

Validasi Metode Analisis Bahan Kimia Obat dalam Jamu Pegel Linu dan Reumatik dengan metode KLT-Spektrofotometri UV-Visibel

by Perdana Priya Haresmita

Submission date: 25-Aug-2023 10:08PM (UTC+0700)

Submission ID: 2151214839

File name: Analit_Perdana_2023.docx (720.12K)

Word count: 4155

Character count: 24964

Validasi Metode Analisis Bahan Kimia Obat dalam Jamu Pegel Linu dan Reumatik dengan metode KLT-Spektrofotometri UV-Visibel

Perdana Priya Haresmita*, Arief Kusuma Wardani, Diva Laila Ramadhani, Anna Sa'dia Azri, Nindya Yunia Putri, Mayla Eka Nadia, Dwibara Bayuaji

Program Studi Farmasi, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Muhammadiyah Magelang
Jl. Mayjend. Bambang Soegeng Km. 5, Mertoyudan, Magelang, Jawa Tengah, 56172

Correspondence Author: perdanapriyaharesmita@unimma.ac.id

Diterima
xx.xx.xxxx

Direvisi
xx.xx.xxxx

Dipublikasikan
xx.xx.xxxx

© Penulis 2023

PISSN 2540-8224
EISSN 2540-8267



Penerbit:
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung

ABSTRAK

Jamu adalah obat tradisional Indonesia. Jamu pegel linu dan reumatik merupakan salah satu jenis produk obat tradisional yang paling banyak dikonsumsi oleh masyarakat, sehingga termasuk jenis sediaan obat tradisional yang rawan terhadap penambahan bahan kimia obat (BKO). Segala jenis obat tradisional dilarang mengandung bahan kimia hasil isolasi atau sintetik yang berkhasiat obat. Sampel jamu pegel linu dan reumatik dibeli dari daerah Grobogan, Jawa Tengah dan Gunungkidul, Daerah Istimewa Yogyakarta. Sampel dibeli dari daerah Grobogan, Jawa Tengah sebanyak dua sampel sementara empat sampel dibeli dari daerah Gunungkidul sehingga total sampel yang digunakan adalah enam sampel. Standar yang digunakan adalah asam mefenamat, fenilbutazon dan natrium diklofenak dalam bentuk serbuk. Analisis kualitatif dilakukan dengan metode kromatografi lapis tipis dan analisis kuantitatif dipilih metode spektrofotometri uv-visibel. Validasi metode analisis dilakukan dengan menetapkan empat parameter yaitu linieritas, presisi, batas deteksi dan batas kuantitasi. Adanya informasi tentang kandungan BKO dalam obat tradisional yang beredar di daerah Grobogan dan Gunungkidul serta referensi metode analisis yang valid akan sangat membantu pemerintah dan akademisi dalam edukasi masyarakat terhadap bahaya konsumsi obat tradisional dengan BKO dalam jangka waktu yang lama. Hasil penelitian menunjukkan 3 dari 6 sampel mengandung bahan kimia obat dan metode analisis yang dilakukan valid.

Kata kunci: BKO, asam mefenamat, fenilbutazon, natrium diklofenak, validasi

ABSTRACT

Jamu is a traditional Indonesian medicine. Herbal medicine for rheumatism and “pegal linu” is one of the most widely consumed types of traditional medicinal products by the public, so it is a type of traditional medicinal preparation that is prone to the addition of chemical drugs (BKO). All types of traditional medicines are prohibited from containing isolated or synthetic chemicals with medicinal properties. Samples of rheumatism and “pegal linu” jamu were purchased from Grobogan, Central Java, and Gunungkidul, Yogyakarta. Two samples were purchased from Grobogan, while four samples were purchased from Gunungkidul. The standards used were mefenamic acid, phenylbutazone, and diclofenac sodium. Qualitative analysis was carried out using thin-layer chromatography and quantitative analysis using UV-visible spectrophotometry. Validation of the analytical method is carried out by setting four parameters: linearity, precision, limit of detection, and limit of quantitation. Information about the content of BKO in traditional medicines circulating in the Grobogan and Gunungkidul areas, as well as references to valid analytical methods, will greatly assist the government and academics in educating the public about the dangers of long-term consumption of traditional medicine with BKO. The results showed that three of the six samples contained BKO, and the analytical method was valid.

