

**ANALISIS BAHAN KIMIA OBAT DALAM JAMU PEGAL LINU  
MENGUNAKAN METODE KROMATOGRAFI  
GAS - SPEKTROMETRI MASSA**

***CHEMICAL DRUG ANALYSIS IN JOINT - PAIN HERBAL MEDICINE  
USING LIQUID CHROMATOGRAPHY - MASS  
SPECTROMETRY METHOD***

**Rahmawaty Hasan<sup>1</sup>, Moh Rasyid Kuna<sup>2</sup>, Siti Asiyah Ismail<sup>3</sup>**

<sup>1</sup>Prodi S1 Farmasi, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Ibrahimy, Jawa Timur, Indonesia

<sup>2</sup>Prodi S1 Farmasi, Institut Kesehatan dan Teknologi Graha Medika, Sulawesi Utara, Indonesia

<sup>3</sup>Jurusan Farmasi, Fakultas Olahraga dan Kesehatan Universitas Negeri Gorontalo,

Gorontalo, Indonesia

email: [rahmahasan1234@gmail.com](mailto:rahmahasan1234@gmail.com)

**Abstrak**

PerMenKes RI No. 007 Tahun 2012 tentang Registrasi Obat Tradisional mengatur tentang dilarangnya obat tradisional yang mengandung bahan kimia obat hasil isolasi atau sintetik berkhasiat obat. Jamu pegal linu merupakan salah satu jenis jamu yang sering ditambahkan bahan kimia obat (BKO). Bahan kimia obat yang biasa ditambahkan ke dalam jamu tradisional diantaranya adalah obat golongan NSAID yaitu fenilbutazon. Kebaruan penelitian karena menganalisis kandungan bahan kimia dalam jamu. Tujuan penelitian ini untuk menganalisis adanya kandungan dan kadar fenilbutazon dalam jamu pegal linu. Metode penelitian untuk analisis kualitatif sebagai identifikasi adanya kandungan fenilbutazon menggunakan Kromatografi Lapis Tipis dengan fase gerak n-heksan: etil asetat (4:1) serta analisis kuantitatif menggunakan Liquid Chromatography-Mass Spectrometry dengan fase terbalik dengan sistem elusi isokratik fase gerak ultrapure water : asetonitril (90:10% v/v) pada laju alir 0,2 mL/menit dan volume injeksi 10 µL. Hasil penelitian menunjukkan bahwa empat sampel positif mengandung fenilbutazon yakni sampel A, C, D, dan E. Analisis kuantitatif didapatkan kadar fenilbutazon dalam sampel A sebanyak 0,63/7 g, pada sampel C sebesar 0,72 g/7 g, pada sampel D sebesar 0,19 g/7 g dan pada sampel E sebesar 0,75 g/7 g. Empat jenis jamu pegal linu tersebut menyalahi PerMenKes RI No. 007 Tahun 2012 terkait adanya larangan kandungan bahan kimia obat sintetik berkhasiat obat dalam obat tradisional. Kesimpulan penelitian yakni terdapat empat jenis jamu yang mengandung bahan kimia obat fenilbutazon.

**Kata kunci:** Bahan Kimia Obat; LCMS; *Phenylbutazone*.

**Abstract**

*PerMenKes RI No. 007 of 2012 concerning Registration of Traditional Medicines regulates the prohibition of traditional medicines containing medicinal chemicals resulting from isolation or synthetic, medicinal efficacy. Rheumatic pain herbal is a type of herbal medicine that is often added to medicinal chemicals (BKO). Medicinal chemicals that are commonly added to traditional herbal medicine include NSAIDs class drugs, namely phenylbutazone. The novelty of the study is due to analyzing the content of chemicals in herbs. This study aimed to analyze the content and levels of phenylbutazone in herbal medicine. Research method for qualitative analysis as identification of phenylbutazone content using Thin Layer Chromatography with n-hexane motion phase: ethyl acetate (4: 1) and quantitative analysis using Liquid Chromatography-Mass Spectrometry with reverse phase with isocratic elution system ultrapure water motion phase: acetonitrile (90:10% v / v) at a flow rate of 0.2 mL/min and injection volume of 10 µL. The results showed that four positive samples contained phenylbutazone, namely samples A, C, D, and E. Quantitative analysis obtained phenylbutazone levels in sample A of 0.63/7 g, in sample C of 0.72 g/7 g, in sample D of 0.19 g/7 g and in sample E of 0.75 g/7 g. The four types of herbal medicine violate the Indonesian Minister of Health Regulation No. 007 of 2012 related to the prohibition of the content of synthetic, medicinal chemicals with medicinal properties in traditional medicine. The study concluded that four types of herbs contained the medicinal chemical phenylbutazone.*

