

# Identifikasi Metampiron Dalam Jamu Pegal Linu Yang Beredar Di Kota Palembang

Indah Solihah<sup>1</sup>, Budi Untari<sup>1</sup>, Lenta Haliani Putri<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya, Palembang

## Abstrak

Jamu pegal linu merupakan obat tradisional yang banyak dikonsumsi oleh masyarakat. Pencampuran jamu dengan bahan kimia obat (BKO) sering dilakukan untuk menjadikan jamu tersebut semakin berkhasiat lebih cepat. BKO yang umumnya ditemukan dalam jamu pegal linu adalah golongan AINS, salah satunya metampiron. Identifikasi kandungan BKO metampiron dilakukan menggunakan metode kromatografi lapis tipis (KLT), dengan mengamati sebanyak 21 sampel jamu pegal linu yang beredar di kota Palembang. Pengujian menggunakan fase diam plat KLT GF<sub>254</sub> dan fase gerak campuran etil asetat *p.a.* dengan metanol *p.a.* (7:3). Hasil elusi menunjukkan bahwa sampel 1 positif mengandung BKO metampiron, karena mempunyai harga faktor retensi yang sama dengan baku pembandingan yaitu sebesar 0,457. Kadar metampiron dalam sampel 1 diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis, dengan pelarut asam asetat glasial 0,5% dalam akuades. Hasil pengukuran kadar BKO metampiron dalam sampel 1 diperoleh sebesar 1,263%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa validasi terhadap metode analisis ini telah memenuhi syarat % CV sebesar 4,11289% dan nilai R sebesar 0,9986, dengan LOD sebesar 2,07933 ppm dan LOQ sebesar 6,93110 ppm.

**Kata Kunci:** jamu pegal linu, bahan kimia obat, metampiron.

# Identification of Methampyrone content in *Jamu Pegal Linu* distributed in Palembang

## Abstract

*Jamu* is a traditional herbal medicine, widely consumed by Indonesian people, particularly the middle to lower economic state. The Chemical drugs are sometimes found in *Jamu* to make the effect instantaneous. A Chemical drug is commonly found in *Jamu* and classified in class NSAIDs is methampyrone. Identification of methampyrone chemical drug (BKO) content was carried out using thin-layer chromatography (TLC) method, by observing 21 samples of *Jamu pegal linu* that are distributed in Palembang city. Silica GF<sub>254</sub> plate was used as the stationary phase and ethyl acetate : methanol (7: 3) was used as the mobile phase. The elution results showed that the sample 1 was positive containing the methampyrone, because it had the same retention factor as the comparison standard which was equal to 0,457. Methampyrone levels in sample 1 were measured using UV-Vis spectrophotometer, with 0,5 % glacial acetic acid solvent in distilled water. The measurement results of methampyrone levels in sample 1 were obtained at 1,263%. The results showed that the validation of this analysis method had met the % CV requirement of 4,11289% and R value of 0,9986, with LOD of 2,07933 ppm and LOQ is 6,93110 ppm.

**Keywords:** *Jamu Pegal Linu*, Chemical drug, methampyrone

**Korespondensi:** Indah Solihah, Alamat: Sialang, Sako, Palembang, HP: 081277781119, E-mail: indahsolihah@mipa.unsri.ac.id

## PENDAHULUAN

Obat tradisional atau yang lebih dikenal dengan sebutan jamu merupakan warisan leluhur bangsa Indonesia yang patut dibanggakan. Secara turun temurun obat tradisional dipercaya masyarakat berkhasiat untuk menjaga kebugaran tubuh. Obat tradisional yang beredar harus memiliki izin edar Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM), tetapi tidak semua obat tradisional yang beredar di masyarakat memiliki izin edar tersebut. Pesatnya perkembangan industri obat tradisional di tengah pangsa pasar yang besar saat ini, sering kali disalahgunakan oleh oknum yang tidak bertanggungjawab untuk memperoleh keuntungan yang lebih besar. Penambahan bahan kimia obat (BKO) merupakan salah satu cara yang digunakan dalam hal tersebut, tetapi dapat membahayakan kesehatan (BPOM, 2015).

Pencampuran jamu dengan bahan-bahan kimia berbahaya sering dilakukan untuk menjadikan jamu tersebut berkhasiat lebih cepat (Hermanto, 2007). Pencampuran jamu dengan bahan kimia obat sangat berbahaya, apalagi kebanyakan bahan kimia obat yang ditambahkan tergolong obat keras yang dalam pemakaian harus dengan resep dokter, karena mempunyai efek terapi juga mempunyai efek samping dan kontraindikasi. Bahan kimia obat yang ditambahkan ke dalam jamu biasanya tanpa takaran yang jelas dan dikonsumsi secara rutin yang menjadi kebiasaan dalam jangka panjang (Vepriati, 2008). Obat sintetik yang ditambahkan ke dalam jamu tidak sesuai dengan dosis terapeutik, sehingga mengakibatkan *over dose* dan menimbulkan efek samping bahkan efek toksik dari obat sintetik tersebut yang dapat membahayakan kesehatan konsumen (Peng, 2006).

