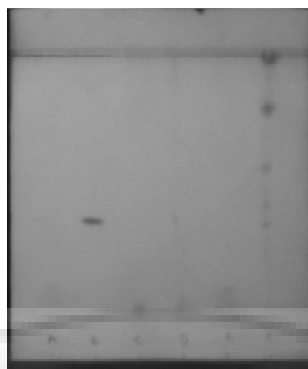


Gambar 4 Hasil analisis mikroskopik serbuk simplisia *Curcuma xanthorrhizae* rhizoma dengan perbesaran 400 kali
 (a) Rambut pengangkut, pelarut gliserin
 (b) Amilum, pelarut gliserin
 (c) Parenkim, pelarut kloral hidrat



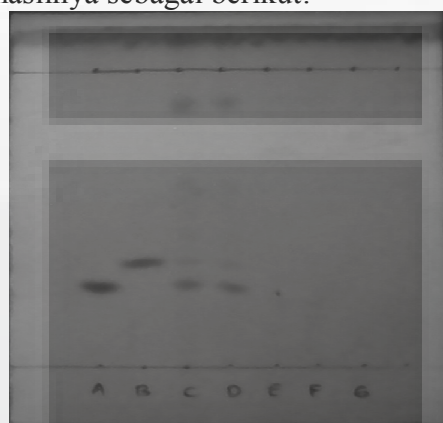
Gambar 5 Hasil analisis mikroskopik serbuk simplisia *Zingiberis officinalis* rhizoma dengan perbesaran 400 kali
 (a) Amilum, pelarut gliserin
 (b) Jaringan gabus tangensial, pelarut kloral hidrat
 (c) Serabut, pelarut gliserin
 (d) Pembuluh kayu, pelarut kloral hidrat

Pada penelitian ini telah dilakukan ekstraksi cair-cair dengan menggunakan pelarut natrium bikarbonat dan eter setelah sebelumnya dibuat terlebih dulu jamu simulasi yang berfungsi untuk mewakili sampel aslinya. Jamu simulasi yang telah diekstrak dengan eter kemudian di ekstrak kembali menggunakan natrium bikarbonat sebanyak tiga kali ini dinamakan ekstraksi cair bertingkat. Tujuan ekstraksi cair bertingkat untuk meningkatkan jumlah analit yang terekstraksi yaitu parasetamol dan deksametason. Pemisahan dilakukan dengan mengocok corong pisah selama beberapa menit sehingga terjadi kesetimbangan konsentrasi zat yang akan diekstraksi pada kedua lapisan. Tujuan digunakannya natrium bikarbonat dalam air adalah untuk menarik parasetamol dalam jamu. Ketika senyawa parasetamol yang bersifat asam lemah ada dalam suasana basa (natrium bikarbonat bersifat basa lemah) akan terjadi ionisasi parasetamol yang selanjutnya ion parasetamol tersebut akan terlarut dalam larutan natrium bikarbonat dalam air sedangkan deksametason akan terlarut ke dalam eter yang bersifat non polar. Untuk memastikan analit telah terekstraksi, dilakukan pemantauan menggunakan KLT. Hasil pemantauan KLT untuk hasil ekstraksi cair-cair dapat dilihat pada gambar berikut:



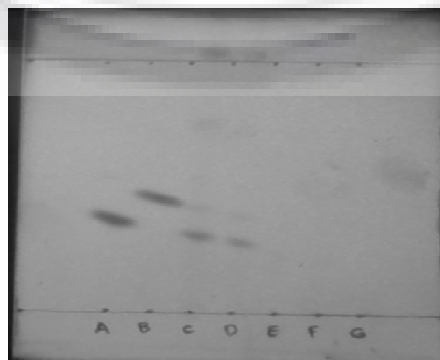
Gambar 6 Pemantauan KLT hasil ekstraksi cair-cair : (a) BP Parasetamol (b) BP Deksametason (c) fraksi NaHCO₃ pertama (d) fraksi NaHCO₃ kedua (e)fraksi NaHCO₃ ketiga (f) fraksi eter

Dari hasil pemantauan diatas, ternyata parasetamol dan deksametason dari sampel jamu simulasi belum dapat terekstraksi dilihat dari bercaknya juga tidak terlalu jelas terlihat. Hal ini dapat disebabkan karena konsentrasi analit yang terlalu kecil atau pelarutnya tidak sesuai polaritasnya dengan analit. Sehingga dicoba untuk optimasi pemisahan menggunakan metode ekstraksi fasa padat dengan mengikuti metode umum *protocol* SPE Oasis HLB hasilnya sebagai berikut:



Gambar 7: Hasil pemantauan optimasi ekstraksi dengan SPE ke-1 :

- (a) BP Parasetamol
- (b) BP Deksametason
- (c) filtrat jamu dalam etanol
- (d) sisa hasil retensi sampel
- (e) hasil pencucian ke- 1 dengan 5% metanol dalam air
- (f) hasil pencucian ke- 2 dengan 5% amonia dalam metanol-air
- (g) hasil elusi dengan 2% asam format dalam metanol-air



Gambar 7 Hasil pemantauan optimasi ekstraksi dengan SPE ke-2 :

- (a) BP Parasetamol
- (b) BP Dekسامetason
- (c) filtrat jamu dalam etanol
- (d) sisa hasil retensi sampel
- (e) hasil pencucian ke- 1 dengan 5% metanol dalam air
- (f) hasil pencucian ke- 2 dengan 2% asam format dalam metanol-air
- (g) hasil elusi dengan 5% amonia dalam metanol-air

Dari gambar 7 dan 8, tampak adanya parasetamol dan deksametason dalam filtrat dan hasil sisa retensi sampel. Hal ini tidak sesuai karena analit tidak teretensi pada sorben. Ada beberapa faktor yang menyebabkan hal tersebut terjadi karena sorben tidak kuat dalam menahan analit sehingga ketika diekstraksi, analit keluar begitu saja. Selain itu volume sampel yang dimasukkan ikut berpengaruh. Bila volume sampel banyak melebihi kapasitas kolom, maka kolom tidak mampu menahan analit sehingga analit keluar begitu saja.