**Keywords:** Medicinal Chemicals; LCMS; *Phenylbutazone*.

Received: November 4<sup>th</sup>, 2022; 1<sup>st</sup> Revised December 3<sup>rd</sup>, 2022;

2<sup>nd</sup> Revised December 17<sup>th</sup>, 2022; Accepted for

Publication: February 9<sup>th</sup>, 2023

## 1. PENDAHULUAN

Obat tradisional yang mengandung Bahan Kimia Obat (BKO) dilarang untuk dikonsumsi karena dapat membahayakan kesehatan bahkan mematikan. BKO merupakan senyawa sintesis atau hasil produk kimiawi yang berasal dari bahan alam dan digunakan untuk pengobatan modern. Penggunaan obat keras atau BKO harus disertai dosis serta aturan pakai yang jelas dan peringatan dalam penggunaannya untuk menjaga keamanan konsumen (1).

BPOM telah memberikan edaran berupa peringatan keras kepada produsen obat tradisional yang menggunakan BKO dan akan melakukan penarikan dan pemusnahan produk, serta pembatalan nomor izin edar terhadap obat tradisional yang telah memiliki izin edar Badan POM, jika mengandung BKO dalam edaran di masyarakat. Obat tradisional yang sering mengandung BKO adalah obat yang diindikasikan untuk afrodisiaka, rematik dan penghilang rasa sakit (analgetik) (2).

Terdapat lebih dari 50 produk obat tradisional ditarik edaran produknya karena mengandung bahan kimia obat. Salah satu bahan kimia obat (BKO) yang sering dicampurkan ke dalam obat tradisional yaitu Fenilbutazon. Fenilbutazon merupakan turunan dari pirazolon yang mempunyai efek analgesik dan inflamasi. Fenilbutazon digunakan untuk mengobati *rheumatoid arthritis* dan sejenisnya. Penggunaan fenilbutazon yang berlebih akan mengakibatkan efek negatif yang berakibat fatal (3). Efek samping penggunaan

fenilbutazon yang berlebih dapat menimbulkan gangguan saluran cerna (mual, diare, kadang pendarahan dan tukak), reaksi hipersensitivitas (edema dan bronkospasme), vertigo dan sakit kepala, gangguan pendengaran, serta hematuria (4).

Berdasarkan hasil pengawasan Balai POM Gorontalo dalam kurun waktu 2016, Balai POM telah mengamankan ribuan produk obat tradisional ilegal. Balai POM Gorontalo menemukan produsen obat tradisional yang tidak sesuai dengan Cara Pembuatan Obat Tradisional yang Baik (CPOTB), bahkan beberapa produk positif mengandung BKO yang dilarang dalam obat tradisional (5). Produsen obat tradisional harus memenuhi kode etik produksi yang sesuai dengan CPOTB.

Dalam mendukung program pengawasan pemerintah maka perlu ada partisipasi masyarakat, seperti peneliti. Peneliti dapat mengidentifikasi keberadaan BKO dalam jamu pegal linu yang beredar di masyarakat guna menjamin keamanan. Berdasarkan uraian tersebut dapat dirumuskan permasalahan yaitu bagaimana analisis kandungan bahan kimia obat fenilbutazon dalam jamu pegal linu menggunakan metode Liquid Chromatography-Mass Spectrometry.

## 2. METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Seperangkat instrumen LC-MS, lampu UV 254 nm dan 366 nm, sonifikator, neraca analitik, pipet mikro 10-100  $\mu$ l, vial LC, perangkat gelas yang biasa digunakan di laboratorium.

Produk jamu serbuk pegal linu dengan berbagai merk, plat KLT silika gel F<sub>254</sub>, baku fenilbutazon, acetonitrile HPLC grade, ultrapure water HPLC grade, n-heksan p.a, etil asetat p.a.

#### **Preparasi sampel (ekstraksi)**

Sampel jamu A ditimbang 1 gram dimasukkan kedalam gelas kimia, lalu ditambahkan metanol 25 mL, kemudian diekstraksi pada suhu 45<sup>0</sup>C dengan kecepatan 150 rpm, saring menggunakan kertas whatman dan tampung ekstrak cair dari sampel jamu kemudian diuapkan. Lakukan perlakuan yang sama untuk masing- masing sampel jamu B, C, D, E dan F.

