

PENETAPAN KADAR FENILBUTAZON DAN PARASETAMOL DIDALAM JAMU PEGAL LINU YANG BEREDAR DI KOTA MALANG SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS DENSITOMETRI

Rollando Rollando, Erizcha Debora Embang, Eva Monica
Program Studi Farmasi, Fakultas Sains dan Teknologi,
Universitas Ma Chung, Malang, Jawa Timur, Indonesia.
ro.llando@machung.ac.id

ABSTRAK

Penggunaan obat tradisional sangat sering dijumpai, karena penggunaannya yang bebas tanpa harus berkonsultasi dengan tenaga medis, sehingga masih didapati penggunaan bahan kimia obat dalam jamu. Bahan kimia obat yang sering ditambahkan dalam jamu adalah parasetamol dan fenilbutazon. Pada penelitian ini digunakan sistem KLT Densitometri untuk mendeteksi parasetamol dan fenilbutazon, agar mendapatkan sistem KLT yang optimal, validasi meliputi selektivitas, linearitas, akurasi, presisi, batas deteksi dan batas kuantitasi, dan penetapan kadar parasetamol fenilbutazon dalam sampel jamu pegal linu. Fase gerak yang optimal dalam deteksi parasetamol dan fenilbutazon yaitu etil asetat : kloroform (2:1). Dengan panjang gelombang maksimal parasetamol 240 nm, dan fenilbutazon 237 nm. Metode yang digunakan memiliki selektivitas, linearitas dan memenuhi kriteria akurasi dan presisi, tetapi pada batas deteksi dan batas kuantitasi belum memenuhi sesuai dengan yang dipersyaratkan. Pada 30 sampel jamu, ditemukan 5 sampel positif mengandung fenilbutazon yaitu j, k, s, u, v dengan persen kadar 9,5053%; 10,6138%; 62,8776%; 42,8839% dan 24,9238%.

Kata kunci: Densitometri, Fenilbutazon, Jamu pegal linu, KLT, Parasetamol

ABSTRACT

Traditional medicine or commonly known as herbal medicine is often found, because its free to use without consulting medical therefore. Chemical drugs in the herbal products are still often found. Drug chemicals often added to herbs are paracetamol and phenylbutazone. In this study TLC Densitometry system used to detect paracetamol and phenylbutazone, to get optimal TLC system, validation includes selectivity, linearity, accuracy, precision, LOD and LOQ, determination of paracetamol and phenylbutazone in herbal samples. Optimal mobile phase for detection paracetamol and phenylbutazone is ethyl acetate : chloroform (2:1). Maximum wavelength of 240 nm paracetamol, 237 nm phenylbutazone. The method used has selectivity, linearity and met the criteria of accuracy and precision, but the limit detection and limit quantitation do not met requirements. The result of the study 30 samples of herbs, found 5 samples were positive containing phenylbutazone that samples j, k, s, u and v with

successive percentpercentages of 9,5053%; 10,6138%; 62,8776%; 42,8839% and 24,9238%.

Keywords—*densitometry, TLC, traditional herbs, paracetamol, phenylbutazone*

PENDAHULUAN

Keputusan Menteri Kesehatan No.381/Menkes/SK/III/2007 mengenai Kebijakan Obat Tradisional Nasional (KONTRANAS) salah satunya bertujuan untuk mendorong pemanfaatan sumber daya alam dan ramuan tradisional secara berkelanjutan untuk digunakan sebagai obat tradisional dalam upaya untuk meningkatkan pelayanan kesehatan. Di Indonesia perkembangan, popularitas dan penggunaan obat tradisional dalam berbagai kalangan masyarakat meningkat didukung dengan sumber daya alam di Indonesia yang sangat kaya akan manfaat. Obat tradisional adalah bahan atau ramuan bahan yang berupa bahan tumbuhan, bahan hewan, bahan mineral, sediaan sarian (galenik), atau campuran dari bahan tersebut, yang secara turun temurun telah digunakan untuk pengobatan, dan dapat diterapkan sesuai dengan norma yang berlaku di masyarakat [1].

