

Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Bahan Kimia Obat Parasetamol dan Deksametason pada Jamu Pegal Linu yang Beredar di Perdagangan dengan Menggunakan Metode Ekstraksi Fase Padat – Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Qualitative and Quantitative Analysis of Chemical Adulteration Paracetamol and Dexamethasone in Jamu Pegal Linu at Trade with Solid Phase Extraction - High Performance Liquid Chromatography Method

¹Dila Suci Aulia, ²Hilda Aprilia, ³Reza Abdul Kodir

^{1,2,3}*Prodi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Bandung, Jl. Tamansari No. 1 Bandung 40116*

email: ¹dilasaulia@gmail.com, ²hilda.aprilia@gmail.com, ³reza.adbul.kodir@gmail.com

Abstract. Chemicals Adulteration (BKO) in herbal medicine can cause various side effects if used long term. This study was conducted to determine whether or not the presence of paracetamol and dexamethasone BKO and calculate how much content is contained. Tests performed include qualitative and quantitative tests as well as sample preparation using the SPE. The results of the microscopic test and TLC test sample B was suspected of containing paracetamol, the sample A suspected of containing paracetamol and dexamethasone, while sample C wasn't contained any of it. Result of quantitative analysis, showed that sample B contained 0.00434022 gram/ 5 gram of paracetamol and sample A contained 0.0027826 gram/ 5 gram of paracetamol and 0.00018195 gram/ 5 gram of dexamethasone. Analytical method verification showed that the analytical method had the recovery 24,405 % for paracetamol and 173,222 % for dexamethasone. The repeatability of analytical method met the requirement of relative standard deviation 0,726 % of paracetamol and 2,220% of dexamethasone. Linearity of analytical method showed that the method met the requirement of coefficient of correlation and coefficient of linear regression both for paracetamol and dexamethasone.

Keywords : Jamu, Chemical adulteration, SPE, HPLC.

Abstrak. Bahan kimia obat (BKO) dalam jamu dapat menyebabkan berbagai efek samping jika digunakan jangka panjang. penelitian ini dilakukan untuk mengetahui ada atau tidaknya keberadaan bko parasetamol dan deksametason dan menghitung seberapa besar kadar yang terkandung. pengujian yang dilakukan meliputi uji kualitatif dan kuantitatif serta preparasi sampel dengan menggunakan EFP. Hasil dari uji mikroskopik dan uji KLT sampel B diduga mengandung parasetamol, sampel A diduga mengandung parasetamol dan deksametason dan sampel C tidak mengandung keduanya. Hasil dari pengujian menggunakan KCKT kadar BKO yang diperoleh dari sampel B sebesar 0.00434022 gram/ 5 gram parasetamol, sampel A mengandung 0.0027826 gram/ 5 gram parasetamol and 0.00018195 gram/ 5 gram deksametason. Hasil akurasi didapat perhitungan persen perolehan kembali yaitu sebesar 24,405 % untuk parasetamol dan 173,222 % untuk deksametason. hasil presisi diperoleh perhitungan SBR yaitu sebesar 0,726 % untuk parasetamol dan sebesar 2,220% untuk deksametason. Hasil linieritas diperoleh persamaan untuk standar parasetamol dan standar deksametason.

Kata Kunci : Jamu, BKO, EFP, KCKT.

A. Pendahuluan

Meningkatnya minat masyarakat terhadap jamu mengakibatkan persaingan yang tinggi di kalangan produsen obat tradisional, sehingga terdapat beberapa produsen jamu nakal yang sengaja menambahkan BKO untuk menambah khasiat. Penambahan BKO tidak dibenarkan karena dapat menimbulkan interaksi pada beberapa bahan yang terkandung dalam jamu dengan BKO tersebut. Apabila jamu digunakan dalam jangka panjang dan tanpa ada pengawasan dokter dapat menyebabkan berbagai efek samping. Beberapa BKO yang sering ditambahkan ke dalam jamu pegal linu yaitu parasetamol dan deksametason.