#### **Pengujian KLT**

Ekstrak metanol jamu A, B, C, D, E dan F dan senyawa pembanding fenilbutazon ditotolkan pada lempeng KLT yang telah dipreparasi dengan ukuran 9 x 9 cm. Lempeng KLT dimasukkan ke dalam chamber yang berisi eluen n-heksan: etil asetat (4:1). Setelah eluen mencapai batas tanda, angkat dan keringkan. Kemudian kromatogram yang dihasilkan diamati nodanya di bawah sinar UV pada panjang gelombang 254 nm dan 366 nm. Bercak noda yang nampak pada senyawa pembanding dibandingkan dengan ekstrak jamu serta diperhatikan ada tidaknya kesamaan pada penampakan bercak noda dan ditentukan nilai R<sub>f</sub>-nya. Fase gerak terdiri dari *pure water* dan asetonitril dibuat dengan sistem elusi isokratik. Sebelum digunakan, air dan asetonitril disaring masing-masing lalu di degassing selama lebih kurang 15 menit.

#### **Pembuatan kurva kalibrasi baku fenilbutazon**

10 mg baku fenilbutazon ditimbang dengan menggunakan timbangan analitik. Kemudian dilarutkan dengan menambah 10 ml metanol sehingga didapat konsentrasi 1000 ppm, disaring, fitratnya digunakan sebagai larutan induk. Larutan induk dengan konsentrasi 1000 ppm dibuat larutan dengan konsentrasi 5, 10, 15, 20, 25 ppm. Dipipet kembali sebanyak 25; 50; 75; 100; dan 125 µL, masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 5 mL dan dicukupkan volumenya dengan metanol sampai garis tanda. Masing-masing larutan standar tersebut disaring dan dimasukkan ke dalam vial LC. Kemudian masing-masing konsentrasi diinjeksikan ke sistem kemudian dibuat kurva kalibrasi serta persamaan regresinya.

#### **Preparasi larutan sampel**

10 mg masing-masing ekstrak jamu ditimbang dengan menggunakan timbangan analitik. Kemudian dilarutkan dengan 10 ml metanol sehingga didapat konsentrasi 1000 ppm, serta disaring dan fitratnya digunakan sebagai larutan induk. Selanjutnya dibuat larutan seri dengan konsentrasi 10, 15, 20, 25 dan 30 ppm, yaitu dengan dipipet kembali sebanyak 50; 75; 100; 125; dan 150 µL. Masing-masing larutan sampel tersebut disaring dan dimasukkan ke dalam vial 2 LC.

#### **Penetapan kadar**

Sebelum sampel dipisahkan, dilakukan pengaturan program untuk menjalankan alat LCMS. Sampel dipisahkan pada kolom C18 fase terbalik dan dielusi pada laju alir 200 µl/menit. Fase gerak yang akan digunakan yaitu *pure water*: asetonitril (90:10% v/v). Volume injeksi sampel adalah 10 µl.

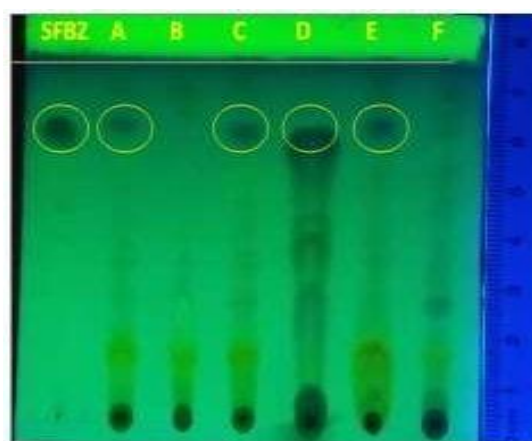
Digunakan sistem elusi isokratik. Fenilbutazon dalam sampel dideteksi dalam mode positif menggunakan LC-MS (6).

