

ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF CEMARAN PARASETAMOL PADA OBAT TRADISIONAL PEGAL LINU

QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF PARACETAMOL CONTAMINATION IN RHEUMATIC PAIN TRADITIONAL MEDICINE

Desy Ayu Irma Permatasari¹✉, Rini Setyowati¹, Muladi Putra Mahardika²

¹Departement of Pharmacy, Faculty of Health Science, Universitas Duta Bangsa Surakarta, Jl. Pinang, Cemani, Grogol, Sukoharjo 57154, Indonesia

²Departement of Pharmacy, Politeknik Harapan Bersama, Jl. Mataram, No 9, Tegal 52147, Indonesia

✉ desyayu_permatasari@udb.ac.id

🌐 <https://doi.org/10.31603/pharmacy.v8i1.5497>

Article info:

Submitted : 09-08-2021

Revised : 09-09-2021

Accepted : 20-03-2022



This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License

Publisher:

Universitas Muhammadiyah Magelang

ABSTRAK

Obat analgetik sering ditambahkan secara ilegal pada obat tradisional pegal linu. Parasetamol adalah salah satu contoh obat kimia yang kemungkinan besar ditambahkan dalam obat tradisional pegal linu. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui cemaran parasetamol dan kadar parasetamol pada obat tradisional pegal linu di daerah Kecamatan Borobudur. Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen, untuk analisa datanya menggunakan microsoft excel dan regresi linier. Metode analisis kualitatif menggunakan uji organoleptis untuk deskripsi sampel, uji KLT untuk mengetahui nilai Rf, uji FTIR untuk karakterisasi. Metode analisis kuantitatif menggunakan uji LC-MS untuk mengetahui kadar parasetamol yang terkandung pada obat tradisional pegal linu, pada penelitian ini metode uji menggunakan LC-MS menghasilkan data yang valid dikarenakan didapatkan kadar dari cemaran parasetamol. Hasil uji organoleptis menunjukkan deskripsi bentuk, warna, bau dan rasa dari sampel A, B dan C. Hasil dari uji KLT pada sampel A dan B adalah positif, ditunjukkan adanya spot berwarna ungu dan nilai Rf sampel dibandingkan dengan nilai Rf standar parasetamol, pada sampel C adalah negatif. Hasil uji FTIR pada sampel A dan B adalah positif karena gugus fungsi hampir sama dengan gugus fungsi standar parasetamol, pada sampel C adalah negatif. Hasil uji LC-MS setelah dilakukan perhitungan kadar, pada sampel A dan C diperoleh kadar sebanyak $< 4,4 \mu\text{g}/\text{kg}$ dibawah batas deteksi (LoD): $4,4 \mu\text{g}/\text{kg}$, sedangkan sampel B diperoleh kadar sebanyak 2,22%. Berdasarkan hasil dari seluruh pengujian ketiga sampel, bahwa pada sampel A dan sampel B positif terdapat cemaran parasetamol dan sampel C negatif.

Kata kunci: Analisis; Kualitatif; Kuantitatif; Parasetamol; Obat Tradisional Pegal Linu

ABSTRACT

Analgesic drugs are often added illegally in rheumatic pain traditional medicine. Paracetamol is one of chemical drugs that have a large possibility to be added in rheumatic pain traditional medicine. The aims this research were to know paracetamol and concentration of paracetamol in rheumatic pain traditional medicine in Borobudur District. This research is experimental research, the analysis data were used microsoft excel and linear regression. Qualitative analysis method using organoleptic test to description the sample, TLC test to evaluation Rf value and FTIR test for characterization. Quantitative analysis method using LC-MS test to know the paracetamol concentration contained on the rheumatic pain traditional medicine. Organoleptic test the results show description the shape, color, smell and taste of sample A, B and C. The results of the TLC evaluation showed sample A and B were positive, indicated by a purple spot and the Rf value of the sample was exactly same compared to Rf value of standard paracetamol, while sample C is negative. The result of the FTIR spectra showed that sample A and B have same functional group as the standard paracetamol, while sample C showed none. LC-MS test results after calculating

the concentration in samples A and C the concentration was obtained < 4,4 µg/kg below the Detection Limit (LoD): 4,4 µg/kg, while sample B the concentration was obtained 2,22%. Based on the results of all three samples tested, the sample A and sample B were positively contaminated by chemical medicine paracetamol while sample C were negative

Keywords: Analysis; Qualitative; Quantitative; Paracetamol; Rheumatic Pain Herbal Medicine

1. PENDAHULUAN

Perkembangan obat tradisional di Indonesia meningkat sangat pesat, seiring dengan perkembangan zaman banyak industri jamu, industri rumah tangga dan industri farmasi yang memanfaatkan bahan alam untuk diproduksi menjadi obat tradisional dengan menggunakan mesin modern yang dikemas secara modern. Sehingga, banyak masyarakat di Indonesia yang mengonsumsi dan mencari pengobatan menggunakan obat tradisional dengan bahan alam karena relatif lebih aman dibandingkan dengan obat kimia atau sintetis. Hal ini tidak menutup kemungkinan bahwa obat tradisional kemasan sering ditambah atau dicampur bahan kimia obat. Obat analgetik atau AINS seperti parasetamol sering ditambahkan secara ilegal oleh pihak produsen yang tidak bertanggung jawab pada obat tradisional agar jamu berkhasiat dengan cepat (Hayun & Karina, 2016).

Penambahan atau pencampuran jumlah bahan kimia obat yang dicampur pada obat tradisional kemungkinan tidak terukur dengan dosis yang bisa jadi berbeda-beda pada setiap kemasan. Hal ini dapat berbahaya bagi kesehatan apabila dikonsumsi berlebihan secara terus-menerus dalam jangka waktu yang lama, karena parasetamol memiliki efek samping seperti gangguan penglihatan, diare, ruam kulit, kelainan darah, gagal ginjal, reaksi hipersensitivitas dan kerusakan hati setelah over dosis hingga menyebabkan kematian (Efendi, 2017).

Obat tradisional dilarang diproduksi jika mengandung bahan kimia obat berdasarkan peraturan perundang-undangan. Berdasarkan Permenkes RI Nomor: 246/Menkes/Per/V/1990 tentang "Izin Usaha Industri Obat Tradisional dan Pendaftaran Obat Tradisional", pada bab VIII pasal 39 ayat 1 tentang larangan, menyatakan bahwa Industri Obat Tradisional atau Industri Kecil Obat Tradisional dilarang memproduksi: segala jenis obat tradisional yang mengandung bahan kimia obat bahan kimia hasil isolasi atau sintetis yang berkhasiat sebagai obat (Susilawan et al., 2018).