Keywords: chemical drugs, mefenamic acid, phenylbutazone, diclofenac sodium, validation

PENDAHULUAN

Jamu dan obat tradisional harus bebas dari bahan kimia obat baik sintetis maupun isolat yang mempunyai khasiat obat (Anonim, 2012, hlm. 20122). Hal tersebut menegaskan bahwa jamu dan obat tradisional tidak boleh dicampuri dengan bahan kimia obat (BKO). Namun, hasil penelitian menunjukkan hal sebaliknya. Hasil salah satu penelitian sebelumnya di Cina menunjukkan bahwa dari 42 jenis sediaan herbal 52% sampel dicampur BKO (Zhou dkk., 2016). Data penelitian di Indonesia menunjukkan persentase BKO dalam sediaan jamu yang bervariasi. Penelitian di Yogyakarta menunjukkan bahwa dari 14 sampel jamu pegal linu dan asam urat terdapat 3 sampel jamu positif parasetamol. Penelitian dilakukan dengan metode kromatografi lapis tipis dilanjutkan dengan analisis dengan densitometer (Harimurti dkk., 2020). Penelitian serupa juga dilakukan di Jayapura, Provinsi Papua. Sampel yang diambil adalah 15 jenis jamu yang berbeda dan 6 diantaranya adalah obat pengurang rasa nyeri menstruasi. Hasil menunjukkan bahwa dari 6 sampel jamu pengurang nyeri menstruasi diperoleh hasil 1 jamu mengandung parasetamol dan 3 lainnya mengandung asam mefenamat. Analisis bahan kimia obat diatas dilakukan dengan metode KLT dilanjutkan dengan spektrofotometri UV-Vis (Simaremare dkk., 2018). Data lain menunjukkan bahwa dari 10 sampel jamu yang berbeda dan diperoleh dari Karawang Barat terdapat 5 sampel jamu yang mengandung prednison sedangkan pengujian sampel di Banjarmasin, Kalimantan Selatan menunjukkan bahwa terdapat 14 sampel dari 15 sampel yang diuji mengandung ibuprofen. Kedua penelitian dilakukan dengan metode kromatografi lapis tipis (Fikayuniar, 2021; Kumalasari dkk., 2018). Mustarichie (Mustarichie

dkk., 2017) dan Hayun (Hayun & Karina, 2016) melaporkan bahwa dari 15 jamu yang dianalisis 7 diantaranya mengandung parasetamol dan 1 sampel mengandung deksametason dengan berbagai kadar. Dua penelitian diatas mengambil sampel Jawa Barat dan daerah Jakarta serta menggunakan metode KLT-densitometri.

Berbagai macam metode analisis digunakan dalam analisis bahan kimia obat baik secara kualitatif maupun kuantitatif namun belum ada metode tervalidasi dalam menganalisis bahan kimia obat di wilayah Jawa Tengah dan Yogyakarta. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk memberikan data metode tervalidasi analisis bahan kimia obat dalam jamu yang beredar di wilayah Jawa Tengah khususnya Grobogan dan di Gunungkidul, Yogyakarta.

METODE

Alat dan Bahan

Alat-alat gelas (Pyrex), vortex (K), plat silika gel 60 GF₂₅₄ (Merck), *chamber* kromatografi lipis tipis, mikropipet (Dragonlab), lampu UV, spektrofotometer UV-Visibel (Cecil Aureus CE 7400), kuvet (Starna), timbangan analitik (Ohaus), etanol 96% (Bratachem), amonia (Bratachem), metanol (Merck), etanol p.a (Merck), kloroform p.a (SmartLab), etilasetat p.a (Merck), n-heksana p.a (Merck) standar asam mefenamat (Sigma Aldrich), standar fenilbutazon (Sigma Aldrich) and standar natrium diklofenak (Sigma Aldrich).

Prosedur

Pengambilan, Ekstraksi dan Uji Organoleptis Sampel Jamu

Sampel jamu pegel linu dan reumatik dibeli dari 2 daerah yaitu Grobogan, Jawa Tengah dan Gunungkidul, Yogyakarta. Sampel dari Grobogan berjumlah 2 sampel dan sampel dari Gunungkidul berjumlah 4 sampel sehingga total sampel yang digunakan adalah 6 sampel (1, 2, 3, 4, 5, dan 6) dengan merek yang berbeda-beda. Uji paling awal yang dilakukan adalah uji organoleptis meliputi bentuk sediaan, warna, rasa dan bau dari sampel jamu (Anonim, 2017). Sembilan sampel jamu kemudian diekstraksi dengan pelarut etanol 96%. Sebanyak 1000 mg masing-masing sampel jamu ditimbang kemudian dilarutkan dalam 50 ml etanol 96% dan dimaserasi selama 1x24 jam. Proses maserasi akan dibarengi dengan proses penggojogan dengan vorteks selama 2 menit. Ekstrak cair yang diperoleh kemudian disaring serta selanjutnya diuapkan hingga didapat ekstrak etanol kental sesuai Simareme, dkk (2018) dengan modifikasi.

