



YAYASAN PERGURUAN CIKINI  
INSTITUT SAINS DAN TEKNOLOGI NASIONAL  
PERPPERPUSTAKAAN PUSAT  
JL. MOH. KAHFI II, SRENGSE/VG INDAH, JAGAKARSA - JAKARTA SEUTAN 72640,  
JAKARTA  
TELP (021) 7270090

---

SURAT KETERANGAN

No :D2/03.1-M/VI/2021

Perpustakaan Pusat ISTN dengan ini menerangkan bahwa :

Nama : apt.Dra.Herdini., M.Si

Status Dosen : Tetap

Program Studi : Farmasi - Fakultas Farmasi ISTN

Telah menyerahkan buku laporan hasil penelitian dengan judul :

**ANALISIS TEOFILIN DALAM JAMU SESAK NAPAS SEDIAAN SERBUK  
YANG BEREDAR DI KOTA BEKASI SECARA SPEKTROFOTOMETRI  
UV-VIS DAN FTIR**

Adalah benar hasil penelitian yang dilaporkan tidak dipublikasikan dan hanya tersimpan/berada di Perpustakaan Pusat ISTN pada Semester Genap 2020/2021

Demikian surat keterangan ini dibuat dengan sebenarnya, agar dapat digunakan sebagaimana mestinya.

Jakarta, 15 Juni 2021

Kepala Perpustakaan

a.n

( Sari Paramita )

**ANALISIS TEOFILIN DALAM JAMU SESAK NAPAS SEDIAAN SERBUK  
YANG BEREDAR DI KOTA BEKASI SECARA SPEKTROFOTOMETRI  
UV-VIS DAN FTIR**

**Laporan Penelitian**

Disusun oleh:

**apt.Dra.Herdini., M.Si**

**Veriah Hadi, S.Si. M.Si**

**Sri Lia Nurlich, S.Farm**



**LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN MASYARAKAT**

**INSTITUT SAINS DAN TEKNOLOGI NASIONAL**

**JAKARTA**

**2021**

**LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN  
LAPORAN AKHIR HASIL PENELITIAN**

---

No :

1. Judul Penelitian : Analisis Teofilin Dalam Jamu Sesak Napas Sediaan Serbuk Yang Beredar di Kota Bekasi Secara Spektrofotometri UV-VIS dan FTIR
2. Bidang Ilmu : Sains / Farmasi
3. Jumlah Tim Peneliti : 3 Orang
4. Ketua Peneliti
- a. Nama (Lengkap dengan gelar) : apt.Dra.Herdini.,M.Si
  - b. Jenis Kelamin : Perempuan
  - c. Jabatan Akademik : Lektor
  - d. Fakultas : Farmasi
  - e. Program Studi : Farmasi
  - f. Bidang Keahlian : Kimia Farmasi
5. Anggota Peneliti 1
- a. Nama (Lengkap dengan gelar) : Veriah Hadi, Ssi. Msi
  - b. Jenis Kelamin : Perempuan
  - c. Jabatan Akademik : Lektor
  - d. Fakultas : FSTI
  - e. Perguruan Tinggi : ISTN
  - f. Bidang Keahlian : Fisika
- Anggota Peneliti 2
- a. Nama (Lengkap dengan gelar) : Sri Lia Nurlichia, S.Farm
  - b. Jenis Kelamin : Perempuan
  - c. Jabatan Akademik : -
  - d. Fakultas : Farmasi
  - e. Perguruan Tinggi : ISTN
  - f. Bidang Keahlian : Farmasi
6. Lokasi Penelitian : Laboratorium Kimia Farmasi-ISTN
7. Jangka Waktu Penelitian : 2 Bulan

Mengetahui,  
Ketua Peneliti



apt.Dra.Herdini., M.Si  
NIDN : 0306056903



Prodi Farmasi

Apt. Herdini, M.Si

NIDN : 0319126904

Ketua Peneliti

apt.Dra.Herdini., M.Si

NIDN : 0306056903

## PRAKATA

Puji dan syukur kami panjatkan kehadirat Allah SWT, yang telah melimpahkan berkat, rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penelitian ini dapat berjalan dengan baik, lancar dan selesai tepat pada waktu yang telah ditentukan. Laporan penelitian ini merupakan salah satu tugas dari tenaga pendidikan dalam melaksanakan Tridharma Perguruan Tinggi dan suatu kewajiban yang harus dilaksanakan sebagai dosen lingkungan program studi Farmasi dan Fisika ISTN. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Farmasi Institut Sains dan Teknologi Nasional Jakarta, Laboratorium Pusat Studi Biofarmaka LPPM-Institut Pertanian Bogor, Laboratorium Kimia SMK Bani Saleh Bekasi mulai bulan Maret-April'21 dengan judul Analisis Teofilin Dalam Jamu Sesak Napas Sediaan Serbuk Yang Beredar di Kota Bekasi Secara Spektrofotometri UV-VIS dan FTIR. Pada kesempatan ini ketua peneliti apt.Dra.Herdini,M.Si mengucapkan terima kasih kepada tim peneliti Veriah Hadi .S.Si.M.Si dan Sri Lia Nurlichia, S.Farm yang telah membantu dalam pelaksanaan dilapangan, fasilitas, proses data maupun dana sehingga penelitian ini dapat dilaksanakan dengan baik. Semoga hasil penelitian ini berguna untuk kesehatan Lingkungan dan Masyarakat serta kemajuan dalam ilmu Sains

Jakarta, Juni 2021



Herdini  
Ketua Peneliti

## ABSTRAK

Beberapa obat tradisional yang sering dicemari bahan kimia obat menurut Badan Pengawasan Obat dan Makanan salah satunya adalah jamu sesak napas dengan penambahan teofilin untuk meningkatkan khasiatnya. Sehingga penelitian ini bertujuan untuk menganalisis teofilin dalam jamu sesak napas sediaan serbuk yang beredar di Kota Bekasi. Analisis dilakukan dengan metode Kromatografi Lapis Tipis Preparatif, Spektrofotometri UV-Vis dan FTIR. Hasil KLT Preparatif menunjukkan Rf sampel A 0,92; sampel B 0,91; sampel C 0,93 dan didapatkan kadar sampel A 0,0640%; sampel B 0,0522% dan sampel C 0,0616%. Bilangan gelombang yang terbentuk menunjukkan adanya gugus fungsi CH<sub>3</sub>, C=O, C=C (cincin aromatik) dan C-N (amin aromatik). Hasil ini menunjukkan bahwa sampel jamu positif mengandung bahan kimia obat (teofilin).

Kata kunci :

Teofilin, Jamu Sesak Napas, KLT Preparatif, Spektrofotometri UV-Vis, FTIR.

## ABSTRACT

Some traditional medicines that are often contaminated with chemical drugs according to the Food and Drug Monitoring Agency, one of them is asthma powder herbal with the addition of theophylline to increase its efficacy. The purpose of this study is to analyze theophylline in asthma powder herbal in Bekasi City. The analysis was carried out by the method of Thin Layer Preparative Chromatography, UV-Vis and FTIR Spectrophotometry. TLC Preparative results showed Rf of sample A 0.92; sample B 0.91; sample C 0.93 and concentration of sample A 0,0640%; sample B 0,0522% and sample C 0,0616%. The wave number formed indicates the functional groups of CH<sub>3</sub>, C=O, C=C (aromatic ring) and C-N (aromatic amine). These results indicate that the herbal sample is positive contains chemical drug (theophyllin).

*Keywords :*

Theophylline, Asthma Powder Herbal, TLC Preparative, UV-Vis Spectrophotometry, FTIR.

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b>	
<b>LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>PRAKARTA.....</b>	<b>iii</b>
<b>ABSTRAK.....</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>iv</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>v</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>x</b>
<b>1. PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	2
1.4 Manfaat Penelitian .....	2
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>3</b>
2.1 Penyakit Asma .....	3
2.1.1 Definisi .....	3
2.1.2 Patofisiologi .....	3
2.1.3 Manifestasi Klinik .....	5
2.2 Obat Tradisional .....	6
2.2.1 Pengertian Obat Tradisional .....	7
2.2.2 Jenis-Jenis Obat Tradisional .....	8
2.2.3 Persyaratan Obat Tradisional .....	12
2.2.4 Mengandung Bahan Kimia Obat .....	12
2.3 Teofilin .....	13
2.3.1 Mekanisme Kerja Teofilin .....	14
2.3.2 Indikasi Teofilin .....	15
2.3.3 Efek Teofilin .....	15
2.4 Ekstraksi .....	16
2.4.1 Ekstraksi Cair-Cair .....	17
2.4.1.1 Prinsip Ekstraksi Cair-Cair .....	17
2.4.1.2 Pelaksanaan Ekstraksi .....	17
2.5 Uji Organoleptis .....	18
2.6 Kromatografi Lapis Tipis .....	18
2.6.1 Prinsip .....	19
2.6.2 Penjerap/Fase Diam KLT .....	20
2.6.3 Fase Gerak Pada KLT .....	21
2.6.4 Aplikasi (Penotolan Sampel) .....	22
2.6.5 Pengembangan KLT .....	22
2.6.6 Deteksi Bercak .....	22
2.6.7 Macam-Macam Teknik KLT .....	24

2.7 Spektrofotometri FTIR .....	25
2.7.1 Instrumentasi .....	26
2.7.2 Penyiapan Zat Uji .....	28
2.7.3 Bentuk Spektrum Inframerah .....	29
2.7.4 Cara Menginterpretasikan Spektrum Inframerah .....	30
2.7.5 Daerah Sidik Jari .....	35
2.8 Spektrofotometri UV-Vis .....	35
2.8.1 Tipe-Tipe Spektrofotometri UV-Vis .....	36
2.8.2 Intrumentasi Spektrofotometri UV-Vis .....	37
2.8.3 Spektrum UV-Vis .....	39
<b>3. METODE PENELITIAN .....</b>	<b>40</b>
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	40
3.2 Sampel Penelitian .....	40
3.3 Prinsip Penelitian .....	40
3.4 Alat dan Bahan .....	40
3.4.1 Alat .....	40
3.4.2 Bahan .....	41
3.5 Langkah Kerja .....	41
3.5.1 Pembuatan Larutan Uji .....	41
3.5.2 Pembuatan Larutan Spike .....	41
3.5.3 Pembuatan Baku Pembanding Teofilin .....	42
3.5.4 Orientasi Fase Gerak .....	42
3.5.5 Identifikasi Dengan KLT <sub>P</sub> .....	42
3.5.6 Analisis Secara Spektrofotometri UV-Vis .....	42
3.5.6.1 Pembuatan Larutan Baku .....	42
3.5.6.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Baku ...	42
3.5.6.3 Pembuatan Kurva Larutan Baku .....	42
3.5.6.4 Pembuatan Larutan Uji .....	43
3.5.6.5 Pengukuran Larutan Uji .....	43
3.5.7 Analisis Secara FTIR .....	43
3.6 Skema Penelitian .....	44
<b>4. PEMBAHASAN .....</b>	<b>45</b>
4.1 Hasil Uji Organoleptik .....	45
4.2 Hasil Identifikasi Dengan KLT <sub>P</sub> .....	45
4.3 Hasil Analisis Dengan Spektrofotometri UV-Vis .....	46
4.4 Hasil Analisis Dengan Spektrofotometri FTIR .....	48
<b>5. KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>51</b>
5.1 Kesimpulan .....	51
5.2 Saran .....	51
<b>DAFTAR REFERENSI .....</b>	<b>52</b>



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Logo untuk Kelompok Jamu .....	9
Gambar 2.2. Logo untuk Kelompok Obat Herbal Terstandar .....	9
Gambar 2.3. Logo untuk Kelompok Fitofarmaka.....	10
Gambar 2.4. Rumus Struktur Teofilin.....	13
Gambar 2.5. Bagan Spektrofotometer Inframerah.....	25
Gambar 2.6. Komponen Spektrofotometer FTIR .....	26
Gambar 2.7. Interferometer Michelson.....	27
Gambar 2.8. Spektrum Inframerah .....	29
Gambar 2.9. Spektrum Inframerah Daerah Sidik Jari.....	35
Gambar 2.10. Skema Alat Spektrofotometer UV-Vis ( <i>Single-beam</i> ) .....	36
Gambar 2.11. Skema Spektrofotometer UV-Vis ( <i>Double-beam</i> ) .....	37
Gambar 3.1. Skema Penelitian.....	44
Gambar 4.1. Kurva Kalibrasi Larutan Baku Standar Teofilin.....	47
Gambar 4.2. Rumus Struktur Teofilin.....	49

**DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1. Obat Tradisional Yang Sering Dicemari BKO .....	12
Tabel 2.2. Beberapa Penjerap Fase Diam Yang Digunakan Pada KLT .....	20
Tabel 2.3. Daftar Bilangan Gelombang Dari Berbagai Jenis Ikatan .....	30
Tabel 4.1. Hasil Uji Organoleptik .....	45
Tabel 4.2. Identifikasi Teofilin Dengan KLT <sub>P</sub> .....	46
Tabel 4.3. Hasil Absorbansi Larutan Baku Seri teofilin.....	47
Tabel 4.4. Hasil Analisis Sampel secara Spektrofotometri UV-Vis .....	48
Tabel 4.5. Hasil Analisis Sampel secara Spektrofotometri FTIR .....	49

## **BAB 1**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1 Latar Belakang**

Obat tradisional (OT) 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 sebagai pengobatan, dan dapat diterapkan sesuai dengan norma yang berlaku di masyarakat. Obat tradisional dibagi menjadi beberapa macam, salah satunya adalah jamu (BPOM, 2014).