Ada beberapa hal yang mendasari penggunaan jamu sebagai obat, seperti

biaya yang relatif murah dan resiko efek samping yang kecil, sehingga masyarakat memiliki pandangan bahwa obat tradisional lebih aman dibanding dengan obat sintetik. Penggunaan obat tradisional atau jamu yang secara bebas tanpa harus berkonsultasi dengan tenaga medis menjadi alasan mengapa jamu lebih diminati oleh masyarakat. Walaupun jamu bersifat alami, namun penggunaannya perlu pengawasan yang ketat dari pihak medis karena cukup berbahaya [2]. Berdasarkan peraturan perundang-undangan, obat tradisional dilarang mengandung bahan kimia obat atau mikroba patogen (BPOM RI, 2016). Tetapi sampai saat ini penggunaan jamu yang mengandung BKO (Bahan Kimia Obat) masih sering dijumpai. Beberapa contohnya yaitu berdasarkan penelitian^[1] dilakukan penelitian dengan KLT terhadap 114 jamu, ditemukan 54 (45,6%) produk jamu yang mengandung obat, beberapa produk jamu mengandung asam mefenamat (4 produk, 3,5%), piroksikam (8 produk, 7,0%),

fenilbutazon (23 produk, 20,2%), parasetamol (35 produk, 30,7%). Pada tahun 2011, BPOM mengeluarkan daftar obat tradisional yang mengandung bahan kimia obat yaitu poten-zhi kapsul, asam urat nyeri tulang cap gunung Krakatau serbuk, buah naga kapsul lebah makasar, dewa dewi kapsul, jamu cap putri sakti penyehat badan, jamu tradisional Jawa asli cap putri sakti, dan lain-lain [4]. Penggunaan jamu BKO dalam jangka panjang dapat menyebabkan resiko efek samping yang serius.

Anti-inflamasi dan analgetik merupakan salah satu golongan obat untuk menghilangkan rasa nyeri yang dapat diperoleh tanpa resep dokter, sehingga kemungkinan penggunaannya yang tidak tepat sering terjadi. Misalnya seperti menjadi bahan campuran atau tambahan dalam jamu. Bahan-bahan kimia obat yang sering disalahgunakan adalah parasetamol, fenilbutazon, pirosikam, deksametason, CTM, dan sildenafil sitrat [5]. Jika jamu dengan BKO dikonsumsi dalam jangka waktu yang panjang misalnya pada parasetamol maka akan menyebabkan gangguan kerusakan hati, sedangkan pada fenilbutazon yang memiliki sifat anti-inflamasi kuat dan

efektif dalam pengobatan serangan gout akut [6]. Obat fenilbutazon dapat menyebabkan peradangan lambung dan dalam jangka panjang akan merusak hati dan ginjal [7].

Salah satu metode analisis yang dapat digunakan menganalisa adanya bahan kimia obat dalam jamu pegal linu adalah menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) Densitometri. Dengan campuran fase gerak yang dimodifikasi hingga optimal, dapat memisahkan sampel berdasarkan komponen-komponen senyawa. Kromatografi Lapis Tipis Densitometri merupakan teknik kromatografi yang menggunakan suatu adsorben yang disalutkan pada suatu lempeng kaca sebagai fase diam dan pengembangan kromatogram terjadi ketika fase gerak tertapis melewati adsorben tersebut. Meskipun metode deteksi bahan kimia obat dalam jamu telah banyak dipublikasikan, namun belum ditemukan optimasi metode deteksi parasetamol dan fenilbutazon dalam jamu secara Kromatografi Lapis Tipis (KLT) Densitometri. Oleh sebab itu, penulis ingin melakukan optimasi, validasi, penetapan kadar parasetamol dan

fenilbutazon dalam jamu pegal linu secara Kromatografi Lapis Tipis (KLT) Densitometri yang diharapkan menghasilkan suatu hasil yang efektif yang dapat digunakan sebagai alat ukur untuk menentukan adanya kandungan bahan kimia obat dalam suatu jamu atau tidak.

METODE PENELITIAN

Pengumpulan Sampel Jamu Pegal Linu

Sampel dalam penelitian ini diperoleh dari beberapa tempat jamu di Malang. Diambil sebanyak 30 sampel jamu ditempat yang berbeda dengan teknik pengambilan sampel yang digunakan adalah non probability sampling dengan cara purposive sampling dimana pengambilan sampel dilakukan atas dasar pertimbangan peneliti [8].