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### Hasil Analisis KLT

Pada pengujian KLT pada keenam ekstrak sampel jamu pegal linu. Ekstrak sampel jamu A, B, C, D, E dan F dan baku pembanding fenilbutazon ditotolkan pada lempeng KLT dengan ukuran 9x9 cm, kemudian dimasukkan ke dalam chamber yang berisi eluen n-heksan: etil asetat (4:1). Fase gerak tersebut dipilih setelah melakukan optimasi fase gerak yang bertujuan untuk memilih fase gerak yang cocok untuk

pengujian KLT sampel jamu. Sampel dapat memisah berdasarkan komponen-komponen senyawa dengan memilih fase gerak yang sesuai (5). Selanjutnya, setelah eluen mencapai batas tanda, lempeng KLT kemudian diangkat kemudian kromatogram yang dihasilkan diamati nodanya dibawah sinar UV pada panjang gelombang 254 nm dan 366 nm. Kemudian dibandingkan noda baku pembanding fenilbutazon dengan noda keenam ekstrak sampel jamu untuk melihat ada tidaknya kesamaan pada penampakan noda tersebut dan selanjutnya dihitung nilai Rf-nya. Adapun nilai Rf yang baik yaitu antara 0,2-0,8 (7).



**Gambar 1. Hasil Kromatogram Fenilbutazon**

Hasil menunjukkan bahwa sampel yang positif mengandung fenilbutazon yakni sampel A, sampel C, sampel D, dan sampel E. Hal tersebut dilihat berdasarkan letak nilai Rf baku pembanding fenilbutazon dan keempat sampel yang menunjukkan angka yang setara, didapatkan hasil yaitu nilai Rf baku pembanding fenilbutazon yaitu 0,7. Adapun nilai Rf keenam sampel jamu pegal linu masing-masing yaitu 0,71 untuk sampel A, 0,3 untuk sampel B, 0,7 untuk sampel C, 0,7 untuk

sampel D, 0,71 untuk sampel E dan 0,3 untuk sampel F. Dari keenam sampel jamu pegal linu terdapat 4 sampel yang memiliki nilai Rf yang sama dengan nilai Rf baku pembanding fenilbutazon yaitu sampel A, C, D, dan E, sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel jamu A, C, D dan E dinyatakan positif mengandung bahan kimia obat fenilbutazon.

#### Hasil Analisis LCMS

Langkah awal dalam analisis kuantitatif ini yaitu optimasi kondisi alat

LCMS yang bertujuan untuk mendapatkan kondisi optimal dalam menganalisis fenilbutazon dan sampel jamu pegal linu. Dari hasil percobaan optimasi kondisi diatas, didapatkan kondisi optimal yang paling baik dalam menganalisis fenilbutazon dalam sampel jamu pegal linu yaitu dengan menggunakan sistem elusi isokratik dengan perbandingan fase gerak pure water: asetonitril (90:10% v/v) (8).

Jenis sistem elusi isokratik adalah jenis sistem elusi yang dilakukan dengan satu macam atau lebih fase gerak dengan perbandingan tetap artinya komposisi atau campuran fase gerak tetap selama elusi. Keuntungan dari sistem elusi ini adalah instrumen serta optimasi fase geraknya sederhana dan waktu analisisnya lebih singkat serta sampel yang dianalisis menghasilkan area *peak* yang akurat dan jarang terdapat *peak* pengganggu (9).

Jenis kolom yang digunakan dalam analisis ini yaitu kolom C18 fase terbalik. Hal ini mengacu pada penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh Lau *et al* (2003) dan Bogusz *et al* (2006) dimana analisis fenilbutazon dalam sampel jamu tradisional yang dilakukan dengan menggunakan metode LCMS dan jenis kolom C18 fase terbalik mampu menghasilkan pemisahan terbaik dengan tingkat kemurnian dan akurasi yang tinggi. Pada kromatografi fase terbalik, fase diam bersifat non-polar atau kurang polar dibandingkan fase geraknya sehingga analit dapat ditahan sampai fase gerak (pelarut) yang cukup polar mengelusinya keluar kolom (8).

Dalam *Crawford scientific* dijelaskan bahwa fase gerak dalam kromatografi fase terbalik biasanya terdiri dari fase gerak polar (*Aqueous mobile phase*) dan fase gerak organik (*Organic mobile phase*). Adapun fase gerak yang digunakan dalam penelitian ini yaitu campuran antara ultrapure water sebagai *aqueous mobile phase* dan asetonitril sebagai *organic mobile phase*. Pemilihan fase gerak tersebut didasarkan pada pertimbangan sifat kelarutan dari target analit yang akan dianalisis yaitu fenilbutazon. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan pemisahan yang baik dari fenilbutazon karena setiap senyawa yang akan dianalisis harus larut dalam fase gerak yang akan digunakan. Jika senyawa tersebut tidak larut dalam fase gerak, maka senyawa yang akan dianalisis akan sulit untuk dielusi (dipisahkan) dengan baik serta puncak analitnya pun tidak akan keluar dengan tajam (*shape*) dan cenderung akan melebar puncaknya karena interaksi antara analit dengan fase diam lebih kuat dibandingkan interaksi antara analit dengan fase gerak (8). Adapun analisis ini menggunakan kromatografi fase terbalik yang melibatkan fase gerak polar yakni ultrapure water.