Adanya kecenderungan masyarakat untuk kembali ke alam dalam memelihara kesehatan tubuh dengan memanfaatkan obat bahan alam yang tersedia dan melimpah di tanah air dan dengan kemajuan zaman yang sudah ditandai dengan peningkatan ekonomi dan modernisasi sehingga mulai terbuka kemungkinan komersialisasi, ketika memasuki area perdagangan, produk jamu sudah dianggap sebagai barang komoditi (Slamet dkk, 2018). Maraknya penggunaan obat tradisional berdasarkan khasiat yang turun temurun, semakin memperluas kesempatan terjadinya pemalsuan simplisia, bahkan ada beberapa jamu yang mengandung Bahan Kimia Obat (BKO) untuk meningkatkan khasiat dari jamu tersebut, yang telah jelas dilarang penambahannya, baik sengaja maupun tidak disengaja ke dalam obat tradisional, seperti yang tertera pada Peraturan MenKes No. 246/Menkes/Per/V/1990 BAB V Pasal 23 bahwa obat tradisional dilarang mengandung bahan kimia obat yang merupakan hasil isolasi atau sintetik berkhasiat obat.

Menurut BPOM, BKO yang sering ditambahkan ke dalam obat tradisional adalah fenilbutazon, antalgin, diklofenak sodium, piroksikam, parasetamol, prednison atau deksametason pada jamu pegal linu/encok/rematik; sibutramin hidroklorida pada jamu pelangsing; sildenafil sitrat pada jamu peningkat stamina/obat kuat pria; glibenklamid pada jamu kencing manis/diabetes dan teofilin pada jamu sesak napas/asma. Bahan kimia yang ditambahkan ke dalam jamu bisa sangat berbahaya, karena efek samping yang ditimbulkan akibat penambahan dosis yang tidak terukur (Feladita & Purnama, 2016).

Teofilin paling sering ditambahkan ke dalam jamu sesak napas karena merupakan obat pilihan pertama pada pengobatan sesak napas/asma. Teofilin merupakan alkaloida yang terdapat bersama kafein pada daun teh dan memiliki sejumlah khasiat anatara lain berdaya

spasmolitis (mengatasi kejang) terhadap otot polos, khususnya otot bronki, menstimulasi jantung dan mendilatasinya. Teofilin juga menstimulasi SSP dan pernapasan serta bekerja diuretik lemah dan singkat, jendela terapeutik teofilin sempit, artinya dosis terapeutiknya terletak berdekatan dengan dosis toksis. Teofilin dapat menyebabkan efek samping yaitu mual dan muntah, baik pada penggunaan oral maupun parental. Pada overdosis terjadi efek sentral (gelisah, sukar tidur, gemetar dan kejang) serta gangguan pernapasan, juga efek kardiovaskuler, seperti takikardi, aritmia dan hipotensi (Feladita & Purnama, 2016).

Berdasarkan uraian diatas, maka penulis tertarik untuk mengidentifikasi ada atau tidaknya bahan kimia obat teofilin dalam jamu sesak napas sediaan serbuk khususnya yang beredar di Kota Bekasi dengan metode analisis yang menggunakan teknik Kromatografi Lapis Tipis Preparatif (KLT<sub>P</sub>), Spektrofotometri UV-Vis dan FTIR.

## 1.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Bagaimana identifikasi teofilin secara KLT<sub>P</sub> dengan orientasi fase gerak terbaik?
- b. Bagaimana penentuan kadar teofilin dalam jamu sesak napas secara spektrofotometri UV-Vis?
- c. Bagaimana cara penentuan gugus fungsi teofilin dengan FTIR?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Mengetahui dan memahami identifikasi teofilin secara KLT<sub>P</sub> dengan orientasi fase gerak terbaik.
- b. Mengetahui dan memahami penentuan kadar teofilin dalam jamu sesak napas secara spektrofotometri UV-Vis.
- c. Mengetahui dan memahami cara penentuan gugus fungsi teofilin dengan FTIR.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Diharapkan dapat sebagai bahan informasi kepada masyarakat selaku konsumen untuk berhati-hati dalam memilih jamu yang dijual di toko jamu maupun tukang jamu gendong.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Penyakit Asma**

##### **2.1.1 Definisi**

Asma didefinisikan sebagai gangguan inflamasi kronik jalan udara yang melibatkan peran banyak sel dan komponennya. Pada individu yang rentan, inflamasi menyebabkan episode berulang dari bengek, sesak napas, sempit dada, dan batuk. Episode ini biasanya terkait dengan obstruksi jalan udara yang sering reversibel baik secara spontan maupun setelah pemberian penanganan. Inflamasi juga menyebabkan peningkatan hiperresponsifitas bronkus terhadap berbagai stimulus (Sukandar dkk, 2013).

##### **2.1.2 Patofisiologi**

Beberapa patofisiologi penyakit asma antara lain (Sukandar dkk, 2013):

- a. Karakteristik utama asma termasuk obstruksi jalan udara dalam berbagai tingkatan (terkait dengan bronkospasmus, edema dan hipersekresi), BHR, dan inflamasi jalan udara.
- b. Serangan asma mendadak disebabkan oleh faktor yang tidak diketahui maupun yang diketahui seperti paparan terhadap allergen, virus, atau polutan dalam maupun luar rumah, dan masing-masing faktor ini dapat menginduksi respon inflamasi.
- c. Allergen yang terhirup menyebabkan reaksi alergi fase awal ditandai dengan aktivasi sel yang menghasilkan antibodi IgE yang spesifik allergen. Terdapat aktivasi yang cepat dari sel mast dan makrofag pada jalan udara, yang membebaskan mediator proinflamasi seperti histamin dan eicosanoid yang menginduksi kontraksi otot polos jalan udara, sekresi mukus, vasodilatasi, dan eksudasi plasma pada jalan udara. Kebocoran plasma protein menginduksi penebalan dan pembengkakan dinding jalan udara serta penyempitan lumennya disertai dengan sulitnya pengeluaran mukus.
- d. Reaksi inflamasi fase akhir terjadi 6 sampai 9 jam setelah serangan allergen dan melibatkan aktivasi eosinofil, limfosit T, basofil, neutrofil dan makrofag.
- e. Eosinofil bermigrasi ke dalam jalan udara dan membebaskan mediator inflamasi (leukotrien dan protein granul), mediator sitotoksik, dan sitokin.

- f. Aktivasi limfosit T menyebabkan pembebasan sitokin dari sel T-helper tipe 2 (TH<sub>2</sub>) yang memperantarai inflamasi alergik (interleukin [IL]-4, IL-5, IL-6, IL-9, dan IL-13). Sebaliknya sel T helper tipe 1 (TH<sub>1</sub>) menghasilkan IL-2 dan interferon gamma yang penting untuk mekanisme pertahanan selular. Inflamasi asmaatik alergik dapat ditimbulkan oleh ketidakseimbangan antara sel TH<sub>1</sub> dan TH<sub>2</sub>.
- g. Degranulasi sel mast sebagai respon terhadap allergen mengakibatkan pembebasan mediator seperti histamin; faktor kemotaksis eosinofil dan neutrofil; leukotrien C<sub>4</sub>, D<sub>4</sub> dan E<sub>4</sub>; prostaglandin; dan faktor pengaktivasi platelet (PAF). Histamin mampu menginduksi konstriksi otot polos dan bronkospasme dan berperan dalam edema mukosa serta ke sekresi mukus.
- h. Makrofag alveolar membebaskan sejumlah mediator inflamasi, termasuk PAF dan leukotrien B<sub>4</sub>, C<sub>4</sub>, dan D<sub>4</sub>. Produksi faktor khemotaktik neutrofil dan eosinofil memperkuat proses inflamasi.
- i. Neutrofil juga merupakan sumber mediator (PAF, prostaglandin, tromboksan, dan leukotriene) yang berkontribusi pada BHR dan inflamasi jalan udara.
- j. Jalur 5-lipoksigenase dari asam pemecahan asam arakhidonat bertanggung jawab pada produksi leukotrien. Leukotriene C<sub>4</sub>, D<sub>4</sub>, dan E<sub>4</sub> (sistenil leukotrien) menyusun zat reaksi lambat anafilaksis (*slow-reacting substance of anaphylaxis*, SRS-A). Leukotrien ini dibebaskan selama proses inflamasi di paru-paru dan menyebabkan bronkokonstriksi, sekresi mukus, permeabilitas mikrovaskular, dan edema jalan udara.
- k. Sel epitel bronkial juga berpartisipasi dalam inflamasi dengan membebaskan eicosanoid, peptidase, protein matiks, sitokin dan nitrit oksida. Pengikisan epitel mengakibatkan peningkatan responsifitas dan perubahan permeabilitas mukosa jalan udara, pengurangan faktor relaksan yang berasal dari mukosa, dan kehilangan enzim yang bertanggung jawab untuk penguraian neuropeptide inflamasi.
- l. Proses inflamasi eksudatif dan pengikisan sel epitel ke dalam lumen jalur udara merusak transport mukosiliar. Kelenjar bronkus menjadi berukuran besar dan sel goblet meningkat baik ukuran maupun jumlahnya, yang oleh penderita asma cenderung memiliki viskositas tinggi.

m. Jalan udara dipersyarafi oleh syaraf parasimpatik, simpatik dan syaraf inhibisi nonadrenergik. Tonus istirahat normal otot polos jalan udara dipelihara oleh aktivitas eferen vagal, bronkokonstriksi dapat diperantarai oleh stimulasi vagal pada bronki berukuran. Semua otot polos jalan udara mengandung reseptor beta adrenergik yang tidak dipersyarafi yang menyebabkan bronkodilatasi. Pentingnya reseptor alfa adrenergik dalam asma tidak diketahui. Sistem syaraf nonadrenergik, nonkolinergik pada trakea dan bronki dapat memperkuat inflamasi pada asma dengan melepaskan nitrit oksida.

### **2.1.3 Manifestasi Klinik**

#### **ASMA KRONIK** (Sukandar dkk, 2013)

- a. Asma klasik ditandai dengan episode dispnea yang disertai dengan bengek, tapi gambaran klinik asma beragam. Pasien dapat mengeluhkan sempit dada, batuk (terutama pada malam hari ), atau bunyi saat bernapas. Hal ini sering terjadi saat latihan fisik tapi dapat terjadi secara spontan atau berhubungan dengan allergen tertentu.
- b. Tanda-tandanya termasuk bunyi saat ekspirasi dengan pemeriksaan auskultasi, batuk kering yang berulang, atau tanda atopi.
- c. Asma dapat bervariasi dari gejala harian kronik sampai gejala yang berselang. Terdapat keparahan dan remisi berulang, dan interval antar gejala dapat mingguan, bulanan atau tahunan.
- d. Keparahan ditentukan oleh fungsi paru-paru dan gejala sebelum terapi disamping jumlah obat yang diperlukan untuk mengontrol gejala. Pasien dapat menunjukkan gejala berselang ringan yang tidak memerlukan pengobatan atau hanya penggunaan sewaktu-waktu agonis beta inhalasi kerja cepat, pasien dapat juga menunjukkan gejala asma kronik walau sedang menjalani pengobatan berganda.