Pembuatan Larutan Baku Parasetamol dan Fenilbutazon

Larutan baku parasetamol dan fenilbutazon dibuat terpisah dengan menimbang masing-masing 50 mg, 45 mg, 35 mg, 30 mg, 20 mg dan 15 mg. Masing-masing dilarutkan dengan metanol dalam labu 50 ml, sehingga diperoleh konsentrasi 1000 ppm, 900

ppm, 700 ppm, 600 ppm, 400 ppm dan 300 ppm.

Pembuatan Larutan Sampel

Pembuatan larutan sampel dengan menimbang 50 mg masing-masing sampel jamu, larutkan dengan metanol dalam labu 50 ml, jika belum larut dapat menggunakan sonikasi selama \pm 10 menit. Perlakuan tersebut juga dilakukan pada sampel jamu lainnya. Sebelum dilakukan pengujian pada klt semua larutan disaring dengan saringan 0,2 mikron.

Penetapan Panjang Gelombang Maksimum

Masing-masing larutan baku ditotolkan pada fase diam, kemudian dikembangkan dengan fase gerak. Kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 200 – 800 nm.

Pembuatan Fase Gerak

Pembuatan fase gerak dengan beberapa perbandingan antara kloroform, etil asetat, metanol dan n-heksan.

Optimasi Fase Gerak

Lempeng KLT dipotong dengan ukuran tinggi 10 cm dan lebar 4 cm, bergantung pada jumlah larutan sampel atau larutan baku yang akan dianalisis.

Tabel 1 Komposisi Fase

Sebelum lempeng KLT digunakan dioven dahulu selama ± 30 -60 menit dengan suhu 100-120°C. Larutan sampel atau larutan baku ditotolkan pada lempeng dengan menggunakan pipa kapiler, jarak antar bercak ± 1 cm. Siapkan fase gerak sebanyak 10 ml (sesuaikan dengan chamber/gelas). Lempeng dielusi hingga ketinggian sekitar 7 cm dalam chamber gelas yang sebelumnya telah dijenuhkan dengan menggunakan kertas saring. Fase gerak yang digunakan adalah metanol, kloroform, etil asetat dan n-heksan dengan perbandingan yang beragam. Hasil pengembangan dari masing-masing larutan baku dengan fase gerak yang beragam dapat dilihat di UV 254 nm dan 366 nm. Kemudian hitung Rf dan resolusinya, pemisahan yang paling baik yaitu pada rentang Rf 0,2-0,8 dan resolusi tidak kurang dari 1,5.

Validasi Metode

Selektivitas

Larutan sampel dan larutan baku yang sudah dianalisis dengan metode yang sudah optimal, nilai Rf dan resolusi (hasil kromatogram) dibandingkan dengan data yang sudah didapat. Metode akan memenuhi syarat selektivitas apabila Rf pada zat uji, kromatogram KLT-

densitometri sampel jamu tidak terdapat puncak kromatogram.

Tabel 1. Fase gerak

No.	Fase Gerak	Rasio
1	Etil Asetat : Kloroform	2:1
2	Metanol : Etil Asetat : N-Heksan	3:1:4
3	Metanol : Kloroform : Aseton	2:1

Linearitas

Linearitas dilakukan dengan menggunakan larutan baku, masing-masing larutan baku ditotolkan pada fase diam yang sama kemudian dikembangkan dengan fase gerak yang optimal. Linearitas kurva baku ditentukan dengan menentukan koefisien korelasi (r) dari analisis regresi linier ($y = bx + a$) dari kurva kalibrasi.

Akurasi

Studi recovery dilakukan untuk memeriksa akurasi pada metode. Akurasi dilakukan dengan menganalisis sampel kalibrasi dengan memilih satu konsentrasi. Ditotolkan pada plat silika gel dengan replikasi sebanyak 2 kali dengan volume penotolan 10 μ L dan dielusi dengan eluen yang sudah optimal.

Hitung rata-rata persen perolehan kembali.