Berdasarkan sifat kelarutannya, fenilbutazon sangat sukar larut dalam air, mudah larut dalam aseton dan eter, larut dalam metanol, sehingga proses yang terjadi dalam kolom C18 fase terbalik yaitu molekul-molekul hidrofobik dari fenilbutazon terabsorpsi pada fase diam hidrofobik, dan molekul-molekul hidrofilik dalam fase gerak akan melewati kolom dan terelusi lebih dulu. Molekul-molekul hidrofobik fenilbutazon

dapat dielus dari kolom dengan menurunkan polaritas fase gerak menggunakan pelarut organik. Semakin hidrofobik suatu molekul, semakin kuat terikat pada fasa diam, dan semakin tinggi konsentrasi pelarut organik yang diperlukan untuk mengelus molekul tersebut (9). Adapun pada penelitian ini digunakan asetonitril sebagai pelarut organik, yang dapat mengurangi interaksi hidrofobik dari fenilbutazon terhadap fase diam.

Langkah selanjutnya dalam analisis kuantitatif ini yaitu preparasi baku fenilbutazon dan ekstrak sampel jamu.

Preparasi dilakukan dengan cara membuat seri konsentrasi yang berbeda dari baku fenilbutazon dan ekstrak sampel jamu. Seri konsentrasi tersebut berkisar antara 5-30 ppm. Untuk baku fenilbutazon dibuat seri konsentrasi yaitu 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm. Adapun ekstrak sampel jamu dibuat seri konsentrasi yaitu 10, 15, 20, 25 dan 30 ppm. Tujuan dibuat seri konsentrasi ini yaitu agar konsentrasi analit yang diharapkan dalam ekstrak yang diencerkan dari sampel berada pada sekitar titik tengah rentang konsentrasi yang dibuat dalam seri kalibrasi (9).

**Tabel 1. Hasil Analisis LCMS Fenilbutazon**

Sampel	Kadar Fenilbutazon per gram sampel	Kadar Fenilbutazon per kemasan sampel	Kadar Fenilbutazon per kemasan jamu
Sampel A	0,09	0,63 g/7 g	9%
Sampel C	0,10	0,72 g/7 g	10,28%
Sampel D	0,09	0,19 g/7 g	9,5%
Sampel E	0,10	0,75 g/7 g	10,72%

Berdasarkan hasil analisis menggunakan metode LCMS ditemukan kandungan fenilbutazon dalam masing-masing jamu tradisional yaitu pada sampel A sebesar 0,63 gram/7 gram sampel, pada sampel C sebesar 0,72 gram/7 gram sampel, pada sampel D sebesar 0,19 gram/2 gram sampel,

sedangkan pada sampel E sebesar 0,75 gram/7 gram sampel sehingga dapat disimpulkan bahwa keempat sampel jamu pegal linu tersebut benar-benar mengandung bahan kimia obat fenilbutazon dengan konsentrasi 90-100 mg/g sampel.