#### **ASMA PARAH AKUT** (Sukandar dkk, 2013)

- a. Asma yang tidak terkontrol dapat berlanjut akut dimana inflamasi, edema jalan udara, akumulasi mukus berlebihan, dan bronkospasmus parah menyebabkan penyempitan jalan udara yang serius yang tidak responsif terhadap terapi bronkodilator biasa.
- b. Pasien mungkin mengalami kecemasan dan mengeluhkan dispnea parah, napas pendek, sempit dada, atau rasa terbakar. Mereka mungkin hanya dapat mengatakan beberapa kata dalam satu napas. Gejala tidak responsif terhadap penanganan yang biasa.
- c. Tanda termasuk bunyi yang terdengar dengan auskultasi saat inspirasi dan ekspirasi, batuk kering yang berulang, takhipnea, kulit pucat dan kebiruan, dan dada yang mengembang disertai dengan retraksi interkostal dan supraklavilar. Bunyi napas dapat hilang bila obstruksi sangat parah.

## **2.2 Obat Tradisional**

Indonesia merupakan negara tropis dengan potensi tanaman yang secara turun menurun digunakan sebagai obat tradisional. Jamu, yang merupakan obat tradisional Indonesia, telah menjadi budaya masyarakat Indonesia sejak berabad silam sebagai upaya menjaga kesehatan, menambah kebugaran dan merawat kecantikan. Jamu mempunyai peluang besar dengan adanya kekayaan keanekaragaman hayati. Dengan potensi yang dimiliki, Indonesia mempunyai prospek untuk pengembangan jamu bagi kepentingan kesehatan, produk industri, maupun pariwisata (Murdopo, 2014).

Permintaan jamu mengalami peningkatan dengan pertumbuhan pangsa pasar yang lebih baik daripada tingkat pertumbuhan industri farmasi. Terdapatnya tren *back to nature* mengakibatkan masyarakat semakin menyadari pentingnya penggunaan bahan alami bagi kesehatan. Masyarakat semakin memahami keunggulan penggunaan obat tradisional, antara lain: harga yang lebih murah, kemudahan dalam memperoleh produk dan mempunyai efek samping yang minimal (Murdopo, 2014).

### **2.2.1 Pengertian Obat Tradisional**



Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 006 Tahun 2012 Tentang Industri Dan Usaha Obat Tradisional, pada Bab I Ketentuan Umum Pasal 1, dinyatakan 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 menurun telah digunakan untuk pengobatan, dan dapat diterapkan sesuai dengan norma yang berlaku di masyarakat.

Cara memperoleh pengadaan jamu, antara lain:

- a. Jamu bisa dibuat sendiri dengan memanfaatkan tanaman obat di sekitar atau dibeli dari penjual jamu gendong.
- b. Untuk jamu dalam kemasan dapat diperoleh dari toko atau penjual jamu gendong.

Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 007 Tahun 2012 Tentang Izin Usaha Industri Obat Tradisional dan Pendaftaran Obat Tradisional, Bab II Izin Edar Pasal 7, menyatakan bahwa obat tradisional dilarang mengandung:

- a. Etil alkohol lebih dari 1%, kecuali dalam bentuk sediaan tingtur yang pemakaiannya dengan pengenceran;
- b. Bahan kimia obat yang merupakan hasil isolasi atau sintetik berkhasiat obat;
- c. Narkotika atau psikotropika; dan/atau
- d. Bahan lain yang berdasarkan pertimbangan kesehatan dan/atau berdasarkan penelitian membahayakan kesehatan.

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 006 Tahun 2012 Tentang Industri Dan Usaha Obat Tradisional, pada Bab IV Penyelenggaraan Pasal 37, dinyatakan bahwa setiap industri dan usaha obat tradisional dilarang membuat:

- a. Segala jenis obat tradisional yang mengandung bahan kimia hasil isolasi atau sintetik yang berkhasiat obat;
- b. Obat tradisional dalam bentuk intravaginal, tetes mata, sediaan parenteral, suppositoria kecuali untuk wasir; dan/atau
- c. Obat tradisional dalam bentuk cairan obat dalam yang mengandung etanol dengan kadar lebih dari 1% (satu persen).

### **2.2.2 Jenis-Jenis Obat Tradisional**

Obat tradisional dibagi menjadi 3 berdasarkan klaim (BPOM, 2015):

a. Jamu

Jamu adalah obat tradisional yang disediakan secara tradisional, misalnya dalam bentuk serbuk seduhan, pil, dan cairan yang berisi seluruh bahan tanaman yang menjadi penyusun jamu tersebut serta digunakan secara tradisional. Jamu yang telah digunakan secara turun menurun selama berpuluh-puluh tahun bahkan mungkin ratusan tahun, telah membuktikan keamanan dan manfaat secara langsung untuk tujuan kesehatan tertentu.

b. Obat Herbal Terstandar

Obat Herbal Terstandar adalah obat tradisional yang disajikan dari ekstrak atau penyarian bahan alam yang dapat berupa tanaman obat, binatang, maupun mineral. Selain proses produksi dengan teknologi maju, jenis ini pada umumnya telah ditunjang dengan pembuktian ilmiah berupa penelitian-penelitian pre-klinik seperti standart kandungan bahan berkhasiat, standart pembuatan ekstrak tanaman obat, standart pembuatan obat tradisional yang higienis, dan uji toksisitas akut maupun kronis.

c. Fitofarmaka

Merupakan bentuk obat tradisional dari bahan alam yang dapat disejajarkan dengan obat modern karena proses pembuatannya yang telah terstandar, ditunjang dengan bukti ilmiah sampai dengan uji klinik pada manusia. Dengan uji klinik akan lebih meyakinkan para profesi medis untuk menggunakan obat herbal di sarana pelayanan kesehatan.

Sesuai dengan Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK. 00.054.2411 Tentang Ketentuan Pokok Pengelompokan Dan Penandaan Obat Bahan Alam Indonesia. Obat Bahan Alam Indonesia adalah Obat Bahan Alam yang diproduksi di Indonesia. Berdasarkan cara pembuatan serta jenis klaim penggunaan dan tingkat pembuktian khasiat, Obat Bahan Alam dikelompokkan menjadi:

a. Jamu

Kelompok jamu harus mencantumkan logo dan tulisan “JAMU”. Logo berupa “RANTING DAUN TERLETAK DALAM LINGKARAN”, dan ditempatkan pada

bagian atas sebelah kiri dari wadah/ pembungkus/ brosur. Logo dicetak dengan warna hijau di atas dasar warna putih atau warna lain yang menyolok kontras dengan warna logo. Tulisan “JAMU” harus jelas dan mudah dibaca, dicetak dengan warna hitam di atas dasar warna putih atau warna lain yang menyolok kontras dengan tulisan “JAMU”.



Gambar 2.1 Logo untuk Kelompok Jamu

(Keputusan Kepala BPOM RI Nomor : HK.00.05.4.2411 Tahun 2004)

b. Obat Herbal Terstandar

Obat Herbal Terstandar harus mencantumkan logo dan tulisan “OBAT HERBAL TERSTANDAR”. Logo berupa “JARI-JARI DAUN (3 PASANG) TERLETAK DALAM LINGKARAN”, dan ditempatkan pada bagian atas sebelah kiri dari wadah/ pembungkus/ brosur. Logo dicetak dengan warna hijau di atas warna putih atau warna lain yang menyolok kontras dengan warna logo. Tulisan “OBAT HERBAL TERSTANDAR” harus jelas dan mudah dibaca, dicetak dengan warna hitam di atas warna putih atau warna lain yang mencolok kontras dengan tulisan “OBAT HERBAL TERSTANDAR”.



Gambar 2.2 Logo untuk Kelompok Obat Herbal Terstandar

(Keputusan Kepala BPOM RI Nomor : HK.00.05.4.2411 Tahun 2004)

c. Fitofarmaka

Kelompok Fitofarmaka harus mencantumkan logo dan tulisan “FITOFARMAKA”. Logo berupa “JARI-JARI DAUN (YANG KEMUDIAN MEMBENTUK BINTANG) TERLETAK DALAM LINGKARAN”, dan ditempatkan pada bagian atas sebelah kiri dari wadah/ pembungkus/ brosur. Logo dicetak dengan warna hijau di atas warna putih atau warna lain yang menyolok kontras dengan warna logo. Tulisan “FITOFARMAKA” harus jelas dan mudah dibaca, dicetak dengan warna hitam di atas dasar warna putih atau warna lain yang menyolok kontras dengan tulisan “FITOFARMAKA”.



Gambar 2.3 Logo untuk Kelompok Fitofarmaka

(Keputusan Kepala BPOM RI Nomor : HK.00.05.4.2411 Tahun 2004)

Menurut Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 661/MENKES/SK/VII/1994 tentang Persyaratan Obat Tradisional terdapat beberapa bentuk sediaan obat tradisional, antara lain:

a. Rajangan

Rajangan adalah sediaan obat tradisional berupa potongan simplisia, campuran simplisia, atau campuran simplisia dengan sediaan galenik, yang penggunaannya dilakukan dengan pendidihan atau penyeduhan dengan air panas.

b. Serbuk

Serbuk adalah sediaan obat tradisional berupa butiran homogen dengan halus yang cocok; bahan bakunya berupa simplisia sediaan galenik, atau campurannya.

c. Pil

Pil adalah sediaan padat obat tradisional berupa massa bulat, bahan bakunya berupa serbuk simplisia, sediaan galenik atau campurannya.

d. Dodol atau Jenang

Dodol atau jenang sediaan padat obat tradisional bahan bakunya berupa serbuk simplisia, sediaan galenik atau campurannya.

e. Pastiles

Pastiles adalah sediaan padat obat tradisional berupa lempengan pipih umumnya berbentuk segi empat; bahan bakunya berupa campuran serbuk simplisia, sediaan galenika, atau campuran keduanya.

f. Kapsul

Kapsul adalah sediaan obat tradisional yang terbungkus cangkang keras atau lunak, bahan bakunya terbuat dari sediaan galenik dengan atau tanpa bahan tambahan.

g. Tablet

Tablet adalah sediaan obat tradisional padat kompak, dibuat secara kempa cetak, dalam bentuk tabung pipih, silindris, atau bentuk lain, kedua permukaannya rata atau cembung, terbuat dari sediaan galenik dengan atau tanpa bahan tambahan.

h. Sari Jamu

Sari jamu adalah cairan obat dalam dengan tujuan tertentu diperbolehkan mengandung etanol.

i. Parem, Pilis dan Tapel

Parem, pilis dan tapel adalah sediaan padat obat tradisional bahan bakunya berupa serbuk simplisia, sediaan galenik, atau campurannya dan digunakan sebagai obat luar.

j. Koyok

Koyok adalah sediaan obat tradisional berupa pita kain cocok dan tahan air yang dilapisi dengan serbuk simplisia dan atau sediaan galenik, digunakan sebagai obat luar dan pemakaiannya ditempelkan pada kulit.

k. Cairan Obat Luar

Cairan obat luar adalah sediaan obat tradisional berupa larutan suspensi atau emulsi, bahan bakunya berupa simplisia, sediaan galenik dan digunakan sebagai obat luar.

l. Salep/Krim

Salep/krim adalah sediaan setengah padat yang mudah dioleskan. Bahan bakunya berupa sediaan galenik yang larut atau terdispersi homogen dalam dasar salep/krim yang cocok dan digunakan sebagai obat luar.

### 2.2.3 Persyaratan Obat Tradisional

Persyaratan obat tradisional sediaan serbuk antara lain (Menkes, 1994):

- a. Kadar air tidak lebih dari 10%.
- b. Angka lempeng total tidak lebih dari  $10^6$ .
- c. Angka kapang dan khamir tidak lebih dari  $10^4$ .
- d. Mikroba patogen negatif.
- e. Aflatoksin tidak lebih dari 30 bpj.
- f. Bahan tambahan. Pengawet, serbuk dengan bahan baku simplisia dilarang ditambahkan bahan pengawet. Serbuk dengan bahan baku sediaan galenik dengan penyari air atau campuran etanol air bila diperlukan dapat ditambahkan bahan pengawet. Pemanis, gula tebu (gula pasir), gula aren, gula kelapa, gula bit dan pemanis alam lainnya yang belum menjadi zat kimia murni. Pengisi, sesuai dengan pengisi yang diperlukan pada sediaan galenik.
- g. Wadah dan penyimpanan, dalam wadah tertutup baik; disimpan pada suhu kamar, di tempat kering terlindung dari sinar matahari.

