

Pengembangan Metode Analisis Ibuprofen sebagai Bahan Kimia Obat (Bko) di dalam Jamu Pegal Linu dengan Menggunakan Metode Kromatografi Lapis Tipis dan Spektrofotometri Uv-Vis

¹Mochamad Nazer, ²Hilda Aprilia, ³Endah Rismawati

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

e-mail: ¹nazermochamad@gmail.com, ²hilda.apriliah@gmail.com,

³endah.res@gmail.com

Abstrak. Pengembangan metode analisis ibuprofen sebagai bahan kimia obat (BKO) di dalam jamu pegal linu telah diteliti. Simplisia yang digunakan pada pembuatan jamu simulasi berupa *Zingiberis officinalis rhizoma*, buah cabe jawa (*Piperis retrofracti fructus*) dan rimpang temulawak (*Curcuma xanthorrhiza rhizoma*). Uji kualitatif menggunakan metode kromatografi lapis tipis dengan fase diam berupa silika gel GF₂₅₄, fase gerak berupa kloroform:etanol (95:5) dan penyemprot bercak spesifik ibuprofen. Uji kualitatif menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Validasi metode analisis yang dilakukan adalah keterulangan metode, kecermatan dan keseksamaan, linearitas, batas deteksi dan batas kuantisasi.

Kata kunci : Ibuprofen, Kromatografi lapis tipis, Spektrofotometer UV-Vis

A. Pendahuluan

Indonesia merupakan negara yang kaya akan sumber daya alamnya termasuk tanaman obat yang sangat subur berkembang di nusantara. Dari tanaman obat tersebut dapat dihasilkan banyak sediaan yang mampu diciptakan demi meningkatkan kesehatan masyarakat Indonesia. Salah satu pemanfaatan paling sederhana dari tanaman obat adalah dibuat menjadi obat tradisional.

Tetapi keamanan jamu mulai dipertanyakan setelah munculnya kasus-kasus penambahan bahan kimia obat (BKO) ke dalam jamu. Menurut Permenkes No.007 tahun 2012 jamu tidak diperbolehkan mengandung sedikitpun bahan kimia obat baik hasil isolasi atau sintetis yang berkhasiat sebagai obat.

Kandungan obat tradisional yang hanya terdiri dari tanaman-tanaman obat yang berasal dari alam memungkinkan obat tradisional hanya memberikan efek samping yang lebih kecil dibanding dengan obat modern. Selain itu harganya yang murah mampu menarik minat masyarakat untuk mengkonsumsinya.

Menurut laporan BPOM, telah ditemukan senyawa ibuprofen pada produk obat herbal yang memiliki khasiat sebagai penurun panas dan pegal linu (BPOM, 2010).

Berdasarkan uraian di atas, maka dapat dibuat perumusan masalah pada penelitian ini yaitu menentukan pemilihan metode analisis kualitatif dan kuantitatif yang tepat serta mengetahui keberadaan dan kadar BKO jenis ibuprofen yang terdapat pada jamu yang beredar di pasaran.

Maksud dari penelitian ini adalah memberikan informasi agar masyarakat lebih bisa berhati-hati dalam membeli jamu yang beredar di pasaran. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui metode analisis yang tepat dalam menentukan keberadaan dan kadar ibuprofen di dalam jamu pegal linu yang dijual di pasaran.

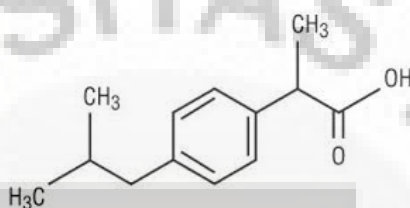
B. Landasan Teori

Obat tradisional adalah bahan atau ramuan yang berupa bahan tumbuhan, bahan hewan, bahan mineral, sediaan galenik atau campuran dari bahan-bahan tersebut, yang secara tradisional telah digunakan untuk pengobatan berdasarkan pengalaman (Ditjen POM, 1994).