Presisi

Presisi diperoleh dengan melakukan uji repeatabilitas dan presisi intermediet. Repeatabilitas (presisi dalam hari) dengan konsentrasi yang berbeda dan pengulangan replikasi sebanyak 2 kali. Hitung nilai relatif standar deviasi (RSD) repeatabilitas

LOD dan LOQ

LOD dan LOQ ditentukan dengan menggunakan data standar deviasi dan slope kurva kalibrasi. Dengan perhitungan nilai Y dimana nilai $Y_b = 3$ untuk batas deteksi dan 10 untuk batas kuantitasi.

Identifikasi Zat Uji dalam Sampel Jamu

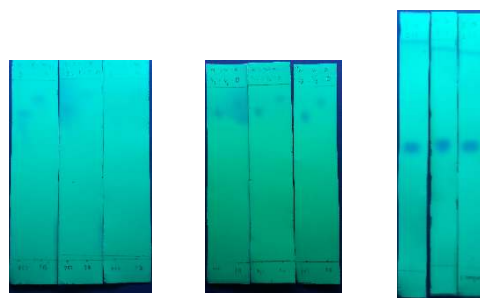
Pada identifikasi uji ini, menggunakan metode yang telah optimal, dilakukan masing-masing pada tiap sampel jamu. Tiap larutan sampel ditotolkan sejumlah 10 μ L pada plat KLT. Kemudian dielusi dengan fase gerak yang sudah optimal, hasil pengembangan diukur dengan densitometer pada panjang gelombang maksimum. Perhitungan kadar sampel dapat dihitung dengan konsentrasi

pada masing-masing sampel persamaan menggunakan persamaan kurva kalibrasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimasi Fase Gerak

Pada penelitian ini dilakukan optimasi secara visual atau fisik dan dengan klt densitometri. Optimasi dilakukan dengan 3 macam fase gerak untuk mendapatkan nilai rf dan resolusi serta pemisahan yang optimal. Fase gerak yang digunakan adalah metanol : etil asetat : n – heksana (3:1:4), metanol : kloroform : aseton (2:1:0) dan etil asetat : kloroform (2:1). Sebelum optimasi dilakukan plat klt harus diaktivasi dengan dioven pada suhu $\pm 100-120^\circ\text{C}$. Pada optimasi secara visual dilakukan masing-masing tiga kali replikasi.



A

B

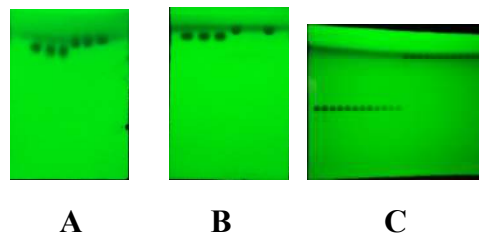
C

Gambar 1. Fase Gerak Metanol : Etil Asetat : N – Heksana (3:1:4) [A]; Fase Gerak Metanol : Kloroform : Aseton (2:1:0) [B]; Etil Asetat : Kloroform (2:1) [C]

Optimasi fase gerak dengan Kromatografi Lapis Tipis Densitometri memiliki perlakuan hampir sama seperti optimasi yang dilakukan secara visual yang bertujuan untuk mendapatkan nilai Rf, resolusi dan pemisahan yang baik. Dengan menggunakan klt densitometri plat akan secara otomatis ditotolkan pada plat kemudian dilakukan scanning yang menghasilkan output berupa densitogram dan data-data lainnya seperti nilai Rf dan AU. Pada plat yang akan ditotolkan senyawa harus diaktivasi dioven pada suhu $\pm 100-120^{\circ}\text{C}$. Besarnya ukuran totolan, lebar, jarak antar totolan dan banyaknya dapat ditentukan sesuai yang diinginkan.

Pada penelitian ini digunakan tiga kali replikasi, pada satu plat jarak antar totolan 0,9 cm, lebar totolan 4 mm dan jarak antar plat terhadap titik awal totolan adalah 1,5 cm, masing-masing totolan 10 mikron. Berdasarkan hasil yang didapat dengan menggunakan tiga macam fase gerak yaitu metanol : etil asetat : n – heksana (3:1:4), metanol : kloroform : aseton (2:1:0) dan etil asetat : kloroform (2:1) dan di UV 237 nm, dapat dilihat secara visual hasilnya tidak jauh berbeda dengan hasil pada perlakuan penotolan

secara manual tidak otomatis.