### 2.2.4 Mengandung Bahan Kimia Obat

Bahan Kimia Obat (BKO) di dalam obat tradisional disebabkan kurangnya pengetahuan akan bahaya mengkonsumsi BKO secara tidak terkontrol baik dosis maupun cara penggunaannya atau bahkan semata-mata demi meningkatkan efek pada tubuh. Menurut Badan POM, obat tradisional yang sering dicemari BKO umumnya adalah obat tradisional yang digunakan pada (BPOM, 2006):

Tabel 2.1 Obat Tradisional Yang Sering Dicemari BKO

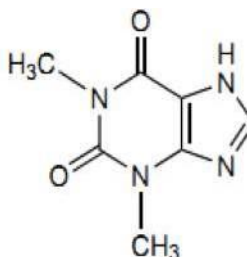
Klaim kegunaan obat tradisional	BKO yang sering ditambahkan
---------------------------------	-----------------------------

Pegal linu/ encok/ reumatik	Fenilbutazon, antalgin, diklofenak sodium, piroksikam, parasetamol, prednison, atau deksametason
Pelangsing	Sibutramin hidroklorida
Peningkat stamina/ obat kuat pria	Sildenafil sitrat
Kencing manis/ diabetes	Glibenklamid
Sesak napas/ asma	Teofilin

(Badan Pengawas Obat dan Makanan, 2006)

### 2.3 Teofilin

Teofilin merupakan suatu senyawa turunan derivat xantin yang memiliki rumus bangun sebagai berikut (Anonim, 1995):



Gambar 2.4 Rumus Struktur Teofilin

(Anonim, 1995)

Nama Kimia : 1,3-Dimetilxantina

Rumus Molekul :  $C_7H_8N_4O_2 \cdot H_2O$

Berat Molekul : 198,18 (monohidrat), 180,17 (anhidrat)

Pemerian : Serbuk hablur, putih, tidak berbau, pahit, stabil di udara.

Kelarutan : Sukar larut dalam air, tetapi lebih mudah larut dalam air panas; mudah larut dalam larutan alkali hidroksida dan dalam amonium hidroksida; agak sukar larut dalam etanol, dalam kloroform dan dalam eter.

Khasiat : Spasmolitikum bronkial.

### 2.3.1 Mekanisme Kerja Teofilin

Xantin (Teofilin) merangsang SSP, menimbulkan diuresis, merangsang otot jantung, dan merelaksasi otot polos terutama bronkus. Berbagai efek farmakologi metilxantin pada saraf seluler terbagi menjadi tiga macam dasar kerja, yaitu: (1) yang berhubungan dengan translokasi Ca intrasel; (2) melalui peningkatan akumulasi senyawa nukleotid siklis, terutama siklik AMP dan siklik GMP; dan (3) melalui blokade reseptor adenosin (Ganiswarna, 2001).

Adapula beberapa cara kerja lain yang mungkin berperan penting sebagai dasar efek metilxantin. Termasuk kemampuannya mengadakan potensiasi penghambatan terhadap sintesis prostaglandin, dan juga adanya kemungkinan bahwa metilxantin dapat mengurangi ambilan (*uptake*) dan/atau memperlambat metabolisme katekolamin di jaringan bukan saraf (Ganiswarna, 2001).

Sebagian besar hormon, neurotransmitor, dan autakoid dapat meningkatkan sintesis siklik AMP dan siklik GMP dalam jaringan target organnya. Metilxantin, terutama teofilin memiliki peran siklik nukleotid sebagai mediator intrasel yaitu metilxantin dapat menyebabkan potensiasi efek hormon dan terjadinya akumulasi siklik AMP dan siklik GMP. Akumulasi tersebut dapat terjadi akibat penghambatan enzim fosfodiesterase (Ganiswarna, 2001).

Senyawa adenosin berperan sebagai autakoid melalui reseptor khusus yang terdapat di membran plasma berbagai macam sel. Adenosin menyebabkan dilatasi pembuluh darah, terutama pembuluh koroner dan serebral; dapat memperlambat pacu jantung dan menghambat neuron SSP. Selanjutnya adenosin juga dapat menghambat lipolisis oleh hormon, mengurangi pelepasan NE dari akhiran saraf otonom dan menghambat pelepasan neurotransmitor di SSP. Adenosin juga dapat mengadakan potensiasi terhadap efek  $\alpha$ -adrenergik tertentu, yang mengakibatkan peningkatan kontraksi beberapa otot polos atau meningkatkan akumulasi siklik AMP di jaringan otak (Ganiswarna, 2001).



### 2.3.2 Indikasi Teofilin (Ganiswarna, 2001)

#### a. Asma Bronkial

Senyawa teofilin merupakan salah satu obat yang diperlukan pada serangan asma yang berlangsung lama (status asmatikus). Selain itu teofilin digunakan sebagai profilaksis terhadap serangan asma (Ganiswarna, 2001).

#### b. Penyakit Paru Obstruktif Kronik (COPD)

Teofilin juga banyak digunakan pada penyakit ini dengan tujuan yang sama dengan pengobatan asma. Tetapi, gejala lain yang menyangkut sistem kardiovaskular akibat penyakit paru obstruktif kronik ini misalnya hipertensi pulmonal, payah jantung kanan pada *Cor pulmonale*, tidak diperbaiki oleh teofilin. Teofilin tidak menyebabkan dilatasi langsung arteri pulmonalis, namun dapat membantu mengurangi hipoksemia yang mungkin merupakan penyebab utama terjadinya hipertensi pulmonal (Ganiswarna, 2001).

#### c. Apnea Pada Bayi Prematur

Pada bayi prematur sering terjadi episode apnea yang berlangsung lebih dari 15 detik yang disertai bradikardi. Hal ini dapat menimbulkan hipoksemia berulang dan gangguan neurologis, yang mungkin berhubungan dengan penyakit sistemik yang cukup berat (Ganiswarna, 2001).

### 2.3.3 Efek Teofilin

#### a. Efek pada Susunan Saraf Pusat

Teofilin merupakan perangsang SSP yang kuat. Teofilin menyebabkan perangsangan SSP yang dalam dan berbahaya. Efek samping teofilin 250 mg atau lebih pada pengobatan asma bronkial dapat merasakan kantuk, lelah, daya pikir lebih cepat dan jernih; tetapi kemampuannya berkurang dalam pekerjaan yang memerlukan koordinasi otot halus (kerapian), ketepatan waktu atau ketepatan berhitung. Bila dosis metilxantin ditinggikan, akan menyebabkan gugup, gelisah,

insomnia, tremor, hipererestesia, kejang fokal atau kejang umum. Metilxantin dosis rendah dapat merangsang SSP yang sedang mengalami depresi (Ganiswarna, 2001).

b. Efek pada Sistem Kardiovaskular

Teofilin pernah digunakan untuk pengobatan darurat payah jantung berdasarkan kemampuannya menurunkan tahanan perifer, merangsang jantung, meninggikan perfusi berbagai organ dan menimbulkan diuresis. Tetapi karena absorpsi dan disposisi teofilin sukar diduga pada penderita dengan gangguan fungsi sirkulasi, maka sering terjadi toksisitas serius terhadap SSP dan jantung (Ganiswarna, 2001).

c. Efek pada Otot Polos

Efek terpenting xantin ialah relaksasi otot polos bronkus, terutama bila otot bronkus dalam keadaan konstiksi secara eksperimental akibat histamin atau secara klinis pada penderita asma bronkial (Ganiswarna, 2001).

d. Efek pada Otot Rangka

Dalam kadar terapi, teofilin ternyata dapat memperbaiki kontraktilitas dan mengurangi kelelahan otot diafragma pada orang normal maupun penderita COPD. Atas dasar ini teofilin bermanfaat untuk pasien COPD karena dapat ikut berperan dalam memperbaiki fungsi ventilasi dan mengurangi sesak napas (Ganiswarna, 2001).

e. Efek Diuresis

Semua xantin meninggikan produksi urin. Teofilin merupakan diuretik, tetapi efeknya hanya sebentar (Ganiswarna, 2001).

f. Efek Toleransi

Xantin dapat menyebabkan toleransi terhadap efek diuresis dan gangguan tidur. Terhadap perangsangan SSP hanya sedikit terjadi toleransi. Juga terhadap toleransi silang antar derivat xantin (Ganiswarna, 2001).

## 2.4 Ekstraksi

Ekstraksi adalah proses pemisahan satu atau lebih komponen dari suatu campuran homogen menggunakan pelarut cair (pelarut) sebagai *separating agent* (Wulandari, 2011). Ekstraksi merupakan salah satu teknik pemisahan kimia untuk memisahkan atau menarik satu

atau lebih komponen atau senyawa-senyawa (analit) dari suatu sampel dengan menggunakan pelarut tertentu yang sesuai (Leba, 2017).

## 2.4.1 Ekstraksi Cair-Cair

### 2.4.1.1 Prinsip Ekstraksi Cair-Cair

Ekstraksi cair-cair atau disebut juga ekstraksi pelarut merupakan metode pemisahan yang didasarkan pada fenomena distribusi atau partisi suatu analit diantara dua pelarut yang tidak saling campur. Ekstraksi ini dilakukan untuk mendapatkan suatu senyawa dari campuran berfase cair dengan pelarut lain yang berfase lain. Prinsip dasar dari pemisahan ini adalah perbedaan kelarutan suatu senyawa dalam dua pelarut yang berbeda (Leba, 2017).

### 2.4.1.2 Pelaksanaan Ekstraksi

Proses ekstraksi cair-cair melibatkan ekstraksi analit dari fase air ke dalam pelarut organik yang bersifat non polar atau agak polar seperti heksana, metilbenzene atau diklormetan. Pada ekstraksi cair-cair alat yang digunakan adalah corong pisah. Corong pisah adalah alat yang digunakan untuk memisahkan komponen-komponen dalam suatu campuran antara dua fase pelarut dengan densitas atau massa jenis yang berbeda yang tidak saling campur (Leba, 2017).

Ekstraksi cair-cair ditentukan oleh distribusi Nernst yang menyatakan bahwa pada suhu dan tekanan yang konstan, senyawa-senyawa akan terdistribusi dalam proporsi yang selalu sama diantara dua pelarut yang tidak saling campur. Perbandingan konsentrasi pada keadaan setimbang di dalam dua fase disebut koefisien distribusi ( $K_D$ ) atau juga disebut koefisien partisi. Koefisien partisi dapat dirumuskan sebagai berikut (Leba, 2017):

$$K_D = \frac{\text{Konsentrasi analit dalam fase organik}}{\text{Konsentrasi analit dalam fase air}}$$

Beberapa metode ekstraksi cair-cair yaitu ekstraksi tunggal dan ekstraksi berulang (kontinyu) (Leba, 2017).

#### a. Ekstraksi Tunggal

Dalam ekstraksi tunggal, analit terekstrak dari fase air ke fase organik. Ekstraksi ini dilakukan dengan cara menambahkan pelarut pengestraksi yang tidak bercampur dengan pelarut semula (pelarut yang mengandung analit) dan dikocok sehingga terjadi kesetimbangan konsentrasi analit diantara kedua fase. Selanjutnya kedua pelarut ini dipisahkan. Ekstraksi ini dilakukan dalam corong pisah, dengan volume tertentu.

#### b. Ekstraksi Berulang (Kontinyu)

Ekstraksi berulang sama dengan ekstraksi tunggal namun dalam metode ini, proses ekstraksi dilakukan secara berulang-ulang dengan volume pelarut tertentu. Tujuan dilakukan ekstraksi berulang adalah untuk memperbesar persentase ekstraksi. Dengan volume pelarut yang sama, ekstraksi berulang dapat meningkatkan efisiensi ekstraksi (%E menjadi lebih besar) bila dibandingkan dengan cara ekstraksi tunggal.

## 2.5 Uji Organoleptis

Uji organoleptis merupakan pengamatan fisik obat secara langsung dan hasil pengamatannya merupakan informasi awal yang berguna untuk analisis. Uji organoleptis yaitu mengidentifikasi sifat fisik bahan menggunakan indera untuk menentukan bentuk, warna, bau dan rasa (Cartika, 2016).

