

**VERIFIKASI METODE ANALISIS DEKSAMETASON DALAM JAMU
SECARA KLT-DENSITOMETRI**

***VERIFICATION METHOD TLC-DENSITOMETRY ANALYSIS
OF DEXAMETHASONE IN JAMU***

**Masitoh Suryaning Prahasiwi.
Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Yayasan Pharmasi Semarang**

ABSTRAK

Maraknya penggunaan jamu dalam masyarakat dimanfaatkan oleh beberapa oknum dengan melakukan kecurangan dengan penambahan BKO (bahan kimia obat) dalam produk jamu. Salah satu BKO yang sering digunakan dalam produk jamu adalah deksametason. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui adanya deksametason dalam jamu dengan metode kromatografi menggunakan KLT-Densitometri yang telah terverifikasi sehingga dapat memberikan hasil pemeriksaan yang baik. Fase gerak digunakan campuran etil asetat : sikloheksan (4:1), fase diam silika gel F₂₅₄ dan panjang gelombang maksimal 242 nm. Penelitian ini menemukan dari metode tersebut akurasi dengan % *recovery* pada konsentrasi 50 mg/L sebesar 93,25 %; pada konsentrasi 250 mg/L sebesar 96,33%; pada konsentrasi 450 mg/L sebesar 97,56%. Sedangkan untuk presisinya pada konsentrasi 50 mg/L memiliki persentase RSD 3,23% ; pada konsentrasi 250 mg/L memiliki persentase RSD 1,98%; pada konsentrasi 450 mg/L memiliki persentase RSD 2,83%.

Kata kunci : Deksametason, Jamu, KLT-Densitometri, Verifikasi.

ABSTRACT

Jamu are widely used in Indonesia to address symptoms of illnesses such as common cold, flu, muscle aches, and gout. The widespread use of jamu has led engaging in deception by adding dexamethasone. The aim of this research is to determine the presence of dexamethasone in jamu using chromatography with TLC-Densitometry, which has been verified to provide reliable examination results. The mobile phase used is a mixture of ethyl acetate: cyclohexane (4:1), with the stationary phase being silica gel F₂₅₄, and a maximum wavelength of 242 nm. The system suitability test for the percent standard deviation of the relative was 1.65%. The percent recovery was obtained between 93.25% - 97.56% and the relative standard deviation percent value was 1.98% - 3.23%. Dexamethasone standard solution was obtained correlation coefficient 0.9995. Results of the conducted research can be concluded that the verification of the dexamethasone analysis method meets the acceptance criteria.

Keywords: *Dexamethasone, herbal medicine, TLC-Densitometry, Verification.*

PENDAHULUAN

Jamu adalah resep turun-temurun dari leluhur yang mesti dipertahankan dan dikembangkan. Pencampuran jamu dengan bahan kimia obat (BKO) dilakukan agar

jamu lebih berkhasiat secara instan. Hal tersebut dapat berbahaya karena jamu sering digunakan dalam waktu lama dan dengan dosis yang tidak dapat dipastikan, meskipun efek penyembuhannya langsung terasa, namun penggunaan BKO yang tidak terkontrol dengan dosis yang tidak dapat dipastikan dapat menimbulkan efek samping yang serius (Permatasari dkk., 2021). Salah satu senyawa obat yang sering ditambahkan dalam jamu adalah deksametason, sehingga perlu dilakukan pengujian deksametason dalam obat tradisional menggunakan metode yang akurat, tepat dan sensitif (BPOM, 2015).

Pada analisis deksametason dalam jamu telah dilakukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis (Prayoga dkk., 2016), KCKT (Riswanto dkk., 2017) dan KLT-Densitometri (Permatasari dkk., 2021). Deksametason memiliki gugus kromofor sehingga dapat dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif menggunakan densitometri dengan mengukur puncak bercak hasil KLT.

Validasi metode deksametason secara simultan telah dilakukan oleh Krzek dkk. (2005) menunjukkan hasil panjang gelombang 245 nm, fase gerak etil asetat : Sikloheksan (3:2), akurasi diperoleh persentase perolehan kembali 95,28%, presisi diperoleh nilai RSD 0,84% dan linearitas (0,99658). Dan Farid dkk. (2017) menunjukkan hasil panjang gelombang 254 nm, fase gerak heksana : aseton : ammonia (5,5:4,5:0,5), akurasi diperoleh persentase perolehan kembali 99,12%, presisi diperoleh nilai RSD 0,98% dan linieritas (0,9997). Berdasarkan penelitian Krzek dkk (2005) dan Farid dkk (2017) yang telah dilakukan validasi metode maka dilakukan verifikasi metode analisis deksametason dalam jamu secara KLT-Densitometri parameter selektivitas, akurasi, presisi dan linieritas.