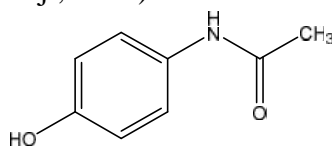
Metode pengujian terhadap BKO dalam jamu salah satunya dengan KLT, namun pengujian ini hanya secara kualitatif. Oleh karena itu, diperlukan pengujian secara kuantitatif untuk mengetahui seberapa besar kadar BKO parasetamol dan deksametason pada beberapa jamu pegal linu yang ada di perdagangan. Sebelumnya telah dilakukan pengembangan metode analisis kualitatif dan kuantitatif bahan kimia obat pada jamu pegal linu dengan metode EFP dan KCKT (Sartika, et. al, 2015). Sehingga metode yang akan digunakan untuk uji kuantitatif pada penelitian ini yaitu dengan menggunakan metode EFP dan KCKT.

Berdasarkan permasalahan di atas maka perlu dilakukan penelitian ini dengan tujuan untuk melihat keamanan jamu pegal linu yang ada di perdagangan dengan mengetahui kadar BKO didalamnya maka dapat dilakukan uji toksisitas terhadap jamu pegal linu yang mengandung BKO tersebut. Serta dapat memberikan pengetahuan untuk masyarakat sehingga masyarakat lebih waspada dalam menggunakan produk jamu pegal linu.

B. Landasan Teori

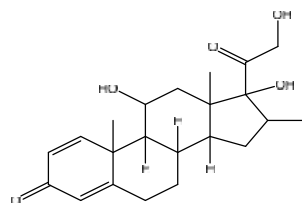
Jamu adalah obat tradisional yang merupakan bahan atau ramuan yang secara turun temurun berdasarkan pengalaman telah digunakan untuk pengobatan. (Depkes RI, 1992). Jamu adalah obat tradisional Indonesia (Peraturan Kepala BPOM, ayat 2).

BKO adalah kategori obat keras. Biasanya, di dalam obat terdapat takaran atau dosisnya karena jika obat-obat itu digunakan lebih dari dosisnya. Maka, akan berdampak buruk pada kesehatan. Apabila masyarakat mengkonsumsi obat tradisional atau jamu yang mengandung BKO tersebut, akan mengalami risiko gangguan kesehatan serius, terutama pada lambung, jantung, ginjal, dan hati. Bahkan, bisa berujung pada kematian (Sudarmadji, 2010).



Gambar 1. Struktur Parasetamol

Parasetamol merupakan serbuk hablur putih, tidak berbau, memiliki rasa sedikit pahit, larut dalam air mendidih dan dalam NaOH 1 N serta mudah larut dalam etanol, memiliki rumus molekul $C_8H_9NO_2$ dan berat molekul 151,16 (Ditjen POM, 1995).



Gambar 2. Struktur Deksametason

Deksametason memiliki rumus molekul $C_{22}H_{29}FO_5$, berat molekul 392,47, nama kimia 9-Fluoro-11,17,21-trihidroksi-16-metilpregna-1,4-diena-3,20-dion, pemerian serbuk hablur, putih sampai praktis putih, tidak berbau, stabil diudara. Melebur pada suhu lebih kurang 250° disertai peruraian, kelarutan praktis tidak larut dalam air, agak sukar larut dalam aseton, dalam etanol, dalam dioksan dan dalam methanol, sukar larut dalam kloroform dan sangat sukar larut dalam eter (Ditjen POM, 1995).

EFP merupakan teknik yang relatif baru, akan tetapi EFP cepat berkembang sebagai alat yang utama untuk pra-perlakuan sampel atau untuk *clean-up* sampel-sampel yang kotor, misalnya sampel-sampel yang mempunyai kandungan matriks yang tinggi seperti garam-garam, protein, polimer, resin dan lain-lain (Gandjar, 2012. Hal 52).