Pengobatan tradisional dilarang menggunakan obat tradisional yang diproduksi oleh industri obat tradisional (pabrik) yang tidak terdaftar dan obat tradisional racikan yang bahan bakunya tidak memenuhi persyaratan kesehatan. Dimana obat tradisional dilarang mengandung etil alkohol lebih dari 1%, kecuali dalam sediaan tingtur yang pemakaiannya dengan pengenceran, bahan kimia obat yang merupakan hasil isolasi atau sintetik berkhasiat obat, narkotika atau psikotropika, dan atau bahan lain yang berdasarkan pertimbangan kesehatan dan atau berdasarkan penelitian membahayakan kesehatan.

Bahan kimia obat adalah zat kimia yang secara sengaja ditambahkan ke dalam obat tradisional atau jamu dengan tujuan untuk memperkuat khasiat dari sediaan obat tradisional tersebut (BPOM, 2010).

Ibuprofen atau asam 2-(-4-isobuilfenil) propionate dengan rumus molekul $C_{13}H_{18}O_2$ dan bobot molekul 206,28, rumus bangun dari ibuprofen adalah sebagai berikut :



Ibuprofen berupa serbuk hablur putih hingga hampir putih, berbau khas lemah dan tidak berasa dengan titik lebur $75,0 - 77,5^{\circ}\text{C}$. Ibuprofen praktis tidak larut dalam air, sangat mudah larut dalam etanol, dalam metanol, dalam aseton dan dalam chloroform serta sukar larut dalam etil asetat. Ibuprofen merupakan obat antiinflamasi non steroid (AINS) yang memiliki aksi farmakologi sebagai analgesik, antipiretik, dan antiinflamasi. Dosis ibuprofen yang digunakan untuk mengatasi reumatik adalah 0,4-1,8 g/hari (Depkes, 1995).

Kromatografi lapis tipis

Kromatografi lapis tipis (KLT) adalah metode kromatografi cair yang paling sederhana. Pada Kromatografi lapis tipis fase diamnya berupa lapisan tipis dan fase gerak mengalir karena kerja kapiler. Pada KLT, fase cair lapisan tipis (tebal 0,1-2 mm) yang terdiri dari bahan padat yang dilapiskan kepada permukaan penyangga datar yang biasanya terbuat dari kaca, tapi dapat pula terbuat dari pelat polimer atau logam. Lapisan melekat kepada permukaan dengan bantuan bahan pengikat, biasanya CaSO_4 atau amilum (Gritter; 1991).

Kromatografi lapis tipis merupakan teknik kromatografi yang menggunakan suatu adsorben yang disalutkan pada suatu lempeng kaca sebagai fase stationernya dan pengembangan kromatogram terjadi ketika fase mobile tertapis melewati adsorben tersebut. Kromatografi lapis tipis memiliki kelebihan yang nyata dibandingkan dengan kromatografi kertas selain karena nyaman dan cepat, ketajaman pemisahan dan kepekaannya lebih tinggi.

Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri UV-Sinar tampak adalah anggota teknik analisis spektroskopik yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat (190-380 nm) dan sinar tampak (380-780 nm) dengan memakai instrumen spektrofotometer. Prinsip kerja dalam spektrofotometri UV- Sinar tampak yaitu menggunakan sumber cahaya dari

sinar UV dan sinar tampak dengan pengaturan berkas cahaya menggunakan monokromator (Fessenden dan Fessenden, 1986).

Spektrofotometer terdiri atas spektrometer dan fotometer. Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Spektrofotometer tersusun atas sumber spektrum yang kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk larutan sampel atau blangko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antara sampel dan blangko ataupun pembanding (Khopkar, 1990).

Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Validasi metoda menurut *United States Pharmacopoeia* (USP) dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis yang digunakan akurat, spesifik dan reproduksibel serta tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis (Gandjar, *et al*, 2007).

C. Metode Penelitian

Ibuprofen pro analisis yang diperoleh dari Laboraturum Farmasi Terpadu B UNISBA, Plat pralapis KLT silika gel GF₂₅₄ dan preparatif, pelarut yang digunakan merupakan pelarut pro analisis yaitu kloroform, etanol, n-heksan, etilasetat, metanol, serbuk simplisia dari tanaman Jahe (*Zingiberis officinalis rhizoma*), buah Cabe Jawa (*Piperis retrofracti fructus*) dan rimpang Temulawak (*Curcume xanthorrhize rhizoma*).