Berbagai penelitian banyak dilakukan untuk membuktikan apakah obat tradisional mengandung cemaran bahan kimia obat atau tidak dengan berbagai metode analisis baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Hal ini dapat dilihat dari penelitian Indriatmoko, et al. (2019), menyatakan bahwa hasil analisis kualitatif dengan metode KLT dari lima jenis sampel jamu didapat dua sampel positif mengandung parasetamol pada jamu pegal linu yang diperoleh dari kawasan industri Kibin Kabupaten Serang dan hasil analisis kuantitatif dengan metode spektrofotometri didapat kadar parasetamol dengan kode sampel D sebesar 47,21 mg dan sampel E sebesar 40,47 mg (Indriatmoko et al., 2019). Penelitian yang dilakukan oleh Wijianto (2012) menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) yaitu 3 jamu positif mengandung parasetamol pada sampel C, E dan G yang didapat dari toko obat di kota Pontianak, sedangkan dengan menggunakan metode Spektrofotometri UV-Vis didapat kadar berturut-turut yaitu 45,4 mg; 70,385 mg dan 150,15 mg (Wijianto & Yumanda, 2012).

Berdasarkan penelitian terdahulu, pada penelitian ini akan dilakukan modifikasi pengujian dengan analisis metode baru yaitu menggunakan LC-MS (Liquid Chromatography – Mass Spectrometry) untuk mengetahui dan mendeteksi cemaran parasetamol pada obat tradisional pegal linu menggunakan metode KLT dan LC-MS di daerah Kecamatan Borobudur. Kromatografi lapis tipis merupakan salah satu metode pemisahan untuk analisis secara kualitatif dan kuantitatif terhadap komponen atau suatu senyawa. LC-MS digunakan untuk mengetahui secara kuantitatif kadar parasetamol dalam obat tradisional pegal linu. Kromatografi cair-spektrometri massa (LC-MS) mempunyai keunggulan yaitu ketepatan atau ketelitian, spesifitas atau validitas, sensitivitas hasil pengukuran yang sangat tinggi dan mempunyai kapasitas yang

lebih besar dalam menganalisis sampel yang lebih banyak untuk sekali waktu dibandingkan dengan metode analisis yang lainnya seperti kromatografi gas, kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) dan Spektrofotometri UV-Vis ([Ginting, 2012](#)).

2. METODE

2.1. Sampel

Penelitian ini menggunakan teknik pengambilan sampel adalah *non random sampling* dan sampel berjumlah 3 obat tradisional pegal linu dari produsen yang berbeda yang dibeli dari beberapa toko jamu tradisional pegal linu di daerah Kecamatan Borobudur. Penelitian ini adalah penelitian eksperimen yang dilaksanakan di Laboratorium Farmasi Universitas Duta Bangsa Surakarta, Laboratorium Farmasi Indonusa Surakarta, Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu UGM.

2.2. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah lempeng KLT silika GF254, bejana kromatografi (*chamber*), pipa kapiler, timbangan analitik (neraca analitik digital Mettler), labu erlenmeyer 100 mL, cawan uap, gelas ukur 5 mL, 10 mL, dan 100 mL, corong gelas, kertas saring, aluminium foil, lampu UV 254 nm, pipet tetes, spatel logam, batang pengaduk, dan oven, seperangkat instrumen FTIR lengkap (Thermo Scientific Nicolet iS10). Seperangkat instrumen LC-MS/MS lengkap (UFLC SHIMADZU CORP-MS/MS 3200 QTRAP ABSCIEX).

Bahan yang digunakan adalah sampel obat tradisional pegal linu dengan kode sampel A, B dan C dengan komposisi bahan pada kemasan tertera pada Tabel 1, standar parasetamol p.a, etanol 96% (Merck), metanol p.a (Merck), Pellet KBr, fase gerak pada KLT menggunakan kloroform: etanol (9:1) dan fase diam menggunakan lempeng KLT silika gel GF₂₅₄. Fase gerak pada LC-MS adalah campuran A = H₂O + 0,1% asam format dengan B = MeOH (Metanol) + 0,1% asam format, perbandingan A: B (5: 9).

2.3. Analisis Kualitatif

2.3.1. Uji Organoleptis

Produk obat tradisional pegal linu dideskripsikan masing-masing meliputi komposisi, khasiat dan dosisnya serta diuji secara organoleptis meliputi bentuk, warna, bau dan rasanya ([Indriatmoko et al., 2019](#)).

2.3.2. Preparasi Sampel

Sampel pada jamu ditimbang kurang lebih 1gram dimasukkan ke dalam gelas kimia lalu ditambahkan etanol 96 % kurang lebih 20 ml, kemudian disonikasi selama 20 menit, saring dan tampung ekstrak cair dari sampel jamu. Ekstrak diuapkan di atas penangas air sampai kering. Sisa penguapan dilarutkan dengan 5 ml etanol ([Farikha, 2016](#)).

2.3.3. Pembuatan Baku Pembanding Parasetamol

Baku pembanding parasetamol ditimbang 10 mg, kemudiandimasukkan kedalam labu ukur 10 ml dan dilakukan pengenceran menggunakan etanol 96% sampai tanda batas kemudian dilarutkan dan dihomogenkan ([Farikha, 2016](#)).

2.3.4. Uji Kromatografi Lapis Tipis

Larutan sampel dan baku pembanding ditotolkan pada lempeng KLT silika gel GF254. Dimasukkan ke dalam *chamber* ke dalam eluen kloroform: etanol (9:1). Setelah eluen mencapai batas tanda, angkat dan keringkan. Kemudian kromatogram yang dihasilkan diamati nodanya di bawah sinar ultraviolet (UV) pada panjang gelombang 254 nm. Dibandingkan noda yang terdapat pada senyawa pembanding dengan ekstrak jamu dan perhatikan ada tidaknya kesamaan pada penampakan noda dan hitung nilai R_f-nya ([Farikha, 2016](#)).

2.3.5. Karakterisasi Menggunakan FTIR

Serbuk jamu pegal linu yang mengandung parasetamol digerus menggunakan KBr menjadi pelet padat. Spektra direkam pada panjang gelombang 4000 – 650 cm^{-1} , untuk menghasilkan pita-pita gugus fungsional dari sampel (Haeria et al., 2015).