Kerja HPLC pada prinsipnya adalah pemisahan analit-analit berdasarkan kepolarannya, alatnya terdiri dari kolom (sebagai fasa diam) dan larutan tertentu sebagai fasa geraknya. Yang paling membedakan HPLC dengan kromatografi lainnya adalah pada HPLC digunakan tekanan tinggi untuk mendorong fasa gerak. Campuran analit akan terpisah berdasarkan kepolarannya, dan kecepatannya untuk sampai ke detektor (waktu retensinya) akan berbeda, hal ini akan teramati pada spektrum yang puncak-puncaknya terpisah (Gritter, et al, 1991).

C. Hasil Penelitian dan Pembahasan

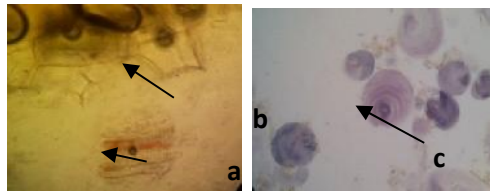
Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui seberapa besar kadar BKO deksametason dan parasetamol dalam beberapa sampel jamu pegal linu. Pemilihan sampel dilakukan dipilih berdasarkan 2 kriteria. Pertama sampel yang banyak digunakan pada daerah dengan aktivitas tinggi seperti pasar, terminal, dan sebagainya. Kedua pemilihan toko yang menjual jamu, maka pada penelitian ini metode sampling yang digunakan mendekati 2 metode yaitu metode *snowball* dan metode *purposive*.

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan, diantaranya uji kualitatif dengan uji mikroskopik dan KLT serta uji kuantitatif dengan menggunakan KCKT. Selain itu, preparasi sampel untuk KCKT dilakukan dengan EFP.

Pada awal penelitian dilakukan uji mikroskopik terhadap jamu simulasi diantaranya serbuk simplisia *Curcumae xanthorrhizae rhizoma* (rimpang temulawak), *Curcumae domesticae rhizoma* (rimpang kunyit) dan *Zingiberis officinalis rhizoma* (rimpang jahe) serta sampel jamu pegal linu di perdagangan. Kemudian pada akhir penelitian dilakukan kembali pemeriksaan mikroskopik terhadap standar BKO parasetamol dan deksametason.

Berdasarkan hasil pemeriksaan mikroskopik terhadap jamu simulasi dapat dilihat beberapa fragmen khas dari *Curcumae xanthorrhizae rhizoma* (rimpang temulawak), *Curcumae domesticate rhizoma* (rimpang kunyit) dan *Zingiberis*

officinalis rhizoma (rimpang jahe). Hasil pemeriksaan mikroskopik dapat dilihat pada **Gambar 3**.

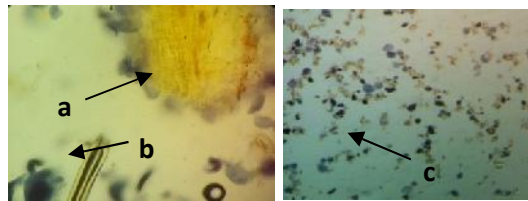


Gambar 3. Pemeriksaan mikroskopik fragmen penanda pada *Curcuma xanthorrhizae*

Rhizome

Keterangan : (a) berkas pembuluh; (b) parenkim; (c) pati. Masing – masing dengan perbesaran 400 x dengan reagen kloral hidrat dan I₂KI.