**Tabel 2. Kurva Kalibrasi Baku Fenilbutazon**

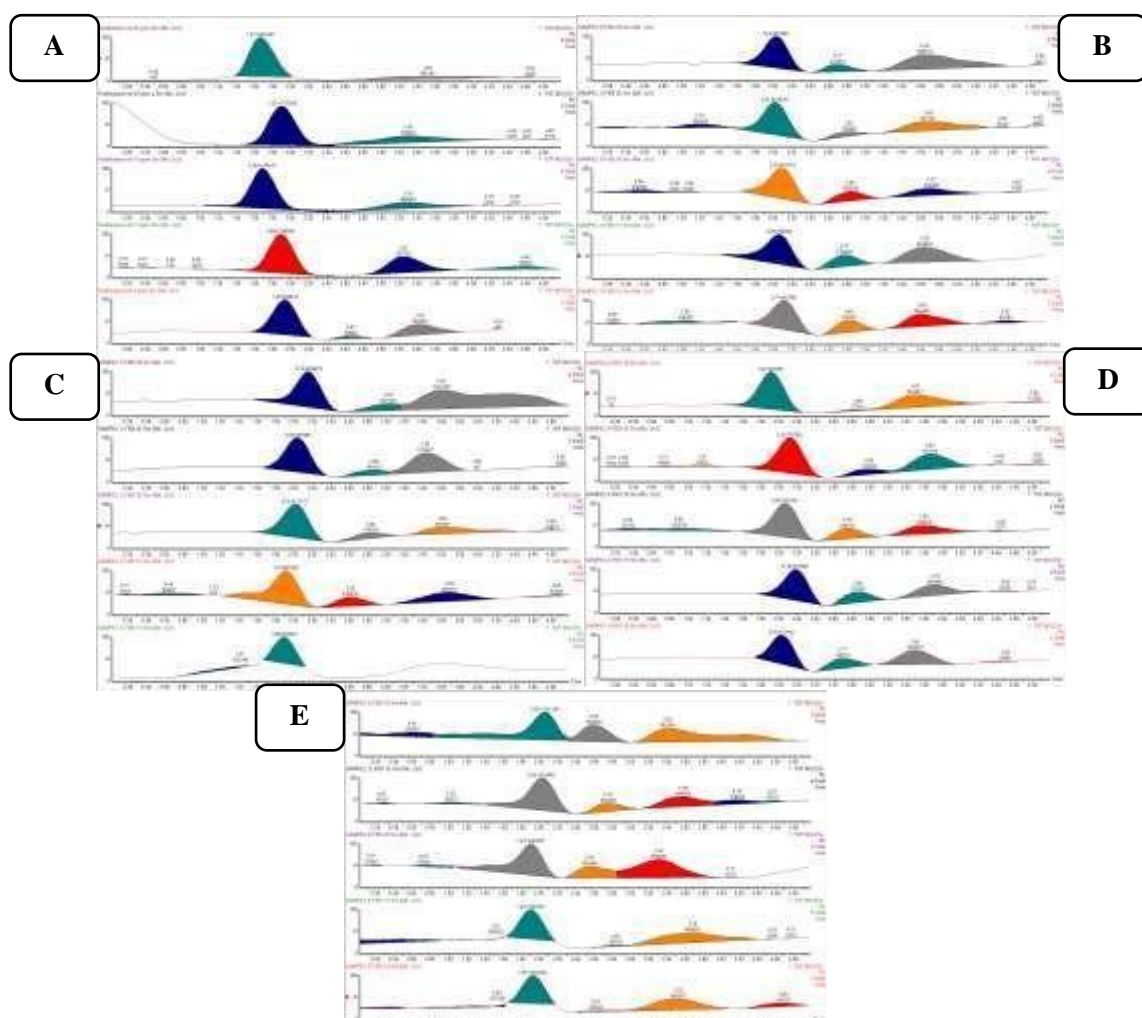
Konsentrasi ( $\mu\text{g/mL}$ )	Waktu retensi (menit)	Peak area ( $1 \times 10^5$ )
5	1,95	8,4
10	1,89	11,1
15	1,69	14,2
20	1,91	17,4
25	1,67	24,3

Tabel diatas menunjukkan konsentrasi, waktu retensi, dan peak area dari baku fenilbutazon. Dari data konsentrasi dan

peak area tersebut dapat ditentukan kurva kalibrasi yang akan digunakan dalam menentukan kevalidan metode LCMS serta

menjamin keabsahan data yang dihasilkan (5). Berdasarkan data kurva kalibrasi pada table 2, diperoleh nilai koefisien korelasi kurva kalibrasi standar fenilbutazon sebesar 0,957 dengan persamaan garis regresi linier yaitu  $y = 0,762x + 3,65$  sehingga dapat disimpulkan nilai kurva kalibrasi standar fenilbutazon memenuhi syarat keberterimaan sesuai dengan ketentuan yang ditetapkan oleh SNI yaitu  $r \geq 0,900$  (10). Adapun rata-rata waktu retensi baku fenilbutazon yakni pada menit 1,82. Data waktu retensi ini yang kemudian akan dibandingkan dengan waktu retensi dari keempat sampel yang akan diuji. Penentuan

senyawa fenilbutazon pada kromatogram sampel ditentukan berdasarkan kemiripan waktu retensi antara peak baku fenilbutazon dengan *peak* senyawa yang terdapat pada kromatogram sampel. Adapun rata-rata waktu retensi sampel jamu pegal menunjukkan waktu retensi yang relatif sama dengan rata-rata waktu retensi baku fenilbutazon sehingga dapat disimpulkan bahwa keempat sampel jamu pegal linu positif mengandung fenilbutazon.