Badan Pengawas Obat dan Makanan senantiasa melakukan pengawasan terhadap jamu secara komprehensif, termasuk terhadap kemungkinan pencampurannya dengan bahan kimia obat. Obat sintetik yang umum ditemukan ditambahkan ke dalam jamu adalah obat golongan AINS (metampiron), steroid (deksametason), obat kuat (sildenafil), antihistamin (CTM), obat pelangsing (sibutramin) serta obat antidiabetes (glibenklamid, metformin) (Muhammad, 2008). Berdasarkan pengawasan obat tradisional oleh Badan POM sepanjang Desember 2016 sampai dengan November 2017 menemukan

sebanyak 39 produk obat tradisional yang mengandung bahan kimia obat dan 28 produk diantaranya tidak memiliki izin edar Badan POM atau ilegal (Mitra, 2017).

Salah satu contoh kasus peredaran obat tradisional yang mengandung BKO yaitu terjadi di Semarang. Balai Besar Pengawas Obat dan Makanan (BBPOM) di Semarang melakukan inspeksi terhadap sebuah pabrik jamu di daerah Gandasuli Kelurahan Keliwedi Kecamatan Kebasen Kabupaten Banyumas, dalam rangka melindungi masyarakat dari penggunaan obat tradisional yang tidak memiliki izin edar dan mengandung BKO. Hasil operasi penertiban tersebut berhasil membongkar kegiatan produksi obat tradisional tanpa izin edar dan atau ditambahkan BKO (BBPOM, 2013).

Obat tradisional yang banyak diminati oleh masyarakat salah satunya adalah jamu pegal linu. Jamu pegal linu digunakan untuk menghilangkan pegal linu, nyeri otot dan tulang, memperlancar peredaran darah, dan memperkuat daya tahan tubuh (Wahyuni, 2004). Salah satu bahan kimia obat yang sering digunakan dalam dunia medis sebagai obat analgesik antipiretik adalah metampiron, akan tetapi beberapa produsen jamu justru menyampurkannya metampiron dalam jamu pegal linu. Penggunaan metampiron secara terus menerus, dalam jangka waktu yang panjang, serta tanpa adanya dosis yang sesuai dengan aturan dapat menimbulkan efek samping. Beberapa efek samping yang ditimbulkan berupa gangguan saluran cerna seperti mual, pendarahan lambung, serta gangguan sistem saraf seperti tinitus dan neuropati, pembentukan sel darah dihambat (anemia aplastik), agranulositosis, dan gangguan ginjal (Yuliarti, 2008).

Untuk mendukung program pengawasan maka perlu partisipasi berbagai kalangan khususnya peneliti, dengan cara melakukan identifikasi keberadaan bahan kimia obat dalam jamu pegal linu. Berdasarkan alasan tersebut, maka peneliti ingin membuktikan opini yang ada tentang kandungan bahan kimia obat yang terdapat di dalam jamu pegal linu, khususnya yang dijual di kota Palembang. Hasil yang diharapkan dari penelitian ini nantinya dapat menjadi informasi bagi masyarakat dalam mengidentifikasi bahaya kandungan bahan

kimia obat yang terdapat di dalam jamu pegal linu yang beredar di sekitar mereka

## METODE

### Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi, peralatan gelas (Pyrex<sup>®</sup> dan Iwaki<sup>®</sup>), pipet mikro 100 – 1000  $\mu$ L (Dragonlab<sup>®</sup>), timbangan analitik *readability* 0,0001 g (Adam Equipment<sup>®</sup> NBL 254e), bejana KLT, plat KLT GF<sub>254</sub>, lampu UV 254 dan 366 nm, alat vorteks, dan spektrofotometer UV-Vis (BIOBASE<sup>®</sup> BK-UV1900PC).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel jamu pegal linu yang dijual di pasar kota Palembang, metampiron standar (PT. Brataco), asam asetat glasial (PT. Brataco), etil asetat *p.a.* (PT. Brataco), metanol *p.a.* (Merck<sup>®</sup>), kertas Whatman<sup>®</sup> No.1 (GE Healthcare), dan akuades (PT. Bratachem Palembang).

### Prosedur Penelitian

#### Uji Kromatografi Lapis Tipis

##### Pembuatan Larutan Baku Pembanding

Serbuk metampiron standar ditimbang sebanyak 1 g dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dilarutkan dengan 1 mL metanol *p.a.*

##### Pembuatan Sampel

Sampel jamu pegal linu ditimbang sebanyak 1 g dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dilarutkan dengan 1 mL metanol *p.a.* Diamkan selama 10 menit, dikocok. Selanjutnya disaring menggunakan kertas Whatman<sup>®</sup> No.1. Lalu filtrat diuapkan, proses ekstraksi dilakukan sebanyak tiga kali.

##### Pengujian KLT

Masukkan larutan etil asetat *p.a.* dengan metanol *p.a.* perbandingan (7:3) ke dalam bejana kromatografi. Bejana kromatografi dijenuhkan terlebih dahulu dengan menggunakan kertas Whatman<sup>®</sup> No.1, jika kertas Whatman<sup>®</sup> No.1 telah basah menandakan bejana kromatografi sudah terjenuhkan oleh pelarut. Larutan baku pembanding dan larutan sampel jamu pegal linu masing-masing ditotolkan pada plat KLT GF<sub>254</sub> dengan jarak 1 cm pada bagian bawah, 0,5 cm pada bagian atas, dan 1 cm jarak antar noda biarkan hingga kering. Masukkan plat KLT GF<sub>254</sub> ke dalam bejana kromatografi dan amati proses elusi. Lihat noda dengan sinar ultraviolet dan beri tanda noda menggunakan pensil. Hitung nilai faktor retensi, lalu

bandingkan nilai faktor retensi sampel dengan nilai faktor retensi baku pembanding.