Pembuatan Larutan Standar

Standar yang digunakan adalah asam mefenamat, fenilbutazon dan natrium diklofenak dalam bentuk serbuk. Masing-masing serbuk standar ditimbang dengan seksama sebanyak 10 mg kemudian dimasukkan ke dalam labu takar berukuran 10 ml. Serbuk standar dilarutkan dengan etanol 96% hingga batas tanda sehingga diperoleh kadar larutan standar masing-masing adalah 1000 ppm.

Analisis dengan Kromatografi Lapis Tipis

Larutan sampel dan larutan standar ditotolkan pada plat KLT dengan sistem fase gerak dan fase diam seperti tabel di bawah ini.

Tabel 1. Sistem Fase Gerak Masing-Masing Standar

Standar	Asam Mefenamat	Fenilbutazon	Natrium Diklofenak
Fase Gerak	Kloroform 100%	Etil Asetat : Kloroform : Amonia (4,5:0,5:0,5)	Etil Asetat : n-eksana (4:1)
Fase Diam	Silika gel 60 F ₂₅₄	Silika gel 60 F ₂₅₄	Silika gel 60 F ₂₅₄
Totolan	10 μ l (Fikayuniar & Abriyani, 2020)	10 μ l (Mustarichie dkk., 2017)	10 μ l (Hayun & Karina, 2016)

Analisis data dilakukan secara kualitatif dengan membandingkan bercak pada plat kromatografi lapis tipis pada sampel apakah mempunyai kesamaan dengan bercak hasil totolan pada larutan standar yang dilihat di bawah sinar UV₂₅₄.

Penentuan Panjang Gelombang Absorbansi Maksimum

Larutan standar dengan kadar 1000 ppm diambil sebanyak 1,5 ml dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml serta ditambahkan etanol hingga tanda batas sehingga diperoleh kadar 150 ppm. Larutan dengan kadar 150 ppm kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 200-400 nm menggunakan spektrofotometer sinar tampak.

Penentuan Kurva Baku Standar

Larutan standard dengan kadar 1000 ppm diambil dengan mikropipet sebanyak 100; 120; 140; 160, 180 dan 200 μ l, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur berukuran 10 ml. Larutan induk kemudian ditambahkan etanol sampai tanda batas untuk mendapatkan kadar rentang 1-10 ppm. Larutan ini dihomogenkan kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang absorbansi maksimum masing-masing standar menggunakan spektrofotometer sinar tampak.

Langkah selanjutnya adalah membuat kurva kalibrasi sehingga persamaan regresi liniernya dapat ditentukan.

Penentuan Kadar Bahan Kimia Obat dalam Sampel Jamu

Data absorbansi sampel dimasukkan ke dalam persamaan regresi linear yang diperoleh dari kurva baku standar yaitu $y = a + bx$ sehingga diperoleh kadar dihitung sebagai kadar dalam sampel. Kadar bahan kimia obat sampel dihitung dengan persamaan di bawah ini

$$\frac{\sum \text{sampel} \times \text{volume pelarut (L)} \times \text{faktor pengenceran}}{\text{Massa sampel}} \times 100\%$$

(Anonim, 2017)

Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis dilakukan untuk menetapkan 4 parameter validasi metode (Riyanto, 2014).

a) Linieritas

Linieritas adalah kemampuan respon proporsional metode analisis untuk perbandingan berbagai konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran atau rentang yang ada. Uji linieritas ditentukan berdasarkan suatu seri larutan standar yang terdiri dari paling sedikit empat konsentrasi yang berbeda dengan rentang 50-150 % dari kadar analit dalam sampel. Parameter linieritas adalah koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R) pada analisis regresi linear $y=bx+a$ dimana b adalah slope, x adalah konsentrasi analit, a adalah intersep dan y adalah respon instrumen yang digunakan. Konsentrasi yang digunakan adalah 1 ppm, 3 ppm, 5 ppm, 7 ppm dan 9 ppm untuk standar asam mefenamat dan 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm dan 10 ppm untuk standar natrium diklofenak. Linieritas baik jika nilainya adalah mendekati <1 atau 0.99999.