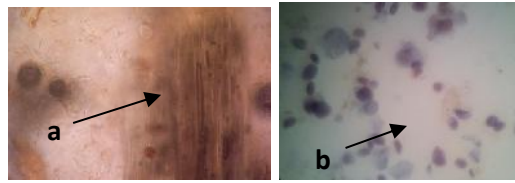
Pada pustaka fragmen pengenal dari serbuk simplisia *Curcuma xanthorrhizae rhizoma* diantaranya berkas pembuluh, warna kuning intensif, parenkim dan butir pati. (Materia Medika Indonesia Ed. III, Hal. 69). Hasil pemeriksaan pada penelitian ini dapat dilihat pada gambar **Gambar 3**. fragmen dari rimpang temulawak yaitu berkas pembuluh, parenkim dan pati. Bentuk pati dari simplisia di atas menunjukkan bahwa terdapat hilus yang menjadi intinya dan terdapat lapisan – lapisan yang disebut dengan lamela. Karena dari hasil rujukan sama dengan hasil pemeriksaan penelitian, maka dapat dikatakan serbuk simplisia tersebut merupakan serbuk simplisia *Curcuma xanthorrhizae rhizoma*.



Gambar 4. Pemeriksaan mikroskopik fragmen penanda pada *Curcuma domesticae rhizome*

Keterangan : (a) parenkim ; (b) rambut penutup ; (c) pati. Masing – masing dengan perbesaran 400 x dan 100x dengan reagen kloral hidrat dan I₂KI.

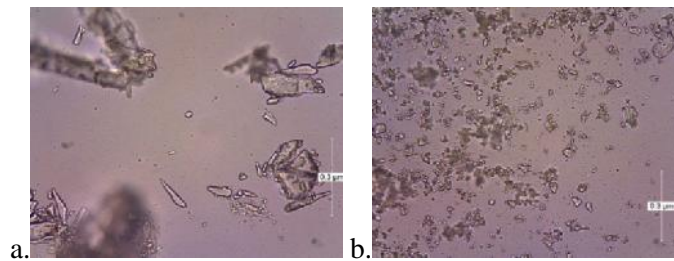
Pada pustaka fragmen khas dari serbuk simplisia *Curcuma domesticae rhizoma* diantaranya butir pati, berkas pembuluh tangga dan jala, rambut penutup dan parenkim (Materia Medika Indonesia Ed. I, Hal. 50). Hasil pemeriksaan pada penelitian ini dapat dilihat pada gambar **Gambar 4**. beberapa fragmen khas dari rimpang kunyit yaitu parenkim, rambut penutup dan pati, dimana pati dari rimpang kunyit memiliki bentuk yang khas yaitu berbentuk bulat oval dengan ujung sedikit meruncing. Karena dari hasil rujukan sama dengan hasil pemeriksaan penelitian, maka dapat dikatakan serbuk simplisia tersebut merupakan serbuk simplisia *Curcuma domesticae rhizoma*.



Gambar 5. Pemeriksaan mikroskopik fragmen penanda pada *Zingiberis officinalis rhizome*

Keterangan : (a) berkas pembuluh; (b) pati. Masing – masing dengan perbesaran 400 x dengan reagen kloral hidrat dan I₂KI.

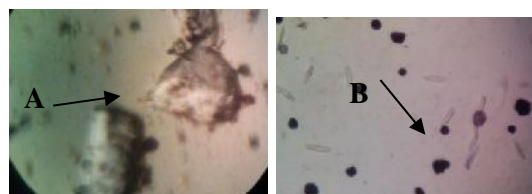
Pada pustaka fragmen khas dari serbuk simplisia *Zingiberis officinalis rhizoma* diantaranya berkas pembuluh, butir pati dan kelenjar minyak (Materia Medika Indonesia Ed. II, Hal. 120). Hasil pemeriksaan pada penelitian ini dapat dilihat pada gambar **Gambar 5.** dapat dilihat beberapa fragmen khususnya yaitu berkas pembuluh dan pati, dimana bentuk pati dari rimpang jahe ini memiliki bentuk yang khas yaitu bulat agak lonjong. Karena dari hasil rujukan sama dengan hasil pemeriksaan penelitian, maka dapat dikatakan serbuk simplisia tersebut merupakan serbuk simplisia *Zingiberis officinalis rhizoma*.