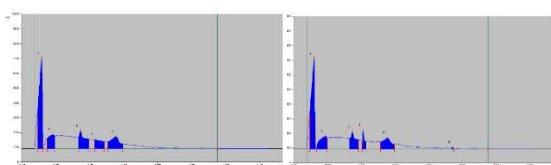


Gambar 2. Fase Gerak Metanol : Etil Asetat : N – Heksana (3:1:4) [A]; Fase Gerak Metanol : Kloroform : Aseton (2:1:0) [B]; Etil Asetat : Kloroform (2:1) [C]

Berdasarkan hasil penelitian pada optimasi fase gerak yang telah dilakukan, jika dilihat secara visual dengan UV 254 nm fase gerak yang paling baik adalah Etil Asetat : Kloroform (2:1) dilihat berdasarkan pemisahan antar kedua senyawa yang cukup jauh. Didapatkan dengan perhitungan secara manual nilai Rf parasetamol 0,41 dan Rf fenilbutazon 0,88. Pada perlakuan ini hanya dapat menghitung nilai Rf karena untuk menghitung nilai resolusi diperlukan data kromatogram, sehingga penggunaan klt densitometri pada penelitian ini didapatkan nilai Rf dan resolusi sebagai gambar 3. Berdasarkan hasil penelitian dengan klt densitometri pada tiga macam fase gerak.

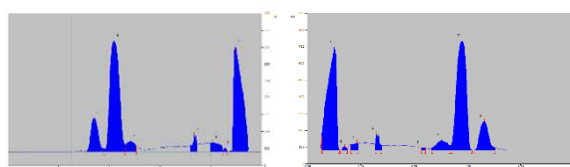
Pada fase gerak etil asetat : kloroform (2:1), metanol : etil asetat : n – heksana (3:1:4), dan metanol : kloroform : aseton (2 :1: 0) hasil Rf berturut-turut

0,4; 0,41 dan 0,38. Sedangkan nilai resolusi yang dilakukan sebanyak dua replikasi pada fase gerak etil asetat : kloroform (2:1) adalah 1,71; 2,54, dan 7,8. Fase gerak metanol : etil asetat : n – heksana (3:1:4) satu kali replikasi adalah 0,6666 dan 1. Fase gerak Metanol : Kloroform : Aseton (2:1:0) satu kali replikasi nilai resolusinya adalah 3,71 dan 0,66.



Replikasi 1 Replikasi 2
Gambar 3. Densitogram Parasetamol Fase Gerak Etil Asetat : Kloroform (2:1)

dapat dilihat pada tabel, bahwa pada senyawa parasetamol yang memiliki hasil Rf yang sama pada tiap fase gerak yaitu $\pm 0,4$.



Replikasi 1 Replikasi 2
Gambar 4. Densitogram Fenilbutazon Fase Gerak Etil Asetat : Kloroform (2:1)

Pada senyawa fenilbutazon dengan tiga macam fase gerak yaitu etil asetat : kloroform (2:1), metanol : etil asetat : n – heksana (3:1:4), dan metanol :

kloroform : Aseton (2:1:0) didapatkan hasil Rf berturut-turut dimana pada fase gerak etil asetat : kloroform dilakukan sebanyak dua kali replikasi adalah 1,21 dan 1,21; 0,77; 0,75. Nilai resolusi yang didapat berturut-turut etil asetat : kloroform pada replikasi pertama adalah 1,05 dan 1,02, pada replikasi kedua 1,09 dan 1,02. Pada fase gerak metanol : etil asetat : n – heksana dan metanol : kloroform : aseton masing-masing satu kali replikasi berturut-turut adalah 0,85 dan 0,85; 3,71 dan 0,66.