b) Presisi

Presisi merupakan parameter yang menunjukkan tingkat kesesuaian antara hasil uji individual yang diukur dari uji berulang, jika prosedur ditetapkan berulang pada sampel homogen. Parameter presisi meliputi *repeatability* (keterulangan) dan *reproducibility* (ketertiruan). Keterulangan adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi identik dan interval pendek. Ketertiruan adalah keseksamaan metode jika

dikerjakan pada kondisi berbeda. Penentuan kedua parameter presisi dilakukan minimal 6x pengulangan dan parameter yang digunakan adalah parameter simpangan baku (SD) dan koefisien variasi (KV) atau simpangan baku relatif (RSD). Nilai SD dan KV baik atau dapat disebutkan bahwa presisi penelitian baik jika nilainya <2%. Simpangan baku dan koefisien variasi dapat dihitung dengan rumus:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

$$KV(\%) = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

c) ² Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi atau kadang sering kita kenal dengan istilah ² *limit of detection* (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memberikan respon signifikan dibandingkan dengan ⁶ blangko dan ⁶ batas Kuantitasi atau *limit of quantitation* (LOQ) adalah jumlah terkecil analit yang masih dapat memenuhi kinerja cermat dan seksama. Perhitungan rumus LOD dan LOQ adalah $LOD = 3 S_a/b$ dan $LOQ = 10 S_a/b$ dengan S_a adalah standar deviasi dan b adalah slope dari persamaan regresi linier.

HASIL DAN PEMBAHASAN






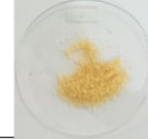
Uji Organoleptis dan Ekstraksi Sampel Jamu

Total sampel yang digunakan adalah 6 sampel (1, 2, 3, 4, 5, dan 6) dengan merek yang berbeda-beda. Uji paling awal yang dilakukan adalah uji organoleptis meliputi bentuk sediaan, warna, rasa dan bau dari sampel jamu (Anonim, 2017). Hal ini dilakukan untuk memberi gambaran sampel yang digunakan adalah benar sampel dari jamu, dilihat dari warna, rasa, bentuk dan bau sampel. Sampel jamu yang digunakan dalam penelitian ini berbentuk serbuk jamu dan jamu dalam kapsul. Tiga sampel berupa jamu serbuk sementara 3 sampel lainnya berbentuk jamu dalam kapsul. Seluruh sampel berbentuk serbuk halus dan berbau khas jamu. Untuk rasa sampel, empat sampel berasa pahit, satu sampel tidak berasa dan satu. sampel berasa pedas jahe. Untuk warna sampel, bervariasi dari kuning, coklat kehijauan, coklat pudar, coklat gelap, coklat susu hingga putih masing-masing berjumlah satu sampel. Sampel dengan warna putih ini dicurigai mengandung bahan kimia obat karena jamu maupun obat tradisional jarang sekali berwarna putih. Secara umum, jamu maupun obat tradisional berwarna sesuai komposisi bahan yang digunakan, hijau kecoklatan jika menggunakan daun, akar maupun kulit batang, warna yang cerah jika bahan yang digunakan adalah bunga atau buah. Uji organoleptis sampel jamu pereda nyeri dan reumatik penelitian lain bervariasi dari kuning pucat hingga coklat terang selain itu juga terdapat warna kuning, abu-abu, cokelat, kuning kehijauan dan coklat kehijauan sedangkan untuk rasa bervariasi dari pahit, manis, pahit pedas, pahit dingin dan tidak berasa (Permatasari dkk., 2021; Rusmalina dkk., 2020). Data uji organoleptis enam sampel jamu dapat dilihat pada Tabel 2.

Sampel 1000 mg diekstraksi menggunakan etanol 96% sebanyak 50 ml dan dimaserasi selama 1x24 jam. Ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi karena metode ini adalah metode ekstraksi sederhana, cepat dan efektif. Maserasi tidak membutuhkan alat khusus, tidak membutuhkan pemanasan dan mudah dilakukan. Pengadukan dengan vorteks diharapkan dapat membuat proses ekstraksi lebih optimal. Pelarut yang dipilih adalah etanol 96% karena etanol merupakan pelarut universal dan dapat melarutkan senyawa dengan kepolaran berbeda-beda, dari senyawa non-polar hingga senyawa polar. Etanol 96% merupakan pelarut yang relatif aman dibanding pelarut lain dan dengan kadar 96% akan mudah diuapkan dengan pemanasan

(Anonim, 2000). Hasil dari proses ekstraksi dihasilkan ekstrak pekat yang siap ditotolkan pada plat kromatografi lapis tipis.