METODE PENELITIAN

Objek Penelitian

Objek penelitian ini adalah parameter verifikasi metode analisis yang meliputi selektivitas, akurasi, presisi dan linieritas secara KLT-Densitometri.

Variabel Penelitian

Variabel bebas pada penelitian ini adalah sampel jamu yang telah di-*spike* dengan baku pembanding deksametason, variabel terikat pada penelitian ini yaitu persen recovery dan RSD, dan variabel terkontrol pada penelitian ini meliputi fase gerak etil asetat : sikloheksan (4:1), penetapan kadar deksametason menggunakan KLT-Densitometer, konsentrasi sampel yang digunakan 3000 mg/L.

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah KLT-Densitometer merk *CAMAG* model *TLC Scanner 4*, spektrofotometer UV-Vis, *beaker glass*, gelas ukur, pipet tetes, pipet ukur, neraca analitik, labu takar, *chamber*, erlenmeyer, filler, kaca penutup *chamber*, UV 254 dan waterbath.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi baku pembanding deksametason, jamu, Plat KLT silika gel GF₂₅₄, etil asetat, toluena, etanol, *n*-heksan, sikloheksan, metanol dan ammonia.

Preparasi Sampel

Ditimbang 150 mg sampel jamu dan ditambah 15 mg baku pembanding deksametason dilarutkan dalam 10 mL kloroform : metanol (9:1), diaduk selama 10 menit. Disaring menggunakan kertas saring whattman dan diuapkan hingga kering. Dilarutkan dengan metanol p.a sebanyak 10 mL.

Optimasi Fase Gerak

Campuran fase gerak yang akan di optimasi yaitu etil asetat : toluena : etanol : *n*-heksana (51:12:3:15) (Permatasari dkk., 2021), etil asetat : sikloheksan (3:2) (Krzek dkk., 2005), dan etil asetat : metanol : ammonia (24:5:1) (Ratnaningtyas, 2013) yang direplikasi masing-masing 3 kali, dan dilanjutkan dengan optimasi 5 perbandingan yang berbeda dengan masing masing 3 replikasi.

Parameter Uji Verifikasi

Akurasi

Larutan baku pembanding deksametason dan larutan blanko yang ditambahkan baku pembanding deksametason dengan konsentrasi 50, 250 dan 450 mg/L. Ditotolkan sebanyak 10 µL pada plat silika gel F₂₅₄, masing-masing kadar

sampel tiga kali replikasi, dielusi kemudian di *scan* dengan KLT-Densitometer, dihitung % perolehan kembali.

Presisi

Ditotolkan larutan baku pembanding deksametason konsentrasi 50, 250 dan 450 mg/L masing-masing tiga kali replikasi pada plat silika gel F₂₅₄ dengan volume 10 µL, dielusi kemudian di *scan* dengan densitometer. Data yang diperoleh adalah AUC, dihitung nilai rata-rata, simpangan baku (SD) dan % RSD.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimasi fase gerak bertujuan untuk mendapatkan pemisahan senyawa secara optimal. Parameter optimal dapat dilihat dengan nilai *R_f* 0,2-0,8 dan nilai sd terkecil. (Wulandari dkk., 2013). Berdasarkan hasil optimasi yang diperoleh bahwa campuran etil asetat : sikloheksana (4:1) memenuhi parameter pada kondisi optimal dapat dilihat dari nilai *R_f* fase gerak 0,2 – 0,8, bentuk noda yang tidak berekor dan nilai SD terkecil dari hasil *R_f* baku pembanding dan sampel.

Verifikasi ini dilakukan terhadap suatu metode standar sebelum diterapkan di laboratorium. Verifikasi sebuah metode bermaksud untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang sama.

Sistem KLT-Densitometri sebelumnya dilakukan uji kesesuaian sistem dimaksudkan untuk mengetahui sistem kromatografi yang digunakan untuk analisis memenuhi syarat yang telah ditentukan, sehingga mutu data yang dihasilkan dapat dipertanggungjawabkan dan dapat dipercaya. Kriteria keberterimaan nilai RSD ≤ 2% (BPOM, 2013).

Metode menunjukkan selektivitas yang baik, karena pada hasil uji tidak terdapat puncak kromatogram dari komponen sampel blanko jamu pada *R_f* puncak deksametason yaitu kisaran 0,4 – 0,5 (Hayun dan Karina, 2016).

Akurasi untuk mengetahui derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit sebenarnya. Akurasi dinyatakan dengan persen perolehan kembali (% *recovery*). Nilai *recovery* diperoleh dengan membagi kadar terukur dengan kadar sebenarnya dan dikalikan 100%.