### Spektrofotometer UV

#### Pembuatan Larutan Blanko

Masukkan larutan asam asetat glasial 0,5 mL ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda garis dan dihasilkan larutan encer 0,5% asam asetat glasial dalam akuades.

#### Pembuatan Larutan Induk Metampiron

Timbang sebanyak 50 mg metampiron standar, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Larutkan dengan larutan blanko hingga 50 mL, sehingga menghasilkan larutan dengan konsentrasi 1000 ppm.

#### Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Ambil sebanyak 4 mL larutan induk metampiron dimasukkan ke dalam kuvet, kemudian lakukan pengukuran pada daerah panjang gelombang UV rentang 200 – 400 nm.

#### Pembuatan Kurva Baku Metampiron

Larutan induk metampiron dibuat kurva baku sebesar 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm. Ambil masing-masing sebanyak 4 mL larutan tersebut dan masukkan ke dalam kuvet dan diukur pada panjang gelombang maksimum hasil *scanning*.

#### Pembuatan Larutan Sampel

Sampel jamu pegal linu ditimbang sebanyak 50 mg, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Tambahkan dengan larutan blanko hingga garis tanda lalu dikocok, sehingga menghasilkan larutan dengan konsentrasi 1000 ppm. Vorteks larutan sampel tersebut selama 5 menit. Ambil larutan sebanyak 4 mL dan masukkan ke dalam kuvet, diukur pada panjang gelombang maksimum hasil *scanning*.

#### Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantification (LOQ)

Batas deteksi (*limit of detection*) dan batas kuantifikasi (*limit of quantification*) dapat dihitung secara statistik dengan menggunakan garis regresi linier dari kurva kalibrasi yang didapat dari hasil uji linearitas. Untuk mendapat nilai batas deteksi dan kuantifikasi digunakan nilai slope (b) pada persamaan garis  $y = a + bx$  dan simpangan baku respon analitik blanko ( $S_b$ ). Secara matematika dapat dirumuskan sebagai  $LOD = 3S_b/b$ , sedangkan  $LOQ = 10S_b/b$  (Harmita, 2004).

#### Analisis Data

Data yang diperoleh dianalisis secara deskriptif yaitu dengan memperhatikan pola pemisahan pada kromatogram. Data diperoleh dari hasil penelitian ditampilkan dalam bentuk tabel dengan cara membandingkan harga Rf masing-masing sampel. Apabila harga Rf sampel sama dengan harga Rf baku pembanding, maka hal ini menunjukkan bahwa sampel jamu pegal linu yang diteliti positif mengandung bahan kimia obat (BKO) metampiron. Harga Rf (faktor retensi) dapat dilihat pada Persamaan 1.

$$Rf = \frac{\text{Jarak titik pusat bercak dari titik awal}}{\text{Jarak garis depan dari titik awal}} \dots\dots\dots (1)$$

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Uji Kualitatif Dengan Kromatografi Lapis Tipis

Pengujian kromatografi lapis tipis (KLT) pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui ada atau tidak kandungan bahan kimia obat (BKO) metampiron yang terdapat di dalam jamu pegal linu yang beredar di kota Palembang. Kelebihan KLT dibandingkan dengan kromatografi lain yaitu biaya yang dibutuhkan terjangkau, peralatan yang digunakan lebih sedikit dan sederhana, waktu pengujian lebih efisien, membutuhkan sedikit pelarut, dan preparasi sampel yang mudah (Sudjadi, 1988).

Penelitian ini menggunakan teknik *sampling nonprobability sample*, karena dengan mempertimbangkan peneliti tidak mengetahui secara pasti jumlah populasi sampel yang beredar di kota Palembang dan tidak melibatkan unsur peluang, sehingga tidak diketahui besarnya peluang sesuatu *unit sampling* terpilih ke dalam sampel. Teknik *nonprobability sample* menggunakan tipe *purposive sampling* karena sampel dipilih berdasarkan pertimbangan tertentu dengan tujuan untuk memperoleh satuan sampel yang memiliki karakteristik yang dikehendaki. Karakteristik jamu yang dijadikan sampel yaitu jamu berkhasiat pegal linu, berbentuk serbuk atau kapsul, dan ada/tidaknya izin edar.

Sampel jamu diambil dari semua pasar besar yang ada di kota Palembang. Proses pengambilan sampel juga memperhitungkan jenis produk. Satu jenis produk jamu yang telah diambil di satu tempat, maka tidak dipilih lagi di tempat yang lain. Sehingga produk jamu yang dijadikan sampel tidak ada yang sama dan dapat mewakili dari produk jamu pegal linu yang tersebar di kota Palembang. Sehingga berdasarkan teknik tersebut, didapatkan sebanyak 21 merek jamu pegal linu yang dapat dijadikan sebagai sampel dalam penelitian ini.