E. Kesimpulan

Dari hasil pengembangan metode yang dilakukan, optimasi ekstraksi cair cair dan ekstraksi fasa padat belum mendapatkan hasil yang optimal dalam menarik parasetamol dan deksametason dalam jamu simulasi sehingga belum dapat dilakukan validasi metode untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif karena metode yang digunakan belum optimal

Daftar Pustaka

- Cook, Michael. 2000. *Encyclopedia Of Separation Science*. Academic Press
- Departemen Farmakologi dan Terapeutik FKUI. 1995. *Farmakologi dan Terapi edisi 4*. Gaya Baru. Jakarta
- Departemen Farmakologi dan Terapeutik FKUI. 2012. *Farmakologi dan Terapi edisi 5*. Balai penerbit FKUI. Jakarta
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 1990. *Permenkes RI No. 246/Menkes/Per/V/1990. Tentang Izin Usaha Industri Obat Tradisional dan Pendaftaran Obat Tradisional*. Depkes RI. Jakarta
- Direktorat Bina Produksi dan Distribusi Kefarmasian Direktorat Jenderal Bina Kefarmasian & Alat Kesehatan Bakti Husada. 2014. *Bahaya Bahan Kimia Obat (BKO) Pada Jamu*.
- DirektoratJendralPengawasanObatdanMakanan. 1995. *Farmakope Indonesia. Edisi IV*. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- Firdaus, M.Irfan dan Utami, Pri Iswati. 2009. Analisis Kualitatif Parasetamol Pada Sediaan Jamu Serbuk Pegal Linu Yang Beredar di Purwokerto . *ISSN Pharmacy, Vol. 06 No 02 Agustus 2009*
- Gandjar, L.G, Rohman,A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta
- Harmanto,Ning dan Subroto, M.Ahkam.2007. *PilihJamudan Herbal TanpaEfekSamping*.PT.Elex Media Komputindo.Jakarta

- Harmita. 2004. Review Artikel : Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol. I, No.3.*
- Johnson,L.Edward, Stevenson,Robert.1991.*Dasar Kromatografi Cair.* Penerbit ITB.Bandung
- Karina, Mulia Ade. 2013. *Optimasi dan validasi metode analisis Asam Mefenamat, Parasetamol, dan Ibuprofen dalam Jamu Encok secara KLT-Densitometri dan aplikasinya pada beberapa sampel.* Universitas Indonesia. Jakarta
- Kee, Joyce,L dan Hayes, Evelyn R. 1996. *Farmakologi, Pendekatan Proses Keperawatan.* EGC . Jakarta
- Mandalina. 2001. *Tesis : Analisis Sikap Konsumen Terhadap Pembelian Jamu Pegal Linu Merek Jamu Jago Di Kota Semarang .* Universitas Diponegoro. Semarang
- Menteri Kesehatan Republik Indonesia.1990. Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor: 246/Menkes/Per/V/1990 Tentang Izin Usaha Industri Obat Tradisional Dan Pendaftaran Obat Tradisional. Menteri Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta
- Meyer, V.R. 1998. *Practical High Performance Liquid Chromatography ed.3.* West Sussex. England
- Mycek, Mary J. Harvey,Richard A. Champe, Pamela C. 1995. *Farmakologi Ulasan Bergambar.* Widya Medika. Jakarta
- Redaksi Agromedia. 2008. *273 Ramuan Tradisional.* PT.Agromedia Pustaka. Jakarta
- Supelco. 1998. *Guide To Solid Phase Extraction.* Sigma Aldrich-Co
- Suprpti, Farida Agustyani. 2008. *Pengujian Bahan Kimia Obat Dalam Sediaan Jamu.* Universitas Padjajaran. Jatinangor
- WHO. 2003. *Traditional Medicine . Pemanfaatan Obat Tradisional Dengan Pertimbangan Manfaat dan Keamanannya.* Majalah Ilmu Kefarmasian Vol III. No. 1 Januari 2007
- Wijianto, Bambang. 2012. *Analisis Kandungan Parasetamol Pada Jamu Pegal Linu di Pontianak Dengan Menggunakan Metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan Spektrofotometri UV-VIS.* Universitas Tanjung Pura
- Wisnuwardhani,Hilda Aprilia; Fidrianny,Irda; dan Ibrahim, Slamet. 2013. Method Development For Simultaneous Analysis Of Steroid and Non Steroid Antiinflammatory Substances In Jamu Pegal Linu Using TLC Spektrophotodensitometry. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences Vol.5 Issue 4 2013.*
- Wonorahardjo,Surjani. 2013. *Metode-Metode Pemisahan Kimia.* Indeks. Jakarta