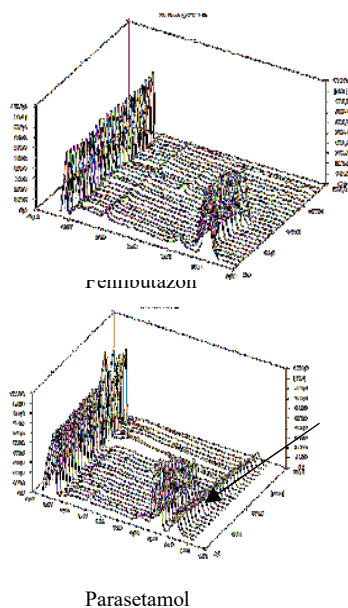
Dalam penelitian ini ditemukan hasil fase gerak optimum yaitu fase gerak etil asetat : kloroform (2:1) dimana pemisahan kedua senyawa parasetamol dan fenilbutazon memisah dengan baik dan nilai Rf dan resolusi memenuhi syarat atau lebih baik dibandingkan kedua macam fase gerak lainnya.

Hasil Scanning Panjang Gelombang Maksimum

Pengukuran panjang gelombang maksimum masing-masing senyawa parasetamol dan fenilbutazon dilakukan pada plat klt yang sebelumnya sudah diaktivasi dengan dioven pada suhu $\pm 100-120^{\circ}\text{C}$, kemudian ditotolkan secara otomatis. Dengan menggunakan

konsentrasi masing-masing senyawa 1000 ppm dan tiap totol 10 mikron. Pada klt densitometri dilakukan scanning dimana rentang panjang gelombang dapat disesuaikan. Dalam penelitian ini pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 200-800 nm dengan rentang 50 nm.

Berdasarkan hasil scanning didapat panjang gelombang maksimum parasetamol adalah 240 nm dan fenilbutazon 237 nm.



Gambar 5. Densitogram pada panjang gelombang 237 nm (A) dan 240 nm (B)

Linearitas

Linearitas dilakukan dengan menghitung nilai kurva kalibrasi, perlakuan ini dilakukan dengan masing-

masing tujuh macam konsentrasi senyawa parasetamol dan fenilbutazon. Pada penelitian ini menggunakan konsentrasi 1000 ppm, 900 ppm, 700 ppm, 600 ppm, 400 ppm dan 300 ppm. Dilakukan dua kali replikasi pada masing-masing senyawa dalam satu plat, kemudian dielusi dengan fase gerak optimal dan panjang gelombang maksimum yang sudah didapat sebelumnya yaitu dengan fase gerak etilasetat : kloroform (2:1) dan panjang gelombang maksimum parasetamol 240 nm, fenilbutazon 237 nm.

Persamaan kurva baku parasetamol dan fenilbutazon berdasarkan penelitian didapat nilai r adalah 0,9719 dan 0,9980. Pada nilai tersebut menunjukkan bahwa nilai hampir memenuhi syarat atau mendekati yang dipersyaratkan yaitu 0,9999 (Srivastava, 2011). Dapat dilihat bahwa semakin kecil konsentrasi yang digunakan maka semakin kecil juga area under curve atau luas area begitu juga sebaliknya. Dapat dilihat dari nilai r tabel nilai r yang didapat memenuhi yaitu tidak kurang dari 0,7293. Hal yang memungkinkan nilai r tidak mencapai atau melebihi dari yang dipersyaratkan adalah pada saat dilakukan

preparasi pada senyawa larutan peneliti kurang teliti dalam perlakuannya baik dalam hal penimbangan atau pengenceran.

Dapat dilihat semakin besar konsentrasi maka nilai AU atau luas area juga semakin besar, sehingga dapat dikatakan bahwa pada kurva kalibrasi parasetamol dan fenilbutazon memenuhi persyaratan linearitas.

Akurasi

Pada akurasi dari tujuh macam seri konsentrasi masing-masing dengan dua kali replikasi dipilih tiga konsentrasi dari level tinggi, tengah dan rendah. Dalam penelitian ini dipilih konsentrasi tingginya adalah 1000 ppm, tengah 700 ppm dan rendah 400 ppm. Parameter yang digunakan dalam akurasi adalah nilai recovery, untuk mencari nilai recovery pada tiap seri konsentrasi diperlukan menghitung kadar terukur. Kadar terukur dapat dihitung dengan persamaan kurva baku yang sudah didapat sebelumnya.