Larutan baku pembanding dibuat dengan cara melarutkan metampiron standar dengan menggunakan metanol *p.a.* Pemilihan pelarut yang digunakan berhubungan dengan sifat fisika dan kimia dari metampiron. Tujuan penggunaan metanol *p.a.* yaitu untuk mengurangi terjadinya kontaminasi dari zat lain sehingga tidak mengganggu hasil KLT. Sampel jamu pegal linu yang digunakan dalam penelitian yaitu sebanyak 21 sampel dengan merek yang berbeda-beda. Larutan sampel dibuat dengan cara melarutkan jamu pegal linu menggunakan pelarut metanol *p.a.* Proses yang dilakukan selanjutnya adalah pengocokan, hal ini dilakukan untuk mempercepat proses pelarutan zat-zat yang dapat larut dalam metanol *p.a.*

Setelah dilakukan pengocokan, larutan sampel disaring menggunakan kertas saring dengan tujuan untuk memisahkan pengotor yang tidak terlarut. Sebelum dilakukan identifikasi metampiron pada sediaan jamu, dilakukan ekstraksi terlebih dahulu. Ekstraksi ini bertujuan untuk memisahkan metampiron yang mungkin ada di dalam sampel jamu dengan bahan lainnya. Proses ekstraksi dilakukan sebanyak tiga kali dengan tujuan agar diperoleh larutan sampel yang jernih.

Fase gerak yang digunakan pada penelitian ini yaitu campuran etil asetat *p.a.* dan metanol *p.a.* dengan perbandingan (7:3). Campuran dua pelarut organik tersebut digunakan karena daya elusi campuran pelarut ini menghasilkan pemisahan yang optimal, sehingga dapat memisahkan noda dengan tingkat kepolaran yang berbeda-beda. Pemilihan fase gerak yang digunakan dilihat dari kepolaran yang dimiliki oleh metampiron tersebut karena kepolaran sangat berpengaruh pada nilai faktor retensi. Kemurnian dari fase gerak juga sangat mempengaruhi hasil elusi pada KLT (Gandjar dan Rohman, 2007).

Fase diam yang digunakan adalah plat KLT GF<sub>254</sub> karena plat tersebut dapat berfluoresensi. Sinar ultraviolet (UV) yang digunakan untuk melihat fluoresensi metampiron adalah 254 nm dan 366 nm. Noda yang tampak pada plat KLT GF<sub>254</sub> yang disinari UV 254 nm akan terlihat gelap karena yang berfluoresensi adalah lempeng sedangkan sampelnya tidak. Sedangkan pada sinar UV 366 nm noda yang tampak akan terlihat terang karena yang berfluoresensi adalah sampel sedangkan lempengnya tidak (Gritter, 1991).

Sebelum plat KLT GF<sub>254</sub> dimasukkan dalam bejana kromatografi, dilakukan penjuanan bejana terlebih dahulu. Penjuanan bertujuan agar atmosfer dalam bejana penuh dengan uap fase gerak. Sehingga pada proses elusi kecepatan penguapan fase gerak pada semua sisi permukaan plat KLT sama, serta proses elusi dapat berlangsung secara optimal. Plat KLT diaktivasi dengan cara dipanaskan terlebih dahulu sebelum

dilakukan penotolan baku pembanding dan sampel, tujuannya untuk menghilangkan kadar air yang terdapat pada plat KLT tersebut (Sastrohamidjojo, 2007).

Plat KLT GF<sub>254</sub> diberi tanda 1 cm batas bawah dan 0,5 cm batas atas, serta jarak antar noda sebesar 1 cm. Baku pembanding dan sampel ditotolkan pada plat menggunakan pipa kapiler, kemudian dimasukkan ke dalam bejana yang telah dijenuhkan. Setelah proses pengelusian selesai, plat dikeluarkan dan didiamkan hingga kering sebelum diamati di bawah sinar UV 254 nm dan 366 nm. Tujuan dilakukan pengeringan agar hasil yang diperoleh pada saat pengamatan dapat terlihat jelas.

Sinar UV 254 nm dan 366 nm akan berfluoresensi pada panjang gelombang tersebut disebabkan karena adanya interaksi antara sinar UV dengan gugus kromofor yang terikat oleh auksokrom pada noda tersebut (Sudjadi, 1988). Setelah diamati dengan sinar UV, dilakukan perhitungan harga faktor retensi baku pembanding dan sampel. Sampel dikatakan positif apabila nilai faktor retensinya sama dengan baku pembanding. Harga faktor retensi yang baik berkisar antara 0,2 – 0,8. Hasil perhitungan harga faktor retensi ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil perhitungan harga faktor retensi

Baku Pembanding	Sampel	Harga Rf	Hasil	Warna Bercak	Bentuk Sediaan
Metampiron Standar		0,457	+	Biru	Kapsul
	1	0,457	+	Biru	Kapsul
	2	0,857	-	Biru	Kapsul
	3	0,400	-	Kuning	Kapsul
	4	0,485	-	Kuning	Kapsul
	5	0,628	-	Biru	Kapsul
	6	0,428	-	Kuning	Kapsul
	7	0,428	-	Kuning	Kapsul
	8	0,200	-	Kuning	Kapsul
	9	0,885	-	Kuning	Kapsul
	10	0,257	-	Kuning	Kapsul
	11	0,771	-	Kuning	Kapsul
	12	0,828	-	Kuning	Kapsul
	13	0,771	-	Kuning	Serbuk
	14	0,714	-	Kuning	Serbuk
	15	0,714	-	Kuning	Serbuk
	16	0,742	-	Merah	Serbuk
	17	0,742	-	Merah	Serbuk
	18	0,742	-	Merah	Serbuk
	19	0,828	-	Kuning	Serbuk
	20	0,828	-	Kuning	Serbuk
	21	0,742	-	Merah	Serbuk