Tabel 2. Hasil Uji Organoleptis

Sampel	Bau	Rasa	Bentuk	Warna	Sediaan	Gambar
1	Khas jamu	Pahit	Serbuk halus	Coklat pudar	Serbuk	
2	Khas jamu	Pahit	Serbuk halus	Kuning	Kapsul	
3	Khas jamu	Pahit	Serbuk halus	Coklat kehijauan	Kapsul	
4	Tidak berbau	Tidak berasa	Serbuk halus	Putih	Kapsul	
5	Khas jamu	Pahit	Serbuk halus	Coklat gelap	Serbuk	
6	Aroma jahe	Pedas jahe	Kristal kasar	Coklat susu	Serbuk	

Analisis dengan Kromatografi Lapis Tipis

Analisis selanjutnya adalah analisis dengan metode kromatografi lapis tipis. Kromatografi didefinisikan sebagai prosedur pemisahan zat terlarut oleh suatu proses migrasi diferensial dinamis dalam sistem yang terdiri dari 2 fase, yaitu fase gerak dan fase diam. Senyawa-senyawa yang bergerak dalam kedua fase tersebut berbeda adsorpsi, kelarutan, partisi, tekanan uap, ukuran molekul atau kerapatan muatan ionnya. Hal-hal tersebut mempengaruhi pergerakan senyawa dalam sistem dua fase diatas. Perkiraan dan pengambilan kesimpulan dalam metode kromatografi lapis tipis dilakukan dengan membandingkan bercak totalan sampel dan bercak totalan standar bahan kimia obat yang digunakan (Anonim, 2017). Metode kromatografi lapis tipis dipilih karena metode ini salah satu metode pemisahan senyawa mudah, sederhana dan hanya memerlukan waktu singkat untuk dilakukan.

Enam ekstrak jamu ditotolkan pada plat kromatografi lapis tipis dan dibandingkan totalannya dengan totalan larutan standar. Sistem kromatografi lapis tipis yang digunakan adalah silika gel 60 GF₂₅₄ sebagai fase diam dan campuran dua pelarut sebagai fase gerak. Silika gel 60 dipilih sebagai fase diam yang bersifat polar. Campuran dua fase gerak dipilih agar dapat dioptimasi dengan mudah sehingga pemisahan sesuai dengan yang diinginkan. Standar yang digunakan adalah asam mefenamat, fenilbutazon dan natrium diklofenak. Ketiga obat pereda nyeri merupakan tiga jenis obat pereda nyeri yang banyak digunakan oleh masyarakat sehingga besar kemungkinan ketiga jenis obat diatas ditambahkan ke dalam sampel jamu. Dari 6 sampel jamu, ditemukan 3 sampel positif bahan kimia obat. Sampel jamu nomor 3 mengandung bahan kimia obat asam mefenamat sedangkan sampel jamu nomor 4 dan 6 menunjukkan sampel mengandung natrium diklofenak. Untuk fenilbutazon, tidak ada satu sampel pun yang positif mengandung fenilbutazon. Penelitian di kota Magelang, Propinsi Jawa Tengah menyebutkan, dari 12 sampel jamu pereda nyeri dan reumatik yang diteliti, 2 sampel jamu mengandung ibuprofen dan tidak ada sampel jamu positif fenilbutazon, asam mefenamat maupun parasetamol (Fitrianasari dkk., 2023; Sari & Haresmita, 2023). Hasil penelitian di Kota Manado menunjukkan bahwa dari 3 sampel yang dianalisis dengan metode kromatografi lapis tipis, ketiganya tidak mengandung fenilbutazon (Ridwan dkk., 2017). Hasil analisis kromatografi lapis tipis sembilan sampel dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Hasil Analisis Kualitatif Sampel Jamu dengan 3 Standar Bahan Kimia Obat

Sampel	Asam Mefenamat	Fenilbutazon	Natrium Diklofenak
1	-	-	-
2	-	-	-
3	+	-	-
4	-	-	+
5	-	-	-
6	-	-	+

Penentuan Kadar Bahan Kimia Obat dalam Sampel Jamu

Sampel jamu yang positif mengandung bahan kimia obat kemudian dianalisis kadarnya dengan metode spektrofotometri UV-visibel. Sampel yang dianalisis adalah sampel nomor 3, 4 dan 6. Sampel jamu nomor 3 positif mengandung asam mefenamat dan sampel jamu nomor 4 serta 6 positif mengandung natrium diklofenak.

Penentuan panjang gelombang absorbansi maksimum asam mefenamat dilakukan pada kadar 50 ppm dan hasil pindai menunjukkan absorbansi maksimum asam mefenamat berada pada panjang gelombang 282 nm. Bahan kimia obat natrium diklofenak dipindai pada kadar 25 ppm dan hasil pindai spektrofotometri menghasilkan panjang gelombang maksimum adalah 285nm. Panjang gelombang absorbansi maksimum digunakan untuk menentukan kurva baku kedua bahan kimia obat serta menetapkan kadar BKO dalam sampel. Kurva baku asam mefenamat ditentukan menggunakan larutan standar dengan kadar 1, 3, 5, 7 dan 9 $\mu\text{g/ml}$ sementara kurva baku natrium diklofenak ditentukan menggunakan seri kadar 2, 4, 6, 8 dan 10 $\mu\text{g/ml}$. Seri kadar tersebut diukur absorbansinya pada panjang gelombang masing-masing bahan kimia obat. Hasil pengukuran persamaan regresi linear asam mefenamat adalah $y = 0,0418x + 0,2294$ dengan nilai $R^2 = 0,9959$ dan persamaan regresi linear untuk natrium diklofenak adalah $y = 0,061x + 0,158$ dengan nilai $R^2 = 0,9971$. Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberi respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematika yang baik dan

proporsional terhadap kadar analit dalam sampel. Hubungan linear dikatakan ideal jika memiliki nilai $b=0$ dan $r=+1$ atau -1 bergantung arah garis (Harmita, 2004).