Hasil akurasi pada parasetamol dan fenilbutazon dipilih tiga seri konsentrasi 1000 ppm, 700 ppm dan 400 ppm berturut-turut nilai recovery parasetamol adalah 107,6591, 107,8535 dan 92,1824. Nilai recovery fenilbutazon

adalah 101,2860, 101,3963 dan 105,8143. Berdasarkan nilai yang dipersyaratkan menurut AOAC (*Association of Official Analytical Chemist*) recovery 90-110%, ketiga konsentrasi memenuhi dan memasuki rentang.

presisi

Pengujian presisi dilakukan untuk mengetahui kedekatan antara seri pengukuran dari beberapa pengambilan pada sampel homogen yang sudah ditentukan. Pada penelitian ini hanya menggunakan salah satu kelompok dari presisi yaitu repeatability yang menunjukkan suatu keterulangan pada suatu kondisi yang sama dan interval waktu yang pendek. Berdasarkan perlakuan senyawa parasetamol dan fenilbutazon dengan tujuh macam seri konsentrasi yaitu 1000 ppm, 900 ppm, 700 ppm, 600 ppm, 400 ppm dan 300 ppm masing-masing dua kali replikasi dihitung nilai RSDnya.

Berdasarkan hasil presisi dengan perhitungan RSD pada masing-masing seri konsentrasi parasetamol dan fenilbutazon dan persyaratan yang menggunakan RSD Horwitz dengan rumus $2^{(1-0,5 \log C)}$ dimana c merupakan kadar dari sampel. Hasil RSD memenuhi

persyaratan yaitu kurang dari yang dipersyaratkan.

Tabel 2. Hasil Presisi Parasetamol

Konsentrasi	Rata-Rata Kadar Terukur	RSD %	RSD Horwitz
1000	1012,86	2,1938	5,6459
900	837,7524	5,874	5,8096
700	709,7742	1,2351	5,9563
600	596,9914	5,9369	6,1135
400	423,2573	3,3797	6,4383
300	294,5306	3,2004	6,7995

Tabel 3. Hasil Presisi Fenilbutazon

Konsentrasi	Rata-Rata Kadar Terukur	RSD %	RSD Horwitz
1000	1076,592	4,6892	5,5943
900	985,7417	2,1603	5,669
700	754,9748	5,3722	5,9013
600	565,1021	5,1245	6,1642
400	368,7296	1,1528	6,5734
300	326,2511	2,0474	6,6956

LOD dan LOQ

Penentuan LOD dan LOQ dilakukan pada tujuh seri konsentrasi yang dapat dilihat dari data pada persamaan kurva kalibrasi. Dengan persamaan $Y = Y_b + 3S_b$ maka didapat nilai LOD atau batas deteksi, sedangkan untuk menentukan LOQ atau batas kuantitasi dapat menggunakan persamaan $Y = Y_b + 10S_b$.

Berdasarkan hasil batas deteksi dan batas kuantitasi parasetamol adalah 27304,424 $\mu\text{g/mL}$ dan 91014,213 $\mu\text{g/mL}$. Pada fenilbutazon hasil batas deteksi dan batas kuantitasnya adalah 12200,28 $\mu\text{g/mL}$ dan 40667 $\mu\text{g/mL}$. Berdasarkan dari konsentrasi larutan baku batas deteksi dan batas kuantitasi belum memenuhi karena melebihi 1000 $\mu\text{g/mL}$. Hal ini dapat disebabkan oleh sensitivitas dari instrumen yang digunakan yaitu klt densitometri, sehingga hasil yang didapat lebih besar.

Penetapan Kadar Sampel

Dilakukan pada 30 sampel jamu pegal linu, dengan konsentrasi masing-masing 1000 ppm. Dilakukan elusi dengan fase gerak optimal etil asetat : kloroform (2:1), kemudian dilakukan scanning pada panjang gelombang 200 nm. Berdasarkan hasil scanning beberapa sampel nilai R_f parasetamol dan fenilbutazon tidak terdeteksi sehingga tidak dapat dihitung kadarnya. Didapatkan 5 sampel positif dari 30 sampel mengandung fenilbutazon yaitu sampel j, k, s, u, dan v dengan nilai persen kadar berturut-turut 9,5053%; 10,6138%; 62,8776%; 42,8839% dan 24,9238%, tetapi pada 30 sampel jamu tidak