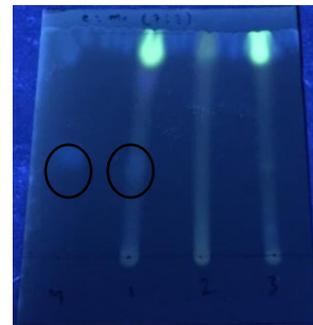
Keterangan :

(+) = mengandung bahan kimia obat metampiron

(-) = tidak mengandung bahan kimia obat metampiron

Berdasarkan hasil yang ditampilkan pada Tabel 1 diketahui bahwa sampel jamu pegal linu yang positif mengandung BKO metampiron hanya teridentifikasi pada sampel 1. Hasil dapat dilihat

pada Gambar 1. Hal ini ditandai dengan harga faktor retensi sampel 1 sama dengan baku pembanding. Harga faktor retensi yang dihasilkan baku pembanding sebesar 0,457, dengan bercak yang diamati menggunakan sinar UV menghasilkan warna biru, begitu juga dengan bercak yang dihasilkan pada sampel 1. Pada sampel 2 dan 5 menghasilkan bercak berwarna biru yang sama dengan baku pembanding, tetapi mempunyai harga faktor retensi yang berbeda. Sampel 3, 4, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, dan 21 menghasilkan warna bercak dan harga faktor retensi yang berbeda dengan baku pembanding. Hasil KLT baku pembanding dan sampel 1 – 21 dapat dilihat pada Lampiran 3. Sehingga dapat dikatakan bahwa sampel 2 – 21 tidak teridentifikasi mengandung BKO metampiron.



Gambar 1. Pengamatan baku pembanding, sampel 1, 2, dan 3 pada sinar UV 366 nm

#### Penentuan Kadar metampiron

Hasil pengujian secara kualitatif menggunakan KLT memberikan hasil yang positif mengandung BKO metampiron, maka dilanjutkan dengan pengujian secara kuantitatif menggunakan spektrofotometer UV. Metampiron dianalisis menggunakan metode spektrofotometri UV karena dilihat dari strukturnya, metampiron memiliki gugus kromofor sehingga kadarnya bisa ditetapkan dengan spektrofotometri UV. Struktur metampiron mempunyai gugus kromofor berupa benzen yang mempunyai ikatan rangkap terkonjugasi (Skoog, 1985).

#### Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Pengukuran kadar dilakukan dengan spektrofotometer UV karena teknik preparasi sampel yang sederhana, proses *output* yang cepat, dapat menganalisis larutan dengan konsentrasi yang kecil, serta tingkat spesifisitas yang tinggi terhadap analisis zat uji (Hahne, 2002). Pelarut yang digunakan dalam pembuatan larutan standar disesuaikan dengan pelarut larutan uji. Sehingga larutan standar yang digunakan yaitu pelarut asam asetat glasial 0,5% dalam akuades. Kelarutan metampiron di dalam pelarut asam asetat glasial 0,5% dalam akuades sangat baik, sehingga dapat memaksimalkan kadar metampiron yang terlarut.

Tahap awal penentuan kurva kalibrasi adalah dilakukan pembacaan panjang gelombang maksimum yang dapat mendeteksi keberadaan

metampiron. Panjang gelombang maksimum adalah panjang gelombang pada saat suatu senyawa memberikan serapan maksimum (Pecsok *et al.*, 1976). Tujuan dilakukannya pembacaan panjang gelombang maksimum dikarenakan pada panjang gelombang maksimum kepekaannya tinggi dan penyimpangan kadar yang kecil bisa terdeteksi dengan baik. Sehingga memberikan sensitifitas dan akurasi yang baik. Pembacaan panjang gelombang maksimum penting dilakukan karena variasi sampel (kemurnian zat, pelarut), kerja alat, ataupun lingkungan (suhu, cahaya, kondisi tegangan listrik) bisa menggeser panjang gelombang maksimum (Gandjar *et al.*, 2012).

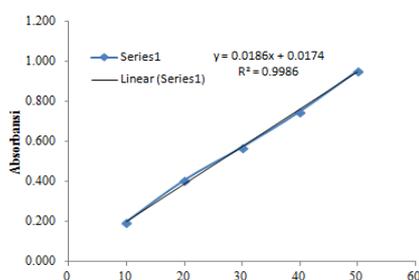
Daerah pengukuran absorbansi suatu sampel dilakukan pada panjang gelombang maksimum karena penyerapan energi oleh cahaya kromofor telah maksimum. Sehingga tingkat kepekaan terhadap perubahan konsentrasi lebih tinggi (Gandjar *et al.*, 2012). Hasil penentuan panjang gelombang maksimum metampiron yang dilarutkan menggunakan pelarut asam asetat glasial 0,5% dalam akuades menunjukkan absorbansi maksimum pada 257 nm, hal ini sesuai dengan literatur (Soewandhi, 2007). Pada pembacaan panjang gelombang maksimum dilakukan terlebih dahulu pembacaan blanko, tujuannya untuk mengkalibrasi alat sehingga mengurangi kesalahan.