Tabel 1. Hasil Pengujian Akurasi

Konsentrasi (mg/L)	Massa (μg)	Kadar Terukur ($\mu\text{g/mL}$)	% Recovery	Rata-rata % Recovery
50,0000	0,4695	46,95	93,5	93,25
	0,4871	48,71	95,14	
	0,4538	45,31	91,12	
250,0000	2,404	240,4	96,16	96,33
	2,479	247,9	96,08	
	2,438	243,8	96,75	
450,0000	4,482	448,2	98,07	97,56
	4,379	437,9	97,09	
	4,418	441,8	97,53	
Rata-rata Nilai % Recovery = 95,71%				

Hasil dari uji akurasi memenuhi syarat keberterimaan untuk larutan dengan konsentrasi 50 mg/L adalah 80 – 115 % (AOAC, 2002), sedangkan untuk larutan dengan konsentrasi 250 dan 450 mg/L adalah 85 – 110 % (AOAC, 2002). Hasil yang diperoleh telah memenuhi kriteria penerimaan uji akurasi yang digunakan.

Presisi dilakukan untuk mengetahui kedekatan hasil analisis beberapa pengukuran yang dilakukan secara berulang-ulang. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif.

Tabel 2. Hasil Pengujian Presisi

Konsentrasi (mg/L)	puncak	Rata-rata	SD	%RSD
50,0000	0,00081	0,00078	$2,5166 \times 10^{-5}$	3,23
	0,00076			
	0,00078			
250,0000	0,00361	0,00354	$7,0238 \times 10^{-5}$	1,98
	0,00347			
	0,00353			
450,0000	0,00461	0,00442	$1,4526 \times 10^{-5}$	2,83
	0,00427			
	0,00443			
Rata-rata Nilai % RSD = 2,68%				

Hasil dari uji presisi memenuhi syarat keberterimaan untuk larutan dengan konsentrasi 50 mg/L adalah $< 6\%$ (AOAC, 2002), sedangkan untuk larutan dengan konsentrasi 250 dan 450 mg/L adalah $< 4\%$ (AOAC, 2002).

SIMPULAN

Verifikasi metode analisis deksametason secara KLT-Densitometri memenuhi syarat uji keberterimaan verifikasi yang meliputi akurasi dan presisi.

SARAN

Perlu dilakukan penelitian uji verifikasi deksametason dengan kondisi kromatografi yang berbeda.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih diberikan kepada semua pihak yang telah membantu jalannya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- AOAC. 2002. Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals. *AIP Conference Proceedings*, **1661**: 1–38.
- BPOM. 2013. *Petunjuk Operasional Penerapan Pedoman Cara Pembuatan Obat Yang Baik*, Jilid II. ed. Jakarta.
- BPOM. 2015. *Bahan Kimia Obat Dalam Obat Tradisional Dan Suplemen Kesehatan*. BPOM, Jakarta.
- Farid, N.F., Naguib, I.A., Moatamed, R.S., dan El Ghobashy, M.R. 2017. TLC-densitometric and RP-HPLC methods for simultaneous determination of dexamethasone and chlorpheniramine maleate in the presence of methylparaben and propylparaben. *Journal of AOAC International*, **100**: 51–58.
- Hayun, H. dan Karina, M.A. 2016. Development and Validation of TLC-Densitometric Method for Analysis of Paracetamol, Mefenamic Acid and Ibuprofen simultaneously in “Pegel Linu” Traditional Medicines. *Jurnal Sains Farmasi & Klinis*, **2**: 150–161.
- Krzek, J., Maślanka, A., dan Lipner, P. 2005. Identification and quantitation of polymyxin B, framycetin, and dexamethasone in an ointment by using thin-layer chromatography with densitometry. *Journal of AOAC International*, **88**: 1549–1554.
- Permatasari, D.A.I., Kurniasri, N., dan Mahardika, M.P. 2021. Qualitative and Quantitative Analysis of Dexamethasone in Rheumatic Pain Herbal Medicine Using Thin-Layer Chromatography (TLC) – Densitometry. *Journal of Fundamental and Applied Pharmaceutical Science*, **2**: 10–22.
- Prayoga, T., Widiyanto, R., dan Mekasari, N. 2016. Identifikasi Deksametason dalam Jamu Pegel Linu dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis dan Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Ilmiah Ibnu Sina*, **1**: 97–104.
- Ratnaningtyas, L.S. 2013. Optimasi Komposisi Fase Gerak Pada Pemisahan Campuran Deksametason Dan Deksklorfeniramin Maleat Secara

Kromatografi Lapis Tipis Densitometri. *Journal of Chemical Information and Modeling*, **53**: 1689–1699.

Riswanto, F.D.O., Virginia, D.M., Putri, D.C.A., dan Yuliani, S.H. 2017. Analytical method validation and determination of dexamethasone in divided powder using reverse phase HPLC. *Pharmaciana*, **7**: 169–176.

Wulandari, L., Retnaningtyas, Y., dan Mustafidah, D. 2013. JKTI, Vol 15, No. 1.