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini meliputi : Mikroskop (CX 20 Olympus), Spektrofotometer UV-Vis Mini1240 (*Shimadzu*), oven (*Memmert*), alat-alat gelas, *chamber* kromatografi, pipa kapiler seukuran 5 µL (CAMAG), timbangan analitik (*Mettler Lotedo AL204*), lampu UV 254 nm dan 365 nm, *shaker* 3D.

Penelitian ini diawali dengan pengumpulan bahan simplisia yang sering digunakan dalam jamu pegal linu untuk dijadikan jamu simulasi, kemudian dilakukan pemeriksaan mikroskopis fragmen simplisia dari jamu simulasi yang dibandingkan dengan fragmen yang tertera pada Farmakope Herbal Indonesia tahun 2008.

Tahap kedua dilakukan optimasi terhadap seluruh aspek/kondisi kromatografi lapis tipis meliputi optimasi fase diam dan optimasi fase gerak yang dilihat dari tingkat kepolarannya ataupun secara umum dapat dipilih berdasarkan pustaka yang digunakan, lalu optimasi kondisi pengujian alat uji yang mencakup pencucian dan pengaktifasian plat KLT, penjenhuan bejana agar mampu menghasilkan pemisahan yang sempurna.

Tahap ketiga merupakan proses penotolan preparat jamu simulasi pada plat KLT yang digunakan, lalu dilakukan pengembangan sampel jamu simulasi di dalam *chamber*/bejana yang telah dijenuhkan. Kemudian hasil dari penotolan tersebut dideteksi di bawah sinar ultraviolet 254 nm dan 366 nm.

Tahap keempat adalah validasi metode analisis yang ditujukan untuk mengetahui apakah kinerja dari metode yang dilakukan telah memenuhi persyaratan dan menunjukkan nilai yang diinginkan. Dimana suatu tes atau instrumen pengukuran dapat dikatakan mempunyai validitas yang tinggi apabila alat tersebut menjalankan fungsi ukurnya dengan baik. Selanjutnya dilakukan tahap perhitungan parameter pengujian validasi metode analisis mencakup kecermatan, keseksamaan, linieritas, batas deteksi dan batas kuantitasi. Selanjutnya, pengujian sampel jamu pegal linu dilakukan menggunakan metode percobaan yang telah divalidasi.

D. Hasil dan Pembahasan Uji Kualitatif Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis

Uji identifikasi yang telah dilakukan menggunakan kromatografi lapis tipis dengan eluen berupa kloroform:etanol (95:5) menghasilkan kromatogram dengan nilai R_f 0,66. Penampak bercak yang digunakan merupakan penampak bercak spesifik ibuprofen yaitu larutan kalium permanganat ($KMnO_4$) yang dilarutkan dalam asam sulfat (H_2SO_4). (Florey, 1974). Bercak yang timbul disebabkan karena kalium permanganat dan asam sulfat yang bersifat oksidator sehingga akan menyebabkan pembakaran pada plat KLT yang telah ditotolkan larutan pembanding ibuprofen.

Uji Kuantitatif Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Uji kuantitatif yang telah dilakukan adalah pengukuran panjang gelombang serapan maksimum (λ_{max}) dari larutan stok pembanding yang dibuat dengan melarutkan 50 mg ibuprofen dalam 10 mL etanol. Dari larutan tersebut diperoleh nilai (λ_{max}) sebesar 275nm.

Validasi metode yang dilakukan adalah uji keterulangan penotolan yang bertujuan untuk menentukan derajat kedekatan antar hasil analit dengan nilai kadar analit yang sebenarnya yang ditunjukkan dengan nilai % simpangan baku relatif (Anonim 2, 2007). Dari pengujian yang dilakukan, diperoleh data sebagai berikut :

C (mg/mL)	Absorbansi
5	0,549
5	0,545
5	0,558
5	0,567
5	0,583
5	0,534
Rata-rata	0,556
SD	0,017
SBR	3,123

Selanjutnya telah dilakukan uji kecermatan dan keseksamaan yang bertujuan untuk menentukan derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang ditunjukkan dengan nilai %simpangan baku relatif dan % perolehan kembali. Data yang diperoleh adalah sebagai berikut :