## 2.6 Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi adalah teknik pemisahan campuran didasarkan atas perbedaan distribusi dari komponen-komponen campuran tersebut diantara dua fase, yaitu fase diam (padat atau cair) dan fase gerak (cair atau gas) yang menyebabkan terjadinya perbedaan migrasi dari masing-masing komponen. Perbedaan migrasi merupakan hasil dari perbedaan tingkat afinitas masing-masing komponen dalam fase diam dan fase gerak (Gandjar & Rohman, 2012).

Fenomena yang terjadi pada KLT adalah berdasar pada prinsip adsorpsi. Setelah sampel ditotolkan di atas fase diam, senyawa-senyawa dalam sampel akan terelusi dengan kecepatan yang sangat bergantung pada sifat senyawa-senyawa tersebut (kemampuan terikat pada fase diam dan kemampuan larut dalam fase gerak), sifat fase diam (kekuatan elektrostatis yang

menarik senyawa di atas fase diam) dan sifat fase gerak (kemampuan melarutkan senyawa). Pada KLT, secara umum senyawa-senyawa yang memiliki kepolaran rendah akan terelusi lebih cepat daripada senyawa-senyawa polar karena senyawa polar terikat lebih kuat pada bahan silika yang mengandung silanol ( $\text{SiOH}_2$ ) yang pada dasarnya memiliki afinitas yang kuat terhadap senyawa polar (Endarini, 2016).

Deteksi senyawa menjadi mudah ketika senyawa secara alami dapat berwarna atau berfluoresensi atau menyerap sinar UV. Namun, perlakuan penambahan pereaksi penampak noda dengan penyemprotan atau pencelupan terkadang diperlukan untuk menghasilkan turunan senyawa yang berwarna atau berfluoresensi. Senyawa-senyawa yang dapat dianalisis dengan KLT dengan fase diam yang diimpregnasi indikator fluoresensi dan deteksi dapat dilakukan hanya dengan pemeriksaan di bawah sinar UV 254 nm (Wulandari, 2011).

Beberapa keuntungan KLT adalah sebagai berikut (Gandjar & Rohman, 2012):

- a. KLT banyak digunakan untuk tujuan analisis.
- b. Identifikasi pemisahan komponen dapat dilakukan dengan pereaksi warna, fluoresensi, atau dengan radiasi menggunakan sinar ultraviolet.
- c. Dapat dilakukan elusi secara menaik (*ascending*), menurun (*descending*), atau dengan cara elusi 2 dimensi
- d. Ketepatan penentuan kadar akan lebih baik karena komponen yang akan ditentukan merupakan bercak yang tidak bergerak.

### 2.6.1 Prinsip

Prinsip kromatografi yaitu koefisien distribusi suatu komponen yang didefinisikan sebagai perbandingan konsentrasi solut dalam fase diam dan dalam fase gerak, menggambarkan afinitas relatif komponen dalam kedua fase, karenanya terkait dengan kecepatan dan jarak yang ditempuh oleh komponen yang akan dipisahkan dalam lempeng KLT. Dalam KLT, hasil-hasil yang diperoleh digambarkan dengan mencantumkan nilai  $R_f$ -nya yang merujuk pada migrasi relatif analit pada ujung depan fase gerak atau eluen, dan nilai ini terkait dengan koefisien distribusi komponen. Maka nilai  $R_f$  didefinisikan sebagai:

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh solut}}{\text{Jarak yang ditempuh fase gerak}}$$

Nilai  $R_f$  terkait dengan faktor perlambatan. Nilai  $R_f$  bukanlah suatu nilai fisika absolut untuk suatu komponen; meskipun demikian, dengan pengendalian kondisi KLT secara hati-hati, nilai  $R_f$  dapat digunakan sebagai cara untuk identifikasi kualitatif (Gandjar & Rohman, 2012).

### 2.6.2 Penjerap/Fase Diam KLT

Dua sifat penjerap yang penting adalah ukuran partikel dan fase diam yang digunakan dalam KLT merupakan penjerap berukuran kecil dengan diameter partikel antar 10-30  $\mu\text{m}$ . Semakin kecil ukuran rata-rata partikel fase diam dan semakin sempit kisaran ukuran fase diam, maka semakin baik kinerja KLT dalam hal efisiensinya dan resolusinya (Gandjar & Rohman, 2012).

Penjerap yang paling sering digunakan adalah silika dan serbuk selulosa, sementara mekanisme sorpsi-desorpsi (perpindahan analit dari fase diam ke fase gerak dan sebaliknya) yang utama pada KLT adalah partisi dan adsorpsi. Lapisan tipis yang digunakan sebagai penjerap juga dapat dibuat dari silika yang telah dimodifikasi, resin penukar ion, gel eksklusi, dan siklodekstrin yang digunakan untuk pemisahan kiral. Kebanyakan penjerap dikontrol keajegan ukuran partikel dan luas permukaannya. Lempeng KLT disiapkan dengan melapiskan ke permukaan lapisan kaca, gelas, atau aluminium dengan ketebalan 250  $\mu\text{m}$ . Berikut merupakan ringkasan beberapa penjerap (fase diam) yang sering digunakan dalam kromatografi lapis tipis beserta mekanisme pemisahannya, serta penggunaannya untuk analisis (Gandjar & Rohman, 2012).

Tabel 2.2 Beberapa penjerap fase diam yang digunakan pada KLT

Penjerap	Mekanisme sorpsi	Penggunaan
Silika gel	Adsorpsi	Asam amino, hidrokarbon, vitamin, alkaloid.
Silika yang dimodifikasi dengan hidrokarbon	Partisi termodifikasi	Senyawa-senyawa non polar.
Serbuk selulosa	Partisi	Asam amino, nukleotida, karbohidrat.

Alumina	Adsorpsi	Hidrokarbon, ion logam, pewarna makanan, alkaloid.
Kieselguhr (tanah Diatomae)	Partisi	Gula, asam-asam lemak.
Selulosa penukar ion	Pertukaran ion	Asam nukleat, nukleotida, halide dan ion-ion logam.
Gel sephadex	Eksklusi	Polimer, protein, kompleks logam.
B-siklodekstrin	Interaksi adsorpsi stereospesifik	Campuran enansiomer.

(Gandjar & Rohman, 2012)

### 2.6.3 Fase Gerak pada KLT

Fase gerak pada KLT dapat dipilih dari pustaka, ataupun dengan percobaan. Sistem yang paling sederhana ialah campuran 2 pelarut organik karena daya elusi campuran kedua pelarut ini mudah diatur sedemikian rupa sehingga pemisahan dapat terjadi secara optimal. Berikut adalah beberapa petunjuk dalam memilih dan mengoptimasi fase gerak ((Gandjar & Rohman, 2012):

- a. Fase gerak harus mempunyai kemurnian yang sangat tinggi karena KLT merupakan teknik yang sensitif.
- b. Daya elusi fase gerak harus diatur sedemikian rupa sehingga harga  $R_f$  terletak antara 0,2-0,8 untuk memaksimalkan pemisahan.
- c. Untuk pemisahan dengan menggunakan fase diam polar seperti silika gel, polaritas fase gerak dan menentukan kecepatan migrasi solut yang berarti juga menentukan nilai  $R_f$ . Penambahan pelarut yang bersifat sedikit polar seperti dietil eter ke dalam pelarut non polar seperti metil benzen akan meningkatkan harga  $R_f$  secara signifikan.
- d. Solut-solut ionik dan solut-solut polar lebih baik digunakan campuran pelarut sebagai fase geraknya seperti campuran air dan metanol dengan perbandingan tertentu.

Penambahan sedikit asam etanoat atau ammonia masing-masing akan meningkatkan solut-solut yang bersifat basa dan asam.

#### **2.6.4 Aplikasi (Penotolan Sampel)**

Untuk memperoleh reproduibilitas, volume sampel yang ditotolkan paling sedikit 0,5 µl. jika volume sampel yang akan ditotolkan lebih besar dari 2-10 µl maka penotolan harus dilakukan secara bertahap dengan dilakukan pengeringan antar totolan. Jarak antar pusat penotolan bercak sebaiknya lebih dari 1 cm, bercak sebaiknya berdiameter antara 2 – 5 mm dan tidak terlalu dekat dengan ujung lempeng (sebaiknya jarak 1,5 cm dari ujung pada lempeng 20 x 20 cm) (Gandjar & Rohman, 2012).

#### **2.6.5 Pengembangan KLT**

Bila sampel telah ditotolkan, maka tahap selanjutnya adalah mengembangkan sampel tersebut dalam suatu bejana kromatografi yang sebelumnya telah dijenuhi dengan uap fase gerak. Tujuan penjenuhan bejana kromatografi (pencapaian kesetimbangan) adalah untuk memperoleh homogenitas atmosferik dalam bejana, dengan demikian akan meminimalkan penguapan pelarut dari lempeng KLT selama pengembangan. Tepi bagian bawah lempeng lapis tipis yang telah ditotoli sampel dicelupkan ke dalam fase gerak kurang lebih 0,5 – 1 cm. tinggi fase gerak dalam bejana harus dibawah lempeng yang telah berisi totolan sampel (Gandjar & Rohman, 2012).

Untuk melakukan penjenuhan fase gerak, biasanya bejana dilapisi dengan kertas saring. Jika fase gerak telah mencapai ujung atas kertas saring, maka dapat dikatakan bahwa fase gerak telah jenuh. Selama proses elusi, bejana kromatografi harus ditutup rapat, misalkan dengan lembar aluminium dan sebagainya (Gandjar & Rohman, 2012).

#### **2.6.6 Deteksi Bercak**

Untuk deteksi bercak yang berwarna, maka dapat dipisahkan secara visual. Bercak pemisahan pada KLT umumnya merupakan bercak yang tidak berwarna. Untuk penentuannya dapat dilakukan secara kimia, fisika, maupun biologi. Cara kimia yang biasa digunakan adalah dengan mereaksikan bercak dengan suatu pereaksi melalui cara penyemprotan sehingga bercak menjadi jelas. Cara fisika yang dapat digunakan untuk menampakkan bercak adalah dengan pencacahan radioaktif dan fluoresensi



menyebabkan ultraviolet. Jika senyawa tidak dapat berfluoresensi, maka bahan penyerapnya diberi indikator yang berfluoresensi, dengan demikian bercak akan kelihatan hitam sedang latar belakangnya akan kelihatan berfluoresensi. Berikut adalah cara-cara kimiawi untuk mendeteksi bercak (Gandjar & Rohman, 2012):

- a. Menyemprot lempeng KLT dengan reagen kromogenik yang akan bereaksi secara kimia dengan seluruh solut yang mengandung gugus fungsional tertentu sehingga bercak menjadi berwarna.
- b. Mengamati lempeng di bawah lampu ultraviolet yang dipasang pada panjang gelombang emisi 254 atau 366 untuk menampakkan solut sebagai bercak yang gelap atau bercak yang berfluoresensi terang pada dasar yang berfluoresensi seragam.
- c. Menyemprot lempeng dengan asam sulfat pekat atau asam nitrat pekat diikuti pemanasan untuk mengoksidasi solut-solut organik yang akan nampak sebagai bercak hitam sampai kecoklatan.
- d. Memaparkan lempeng dengan uap iodium dalam *chamber* tertutup.
- e. Melakukan *scanning* pada permukaan lempeng dengan densitometer, suatu instrument yang dapat mengukur intensitas radiasi yang direfleksikan dari permukaan lempeng ketika disinari dengan lampu UV atau lampu sinar tampak.

Untuk alkaloid yang banyak dipakai adalah KLT pada silika gel dengan eluen campuran MeOH-NH<sub>4</sub>OH pekat (200:3). Beberapa eluen lain yang juga biasa dipakai adalah campuran MeOH-CHCl<sub>3</sub> dan campuran CHCl<sub>3</sub>-dietilamin. Kadang-kadang digunakan juga plat yang terbuat dari silika gel yang telah dicampur dengan KOH 0,5M. dengan plat jenis ini, eluen yang digunakan berupa campuran etanol 70%-NH<sub>4</sub>OH 25% atau campuran CHCl<sub>3</sub>-Etanol. Untuk plat yang terbuat dari campuran silika gel dan formamida 15% digunakan eluen campuran EtOAc-n-heptana-dietilamin. Untuk deteksi mula-mula digunakan sinar UV dimana noda alkaloid akan berfluoresensi. Beberapa pereaksi penampak noda yang biasa dipakai untuk mendeteksi alkaloid adalah pereaksi Dragendorf yang akan memberikan noda berwarna coklat jingga dengan latar belakang kekuningan bagi alkaloid, iodoplatinat yang akan menimbulkan noda dengan banyak warna tergantung struktur alkaloid yang dianalisis dan Marquis yang akan memberikan warna kuning sampai merah untuk noda alkaloid (Endarini, 2016).