2.4. Analisis Kuantitatif Parasetamol dengan LC-MS

2.4.1. Pembuatan Larutan Standar

Menimbang standar parasetamol p.a lebih kurang 10 mg dan memasukkan ke dalam labu ukur 25 ml. Menambahkan metanol p.a untuk LC-MS sampai batas tanda (standar stok 1000 ppm), kemudian standar dibuat menjadi 10 ppm. Kemudian membuat standar deret dari 100 ppb, 250 ppb, 500 ppb, 750 ppb dan 1000 ppb dan masing-masing standar deret diinjeksikan ke LC-MS atau MS sebanyak 5 μL (LPPT, 2021).

2.4.2. Preparasi Sampel

Menimbang sampel serbuk jamu pegal linu sebanyak lebih kurang 100 mg, memasukkan ke dalam tabung conikel 15 ml dan menambah metanol p.a untuk LC-MS sebanyak 10 ml. Kemudian di vortek selama lebih kurang 5 menit dan menyaring dengan filter 0,22 μm . Mengencerkan masing-masing sampel jamu pegal linu berdasarkan (FP atau Faktor pengenceran) dengan metanol p.a untuk LC-MS pada sampel A dan C sebanyak 1 kali dan pada sampel B sebanyak 40 kali, kemudian di injeksikan ke LC-MS atau MS sebanyak 5 μL (LPPT, 2021).




3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Analisis Kualitatif Parasetamol

3.1.1. Deskripsi Sampel

Deskripsi sampel diberikan untuk membedakan sampel A, B dan C berdasarkan merk, komposisi, khasiat, dosis dan sudah teregistrasi BPOM atau belum (Indriatmoko et al., 2019), yang tercantum pada Tabel 1.

Tabel 1. Deskripsi Sampel Obat Tradisional Pegal Linu

Sampel dan Gambar	Komposisi
	(A) - <i>Kaempferiae rhizome</i> - <i>Curcumae rhizome</i> - <i>Retrofracti fructus</i> - <i>Zingiberis aromatica rhizome</i> - <i>Zingiberis purpurae rhizome</i> - <i>Parkiae semen</i>
	(B) - <i>Panax ginseng radix</i> - <i>Atractylodes radix</i> - <i>Phileodendrom cortex</i> - <i>Angelica radix</i> - <i>Paeoniae radix</i> - <i>Corydalis radix</i> - <i>Polyanthes folium</i>
	(C) - <i>Royal jelly</i> - <i>Foeniculi fructus</i> - <i>Liquistici radice</i> - <i>Conidii radice</i>

3.1.2. Uji Organoleptis

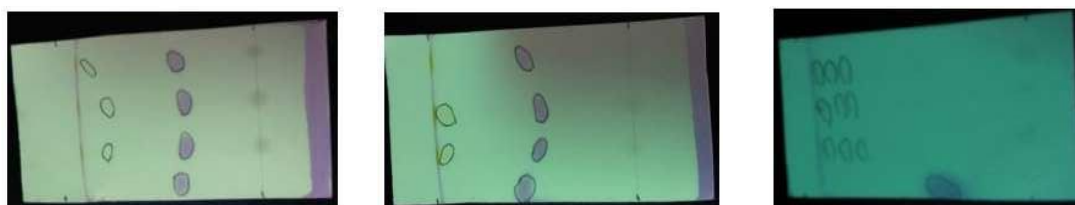
Hasil uji organoleptis ditunjukkan pada Tabel 2, bertujuan untuk mengetahui bentuk, warna, rasa dan bau melalui pengamatan visual dari sampel jamu pegal linu (Indriatmoko et al., 2019).

Tabel 2. Hasil Pengujian Organoleptis Sampel Obat Tradisional Pegal Linu

Sampel Obat Tradisional Pegal Linu	Bentuk atau Struktur	Warna	Rasa	Bau atau Aroma	Gambar
A	Serbuk	Kuning Pucat Agak Kecoklatan	Tawar Agak Manis Pahit	Khas atau Spesifik Jamu	
B	Serbuk	Kuning Pucat Agak Kecoklatan	Tawar Agak Pahit Sedikit	Khas atau Spesifik Jamu	
C	Serbuk	Kuning Pucat Agak Kecoklatan	Tawar	Khas atau Spesifik Jamu	

3.1.3. Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Prinsip dari uji kromatografi lapis tipis adalah parasetamol akan memberikan warna ungu di bawah sinar ultra violet (UV) 254 nm. KLT adalah metode pemisahan secara fisikokimia yang berdasarkan sifat perbedaan afinitas zat (analit terhadap fase diam dan fase gerak) (Fatimah et al., 2017). Tujuan KLT adalah memisahkan zat atau substansi aktif parasetamol dengan zat atau substansi zat lainnya yang masih ada di dalam etanol. Menghitung nilai Rf dari standar parasetamol dan nilai Rf dari sampel untuk dibandingkan antara nilai keduanya. Nilai Rf harus sesuai dalam sekitar ± 3% untuk identifikasi positif (Striegel & Hill, 1958). Hasil uji KLT pada sampel obat tradisional ketiga sampel tercantum pada Tabel 3 dan Gambar 1.



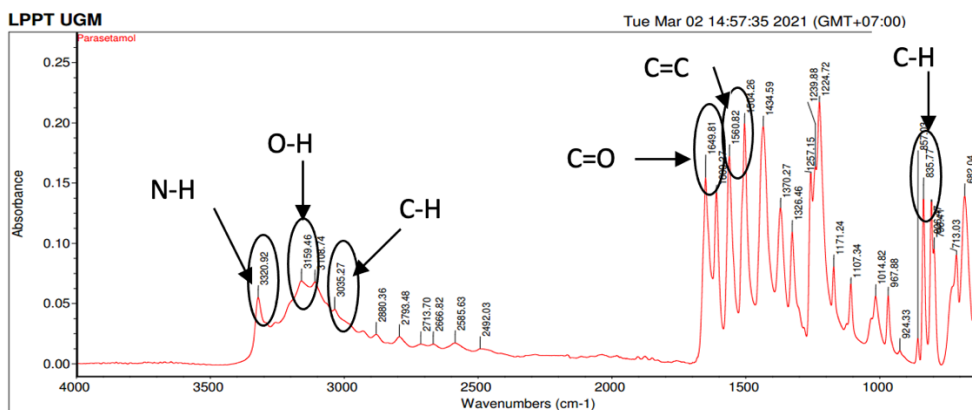
Gambar 1. Hasil Uji KLT pada Jamu Pegal Linu Sampel A, Sampel B dan Sampel C