**Kurva Kalibrasi Metampiron**

Konsentrasi larutan kurva kalibrasi metampiron yang digunakan sebesar 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm. Larutan metampiron dibuat sebesar 1000 ppm, menyebabkan hasil pembacaan absorbansi yang terlalu tinggi dan menyebabkan hasil perhitungan yang tidak valid sehingga dilakukam 100 kali pengenceran. Hasil pembacaan absorbansi larutan kurva kalibrasi untuk metampiron dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2. Hasil pembacaan absorbansi larutan kurva kalibrasi metampiron**

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata-rata	SD	%CV
	I	II	III			
10	0,196	0,200	0,19	0,197	0,00303	1,54206
20	0,401	0,419	0,39	0,405	0,01321	3,26496
30	0,56	0,569	0,57	0,570	0,00810	1,42145
40	0,74	0,748	0,75	0,749	0,00425	0,56792
50	0,90	1,010	0,94	0,953	0,05253	5,50928
<b>Nilai r</b>	0,9982	0,9915	0,9996	0,9986		



Grafik linier antara konsentrasi larutan metampiron dan absorbansi menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi larutan metampiron. Berdasarkan hasil tersebut diperoleh regresi linier untuk penentuan kadar obat dapat dilihat pada Persamaan 2. Regresi linier yang dipilih adalah hasil pembacaan absorbansi pada rata-rata dari ketiga kali replikasi. Hal ini dikarenakan pada ketiga kali replikasi memiliki koefisien determinasi yang baik (paling mendekati 1). Replikasi pengukuran larutan metampiron dimaksudkan untuk meminimalkan kesalahan dalam proses pembacaan absorbansi. Hasil presisi dikatakan baik apabila % CV setiap konsentrasi larutan memenuhi batas ketetapan UNODCV (2009) karena linearitas tiga pengulangan > 0,990.

Nilai % CV yang diperbolehkan pada kadar 1% atau lebih adalah < 2,5%, pada kadar satu per seribu < 5%, pada kadar ppm < 16%, dan pada kadar ppb < 32%. Umumnya untuk nilai % CV ≤ 1% = sangat teliti, % CV ≤ 2% = teliti, % CV < 5% = ketelitian sedang, % CV > 5% = ketelitian rendah (Harmita, 2004). Pada penelitian dapat dikatakan bahwa metode pembuatan kurva kalibrasi ini memiliki presisi baik karena % CV setiap konsentrasi larutan memenuhi batas ketetapan yang ditetapkan.

$Y = 0,0186X + 0,0174$  ..... (2)

Keterangan :

Y = absorbansi

X = kadar yang dihitung (ppm)

**Penentuan Kadar Obat Metampiron Dalam Sampel Jamu Pegal Linu**

Pelarut yang digunakan dalam penentuan kadar obat sama dengan pelarut dalam penentuan kurva kalibrasi metampiron yaitu larutan asam asetat glasial 0,5% dalam akuades. Sampel jamu pegal linu agak sukar dilarutkan karena sampel jamu tersebut berbentuk serbuk yang sedikit kasar serta banyaknya zat lain yang terdapat di dalam jamu tersebut. Sehingga larutan sampel perlu di vorteks, hal ini bertujuan agar sampel lebih cepat larut.

Penentuan kadar obat metampiron dalam sampel jamu pegal linu perlu dilakukan agar dapat mengetahui kadar BKO metampiron yang ditambahkan ke dalam sampel jamu pegal linu, karena penambahan BKO tidak boleh dilakukan walaupun kurang dari 1%. Hal ini dikarenakan melanggar keputusan PERMENKES RI no. 007 Pasal 7 (1) tahun 2012, selain itu kadar obat yang terlalu tinggi dapat menimbulkan toksisitas dan kadar obat yang tidak jelas juga dapat mengakibatkan

terjadinya efek yang tidak diinginkan apabila dikonsumsi dalam jangka waktu yang lama (Abraham *et al.*, 2012). Hasil kadar rata-rata metampiron dalam sampel 1 jamu pegal linu yang teridentifikasi BKO yaitu sebesar 1,263%. Hasil penentuan kadar metampiron tersebut dapat dilihat pada Tabel 3.

**Tabel 3. Hasil penentuan kadar metampiron dalam sampel 1 jamu pegal linu**

Replikasi	Absorbansi	Kadar (ppm)	% Kadar
1	0,243	12,14781	1,215
2	0,263	13,17856	1,318
3	0,251	12,55271	1,255
<b>Rata-rata</b>		12,62636	1,263
<b>SD</b>		0,51931	
<b>CV (%)</b>		4,11289	

### **Pengujian Linearitas, Limit of Detection (LOD), dan Limit of Quantification (LOQ)**

#### **Linearitas**

Uji linearitas ditetapkan dengan membuat seri konsentrasi larutan standar metampiron yang diukur absorbansinya pada panjang gelombang 257 nm. Konsentrasi yang dibuat yaitu 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm. Hasil pengukuran absorbansi dari seri konsentrasi larutan tersebut dibuat menjadi kurva kalibrasi. Sehingga diperoleh persamaan regresi dari nilai absorbansi dengan seri konsentrasi larutan standar metampiron. Kurva kalibrasi yang dibuat merupakan hubungan antara nilai absorbansi terhadap konsentrasi larutan standar metampiron.