### 2.6.7 Macam-Macam Teknik KLT

Dengan melakukan beberapa modifikasi akan diperoleh metode kromatografi lapis tipis yang bekerja sesuai dengan keinginan dan tujuan yang dikehendaki (Rubiyanto, 2017).

#### a. KLT Preparatif

Dengan cara ini, dibuat tebal lapisan adsorben kurang lebih 1 – 1,5 mm. Larutan adsorben yang digunakan harus lebih kental. Setelah adsorben dilapiskan pada permukaan penyangga, dilakukan pengeringan pada suhu kamar untuk mencegah *case hardening* (pengeringan yang tidak merata dan penebalan pada suatu zona). Sampel yang akan dianalisis dipekatkan terlebih dahulu sebelum di KLT. Komponen yang diperoleh dari proses pengembangan, dikumpulkan dengan cara pengerokan pada noda yang dikehendaki. Hasil pengerokan dilarutkan dengan pelarut yang sesuai dan dilakukan analisis lanjut.

#### b. KLT Kuantitatif

Umumnya KLT sangat sukar untuk keperluan analisis kuantitatif akan tetapi beberapa pendekatan dapat dilakukan untuk memenuhi hal tersebut, diantaranya : Analisis langsung pada plat dengan teknik pengukuran berat dengan densitometri, pengukuran radioaktivitasnya untuk senyawa yang ditandai dengan unsur radioaktif, pengujian dengan AAN (analisis aktivasi neutron); Analisis gravimetri, cara ini dilakukan dengan langkah isolasi komponen seperti langkah preparatif, ekstraksi, pemekatan dan ditimbang. Namun hasilnya bersifat kasar karena perolehan kembali dengan cara ini sangat rendah; Analisis spektroskopi, hampir sama dengan langkah preparatif. Senyawa yang telah diisolasi, dianalisis lanjut dengan metode spektrometri atau spektrofotometri.

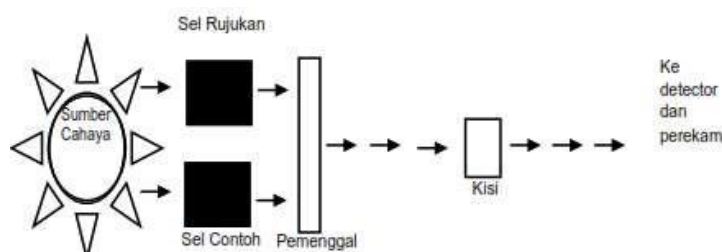
#### c. KLT dengan Argentasi

Cara ini cocok dilakukan untuk senyawa-senyawa yang memiliki jumlah ikatan rangkap yang berbeda dan berada pada satu sampel, misalnya adalah asam-asam lemak tak jenuh yang terdapat pada sampel minyak nabati. Teknik dilakukan dengan memasukkan garam argentum (Ag) ke dalam plat KLT.

## 2.7 Spektrofotometri FTIR

Spektrum inframerah senyawa dapat diukur dengan spektrofotometri inframerah yang merekam secara otomatis dalam bentuk larutan (dalam kloroform, klorotetrafluorida, 1-5 %), bentuk gerusan dalam minyak nuyol, atau bentuk padat yang dicampur dengan kalium bromida (Endarini,2016). Spektroskopi inframerah merupakan jenis spektroskopi yang bersifat: (1) spesifik terhadap suatu molekul; yang akan memberikan informasi yang menyatu (inheren) tentang gugus-gugus fungsional yang ada dalam molekul, termasuk macamnya, interaksi-interaksinya dan orientasi-orientasinya; (2) selektif terhadap isomer, yang disebabkan oleh adanya kisaran daerah sidik jari (*fingerprint*); (3) bersifat kuantitatif dan non-destruktif (tidak merusak), bahkan terhadap senyawa-senyawa yang sangat labil dengan kisaran kerja yang utama antara 0,1 – 100%; dan (4) bersifat universal, dalam persyaratan pengambilan sampelnya, baik sampel padat, cair, gas, sampel antara padat dan cair atau gas, sampel permukaan, maupun sampel ruahan (*bulk*) (Gandjar & Rohman, 2012).

Pada spektrofotometer inframerah cahaya dari sumber akan dipecah oleh sistem cermin menjadi dua berkas cahaya, satu berkas untuk rujukan dan contoh maka kedua berkas ini digabung kembali dalam alat pemenggal (*chopper*, berupa cermin) dan selanjutnya diarahkan secara bergantian masuk dan didifraksi oleh suatu kisi dan terpecah menurut panjang gelombang. Kemudian oleh alat detektor, beda intensitas antara kedua berkas tadi diukur pada masing-masing panjang gelombangnya dan terakhir informasi ini diteruskan ke alat perekam yang menghasilkan spektrum berwujud gambar/grafik (Sari, 2010).



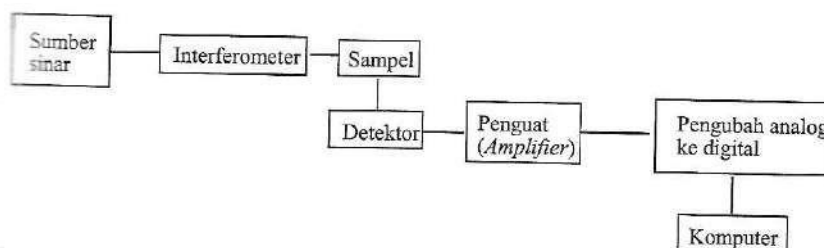
Gambar 2.5 Bagan Spektrofotometer Inframerah

(Sari, 2010)

Spektrofotometer FTIR didasarkan pada ide adanya interferensi radiasi antara 2 berkas untuk menghasilkan suatu interferogram. Interferogram merupakan sinyal yang dihasilkan sebagai fungsi perubahan *pathlength* antara 2 berkas sinar. Dua domain (jarak dan frekuensi) dapat ditukarbalikkan dengan metode matematik yang disebut dengan tranformasi Fourier (Gandjar & Rohman, 2012).

### 2.7.1. Instrumentasi

Spektrofotometer FTIR ditunjukkan secara skematik dalam Gambar 2.6. Radiasi yang berasal dari sumber sinar dilewatkan melalui interferometer ke sampel sebelum mencapai detektor. Selama penguatan (amplifikasi) sinyal, yang mana kontribusi kontribusi frekuensi tinggi telah dihilangkan dengan filter, maka data diubah ke bentuk digital dengan suatu *analog-to-digital converter* dan dipindahkan ke komputer untuk menjalani transformasi Fourier (Gandjar & Rohman, 2012).



Gambar 2.6 Komponen spektrofotometer FTIR

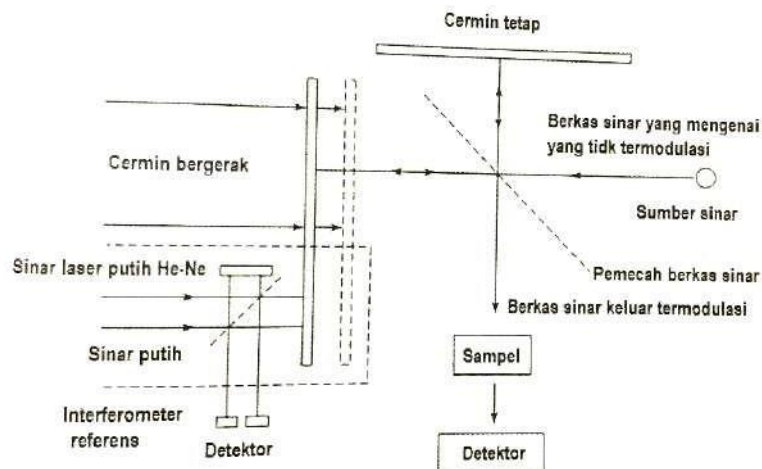
(Gandjar & Rohman, 2012)

#### a. Sumber inframerah

Sumber inframerah yang lazim digunakan merupakan batang logam yang dipanaskan oleh listrik seperti: “Nernst glower” (campuran oksida dari Zr, Y, Er, dsb.), “Globar” (silikon karbida), dan berbagai bahan keramik (Sastrohamidjojo, 2013).

#### b. Michelson Interferometer

Tujuan interferometer adalah untuk membawa berkas sinar, lalu memecahnya ke dalam dua berkas sinar, dan membuat salah satu berkas sinar berjalan dengan jarak yang berbeda dengan yang lain. Perbedaan jarak yang dilalui oleh 2 berkas sinar ini disebut dengan perbedaan celah optik (*path length difference*) atau penghambatan optik, disimbolkan dengan huruf Yunani delta kecil ( $\delta$ ) (Gandjar & Rohman, 2012).



Gambar 2.7 Interferometer Michelson

(Gandjar & Rohman, 2012)

Interferometer Michelson mempunyai 2 buah cermin, yakni cermin statik/tetap (tidak bergerak) dan cermin yang selalu bergerak. Diantara 2 cermin ini terdapat pemecah berkas sinar (*beam splitter*), yang didesain untuk mentransmisikan setengah radiasi yang mengenainya dan merefleksikan/ memantulkan setengahnya. Sebagai hasilnya, sinar yang ditransmisikan oleh *beam splitter* akan mengenai cermin bergerak. Dua berkas sinar yang dipantulkan dari cermin-cermin ini, kembali ke *beam splitter* yang mana keduanya akan bergabung kembali dan akan melakukan interferensi. Setengah berkas sinar yang dipantulkan dari cermin statik ditransmisikan melalui *beam splitter*, sementara setengahnya dipantulkan kembali ke arah sumber sinar. Berkas sinar yang muncul dari interferometer pada  $90^\circ$  ke berkas sinar yang masuk disebut dengan berkas sinar yang ditransmisikan dan ini merupakan berkas sinar yang terdeteksi dalam spektrofotometer FTIR (Gandjar & Rohman, 2012).

#### c. Detektor

Alat-alat yang modern kebanyakan menggunakan detektor “Thermopile”. Dasar kerja thermopile adalah sebagai berikut: Jika dua kawat logam yang berbeda dihubungkan antara ujung kepala dan ekor akan menyebabkan adanya arus yang mengalir dalam kawat. Dalam kawat spektrofotometer inframerah arus ini akan sebanding dengan intensitas radiasi yang jatuh pada thermopile (Sastrohamidjojo, 2013).