Hasil pengukuran absorbansi menggunakan spektrofotometri menghasilkan kadar asam mefenamat pada sampel 3 adalah 10,03%; 10,41%; 10,35%; 10,32%; 10,51%; dan 10,19% dengan rata-rata kadar 10,29%. Kadar natrium diklofenak pada sampel 4 adalah 28,392%; 27,932%; 28,784%; 28,588%; 28,324%; dan 28,852% dengan rata-rata kadar 28,487% sedangkan kadar natrium diklofenak pada sampel 6 adalah 2,87%; 2,91%; 2,85%; 2,89%; 2,93%; dan 2,90% dengan rata-rata kadar 2,89%. Penelitian yang dilakukan di Kabupaten Semarang Jawa Tengah terdapat 3 sampel jamu pegal linu mengandung BKO natrium diklofenak dengan kadar berturut-turut yaitu 39,27%, 2,67%, dan 4,9% (Padanun & Minarsih, 2021). Penelitian lain menyebutkan bahwa dari 5 sampel jamu 1 sampel jamu positif mengandung asam mefenamat dengan kadar 7,67 $\mu\text{g/mL}$ (Sukmawati & Sembiring, 2021).

Validasi Metode Analisis

Linearitas dapat dikatakan sebagai kapabilitas metode analisis dalam memberikan respon memadai terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang adalah interval antara batas tertinggi dan batas terendah dari kadar analit yang sudah ditunjukkan. Uji linieritas ditetapkan dengan seri larutan baku yang terdiri dari minimal lima konsentrasi berbeda (Anonim, 2020). Rentang konsentrasi yang digunakan dan persamaan linier untuk asam mefenamat dan natrium diklofenak yang diperoleh tertera pada Tabel 5.

Tabel 5. Rentang Konsentrasi dan Persamaan Regresi Linear Standar Asam Mefenamat dan Natrium Diklofenak

Kadar	Absorbansi	Asam Mefenamat	Kadar	Absorbansi	Natrium Diklofenak
1	0,262	R^2 : 0.9959	2	0,288	R^2 : 0.9971
3	0,368	R : 0.9979	4	0,389	R : 0.9985
5	0,44	a : 0.0418	6	0,521	a : 0.061
7	0,517	b : 0.2294	8	0,659	b : 0.158
9	0,606	$y = 0.0418x + 0.2294$	10	0,763	$y = 0.061x + 0.158$

Linearitas diukur dengan memperhatikan nilai R^2 yang diperoleh. Persamaan garis regresi linier yang didapatkan untuk asam mefenamat adalah $y = 0,0418x + 0,02294$ dengan nilai $R^2 = 0,9959$ dan $R = 0,9979$ pada rentang konsentrasi 1-10 ppm. Persamaan regresi linear untuk

natirum diklofenak adalah $y = 0.061x + 0.158$ dengan nilai $R^2 = 0,9971$ dan $R = 0,9985$ pada rentang konsentrasi 1-10 ppm. Suatu persamaan dikatakan linier jika nilai $r^2 \geq 0,98$ dan hal ini menandakan adanya hubungan signifikan antara konsentrasi dengan absorbansi asam mefenamat dan natrium diklofenak karena memenuhi persyaratan yang ditentukan.

Presisi adalah nilai yang menunjukkan kesesuaian antara hasil uji yang satu dengan yang lainnya pada serangkaian pengujian. Parameter presisi meliputi *repeatability* (keterulangan) dan *reproducibility* (ketertiruan). Nilai standar deviasi (SD) dan koefisien variasi (KV) baik atau dapat disebutkan bahwa presisi penelitian baik jika nilainya $<2\%$ dan seluruh data presisi penelitian ini baik karena ketiga sampel mempunyai nilai SD serta KV dibawah 2%. Data absorbansi dan nilai SD serta KV sampel 3, 4 dan 6 dapat dilihat pada tabel 6.