C (mg/mL)	ABS	Kadar	% recovery	Rata-rata	SD	SBR
6	0,343	1,739	28,990	33,805	7,398	21,885
6	0,354	1,806	30,101			
6	0,475	2,539	42,323			
8	0,490	2,630	32,879	33,258	1,002	3,013
8	0,485	2,600	32,500			
8	0,510	2,752	34,394			
10	0,550	2,994	29,939	29,919	0,576	1,925
10	0,540	2,993	29,333			
10	0,559	3,048	30,485			

Selanjutnya telah dilakukan uji linearitas, batas deteksi dan batas kuantisasi dengan menggunakan larutan seri yang dibuat dari larutan stok pembanding ibuprofen. Uji inearitas merupakan pengujian yang bertujuan untuk memberikan data langsung dalam bentuk matematika yang ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi dan koefisien variansi regresi linier. Sementara Batas deteksi merupakan jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko, batas deteksi merupakan uji batas. Batas kuantisi merupakan kuantitas

terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Harmita, 2004). Data yang diperoleh adalah sebagai berikut:

C (mg/mL)	Absorbansi	$\bar{y}$	$y-\bar{y}$	$(y-\bar{y})^2$
2,2	0,317	0,307	0,010	0,000
2,6	0,395	0,373	0,022	0,000
3	0,411	0,439	0,028	0,001
3,4	0,504	0,505	0,001	0,000
3,8	0,536	0,571	0,035	0,001
4,2	0,667	0,637	0,040	0,002
Jumlah $(y-\bar{y})^2$		0,004		
Rata-rata C		3,200		
S y/x		0,032		
Sxo		0,196		
Vxo		6,061		
Batas deteksi		0,589		
Batas kuantisasi		1,962		

D. Kesimpulan

Telah diperoleh metode analisis kualitatif dan kuantitatif ibuprofen dalam jamu pegal linu dengan metode KLT-Spektrofotometri UV-Vis. Fase diam berupa silika gel GF₂₅₄ dengan fase gerak berupa kloroform:etanol (95:5). Penyemprot bercak yang digunakan merupakan penyemprot bercak spesifik ibuprofen.

Hasil validasi metode analisis meliputi validasi keterulangan penotolan dengan nilai % simpangan baku relatif (SBR) sebesar 3,123. Pada uji kecermatan didapat nilai % perolehan kembali dengan rata-rata 33,850; 33,258; 29,919 %. Sedangkan untuk uji keseksamaan diperoleh nilai % simpangan baku relatif sebesar 21,885; 3,013; 1,925. Pada uji linearitas diperoleh nilai r sebesar 0,948 dan nilai koefisien variasi regresi linier (V_{x0}) sebesar 6,061 %. Pada uji batas deteksi dan uji batas kuantisasi diperoleh nilai LoD sebesar 0,589 mg/mL dan nilai LoQ sebesar 1,962 mg/mL. Dari hasil analisis kualitatif 10 sampel jamu pegal linu tidak ditemukan jamu mengandung BKO ibuprofen.

Daftar Pustaka

- Anonim 2 (2007). *The United States Pharmacopoeia 30- The National Formulary 25*. United States Pharmacopoeial Convention, Badan Pengawasan Obat dan Makanan. (2010). *Produk yang mengandung bahan kimia obat*. BPOM, Jakarta
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1995). *Farmakope Indonesia, Edisi IV*, Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan, Jakarta
- Dirjen POM RI. (1994). *Petunjuk Pelaksanaan Pembuatan Obat Tradisional Yang Baik (CPOTB)*. Jakarta : Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Egon, Stahl. (1985). *Analisis Obat Secara Kromatografi dan Mikroskopi*. Penerbit ITB. Bandung
- Fessenden, R.J., dan Fessenden, J.S. (1986). *Kimia Organik*, ed 3, terjemahan A. H. Pudjaatmaka, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Florey, *Analytical Profiles of Drug Substances*, Volume 3, Academic Press, New York and London, 1974, p.7- 94.
- Gandjar, G.H., dan Rohman, A., (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar: Yogyakarta: hal.120, 164, 166.
- Gritter, R. J, James M. Bobbit, Arthur E.S., 1991. *Pengantar Kromatografi*. Penerbit ITB. Bandung