### 2.7.2. Penyiapan Zat Uji

Zat yang diperiksa dalam salah satu bentuk berikut (Anonim, 1995):

a. Cairan

Suatu cairan diuji sebagai film tipis diantara dua lempeng atau dalam sebuah sel yang tebalnya sesuai, terbuat dari bahan yang transparan terhadap radiasi inframerah di daerah pengujian.

b. Cairan atau zat padat sebagai larutan

Buat larutan dalam pelarut yang sesuai dan gunakan kadar dan panjang sel yang memberikan spektrum memuaskan dalam jangkauan panjang gelombang yang cukup lebar. Kompensasi terhadap serapan oleh pelarut harus dilakukan dengan jalan menempatkan sel serupa berisi pelarut yang dipakai, pada jalur berkas cahaya pembanding. Walaupun demikian jangan gunakan pelarut yang memberikan serapan kuat dalam daerah spektrum. Kadar zat terlarut yang sesuai akan bervariasi dengan zat uji tetapi umumnya dengan kadar 1% hingga 10% untuk tebal sel 0,5 mm hingga 0,1 mm.

c. Zat padat

Zat padat diperiksa setelah didispersikan dalam cairan (mull) atau zat padat (cakram halida) yang sesuai.

d. Mull

Gerus 5 mg hingga 10 mg zat dengan sedikit mungkin paraffin cair atau cairan lainnya yang sesuai agar diperoleh pasta yang licin, berwarna krim. Kompresikan sebagai pasta diantara dua lempeng yang transparan terhadap radiasi inframerah.

e. Cakram

Gerus 1 mg hingga 2 mg zat dengan 300 mg hingga 400 mg kalium bromida IR atau kalium klorida IR yang kering dan halus. Jumlah tersebut biasanya sesuai dengan cakram diameter 13 mm. gerus campuran baik-baik, isi cetakan dengan rata dan kompresikan dalam hampa udara pada tekanan lebih kurang  $7,5 \times 10^{-3}$  mmHg. Tempatkan cakram yang dihasilkan dalam alat pemegang yang sesuai di dalam spektrofotometer. Beberapa faktor, seperti penggerusan yang tak memadai atau berlebihan, kelembaban atau cemaran lainnya dalam pembawa halida, dapat menyebabkan cakram tidak memuaskan. Kecuali dalam pembuatannya terdapat kesukaran tertentu cakram tak dipakai, jika pengamatan visual menunjukkan tidak

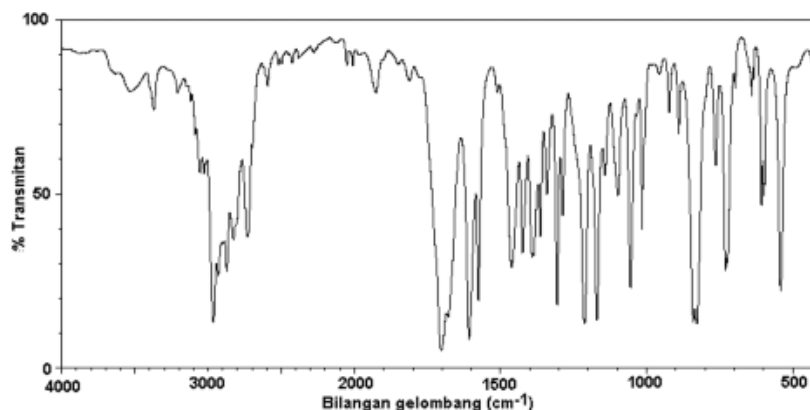
adanya keseragaman atau jika transmisinya pada lebih kurang  $2000\text{ cm}^{-1}$  ( $5\text{ }\mu\text{m}$ ) tanpa adanya pita serapan yang spesifik lebih kecil dari 75% tanpa melakukan kompensasi. Jika bahan-bahan lain yang terdapat dalam tablet, injeksi atau bentuk sediaan yang lain tidak dihilangkan dari zat uji, bahan tersebut dapat memberikan kontribusi pada spektrum.

f. Gas

Suatu gas diuji dalam sel yang transparan terhadap radiasi inframerah dengan tebal optik lebih kurang 100 mm. Sel dihampakan dan diisi dengan tekanan yang dikehendaki melalui sebuah kran atau katup jarum dengan menggunakan hubungan alat pemindah gas yang sesuai diantara sel dan wadah zat uji. Jika perlu atur tekanan menggunakan gas yang transparan terhadap radiasi inframerah, misalnya nitrogen atau argon. Untuk menghindari gangguan serapan oleh uap air, karbon dioksida atau gas lain yang terdapat dalam atmosfer, tempatkan sebuah sel yang identik pada jalur berkas cahaya pembanding: sel itu dihampa udarakan atau diisi gas yang transparan terhadap radiasi inframerah.

### 2.7.3. Bentuk Spektrum Inframerah

Spektrum yang dihasilkan berupa grafik yang menunjukkan persentase transmittan yang bervariasi pada setiap frekuensi radiasi inframerah (Dachriyanus, 2004).



Gambar 2.8 Spektrum Inframerah

(Dachriyanus, 2004)

$$\text{Bilangan gelombang} = \frac{1}{\text{Panjang gelombang}} \text{ cm}^{-1}$$

Pada pertengahan garis horizontal bisa saja terjadi perubahan skala. Perubahan skala terjadi pada sekitar  $2000\text{ cm}^{-1}$  dan sangat jarang terjadi perubahan skala pada sekitar  $1000\text{ cm}^{-1}$ . Perubahan skala ini tidak akan mempengaruhi interpretasi spektrum inframerah karena yang dibutuhkan hanya nilai satuan yang ditunjuk skala horizontal (Dachriyanus, 2004).

#### 2.7.4. Cara Menginterpretasikan Spektrum Inframerah

Identifikasi setiap absorpsi ikatan yang khas dari setiap gugus fungsi merupakan basis dari interpretasi spektrum inframerah. Seperti regangan O-H memberikan pita serapan yang kuat pada daerah  $3350\text{ cm}^{-1}$ . Beberapa daerah serapan yang khas dibawah ini dapat digunakan pada interpretasi awal dari spektrum inframerah (Dachriyanus, 2004).

Tabel 2.3 Daftar Bilangan Gelombang dari Berbagai Jenis Ikatan

Daerah spektrum, Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Ikatan yang menyebabkan absorpsi
3750 - 3000	Regang O-H; N-H
3300 - 2900	Regang C-H : $-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$ ; $\text{C}=\text{C}-\text{H}$ ; Ar-H
3000 - 2700	Regang C-H : $\text{CH}_3$ ; $\text{CH}_2$ ; -H
2400 - 2100	Regang $\text{C}\equiv\text{C}$ ; $\text{C}\equiv\text{N}$
1900 - 1650	Regang $\text{C}=\text{O}$ (asam, aldehida, keton, amida, ester, anhidrida)
1675 - 1500	Regang $\text{C}=\text{C}$ (alifatik dan aromatik); $\text{C}=\text{N}$
1475 - 1300	Lentur C-H
1000 - 650	Lentur $\text{C}=\text{C}-\text{H}$ ; Ar-H (luar bidang)

(Dachriyanus, 2004)



Frequency Range	Absorption ( $\text{cm}^{-1}$ )	Appearance	Group	Compound Class
4000-3000 $\text{cm}^{-1}$	3700-3584	medium, sharp	O-H stretching	alcohol
	3550-3200	strong, broad	O-H stretching	alcohol
	3500	medium	N-H stretching	primary amine
	3400			
	3400-3300	medium	N-H stretching	aliphatic primary amine
	3330-3250			
	3350-3310	medium	N-H stretching	secondary amine
	3300-2500	strong, broad	O-H stretching	carboxylic acid
	3200-2700	weak, broad	O-H stretching	alcohol
	3000-2800	strong, broad	N-H stretching	amine salt
3000-2500 $\text{cm}^{-1}$				
3000-2500 $\text{cm}^{-1}$	3333-3267	strong, sharp	C-H stretching	alkyne
	3100-3000	medium	C-H stretching	alkene
	3000-2840	medium	C-H stretching	alkane
	2830-2695	medium	C-H stretching	aldehyde
	2600-2550	weak	S-H stretching	thiol
2400-2000 $\text{cm}^{-1}$				
2400-2000 $\text{cm}^{-1}$	2349	strong	O=C=O stretching	carbon dioxide
	2275-2250	strong, broad	N=C=O stretching	isocyanate
	2260-2222	weak	C≡N stretching	nitrile
	2260-2190	weak	C≡C stretching	alkyne
	2175-2140	strong	S-C≡N stretching	thiocyanate

2160-2120		strong	N=N=N stretching	azide
2150			C=C=O stretching	ketene
2145-2120		strong	N=C=N stretching	carbodiimide
2140-2100		weak	C≡C stretching	alkyne
2140-1990		strong	N=C=S stretching	isothiocyanate
2000-1900		medium	C=C=C stretching	allene
2000			C=C=N stretching	ketenimine
2000-1650 cm <sup>-1</sup>				
2000-1650 cm <sup>-1</sup>	2000-1650	weak	C-H bending	aromatic compound
1870-1540				
1818		strong	C=O stretching	anhydride
1750				
1815-1785		strong	C=O stretching	acid halide
1800-1770		strong	C=O stretching	conjugated acid halide
1775		strong	C=O stretching	conjugated anhydride
1720				
1770-1780		strong	C=O stretching	vinyl / phenyl ester
1760		strong	C=O stretching	carboxylic acid
1750-1735		strong	C=O stretching	esters
1750-1735		strong	C=O stretching	δ-lactone
1745		strong	C=O stretching	cyclopentanone
1740-1720		strong	C=O stretching	aldehyde
1730-1715		strong	C=O stretching	α,β-unsaturated ester
1725-1705		strong	C=O stretching	aliphatic ketone
1720-1706		strong	C=O stretching	carboxylic acid
1710-1680		strong	C=O stretching	conjugated acid
1710-1685		strong	C=O stretching	conjugated aldehyde
1690		strong	C=O stretching	primary amide
1690-1640		medium	C=N stretching	imine / oxime
1685-1666		strong	C=O stretching	conjugated ketone
1680		strong	C=O stretching	secondary amide
1680		strong	C=O stretching	tertiary amide
1650		strong	C=O stretching	δ-lactam
1670-1600 cm <sup>-1</sup>				
1670-1600 cm <sup>-1</sup>	1678-1668	weak	C=C stretching	alkene
	1675-1665	weak	C=C stretching	alkene
	1675-1665	weak	C=C stretching	alkene
	1662-1626	medium	C=C stretching	alkene
	1658-1648	medium	C=C stretching	alkene
	1650-1600	medium	C=C stretching	conjugated alkene
	1650-1580	medium	N-H bending	amine

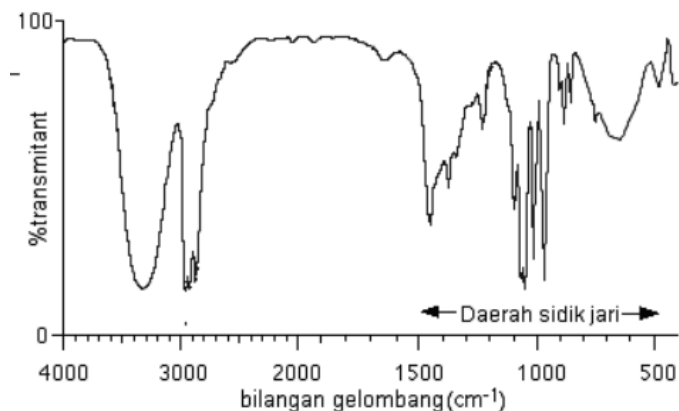
	1650-1566	medium	C=C stretching	cyclic alkene
	1648-1638	strong	C=C stretching	alkene
	1620-1610	strong	C=C stretching	$\alpha,\beta$ -unsaturated ketone
1600-1300 $\text{cm}^{-1}$				
1600-1300 $\text{cm}^{-1}$	1550-1500	strong	N-O stretching	nitro compound
	1372-1290			
	1465	medium	C-H bending	alkane
	1450	medium	C-H bending	alkane
	1375			
	1390-1380	medium	C-H bending	aldehyde
	1385-1380	medium	C-H bending	alkane
	1370-1365			
1400-1000 $\text{cm}^{-1}$				
1400-1000 $\text{cm}^{-1}$	1440-1395	medium	O-H bending	carboxylic acid
	1420-1330	medium	O-H bending	alcohol
	1415-1380	strong	S=O stretching	sulfate
	1200-1185			
	1410-1380	strong	S=O stretching	sulfonyl chloride
	1204-1177			
	1400-1000	strong	C-F stretching	fluoro compound
	1390-1310	medium	O-H bending	phenol
	1372-1335	strong	S=O stretching	sulfonate
	1195-1168			

1370-1335	strong	S=O stretching	sulfonamide	
1170-1155				
1350-1342	strong	S=O stretching	sulfonic acid	
1165-1150				
1350-1300	strong	S=O stretching	sulfone	
1160-1120				
1342-1266	strong	C-N stretching	aromatic amine	
1310-1250	strong	C-O stretching	aromatic ester	
1275-1200	strong	C-O stretching	alkyl aryl ether	
1075-1020				
1250-1020	medium	C-N stretching	amine	
1225-1200	strong	C-O stretching	vinyl ether	
1075-1020				
1210-1163	strong	C-O stretching	ester	
1205-1124	strong	C-O stretching	tertiary alcohol	
1150-1085	strong	C-O stretching	aliphatic ether	
1124-1087	strong	C-O stretching	secondary alcohol	
1085-1050	strong	C-O stretching	primary alcohol	
1070-1030	strong	S=O stretching	sulfoxide	
1050-1040	strong, broad	CO-O-CO stretching	anhydride	
1000-650 cm <sup>-1</sup>				
1000-650 cm <sup>-1</sup>	995-985	strong	C=C bending	alkene
	915-905			
	980-960	strong	C=C bending	alkene
	895-885	strong	C=C bending	alkene
	850-550	strong	C-Cl stretching	halo compound
	840-790	medium	C=C bending	alkene
	730-665	strong	C=C bending	alkene
	690-515	strong	C-Br stretching	halo compound
	600-500	strong	C-I stretching	halo compound
900-700 cm <sup>-1</sup>				
900-700 cm <sup>-1</sup>	880 ± 20	strong	C-H bending	1,2,4-trisubstituted
	810 ± 20			
	880 ± 20	strong	C-H bending	1,3-disubstituted
	780 ± 20			
	(700 ± 20)			
	810 ± 20	strong	C-H bending	1,4-disubstituted or 1,2,3,4-tetrasubstituted
	780 ± 20	strong	C-H bending	1,2,3-trisubstituted
	(700 ± 20)			
	755 ± 20	strong	C-H bending	1,2-disubstituted
	750 ± 20	strong	C-H bending	monosubstituted
	700 ± 20			benzene derivative