Gambar 6. Hasil mikroskopik standar parasetamol

Keterangan : (a) dan deksametason (b). Masing – masing dengan menggunakan pereaksi oleum cocos dengan pembesaran 400x menggunakan Optilab.

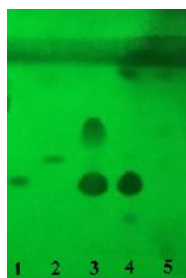
Pada gambar **Gambar 6.** dapat dilihat bahwa bentuk dari kristal parasetamol dan deksametason berupa kristal prismatic, ukuran kristal dari parasetamol lebih besar dibandingkan dengan deksametason, ukuran kristal deksametason rata – rata panjang dan lebarnya antara 0,05 μm – 0,1 μm dan ukuran kristal parasetamol mendekati rata – rata panjang dan lebarnya antara 0,1 μm – 0,2 μm . Warna dari kedua kristal tersebut transparan.



Gambar 7. Hasil mikroskopik sampel jamu pegal linu, (a) sampel A; (b) sampel B.

Pada **Gambar 7**, dapat dilihat bahwa sampel A dan B bentuk kristalnya seperti kristal parasetamol, sedangkan sampel C diduga kristal lain selain parasetamol dan deksametason.

Pengujian dengan KLT ini dilakukan terhadap 3 sampel jamu pegal linu diperdagangan dan standar parasetamol serta standar deksametason. Eluen yang digunakan pada KLT yaitu kloroform : metanol = 9 : 1 (v/v). Digunakan campuran kedua pelarut tersebut karena campuran kedua pelarut tersebut dapat menarik sampel dengan baik dan pemisahannya pun terjadi dengan baik. Hasil pengujian KLT dapat dilihat pada **Gambar 8**.



Gambar 8. Hasil KLT sampel jamu pegal linu di perdagangan dan standar parasetamol dan deksametason (1 = parasetamol; 2 = deksametason; 3 = sampel A; 4 = sampel B; 5 = sampel C).

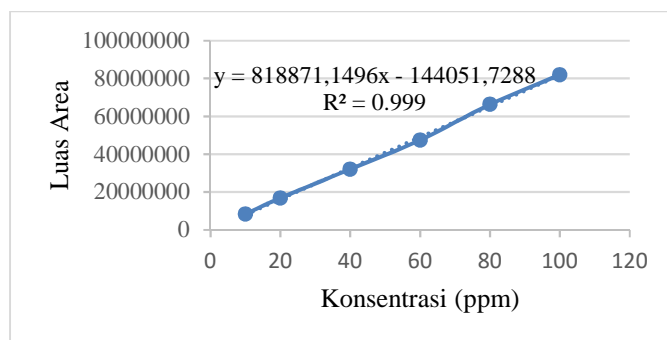
Pada **Gambar 8**, dapat dilihat bahwa sampel A mengandung parasetamol, sedangkan sampel B mengandung parasetamol dan deksametason serta sampel C tidak mengandung keduanya. Pelarut yang digunakan untuk melarutkan sampel, standar parasetamol dan standar deksametason yaitu etanol dengan volume penotolan 1 μ l menggunakan pipet mikro dan jarak penotolan 1 cm. Nilai Rf yang dihasilkan dari tiap harinya berbeda – beda, akan tetapi nilai Rf yang diperoleh memenuhi standar yaitu berada pada rentang 0,2 – 0,8.

Preparasi sampel dengan EFP dilakukan agar larutan sampel yang dihasilkan lebih bersih dan pengotor yang ada pada sampel lebih berkurang. Sebelumnya sampel yang akan dilakukan preparasi dengan EFP dikocok terlebih dahulu dengan menggunakan vortex agar kecepatan pengocokan konstan dan homogen. Sistem ekstraksi yang digunakan yaitu tipe fase balik, dimana fase diamnya merupakan C – 18 yang merupakan *sorbent universal tipe reversed phase*. Tahapan dari preparasi dengan EFP ini ada 4 tahap.