Tabel 3. Hasil Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) Sampel Obat Tradisional Pegal Linu

No	Sampel dan Baku	Warna Visual	Warna UV 254 nm	Harga Rf	Hasil
1.	Sampel A				
	Spot 1	Kuning Pudar	Kuning Fluoresensi	0,74	-
	Spot 2	Ungu Pudar	Ungu Fluoresensi	0,42	+
2.	Sampel B				
	Spot 1	Kuning Pudar	Kuning Fluoresensi	0,90	-
	Spot 2	Ungu Pudar	Ungu Fluoresensi	0,42	+
3.	Sampel C				
	Spot 1	Kuning Pudar	Kuning Fluoresensi	0,96	-
	Spot 2	Kuning Pudar	Kuning Fluoresensi	0,86	-
	Spot 3	Kuning Pudar	Kuning Fluoresensi	0,82	-
4.	Baku Standar Parasetamol	Ungu Pudar	Ungu Fluoresensi	0,42	+

3.1.4. Uji Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FTIR)

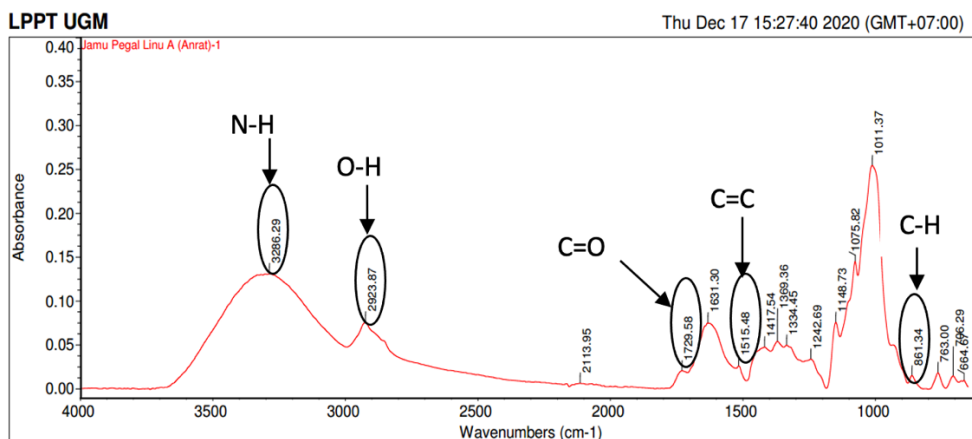
Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) adalah salah satu atau suatu teknik analisis kimia yang sangat baik dalam proses identifikasi atau mengenal struktur atom atau molekul suatu senyawa (Permatasari et al., 2021). Spektroskopis FTIR ini bertujuan untuk menentukan gugus fungsi dari senyawa organik yang diidentifikasi yaitu parasetamol pada obat tradisional pegal linu. Berdasarkan literatur spektroskopi FTIR parasetamol mempunyai puncak utama pada bilangan gelombang 1506, 1657, 1263, 1227, 1612 cm^{-1} dengan *pellet* KBr. Senyawa yang memiliki gugus fungsi yang sama akan mempunyai reaksi kimia yang hampir sama atau mirip. Parasetamol mengandung tidak kurang dari 98,0% dan tidak lebih kurang dari 101,0% $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$, dihitung terhadap zat yang dikeringkan (Farmakope, 2020). Hasil uji FTIR dan penjabaran hasil identifikasi gugus fungsi FTIR pada standar Parasetamol dan masing-masing sampel tercantum pada Gambar 2, Gambar 3, Gambar 4 dan Gambar 5, serta Tabel 4, Tabel 5, Tabel 6 dan Tabel 7.



Gambar 2. Hasil Uji FTIR Pada Senyawa Standar Parasetamol

Tabel 4. Hasil Identifikasi Gugus Fungsi FTIR pada Standar Parasetamol

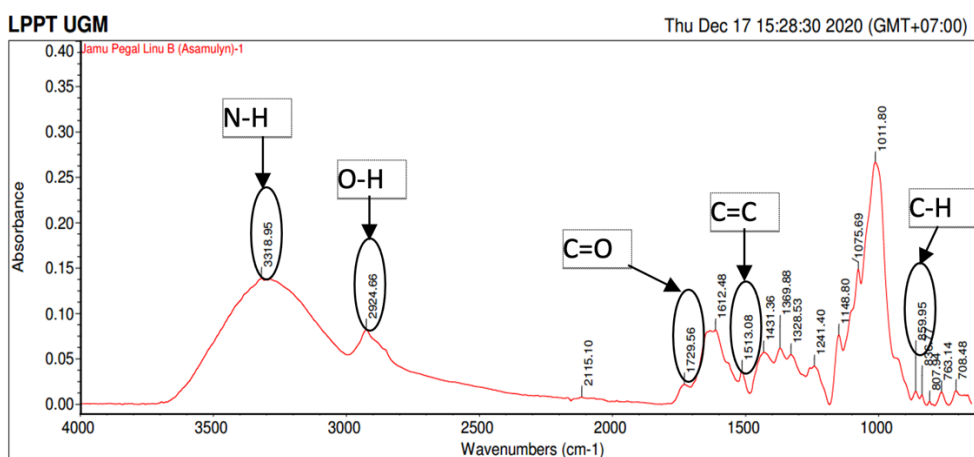
Bilangan Gelombang Standar Parasetamol (cm^{-1})	Rentang Gelombang (cm^{-1})	Bentuk Gelombang	Intensitas atau Ketajaman	Perkiraan Gugus Fungsi
3320,92	3300 – 3500	Medium	Sedang	N-H (Amina atau Anin)
3159,46	2500 – 3650	Melebar	Berubah-ubah	O-H (Hidroksil)
3035,27	3010 – 3100	Lemah tajam	Sedang kuat	C-H (Aromatik)
835,77	690 – 900	Sempit atau Tajam	Kuat	C-H (Aromatik)
1649,81	1690 – 1760	Sempit atau Tajam	Berubah-ubah	C=O (Keton atau Karbonil)
1560,82	1500 – 1600	Sempit atau Tajam	Berubah-ubah	C=C (Aromatik)