Berdasarkan hasil pengolahan data dari nilai rata-rata kurva kalibrasi diperoleh persamaan regresi  $y = 0,0186 x + 0,0174$  dengan koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,9986. Persamaan regresi dikategorikan memenuhi syarat linearitas apabila nilai koefisien korelasinya ( $r$ ) mendekati 1 (Jeffery *et al.*, 1989). Hal ini menunjukkan bahwa persamaan regresi yang diperoleh dari penelitian memenuhi persyaratan linearitas sehingga dapat disimpulkan bahwa peningkatan nilai absorbansi larutan standar metampiron berbanding lurus terhadap peningkatan konsentrasinya.

#### **Limit of Detection (LOD), dan Limit of Quantification (LOQ)**

*Limit of Detection* (LOD) merupakan suatu penentuan jumlah analit terkecil yang masih dapat dideteksi, tetapi tidak perlu dapat terukur. Sedangkan *limit of quantification* (LOQ) merupakan suatu penentuan jumlah analit terkecil yang masih dapat diukur secara kuantitatif dengan akurasi dan presisi. Penentuan nilai *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ) dapat dilakukan dengan menggunakan kurva kalibrasi yang memenuhi persyaratan analisis (ICH, 2005). Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa kurva kalibrasi yang diperoleh memenuhi persyaratan analisis sehingga dapat digunakan untuk penentuan *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ). *Limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification*

(LOQ) dihitung secara statistika dengan menggunakan persamaan regresi dari kurva kalibrasi.

Hasil perhitungan LOD yang diperoleh pada penelitian sebesar 2,07933 ppm dan LOQ sebesar 6,93110. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi dan memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko yaitu pada konsentrasi 2,07933 ppm. Sedangkan kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat dikuantifikasi dan memenuhi kriteria akurasi dan presisi yaitu pada konsentrasi 6,93110 ppm.

#### **Analisis Data**

Analisis data dilakukan secara deskriptif yaitu suatu teknik analisis yang digunakan untuk menganalisis data dengan cara mendeskripsikan atau menggambarkan data-data yang sudah ada. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini menunjukkan bahwa dari beberapa sampel jamu pegal linu yang beredar di kota Palembang ada yang positif mengandung BKO metampiron. Hal ini ditunjukkan dari hasil pengujian KLT pada 21 sampel jamu pegal linu yang memenuhi karakteristik yang dikehendaki. Karakteristik jamu yang dijadikan sampel yaitu jamu berkhasiat pegal linu, berbentuk serbuk atau kapsul, dan ada/tidaknya izin edar. Hasil KLT dari 21 sampel jamu pegal linu menunjukkan bahwa yang positif teridentifikasi mengandung BKO metampiron yaitu sampel 1.

Sampel jamu pegal linu tersebut dapat dikatakan positif karena menghasilkan harga faktor retensi yang sama dengan baku pembanding yaitu sebesar 0,457. Bercak yang diamati menggunakan sinar UV menghasilkan warna biru, begitu juga dengan bercak yang dihasilkan pada sampel 1. Untuk sampel yang positif teridentifikasi mengandung BKO metampiron dilakukan pengukuran kadar menggunakan spektrofotometri UV. Hasil yang diperoleh dari pengukuran menggunakan spektrofotometri UV yaitu diperoleh kadar metampiron yang terdapat di dalam sampel 1 sebesar 1,263%. Selanjutnya dilakukan penentuan nilai *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ). Nilai *limit of detection* (LOD) diperoleh sebesar 2,07933 ppm dan *limit of quantification* (LOQ) sebesar 6,93110 ppm.

Penggunaan metampiron dosis tunggal dengan aturan yang sesuai sebenarnya tidak berbahaya, tetapi akan berbahaya jika keberadaan metampiron di dalam jamu. Kadar metampiron didalam jamu tidak diketahui sehingga dosis penggunaan juga tidak diketahui. Metampiron jika dikonsumsi secara terus-menerus dalam jangka waktu yang panjang akan menimbulkan efek samping yaitu gangguan saluran cerna seperti mual, pendarahan lambung, serta gangguan sistem seperti tinitus dan neuropati, pembentukan sel

darah dihambat (anemia aplastik), agranulositosis, dan gangguan ginjal (Yuliarti, 2008).

Sebanyak 21 jamu pegal linu yang dijadikan sampel, semuanya memiliki izin edar BPOM. Setelah dilakukan pengecekan nomor registrasi pada 21 sampel tersebut, terdapat 6 sampel memiliki nomor registrasi yang terdaftar dan 15 sampel lainnya memiliki nomor registrasi yang fiktif. Berdasarkan hasil analisis yang dilakukan ditemukan sampel jamu pegal linu yang teridentifikasi mengandung BKO metampiron yaitu terdapat dalam sampel 1, dengan nomor registrasi tidak terdaftar. Namun walaupun demikian, jamu tradisional mutlak tidak diperbolehkan mengandung BKO metampiron. Hal ini sesuai dengan Keputusan PERMENKES RI no. 007 Pasal 7 (1) tahun 2012. Sehingga secara tidak langsung produsen telah melanggar Undang-Undang Nomor 36 Tahun 2009 tentang Kesehatan dan Undang-Undang Nomor 8 Tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen.

#### SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa:

1. Sebanyak 21 jamu pegal linu yang dijadikan sampel, yang positif teridentifikasi mengandung BKO metampiron sebanyak satu sampel yaitu terdapat pada sampel 1.
2. Hasil kadar metampiron yang terdapat di dalam sampel 1 jamu pegal linu yang positif teridentifikasi mengandung BKO yaitu sebesar 1,263%.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Abraham, R.T., Groothuis, A., Price, G.S. & Edelman, E.R. 2012, *Stent elution rate determines drug deposition and receptor-mediated effects*, J Cont Rel, **161(3)**: 918 – 926.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan. 2015, *Pedoman gerakan nasional peduli obat dan pangan aman untuk anak-anak*, BPOM, Jakarta, Indonesia.
- Balai Besar Pengawas Obat dan Makanan. 2013, *Tertangkap Lagi Produk Obat Tradisional TIE/BKO*, BBPOM, Semarang, Indonesia.
- Gandjar, I.G. & Rohman, A. 2007, *Kimia farmasi analisis*, Pustaka Pelajar, Yogyakarta, Indonesia.
- Gandjar, I.G. & Rohman, A. 2012, *Analisis obat secara spektroskopi dan kromatografi*, Pustaka Pelajar, Yogyakarta, Indonesia.
- Gritter, R.J., Bobbit, J.M., & Swharting, A.E. 1991, *Pengantar kromatografi*, edisi ke-2, Penerbit Institut Teknologi Bandung, Bandung, Indonesia.
- Hahne, R.M.A. 2002, *Fundamentals of industrial hygiene*, edisi ke-5, National Safety Council, New York, USA.
- Harmita. 2004, *Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya*, Majalah Ilmu Kefarmasian, **1(3)**: 117 - 135.
- Hermanto & Subroto. 2007, *Pilih jamu dan herbal tanpa efek samping*, Penerbit PT. Elex Medika Komputindo, Jakarta, Indonesia.
- International Conference on Harmonisation. 2005, *Validation of analytical procedures: Text and methodology Q2 (R1)*, European Union, Japan and USA.
- Jeffery, G.H., Bassett, J., Mendham, J. & Denney, R.C. 1989, *Vogel's: Textbook of quantitative chemical analysis*, 5<sup>th</sup> edition, Longman Scientific & Technical, London, UK.
- Mitra, T. 2017, *39 obat tradisional mengandung bahan kimia obat versi bpom*, diakses tanggal 14 Januari 2018, <<https://gaya.tempo.co/read/1041534/cek-39-obat-tradisional-mengandung-bahan-kimia-obat-versi-bpom>>.
- Muhamad, M. 2008, *Techniques in identification of common adulterants in traditional medicine product*, National Pharmaceutical Control Bureau (NPCB), Selangor, Malaysia.
- Pecsok, R.L., Shields, L.D., Cairns, T., & William, I.G. 1976, *Modern methods of chemical analysis*, 3<sup>rd</sup> edition, John Wiley & Sons Inc, Canada, USA.
- Peng, Z. 2006, *Quality control of herbal medicine: Chromatographic finger printing and screening for adulterants*, National University of Singapore, Singapore.
- Republik Indonesia. 1999. Undang-undang No. 8 Tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen. Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 1999, No. 42. Sekretariat Negara. Jakarta, Indonesia.
- Republik Indonesia. 2009. Undang-undang No. 36 Tahun 2009 tentang Kesehatan. Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2009, No. 144. Sekretariat Negara. Jakarta, Indonesia.
- Republik Indonesia. 2012. Peraturan Menteri Kesehatan No. 7 Tahun 2012 tentang Registrasi Obat Tradisional. Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2012, No. 7. Sekretariat Negara. Jakarta, Indonesia.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. 2007. *Kromatografi*, edisi ke-2, Liberty Press, Yogyakarta, Indonesia.
- Skoog, D.A. 1985, *Principles of instrumental analysis*, 3<sup>rd</sup> edition, Saunders College Pulp, Philadelphia, USA.
- Soewandhi. 2007, *Pengaruh milling terhadap laju disolusi campuran metampiron-fenilbutason*, Majalah Ilmu Kefarmasian, Bandung, Indonesia.
- Sudjadi. 1988, *Metode pemisahan*, Fakultas Farmasi Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, Indonesia.

- United Nations Office on Drugs and Crime Vienna. 2009, *Guidance for the validation of analytical methodology and calibration of equipment used for testing of illicit drugs in seized materials and biological specimens*, United Nations, New York, USA.
- Vepriati, N. 2008, *Awas obat tradisional mengandung bahan kimia obat*, diakses tanggal 16 Oktober 2017, <<http://dinkeskabkulunprogo.org>>.
- Wahyuni, S.A. & Sujono, T.A. 2004, *Studi aktivitas daya analgetik jamu pegal linu*, *Jurnal Penelitian Sains & Teknologi*, **5(1)**: 21 – 32.
- Yuliarti & Nurheti. 2008, *Tips cerdas mengkonsumsi jamu*, Penerbit Banyu Media, Yogyakarta, Indonesia.