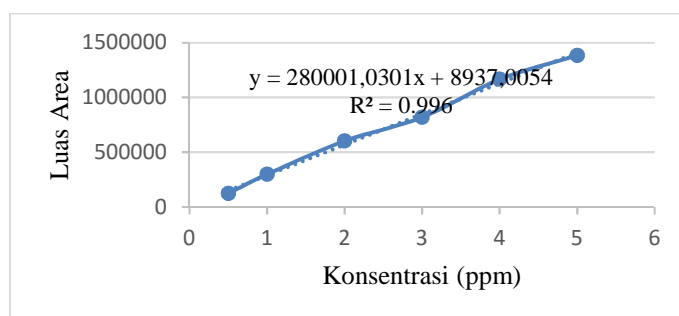
Pertama pengondisian yaitu dengan menggunakan metanol dan aquadest, tujuannya yaitu untuk menciptakan kondisi nilai pH yang sama. Kedua retensi sampel yaitu dengan cara sampel dilarutkan dalam asam format dalam aquadest, tujuan dari retensi sampel yaitu untuk menahan sampel agar tertahan pada fase diam. Ketiga dilakukan pencucian dengan aquadest, dilakukan pencucian untuk menghilangkan matriks yang tidak diinginkan sehingga yang terjerap pada kolom hanya senyawa yang diinginkan saja. Matriks yang tidak diinginkan diantaranya matriks yang bersifat polar. Serta tahap terakhir yaitu pengelusian, dilakukan dengan menggunakan NH₄OH dalam metanol. Pengelusian ini dilakukan untuk menarik senyawa yang diinginkan dari kolom, sehingga pada saat pengujian dengan KCKT akan lebih mudah.

Pengujian dengan KCKT dilakukan untuk mengetahui kadar BKO parasetamol dan deksametason yang terkandung dalam sampel jamu pegal linu yang ada di perdagangan. Kolom yang digunakan yaitu kolom Zorbax ODS 4,6 nm ID x 250 nm

(5 μ m). Tipe elusi yang digunakan yaitu tipe gradient dengan menggunakan aquabidest : metanol. Pada pengujian ini terlebih dahulu dilakukan Uji Kesesuaian Sistem (UKS) uji dilakukan dengan cara menginjeksikan larutan standar sebanyak 7 kali dan konsentras yang digunakan yaitu 100 ppm baik untuk standar parasetamol maupun untuk standar deksametason. Hasil perhitungan SBR yang diperoleh dari standar parasetamol yaitu 0,226 % dan standar deksametason yaitu 1,239 %. Dimana keduanya memenuhi syarat karena berada dibawah 2%. Setelah dilakukan UKS dilakukan uji kurva kalibrasi. Berikut kurva baku parasetamol dan deksametason :



Gambar 9. Kurva Baku Parasetamol



Gambar 10. Kurva Baku Deksametason

Dari kurva baku tersebut dapat diperoleh persamaan regresi linier, kemudian dari persamaan tersebut dapat konsentrasi dari sampel dengan dikalikan faktor pengencernya, kemudian dapat ditentukan kadar parasetamol dan deksametason. Hasil perhitungan kadar parasetamol dari kelima sampel yaitu secara berurutan sampel B sebesar 0,00434022 gram/ 5 gram parasetamol, sedangkan sampel A yaitu sebesar 0,0027826 gram/ 5 gram parasetamol sebesar 0,00018195 gram/ 5 gram. Selanjutnya sebelum dilakukan kinerja analitis yang meliputi akurasi, presisi dan linieritas. Akurasi dilakukan dengan menggunakan tiga konsentrasi yang berbeda. Hasil perhitungan persen perolehan kembali yang diperoleh dari percobaan yaitu sebesar 24,405 % untuk parasetamol dan 173,222 % untuk deksametason. Presisi dilakukan dengan menggunakan satu konsentrasi yaitu konsentrasi tengah. Kriteria penerimaan untuk presisi dalam penetapan kadar yaitu SBR harus < 2%. Hasil perhitungan SBR yang diperoleh dari percobaan yaitu sebesar 0,726 % untuk parasetamol dan sebesar 2,220% untuk deksametason, dimana hasil perhitungan ini sudah memenuhi syarat. Linieritas dilakukan dengan menginjeksi beberapa seri konsentrasi dari standar parasetamol dan deksametason. Persamaan yang dihasilkan dari deret konsentrasi standar parasetamol adalah $y=818871,1496x-144050,7288$ dengan $r = 0.999$ dan koefisien variansi regresi