Tabel 6. Data Absorbansi dan Nilai Standar Deviasi serta Koefisien Variasi Sampel Jamu

Sampel	Replikasi	Absorbansi	Kadar (%)	Rata-rata (%)	SD (%)	KV (%)
3	1	0,544	10,03	10,29	0,170	1,7
	2	0,556	10,41			
	3	0,554	10,35			
	4	0,553	10,32			
	5	0,559	10,51			
	6	0,549	10,19			
4	1	0,591	28,39	28,47	0,339	1,2
	2	0,584	27,93			
	3	0,597	28,78			
	4	0,594	28,58			
	5	0,590	28,32			
	6	0,598	28,85			
6	1	0,685	2,87	2,891	0,028	1,0
	2	0,691	2,91			
	3	0,680	2,85			
	4	0,687	2,89			
	5	0,696	2,93			
	6	0,689	2,9			

Batas deteksi atau kadang sering kita kenal dengan istilah *limit of detection* (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko dan batas kuantitasi atau *limit of quantitation* (LOQ) adalah

jumlah terkecil analit yang masih dapat memenuhi kinerja cermat dan seksama. Hasil perhitungan menunjukkan LOD dan LOQ sampel 3 adalah 12,210% dan 40,726%. Sampel 4 menunjukkan hasil LOD dan LOQ berturut-turut adalah 16,675% dan 55, 585% sementara sampel 6 menunjukkan LOD dan LOQ berturut-turut adalah 1,405% dan 4,684%. . Tabel 7 menunjukkan data LOD dan LOQ tiga sampel jamu.

Tabel 7. Data LOD dan LOQ Tiga Sampel Jamu

Sampel	Replikasi	Kadar (%)	SD (%)	Slope	LOD (%)	LOQ (%)
3	1	10,03	0,170	0,0418	12,210	40,726
	2	10,41				
	3	10,35				
	4	10,32				
	5	10,51				
	6	10,19				
4	1	28,39	0,339	0,1580	16,675	55,585
	2	27,93				
	3	28,78				
	4	28,58				
	5	28,32				
	6	28,85				
6	1	2,87	0,028	0,1580	1,405	4,684
	2	2,91				
	3	2,85				
	4	2,89				
	5	2,93				
	6	2,90				

KESIMPULAN Pengembangan metode KLT-spektrofotometri UV-Vis untuk analisis asam mefenamat, fenilbutazon dan natrium diklofenak menunjukkan linieritas, presisi, limit deteksi dan limit kuantitasi yang baik. Metode ini sederhana, mudah dilakukan dan murah, sehingga diharapkan bermanfaat bagi laboratorium atau instansi yang bertugas melindungi kesehatan masyarakat untuk melaksanakan survei keamanan jamu pegel linu di wilayahnya masing-masing. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari 3 dari 6 sampel mengandung bahan kimia obat dan ini meunjukkan bahwa perlu meningkatkan kewaspadaan dalam mengkonsumsi jamu pegal linu dan reumatik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Program Studi Farmasi Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Muhammadiyah Magelang yang telah memfasilitasi pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA (times new roman, font size 12, spasi 1.5)