Gambar 3. Hasil Uji FTIR Pada Sampel A

Tabel 5. Hasil Identifikasi Gugus Fungsi FTIR Sampel A

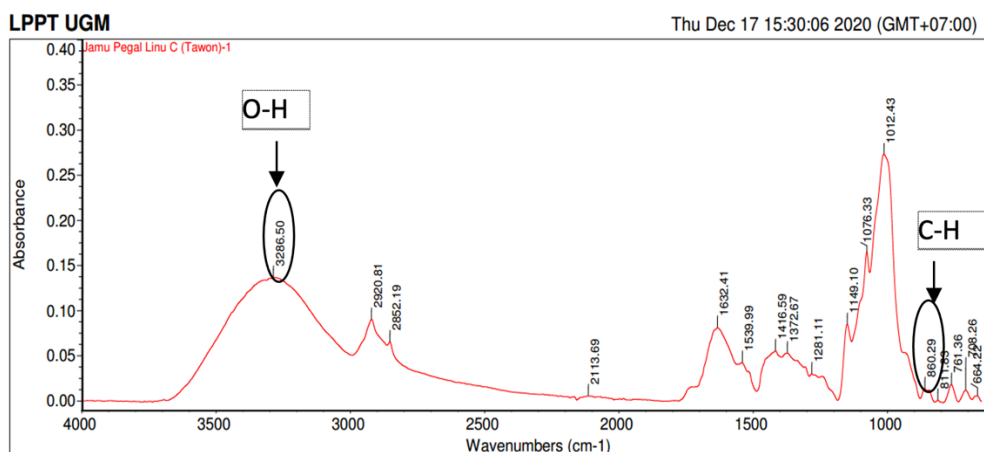
Bilangan Gelombang Sampel A (cm ⁻¹)	Rentang Gelombang (cm ⁻¹)	Bentuk Gelombang	Intensitas atau Ketajaman	Perkiraan Gugus Fungsi
2923,87	2500 - 3650	Melebar	Berubah-ubah	O-H (Hidroksil atau Alkohol)
3286,29	3300 - 3500	Medium	Sedang	N-H (Amina atau Anin)
1729,58	1690 - 1760	Sempit atau Tajam	Kuat	C=O (Keton atau Karbonil)
1515,48	1500 - 1600	Sempit atau Tajam	Berubah-ubah	C= C (Aromatik)
861,34	690 - 900	Sempit atau Tajam	Kuat	C-H (Aromatik)



Gambar 4. Hasil Uji FTIR Pada Sampel B

Tabel 6. Hasil Identifikasi Gugus Fungsi FTIR Sampel B

Bilangan Gelombang Sampel B (cm ⁻¹)	Rentang Gelombang (cm ⁻¹)	Bentuk Gelombang	Intensitas atau Ketajaman	Perkiraan Gugus Fungsi
3318,95	3300 - 3500	Medium	Sedang	N-H (Amina atau Anin)
2924,66	2500 - 3650	Melebar	Berubah-ubah	O-H (Hidroksil atau Alkohol)
1729,56	1690 - 1760	Sempit atau Tajam	Kuat	C=O (Karbonil atau Keton)
1513,08	1500 - 1600	Sempit atau Tajam	Berubah-ubah	C= C (Aromatik)
856,95	690 - 900	Sempit atau Tajam	Kuat	C-H (Aromatik)



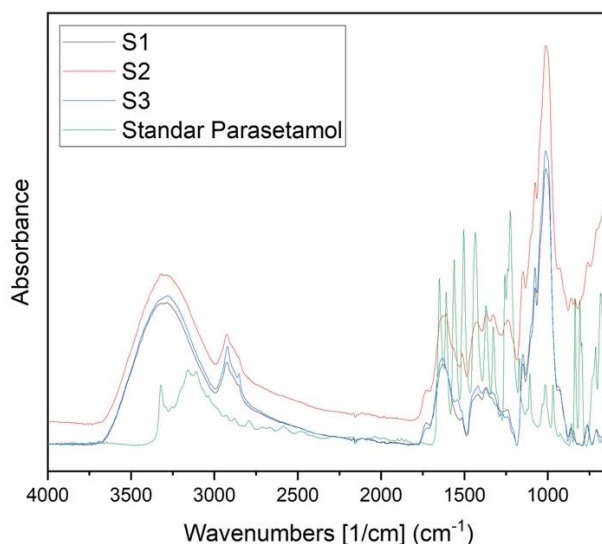
Gambar 5. Hasil Uji FTIR Pada Sampel C

Tabel 7. Hasil Identifikasi Gugus Fungsi FTIR Sampel C

Bilangan Gelombang Sampel C (cm^{-1})	Rentang Gelombang (cm^{-1})	Bentuk Pita	Intensitas	Dugaan Gugus Fungsi
Replikasi 1				
3286,50	3200 – 3600	Melebar	Berubah-ubah	O-H (Hidroksil atau Alkohol)
860,29	690 – 900	Sempit atau Tajam	Kuat	C-H (Aromatik)

Berdasarkan hasil karakterisasi antara standar parasetamol, sampel A, B dan C menggunakan uji FTIR menunjukkan bahwa obat tradisional pegal linu kemungkinan pada sampel A dan sampel B kemungkinan mengandung parasetamol dan sampel C tidak mengandung parasetamol. Hal ini dapat dibuktikan dengan membandingkan spektra FTIR dan deskripsi indentifikasi gugus fungsi antara standar parasetamol, sampel A, sampel B dan sampel C, masing-masing ditunjukkan pada **Gambar 2**, **Gambar 3**, **Gambar 4** dan **Gambar 5** di atas. Gugus fungsi pada sampel C diperoleh C-H dan O-H saja, sedangkan standar parasetamol, sampel A dan sampel B diperoleh gugus fungsi yaitu O-H, C-H, C=C, C=O dan N-H (Tambunan, 2020).

Hasil menunjukkan bahwa gugus fungsi sampel C tidak mirip atau tidak sama dengan gugus fungsi standar parasetamol, sampel A dan sampel B. Sedangkan sampel A dan sampel B menunjukkan bahwa gugus fungsi sama atau mirip dengan gugus fungsi standar parasetamol, yang dapat dilihat pada hasil *overlay* yang tercantum pada **Gambar 6**.