ditemukan jamu yang mengandung parasetamol

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Hasil optimasi metode deteksi parasetamol dan fenilbutazon dengan KLT Densitometri menunjukkan bahwa pemisahan yang baik diperoleh pada fase gerak yang etil asetat : kloroform (2:1).
2. Berdasarkan hasil uji yang telah dilakukan didapat selektivitas dimana senyawa dapat terpisah dengan baik, hasil linearitas nilai r yang diperoleh pada parasetamol dan fenilbutazon berturut-turut 0,9719 dan 0,9980, nilai persen recovery (akurasi) pada konsentrasi 1000, 700 dan 400 ppm pada parasetamol adalah 107,6591%; 107,8535% dan 92,1824%, pada fenilbutazon 101,2860%; 101,3963% dan 105,8143%. Nilai akurasi %RSD yang diperoleh pada konsentrasi 1000, 900, 700, 600, 400, dan 300 ppm parasetamol adalah 4,6892%; 2,1603%; 5,3722%; 5,1245%; 1,1528%; dan 2,0474%, pada

fenilbutazon 2,1938%; 5,874%; 1,2351%; 5,9369%; 3,3797%; dan 3,2004%. Pada batas deteksi dan batas kuantitasi pada parasetamol 27304,424 $\mu\text{g/mL}$ dan 91014,213 $\mu\text{g/mL}$, sedangkan pada fenilbutazon 12200,28 $\mu\text{g/mL}$ dan 40667 $\mu\text{g/mL}$. Dapat dilihat hasil selektivitas, akurasi, presisi memenuhi sesuai dengan yang dipersyaratkan, tetapi pada batas deteksi dan batas kuantifikasi belum memenuhi sesuai yang dipersyaratkan.

3. Dengan metode KLT Densitometri yang telah dioptimasi dan divalidasi maka dapat digunakan untuk menetapkan kadar pada sampel jamu pegal linu. Dari 30 sampel jamu yang berada dipasaran yang diteliti dengan menggunakan klt densitometri, didapatkan sebanyak 5 sampel yang mengandung senyawa aktif fenilbutazon kelima sampel tersebut adalah j, k, s, u, dan vdengan persen kadar masing-masing secara berturut-turut 9,5053%; 10,6138%; 62,8776%; 42,8839% dan 24,9238%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih diucapkan kepada program studi farmasi Universitas Ma Chung yang telah membantu dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Amelia, Yulida Nasution. 2009. Penetapan Kadar Zat Aktif Parasetamol dalam Obat Sediaan Oral dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Sumatera Utara, Medan
2. Bebenista and Nowak. 2014. Paracetamol: Mechanism of Action Applications and Safety concern. *Acta Poloniae Journals*. Vol 71 (1): 11-23
3. Departemen Kesehatan RI. 2012. Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 007 Tahun 2012 tentang Registrasi Obat Tradisional
4. [4]. Fonda, J. 2011. Penerapan Metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) untuk membedakan *Curcuma domestica* Val., *Curcuma xanthorrhiza* Roxb., *Curcuma zedoaria* Rosc., *Curcuma mangga* Val. & van Zijp., *Curcuma aeruginosa* Roxb dalam campuran. Tugas Akhir. Fakultas Farmasi Universitas Airlangga.
5. Gitawati. 2013. Analisis Adulterasi Jamu Pegal Linu yang Diperoleh dari Pasar di Jakarta dan Sekitarnya. *Buletin Penelitian Sistem Kesehatan*. Vol 15 (3): 269-274
6. ICH. 2005. Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology. International Conference on Harmonization
7. Lestari. 2012. Optimasi Pelarut Etanol-Air dalam Proses Ekstraksi Herba Pegagan (*Centella asiatica* [L] Urban) pada Suhu Terukur. *Bionatura Jurnal Ilmu-Ilmu Hayati dan Fisik*. Vol 4 (2)
8. Myers, R., Montgomery, D., Cook, C. 2009. *Response Surface Methodology*. Third ed. John Wiley & Sons. Inc. Hoboken, New Jersey. Canada