**Gambar 2. Pola spektra Fenilbutazon (A) Baku Fenilbutazon; (B) Sampel A; (C) Sampel B; (D) Sampel C; (E) Sampel D**

Gambar 2 menunjukkan data yang dihasilkan dari analisis kuantitatif LCMS ini berupa kromatogram dan spektra massa. Dari data yang diperoleh dapat ditentukan kadar fenilbutazon dalam sampel jamu pegal linu. Kadar fenilbutazon dalam sampel dapat ditentukan dengan membandingkan antara luas area *peak* baku fenilbutazon dengan luas area *peak* fenilbutazon dalam sampel. Penentuan senyawa fenilbutazon pada kromatogram sampel ditentukan berdasarkan kemiripan waktu retensi antara *peak* baku fenilbutazon dengan *peak* senyawa yang terdapat pada kromatogram sampel (11).

Setiap senyawa memiliki waktu retensi spesifik yang dapat digunakan sebagai dasar dalam mengidentifikasi suatu senyawa yang belum diketahui dalam suatu campuran kompleks sehingga senyawa tersebut harus sama ataupun relatif sama waktu retensinya dengan waktu retensi senyawa murninya. Dalam penelitian ini waktu retensi fenilbutazon baku pembanding murni digunakan sebagai acuan dalam menentukan waktu retensi sampel. Waktu retensi *peak* senyawa pada sampel yang sama dengan waktu retensi *peak* baku fenilbutazon atau yang hampir sama dengan waktu retensi *peak* baku fenilbutazon, diperkirakan berasal dari senyawa yang sama yaitu fenilbutazon (12).

Berdasarkan kromatogram yang diperoleh, dapat dilihat rata-rata waktu retensi dari baku fenilbutazon yaitu 1,82 menit. Adapun waktu retensi dari sampel A yaitu 2,05 menit, waktu retensi dari sampel C yaitu 2,00 menit, waktu retensi dari sampel D yaitu 2,06 menit dan waktu retensi dari sampel E

yaitu 1,96 menit. Waktu retensi *peak* senyawa pada sampel hampir sama dengan waktu retensi *peak* baku fenilbutazon. Selain itu kromatogram hasil analisis memperlihatkan bahwa baku fenilbutazon dan keempat sampel yang dianalisis hanya memiliki 1 *peak* yang tajam, sehingga hal ini semakin memperjelas bahwa keempat sampel jamu benar-benar mengandung senyawa fenilbutazon (13).

Parameter lainnya yang dapat membuktikan keberadaan senyawa fenilbutazon dalam sampel yaitu data hasil analisis berupa spektra massa dari masing-masing sampel. Spektra massa menunjukkan berat molekul dan pola fragmentasi dari senyawa yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi secara spesifik senyawa yang dianalisis. Spektrum massa suatu senyawa merupakan identifikasi yang akurat, valid dan tegas karena mampu mengidentifikasi langsung struktur dari senyawa yang tidak diketahui dalam suatu campuran kompleks sekalipun dengan konsentrasi yang sangat kecil (7).

Berdasarkan data spektra masa yang diperoleh, baku fenilbutazon yang dianalisis membentuk pola fragmentasi di rasio 309, 296, 293, 271 *m/z*. Adapun keempat sampel jamu yang dianalisis juga membentuk pola fragmentasi di rasio 309, 296, 293, 271 *m/z*. Pola fragmentasi ini inilah yang menegaskan bahwa keempat sampel jamu benar-benar mengandung fenilbutazon. Setelah diperoleh spektrum massa dan kromatogram baik baku fenilbutazon maupun keempat sampel, maka selanjutnya dilakukan analisis kadar terhadap



senyawa fenilbutazon dalam sampel jamu pegal linu (14).

Kromatogram yang menunjukkan respon berupa luas area peak dapat digunakan untuk analisis kuantitatif (15). Dari hasil pemeriksaan kadar fenilbutazon dalam sampel jamu pegal linu secara kuantitatif, diperoleh kadar fenilbutazon dalam sampel berturut-turut adalah untuk sampel A sebanyak 0,63 g/7 g sampel, sampel C sebanyak 0,72 g/7 g sampel, sampel D sebanyak 0,19 g/2 g sampel serta sampel E sebanyak 0,75 g/7g sampel. Dari hasil tersebut ditemukan kadar fenilbutazon tertinggi terdapat pada sampel E dengan konsentrasi 0.75 g/7 g sampel. Hasil analisis kuantitatif tersebut menunjukkan masih adanya bahan kimia obat yang ditemukan terkandung di dalam jamu pegal linu. Hal tersebut tentunya membahayakan konsumen terlebih bila konsumen mengkonsumsinya dalam jangka panjang dengan dosis yang tidak sesuai. Berdasarkan hasil uji validasi metode analisis yang dilakukan tersebut didapatkan hasil yang dapat memenuhi syarat yang telah ditetapkan. Hal ini menunjukkan bahwa metode analisis fenilbutazon pada jamu pegal linu menggunakan metode LCMS ini valid dan dapat digunakan untuk penetapan kadarnya (10).