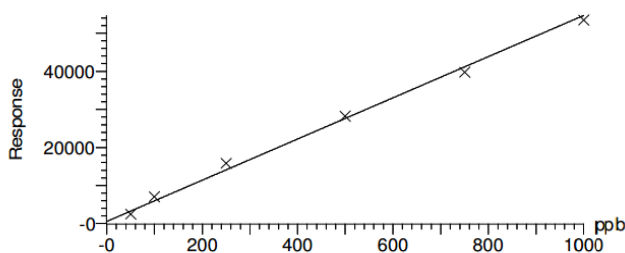
**Gambar 6.** Hasil *Overlay* Uji FTIR Pada Sampel A, Sampel B, dan Sampel C

Dari hasil spektra *overlay* FTIR pada **Gambar 6** di atas, menunjukkan bahwa antara standar parasetamol, sampel A, sampel B dan sampel C terdapat perbedaan pada sampel C yang dapat dilihat dari rentang gelombang antara 1500-2000 cm^{-1} .

3.2. Analisis Kuantitatif Parasetamol

3.2.1. Uji Liquid Chromatography-Mass Spectrometry (LC-MS)

Analisis kuantitatif parasetamol pada obat tradisional pegal linu dilakukan untuk mendeteksi kadar parasetamol yang terkandung di dalam obat tradisional pegal linu yaitu menggunakan kromatografi cair-spektrometri massa (*Liquid chromatography-mass spectrometry* atau LC-MS). Kromatografi cair-spektrometri massa (*Liquid chromatography-mass spectrometry* atau LC-MS) merupakan teknik analisis kimia yang merupakan teknik menggabungkan pemisahan fisik dan mendeteksi massa atom atau molekul dengan spektrometri masa (Mangurana et al., 2019). Kurva kalibrasi standar parasetamol dari Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu UGM tercantum pada **Gambar 7**.



Gambar 7. Kurva Kalibrasi Standar Parasetamol

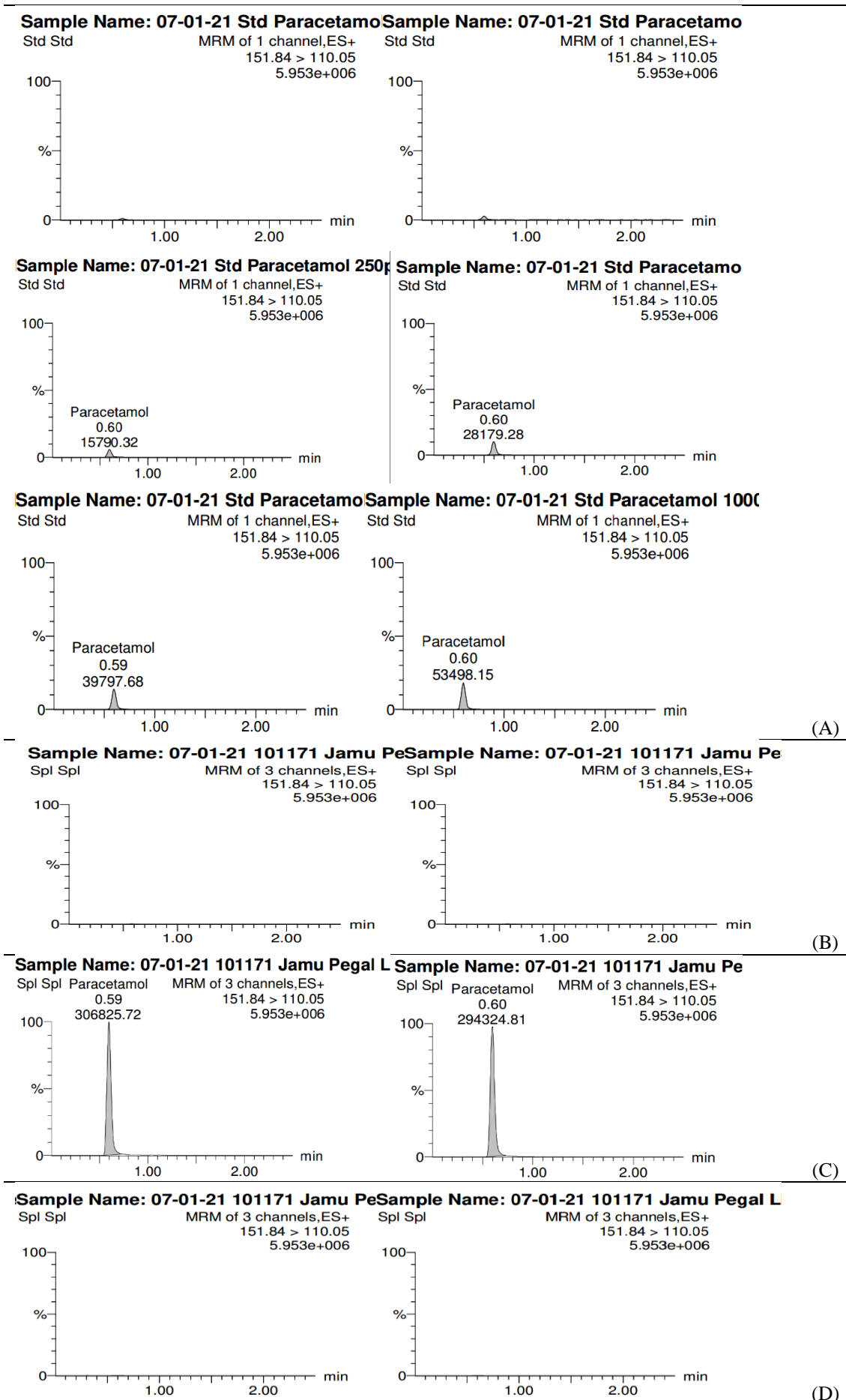
Pembuatan kurva kalibrasi digunakan sebagai penentuan kurva standar yang bertujuan untuk mendapatkan persamaan garis yang kemudian digunakan untuk analisis kuantitatif suatu senyawa. Kurva kalibrasi standar parasetamol dari Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu UGM dapat dilihat pada **Gambar 7** di atas. Dari hasil pembuatan kurva kalibrasi standar parasetamol didapat $r = 0.996022$ maka bisa dikatakan korelasi bermakna atau nilai r (linieritas) terbaik mendekati 1 dan didapatkan persamaan regresi linier sebagai berikut $Y = a + bx$ yaitu $Y = 54.1065 * x + 574.912$. Nilai a merupakan konstanta yang menunjukkan selektifitas yang berarti semakin kecil nilai a maka semakin selektif pengukurannya, sedangkan nilai b merupakan slope atau kemiringan yang menunjukkan sensitivitas dari hasil metode tersebut (LPPT, 2021).