- Anonim. (2000). *Parameter Standar Umum Ekstrak Tumbuhan Obat: Vol. Cetakan Pertama*. Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan, Direktorat Pengawasan Obat Tradisional, Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Anonim. (2012). *Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 006 Tahun 2012*. Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.
- Anonim. (2017). *Farmakope Herbal Indonesia II: Vol. Edisi I (First)*. Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.
- Anonim. (2020). *Farmakope Indonesia VI*. Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.
- Fikayuniar, L. (2021). Identifikasi Kandungan Prednison pada Jamu Rematik dan Pegal Linu di Karawang Barat. *Jurnal Buana Farma*, 1(1), 22–25.
- Fikayuniar, L., & Abriyani, E. (2020). Analisis Kualitatif Kandungan Bahan Kimia Obat Prednison pada Jamu Rematik dan Pegal Linu di Daerah Karawang Barat. *Pharma Xplore : Jurnal Ilmiah Farmasi*, 5(2), 68–75.
- Fitrianasari, R. D. P., Haresmita, P. P., & Fanani, H. (2023). Qualitative Analysis of Drug Substances in Rheumatic Jamu Samples Using Thin Layer Chromatography. *Medical Sains : Jurnal Ilmiah Kefarmasian*, 8(3), 999–1008.
- Harimurti, S., Ulandari, S., Widada, H., & Damarwati, V. L. (2020). Identifikasi Parasetamol dan Asam Mefenamat pada Jamu Pegel Linu dan Asam Urat yang Beredar di Daerah Istimewa Yogyakarta. *JPSCR: Journal of Pharmaceutical Science and Clinical Research*, 5(2), 179.
- Harmita, H. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3), 117–135.
- Hayun, H., & Karina, M. A. (2016). Pengembangan dan Validasi Metode KLT-Densitometri untuk Analisis secara Simultan Parasetamol, Asam Mefenamat dan Ibuprofen dalam Jamu “Pegal Linu.” *Jurnal Sains Farmasi & Klinis*, 2(2), 150–161.
- Kumalasari, E., Wahyuni, L. F., & Alfian, R. (2018). Analisis Kualitatif Kandungan Ibuprofen Dalam Jamu Pegal Linu Yang Beredar di Pasar Baru Permai Banjarmasin. *Jurnal Pharmascience*, 5(1), 32–38.
- Mustarichie, R., Ramdhani, D., & Indriyati, W. (2017). Analysis of Forbidden Pharmaceutical Compounds in Antirheumatic Jamu. *Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, 10(4), 98–101.
- Padanun, M. A. V., & Minarsih, T. (2021). Analisis Natrium Diklofenak dalam Sampel Jamu Pegal Linu yang Dijual di Kabupaten Semarang secara Klt-Spektrofotometri Uv-Vis. *Journal of Holistics and Health Science*, 3(2), 163–175. <https://doi.org/10.35473/jhhs.v3i2.95>
- Permatasari, D. A. I., Kurniasri, N., & Mahardika, M. P. (2021). Qualitative and Quantitative Analysis of Dexamethasone in Rheumatic Pain Herbal Medicine Using Thin-Layer Chromatography (TLC) – Densitometry. *Journal of Fundamental and Applied Pharmaceutical Science*, 2(1), 10–22.
- Ridwan, I. P., Abdullah, R., & Supriati, H. S. (2017). Identifikasi Fenilbutazon dalam Jamu Rematik yang Beredar di Kota Manado dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis. *Media Farmasi Indonesia*, 12(1), 1144–1149.
- Riyanto. (2014). *Validasi dan Verifikasi Metode Uji* (1 ed.). Deepublish.

- Rusmalina, S., Khasanah, K., & Nugroho, D. K. (2020). Deteksi Asam Mefenamat pada Jamu Pegel Linu yang Beredar di Wilayah Pekalongan. *Pharmacon: Jurnal Farmasi Indonesia, Edisi Khusus*(RAKERDA-SEMINAR IAI Jateng), 51–60.
- Sari, N. P. D., & Haresmita, P. P. (2023). Analisis Kualitatif Bahan Kimia Obat dalam Jamu Pegel Linu di Wilayah Magelang. *Jurnal Ilmu Farmasi dan Farmasi Klinik*, 20(1), 53. <https://doi.org/10.31942/jiffk.v20i1.8273>
- Simaremare, E. S., Susilowati, R. A., Astuti, Y. D., Hermawan, R., Gunawan, E., Pratiwi, R. D., & Rusnaeni. (2018). Analysis of Acetaminophen, Mefenamic Acid, Sibutramine Hydrochloride, and Sildenafil Citrate. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 8(11), 48–56.
- Sukmawati, D. A. N., & Sembiring, Y. S. (2021). Determination of Mefenamic Acid and Dexamethasone in Instant Pegel Linu Herbal Medicine in Kediri by Using UV-Vis Spectro. *ALKIMIA : Jurnal Ilmu Kimia Dan Terapan*, 5(2), 181–187. <https://doi.org/10.19109/alkimia.v5i2.11275>
- Zhou, S., Guo, C., Shi, F., Jiang, W., & Wang, L. (2016). Application of an ultrahigh-performance liquid chromatography coupled to quadrupole-orbitrap high-resolution mass spectrometry for the rapid screening, identification and quantification of illegal adulterated glucocorticoids in herbal medicines. *Journal of Chromatography B*, 1038, 34–42.

Validasi Metode Analisis Bahan Kimia Obat dalam Jamu Pegel Linu dan Reumatik dengan metode KLT-Spektrofotometri UV-Visibel

ORIGINALITY REPORT

12%

SIMILARITY INDEX

%

INTERNET SOURCES

%

PUBLICATIONS

12%

STUDENT PAPERS

PRIMARY SOURCES

1

Submitted to Universitas Jambi

Student Paper

4%

2

Submitted to UIN Syarif Hidayatullah Jakarta

Student Paper

2%

3

Submitted to Universitas Muhammadiyah
Surakarta

Student Paper

1%

4

Submitted to Padjadjaran University

Student Paper

1%

5

Submitted to Universitas Jenderal Soedirman

Student Paper

1%

6

Submitted to Universitas Islam Indonesia

Student Paper

1%

7

Submitted to Edison State College

Student Paper

1%

8

Submitted to University of Muhammadiyah
Malang

Student Paper

1%

Exclude quotes On

Exclude matches < 1%

Exclude bibliography On