#### 4. KESIMPULAN

Hasil analisis menggunakan metode liquid chromatography–mass spectrometry, hasil yang diperoleh adalah empat sampel yang terbukti mengandung bahan kimia obat fenilbutazon. Kandungan teridentifikasi dengan kadar yang diperoleh bervariasi yaitu

sampel A sebanyak 0,63 g/7 g sampel, sampel C sebanyak 0,72 g/7 g sampel, sampel D sebanyak 0,19 g/7 g sampel serta sampel E sebanyak 0,75 g/7 g sampel. Empat jenis jamu pegal linu tersebut menyalahi PerMenKes RI No. 007 Tahun 2012 terkait adanya larangan kandungan bahan kimia obat sintetik berkhasiat obat dalam obat tradisional.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu dalam penyelesaian artikel ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Widyawati A, Rusdi B, Maulana IT. Identifikasi Kandungan Kortikosteroid (Deksametason, Fenilbutason, Dan Prednison) Dalam Kandungan Jamu Pegal Linu Yang Beredar Di Empat Pasar Kota Bandung. *Pros Penelit Spes Unisba*. 2015;525–30.
2. Rofida S. “Bahan Kimia Obat Pada Obat Tradisional Indonesia” *Prosiding Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Muhammadiyah Malang*. *J Fak Ilmu Kesehat*. 2014;2:27–30.
3. Badan Pengawas Obat dan Makanan. Peringatan tentang Obat Tradisional mengandung Bahan Kimia Obat. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia; 2016.
4. Lau AJ, Holmes. MJ, Wood S., Koh H. Analysis Of Adulterants In A Traditional Herbal Medicinal Product Using Liquid Chromatography-Mass Spectrometry. *J Pharm Biomed Anal*. 2012;31(2):401–6.

5. Yuwono M, G I. Validation of chromatographic methods for analysis: Profiles of drug substances, excipients and related methodology. 2012;32:243–59.
6. Mursyid M, Astari C, Hamka HN, Akbar AS, Slamet NS. Quantitative Analysis Of Profenofos Pesticide Residues On Cabbage (Brassica Oleracea) By Gas Chromatography Method. *Jambura J Heal Sci Res.* 2023;5(1):229–41.
7. Rolando R, E.D. E, Monica E. Penetapan Kadar Fenilbutazon Dan Paracetamol Dalam Jamu Pegal Linu. *J Insa Farm Indones.* 2019;2(1):126–38.
8. Jian W. Modern Liquid Chromatography and Mass Spectrometry for Targeted Biomarker Quantitation. *J Target Biomark.* :45–63.
9. Clark SB, Turnipseed GJ, Madson MR. Confirmation Of Phenylbutazone Residues By Liquid Chromatography-Mass Spectrometry. *J AOAC Int.* 2014;85(5):1009–14.
10. Riyanto P. Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi. Yogyakarta: Deepublish; 2014.
11. Harmita. Analisis Fisikokimia Kromatografi Vol 2. Jakarta: ECG; 2015.
12. Rohman A. Kromatografi Untuk Analisa Obat. Yogyakarta: Graha Ilmu; 2013.
13. Suhandi. Spektroskopi Massa. Bandung: UPI Press; 2012.
14. Kamar I, Zahara F, Yuniharni D. Identifikasi Parasetamol dalam Jamu Pegal Linu Menggunakan Metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT). *Quim J Kim Sains dan Terap.* 2021;3(1):24–9.
15. Aritonang NS, Chiuman L, Studi P, Klinis F, Kedokteran F, Gigi K, et al. Uji Identifikasi Senyawa Steroid Fraksi Ekstrak Metanol Andaliman ( *Zanthoxylum acthopodium* DC ) Secara Kromatografi Lapis Tipis. *J Heal Sci.* 2022;6(1):90–8.