Selanjutnya, dilakukan pengujian untuk menentukan luas area sampel yang digunakan untuk mengetahui kandungan parasetamol di dalam sampel dan menentukan luas area standar sebagai standar pembanding hasil kadar parasetamol pada sampel. Sehingga diperoleh nilai “Y” merupakan serapan yang diinterpretasikan dalam bentuk kromatogram. Luas area sampel A, sampel B, sampel C dan standar parasetamol ditunjukkan pada **Gambar 8** di bawah. Untuk mengetahui kadar parasetamol pada sampel A, B dan C maka nilai luas area yang diperoleh dimasukkan sebagai nilai “Y” pada persamaan regresi linier yang diperoleh sebelumnya yang dijadikan dasar untuk menghitung kadar parasetamol pada sampel A, sampel B dan sampel C. Parameter presisi digunakan untuk melihat kedekatan hasil pengukuran pada kondisi yang sama. Penelitian ini menggunakan larutan standar dengan konsentrasi yaitu 50 ppb, 100 ppb, 250 ppb, 500 ppb dan 1000 ppb (LPPT, 2021).

Berdasarkan hasil uji LC-MS pada **Gambar 8**, maka pada standar parasetamol menunjukkan adanya luas area yang semakin naik dengan konsentrasi larutan standar yang berbeda-beda mulai dari yang terkecil 50 ppb hingga 1000 ppb yang artinya validasi semakin baik sehingga metode analitik yang akan digunakan layak dan diharapkan memperoleh hasil yang sebenarnya. Dari hasil uji LC-MS pada sampel B mengindikasikan adanya cemaran parasetamol pada obat tradisional pegal linu yang ditunjukkan pada **Gambar 8**, pada replikasi 1 menunjukkan luas area sebesar 306825.719 dan replikasi 2 menunjukkan luas area sebesar 294324.813, sementara untuk sampel A dan sampel C tidak terlihat menunjukkan adanya luas area. Sehingga kesimpulannya adalah pada sampel B terdeteksi adanya cemaran parasetamol dengan kadar 2,22% yang ditunjukkan pada **Tabel 8** di bawah ini (LPPT, 2021).

Tabel 8. Hasil Analisis Kuantitatif Parasetamol dengan Uji LC-MS dalam Jamu Pegal Linu Serbuk

No	Kode Sampel	Berat (g)	Add Akhir (mL)	FP (Faktor Pengenceran)	Hasil Alat (ppb)	Rerata	Perolehan
1.	Jamu Pegal Linu A	0,1003	10	1		NDD	<4,40 µg/kg
2.	Jamu Pegal Linu B	0,1000	10	40	5,660.1	5,544.6	2.22 %
					5,429.1		
3.	Jamu Pegal Linu C	0,1003	10	1		NDD	<4,40 µg/kg



Gambar 8. Hasil Uji LC-MS pada (A) Standar Parasetamol (B) Sampel A Replikasi 1 dan 2 (C) Sampel B Replikasi 1 dan 2 (D) Sampel C Replikasi 1 dan 2

Dalam penelitian ini menunjukkan hasil alat (ppb) karena batas deteksi atau *limit of detection* (LOD) bisa semakin kecil mendeteksi adanya cemaran parasetamol, standar batas deteksi (LOD) yang diperoleh adalah 4,4 µg/kg (LPPT, 2021).

Tabel 9. Hasil Pengamatan Uji Organoleptik, Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT), Uji FTIR dan Uji LC-MS

Sampel	Uji Organoleptik	Uji KLT	Uji FTIR	Uji LC-MS	Kesimpulan
Sampel A	-	+	+	+	Positif (+)
Sampel B	-	+	+	+	Positif (+)
Sampel C	-	-	-	-	Negatif (-)

Berdasarkan penelitian ini, bahwa dari hasil **Tabel 9**, hasil pengamatan yang dilakukan pada uji organoleptis, uji kromatografi lapis tipis, uji FTIR dan uji LC-MS menunjukkan kesimpulan bahwa pada sampel A hasil yang didapatkan positif, sampel B hasilnya positif dan sampel C hasilnya negatif. Uji organoleptis hasilnya negatif semua dikarenakan pengujian ini bertujuan untuk mengetahui bentuk, warna, rasa dan bau dari semua sampel melalui pengamatan visual, sehingga belum dapat ditentukan perbedaan antara sampel yang mengandung parasetamol dengan sampel yang tidak mengandung parasetamol. Maka dari itu dilanjutkan dengan uji kromatografi lapis tipis, uji FTIR dan uji LC-MS untuk memperkuat hasil dan membuktikan ada atau tidak adanya cemaran parasetamol pada obat tradisional pegal linu.

Berdasarkan hasil penyelidikan dan pemantauan yang telah dilakukan oleh BPOM bahwa bahan kimia obat yang ditemukan pada obat tradisional pegal linu diantaranya yaitu natrium diklofenak, piroksikam, deksametason, fenilbutazon dan parasetamol (BPOM RI, 2016). Berdasarkan banyaknya kasus tentang temuan bahan kimia obat di dalam obat tradisional pegal linu yang berhasil dilaporkan dan diungkap oleh BPOM, bahwa kasus bahan kimia obat yang sering ditemukan adalah parasetamol (Handoyo, 2014). Dari latar belakang di atas sudah dijelaskan bahwa obat tradisional pegal linu yang mengandung cemaran parasetamol dapat berbahaya dan mengganggu kesehatan apabila dikonsumsi berlebihan dalam jangka waktu yang lama, karena efek samping parasetamol meliputi gangguan penglihatan, ruam kulit, diare, gagal ginjal, reaksi hipersensitivitas dan kerusakan hati setelah over dosis hingga menyebabkan kematian (Efendi, 2017).