liniernya yaitu sebesar 2,3%. Serta Persamaan yang dihasilkan dari deret konsentrasi standar deksametason adalah $y = 280001,0301 x + 8937,0054$ dengan $r = 0.996$ dan koefisien variansi regresi liniernya sebesar 4,7%.

D. Kesimpulan

Sampel yang digunakan pada penelitian ini sebanyak 3 sampel yaitu sampel A, B dan C. Sampel terdiri dari 2 sampel dalam bentuk sediaan kapsul dan 1 sampel dalam bentuk sediaan serbuk. Dari 3 sampel yang positif mengandung parasetamol yaitu sebanyak 2 sampel yaitu sampel A dan B dan yang mengandung deksametason sebanyak 1 sampel yaitu sampel B. Hasil perhitungan kadar parasetamol dan deksametason dalam setiap sachetnya yaitu hasil perhitungan kadar parasetamol dari kedua sampel yaitu sampel B adalah sebesar 0,00434022 gram/ 5 gram parasetamol. Sedangkan hasil perhitungan kadar sampel B yaitu sebesar 0,0027826 gram/ 5 gram untuk parasetamol dan 0,00018195 gram/ 5 gram untuk deksametason.

Daftar Pustaka

- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 1977. *Materia Medika Indonesia Jilid I*. Jakarta : Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan. Hal. 50 – 51.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 1978. *Materia Medika Indonesia Jilid II*. Jakarta : Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan. Hal. 68 – 69.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 1979. *Materia Medika Indonesia Jilid III*. Jakarta : Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan. Hal. 119 – 120.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 1992. *UU RI No.23 Tahun 1992 Tentang Kesehatan*.
- Depkes RI.
- Ditjen POM. 1995. *Farmakope Indonesia*. Edisi IV. Jakarta : Departemen Kesehatan RI.
- Ditjen POM. 1986. *Sediaan Galenik*. Jilid II. Jakarta : Departemen Kesehatan RI.
- Gandjar, I. G dan Abdul, R. 2012. *Kimia Farmasi analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Gritter, R.J., Bobbit, J.M., dan Swharting, A.E. 1991. *Pengantar Kromatografi. Edisi Kedua*. Bandung : ITB.
- Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor : HK.00.05.41.1384 Tentang Kriteria dan Tata Laksana Pendaftaran Obat Tradisional, Obat Herbal Terstandar dan Fitofarmaka BAB I Ketentuan Umum Pasal 1 Ayat 1 – 4.
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 007 Tahun 2012 Tentang Registrasi Obat Tradisional.
- Sartika, Dewi., Hilda Aprilia Wisnuwardhani., Bertha Rusdi .2015. *Jurnal : Optimasi Ekstraksi Fase Padat dan KCKT untuk Analisis Kuantitatif Bahan Kimia Obat Parasetamol dan Deksametason dalam Jamu Pegal Linu*.
- Suherman, K.S. 2007. *Adrenokortikotropin, Adrenokortikosteroid, Analog Sintetik dan Antagonisnya*. Dalam Farmakologi dan Terapi. Edisi kelima. Jakarta: Penerbit Bagian farmakologi FKUI.