Penggunaan jamu atau obat tradisional harus memperhatikan faktor keamanan untuk pertimbangan kesehatan supaya tidak membahayakan kesehatan jika dikonsumsi dalam jangka waktu yang lama, serta obat tradisional tidak boleh atau dilarang diproduksi apabila mengandung cemaran bahan kimia obat sesuai dengan peraturan perundang-undangan Permenkes RI Nomor: 246/Menkes/Per/V/1990 tentang “Izin Usaha Industri Obat Tradisional dan Pendaftaran Obat Tradisional”, pada bab VIII pasal 39 ayat 1 tentang “Larangan” (Saputra, 2015). Kemungkinan pembuat jamu menambahkan bahan kimia obat (BKO) seperti parasetamol dikarenakan digunakan untuk menambah manfaat obat tradisional pegal linu dan memberikan khasiat obat tradisional pegal linu yang lebih cepat dibanding dengan jamu atau obat tradisional yang tidak ditambah parasetamol.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis kualitatif dan hasil analisis kuantitatif cemaran parasetamol pada obat tradisional pegal linu di daerah Kecamatan Borobudur dapat disimpulkan bahwa uji organoleptis diperoleh hasil negatif pada sampel A, sampel B, dan sampel C, karena uji organoleptis bertujuan untuk mengetahui bentuk, warna, rasa dan bau dari semua sampel melalui pengamatan visual. Pada uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan uji Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FTIR), hasilnya positif atau terdapat cemaran parasetamol adalah sampel A dan sampel B, sedangkan pada sampel C hasilnya negatif atau tidak mengandung cemaran parasetamol. Hasil uji Kromatografi Cair-Spektrometri Massa (LC-MS) pada sampel A dan sampel C diperoleh kadar parasetamol yaitu < 4,40 µg/kg dibawah batas deteksi (LoD):4,40 µg/kg,

berarti kemungkinan masih ada parasetamol dengan jumlah sangat kecil di dalam sampel, pada sampel B diperoleh kadar parasetamol sebesar 2,22 %. Penelitian selanjutnya perlu dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif bahan kimia obat lain seperti fenilbutazon dan prednison pada obat tradisional pegal linu.

5. KONFLIK KEPENTINGAN

Penulis menyatakan bahwa tidak ada konflik kepentingan dalam penelitian ini.

6. DAFTAR PUSTAKA

- BPOM RI. (2016). *Bahaya Bahan Kimia Obat (BKO) yang Dibubuhkan ke dalam Obat Tradisional (Jamu)*.
- Efendi, R. P. (2017). *Perlindungan Hukum Konsumen Atas Penggunaan Obat Tradisional Jamu yang Mengandung Bahan Kimia Berbahaya*. Skripsi. Universitas Islam Indonesia. Yogyakarta.
- Farikha. (2016). *Identifikasi Parasetamol dan Dekametason dalam Jamu Reumatik dengan Metode KLT dan Spektrofotometri UV di Pasar Minggu Palimanan Cirebon*. Karya Tulis Ilmiah. Politeknik Kesehatan Bandung. Bandung.
- Farmakope. (2020). *Farmakope Indonesia* (Edisi VI). Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Fatimah, S., Rahayu, M., & Indari, D. F. (2017). Analisis Antalgin dalam Jamu Pegal Linu yang Dijual di Pasar Beringharjo Yogyakarta. *Journal of Health (JoH)*, 4(1), 29-34.
- Ginting, M. K. (2012). *Validasi Metode LC-MS/MS untuk Penentuan Senyawa Asam Trans, Trans-Mukonat, Asam Hippurat, Asam 2-Metil Hippurat, Asam 3-Metil Hippurat, Asam 4-Metil Hippurat dalam Urin Sebagai Biomarker Paparan Benzena, Toluena, dan Xilenia*. Skripsi. Universitas Indonesia. Depok.
- Haeria, H., Musfikah, A., & Fitrah, M. (2014). Karakterisasi Kokristal Parasetamol–Asam Suksinat Melalui Metode Solvent Drop Grinding. *Jurnal Farmasi Uin Alauddin Makassar*, 2(3), 108-114.
- Handoyo, K. (2014). *Jamu Sakti Mengobati Berbagai Penyakit*. Dunia Sehat.
- Hayun, & 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 Dan Klinis*, 2(2), 150–161.
- Indriatmoko, D. D., Rudiana, T., & Saefullah, A. (2019). Analisis Kandungan Parasetamol Pada Jamu Pegal Linu Yang Diperoleh Dari Kawasan Industri Kecamatan Kibin Kabupaten Serang. *Jurnal Itekima*, 5(1), 33-47.
- LPPT. (2021). *Laporan Kerja Uji Kimia*.
- Mangurana, W. O. I., Yumnaini, & Sahidin. (2019). Analisis LC-MS/MS (Liquid Chromatography Mass Spectrometry) dan Metabolit Sekunder serta Potensi Antibakteri Ekstrak n-Heksana Spons *Callyspongia aerizusa* yang diambil pada kondisi tutupan Terumbu Karang yang berbeda di Perairan Teluk Staring. UPT Mataram U. *Jurnal Biologi Tropis*, 19(2), 131–141. <https://doi.org/10.29303/jbt.v19i2.1126>
- Permatasari, D. A. I., Ritmaleni, & Nuryastuti, T. (2021). N-(2-chlorobenzyl) formamide , a Novel Synthesized Antituberculosis Evaluation by Microplate Alamar Blue Assay. *Research J. Pharm. and Tech.*, 14(6):3253.
- Saputra, S. A. (2017). Identifikasi Bahan Kimia Obat dalam Jamu Pegal Linu Seduh dan Kemasan yang Dijual di Pasar Bandar. *Jurnal Wiyata: Penelitian Sains dan Kesehatan*, 2(2), 188-192.
- Striegel, F. M., & Hill, J. (1958). *Thin-Layer Chromatography for Binding Media Analysis*. Scientific Tools for Conservation. The Getty Conservation Institute.
- Susilawan, I. P. N. A., Siaka, I. M., & Parwata, I. M. O. A. (2019). Validasi Metode Analisis Bahan Kimia Obat Parasetamol dan Fenilbutason pada Produk Obat Tradisional dengan HPTLC Spektrofotodensitometri. *Journal of Applied Chemistry*, 7(1), 1-11.
- Tambunan, E. Y. B. (2020). *Penetapan Kadar Campuran Parasetamol dan Ibuprofen dalam Sediaan Tablet Secara Spektrofotometri Inframerah (FTIR)*. Skripsi. Universitas Sumatera Utara. Medan.
- Wijianto, B., & Yumanda. (2012). Analisis Kandungan Parasetamol Pada Jamu Pegal Linu di Pontianak dengan Menggunakan Metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Penelitian*, XXVI.