(Merck KGaA, 2019)

### 2.7.5. Daerah Sidik Jari

Bentuk spektrum inframerah:



Gambar 2.9 Spektrum Inframerah Daerah Sidik Jari

(Dachriyanus, 2004)

Setiap sinyal disebabkan oleh energi yang diserap pada frekuensi tertentu dari radiasi inframerah sehingga terjadi vibrasi ikatan di dalam molekul. Beberapa sinyal sangat mudah digunakan untuk mengidentifikasi jenis ikatan tertentu dalam molekul. Daerah di sebelah kanan diagram (dari 1500 sampai 500  $\text{cm}^{-1}$ ) biasanya mengandung bentuk absorban yang sangat kompleks. Hal ini disebabkan karena seluruh jenis vibrasi bending molekul menyerap pada daerah ini. Daerah ini disebut dengan **daerah sidik jari**. Sangat sulit untuk menganalisa jenis ikatan pada daerah ini. Kegunaan yang terpenting dari daerah sidik jari adalah setiap senyawa memberikan pola yang berbeda pada daerah ini (Dachriyanus, 2004).

## 2.8 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis adalah pengukuran panjang gelombang dan intensitas sinar ultraviolet dan cahaya tampak yang diabsorpsi oleh sampel. Sinar ultraviolet dan cahaya tampak memiliki energi yang cukup untuk mempromosikan elektron pada kulit terluar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Spektroskopi UV-Vis biasanya digunakan untuk molekul dan ion anorganik atau kompleks di dalam larutan. Spektrum UV-Vis mempunyai bentuk lebar dan hanya sedikit informasi tentang struktur yang bisa didapatkan dari spektrum ini. Tetapi spektrum ini sangat berguna untuk pengukuran secara kuantitatif. Konsentrasi analit di dalam larutan bisa ditentukan dengan mengukur absorban pada panjang gelombang tertentu dengan

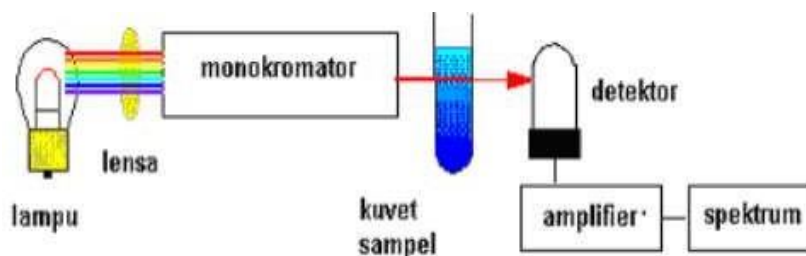
menggunakan hukum Lambert-Beer. Sinar ultraviolet berada pada panjang gelombang 200-400 nm sedangkan sinar tampak berada pada panjang gelombang 400-800 nm (Dachriyanus, 2014).

### 2.8.1 Tipe-tipe Spektrofotometer UV-Vis

Pada umumnya terdapat dua tipe instrument spektrofotometer, yaitu *single-beam* dan *double-beam* (Suhartati, 2017).

#### a. *Single-beam instrument*

*Single-beam instrument* digunakan untuk kuantitatif dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tunggal. *Single-beam instrument* mempunyai beberapa keuntungan yaitu sederhana, harganya murah dan mengurangi biaya yang ada merupakan keuntungan yang nyata. Beberapa instrument menghasilkan *single-beam instrument* untuk pengukuran sinar ultra violet dan sinar tampak.



Gambar 2.10 Skema alat spektrofotometer UV-Vis (*single beam*)

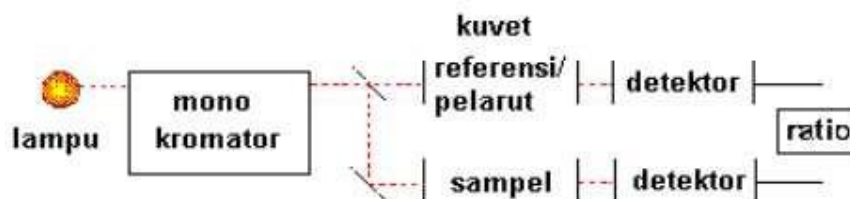
(Dachriyanus, 2014)

#### b. *Double-beam instrument*

*Double-beam instrument* mempunyai dua sinar yang dibentuk oleh potongan cermin yang berbentuk V yang disebut pemecah sinar. Sinar pertama melewati larutan blanko dan sinar kedua secara serentak melewati sampel.

Sumber sinar polikromatis, untuk sinar UV adalah lampu deuterium, sedangkan sinar visibel atau sinar tampak adalah lampu wolfram. Monokromator pada spektrofotometer UV-Vis digunakan lensa prisma dan filter optik. Sel sampel berupa kuvet yang terbuat dari kuarsa atau gelas dengan lebar yang bervariasi. Detektor berupa detektor foto atau detektor panas atau detektor diodi foto, berfungsi menangkap cahaya yang diteruskan dari sampel dari sampel dan mengubahnya

menjadi arus listrik. Diagram spektrofotometer UV-Vis (*Double-beam*) dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.11 Skema spektrofotometer UV-Vis (*Double-beam*)

(Dachriyanus, 2014)

### 2.8.2 Instrumentasi Spektrofotometer UV-Vis

Komponen-komponen spektrofotometer UV-Vis meliputi sumber-sumber sinar, monokromator, dan sistem optik (Gandjar & Rohman, 2012).

#### a. Sumber sinar

Sumber sinar atau lampu merupakan 2 lampu yang terpisah, yang secara bersama-sama, mampu menjangkau keseluruhan daerah spektrum ultraviolet dan tampak. Untuk sinar tampak, digunakan lampu tungsten. Lampu ini terbuat dari logam tungsten. Lampu tungsten mengemisikan sinar pada panjang gelombang 350 – 2000 nm, karenanya cocok untuk kolorimetri.

Untuk senyawa-senyawa yang menyerap di spektrum daerah ultraviolet, digunakan lampu deuterium. Deuterium merupakan salah satu isotop hidrogen, yang mempunyai satu neutron lebih banyak dibanding hidrogen biasa dalam inti atomnya. Suatu lampu deuterium merupakan sumber energi tinggi yang mengemisikan sinar pada panjang gelombang 200 – 370 nm dan digunakan untuk semua spektroskopi dalam daerah spektrum ultraviolet.

#### b. Monokromator

Pada kebanyakan pengukuran kuantitatif, sinar harus bersifat *monokromatik*, yakni sinar dengan satu panjang gelombang tertentu. Hal ini dicapai dengan dengan melewatkan sinar polikromatik (yakni sinar dengan beberapa panjang gelombang) melalui suatu monokromator. Terdapat 2 jenis monokromator dalam spektrofotometer modern; yaitu *prisma* dan *kisi difraksi*.

Prisma merupakan suatu lempeng kuarsa yang membiaskan (atau membelokkan) sinar yang melaluinya. Banyaknya pembiasan tergantung pada panjang gelombang sinar, dengan demikian sinar putih dapat terpecah dalam warna penyusunan-penyusunnya melalui suatu prisma. Prisma selanjutnya berputar untuk memilih panjang gelombang tertentu yang diperlukan untuk pengujian. Pengaruh ini identik dengan pembentukan pelangi jika sinar cahaya matahari terpecah ke dalam 7 komponen warnanya (merah, jingga, kuning, hijau, biru, nila, dan violet) melalui pembiasan tetesan-tetesan air hujan.

Suatu kisi difraksi merupakan kepingan kecil gelas bercermin yang didalamnya terdapat sejumlah garis yang berjarak sama yang terpotong-potong, beberapa ribu per millimeter kisi, untuk memberikan struktur yang nampak seperti suatu sisir kecil. Jarak antar potongan kurang lebih sama dengan panjang gelombang sinar matahari sehingga berkas sinar monokromatik akan terpisah ke dalam komponen-komponen panjang gelombangnya oleh suatu kisi. Kisi selanjutnya diputar untuk memilih panjang gelombang yang diinginkan dalam pengujian.

c. Detektor

Setelah sinar melalui sampel, maka penurunan intensitas apapun yang disebabkan oleh absorpsi diukur dengan suatu detektor. Detektor biasanya merupakan kepingan elektronik yang disebut dengan tabung pengganda foton, yang bereaksi untuk mengubah intensitas berkas sinar ke dalam sinyal elektrik yang dapat diukur dengan mudah, dan juga bereaksi sebagai suatu pengganda (*amplifier*) untuk meningkatkan kekuatan sinyal. Sinar masuk ke tabung dan mengenai katoda; hal ini akan melepaskan elektron, yang akan tertarik pada suatu anoda. Ketika elektron menyerang/mengenai anoda ini maka akan melepaskan beberapa elektron, yang tentunya akan tertarik pada anoda di atas, yang mana proses ini akan terulang. Dalam cara ini, suatu aliran elektron dihasilkan dan sinyal dikuatkan/diamplifikasi.

Begitu sinyal elektrik meninggalkan tabung pengganda foton, maka sinyal elektrik tersebut akan menuju perekam untuk menampilkan spektrum serapannya.



### 2.8.3 Spektrum UV-Vis

Spektrum UV-Vis digambarkan dalam bentuk dua dimensi, dengan absis merupakan panjang gelombang dan ordinat merupakan absorban (serapan). Umumnya spektrum UV-Vis berbentuk pita lebar, pita melebar dari spektrum UV-Vis disebabkan karena energi yang diabsorpsi selain menyebabkan transisi elektronik terjadi pula transisi rotasi elektron dan vibrasi elektron ikatan dalam molekul. Perbedaan energi transisi-transisi ini kecil, dan transisi dapat terjadi dari keadaan dasar mana saja ke keadaan transisi yang mana saja, akibatnya maka diperoleh pita yang lebar (Suhartati, 2017).

Semakin banyak sinar diabsorpsi oleh sampel organik pada panjang gelombang tertentu, semakin tinggi absorban, yang dinyatakan dalam hukum Lambert-Beer (Suhartati, 2017):

$$A = \log I_0/I = a \cdot b \cdot c = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Keterangan:

A = absorban

a = absorptivitas ( $\text{g}^{-1} \text{cm}^{-1}$ )

b = lebar sel yang dilalui sinar (cm)

c = konsentrasi (mol/L)

$\epsilon$  = ekstinsi (absorptivitas) molar ( $\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$ )

$I_0$  = intensitas sinar sebelum melalui sampel

= intensitas sinar setelah melalui sampel

Perbandingan logaritma  $I_0$  dengan I menyatakan seberapa besar sinar tersebut diabsorpsi oleh sampel.

Nilai ekstinsi molar ( $\epsilon$ ) dapat dihitung berdasarkan spektrum UV-Vis menggunakan persamaan Lambert-Beer, nilai  $\epsilon$  penting dalam penentuan struktur, karena terkait dengan transisi elektron yang dibolehkan atau transisi elektron terlarang. Dari nilai ini akan dapat diperkirakan kromofor dari senyawa yang dianalisis. Dengan menggunakan persamaan Lambert-Beer, dapat dihitung berapa konsentrasi suatu senyawa dalam suatu pelarut (Suhartati, 2017).

## **BAB 3**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Farmasi Institut Sains dan Teknologi Nasional Jakarta, Laboratorium Pusat Studi Biofarmaka LPPM-Institut Pertanian Bogor, Laboratorium Kimia SMK Bani Saleh Bekasi mulai bulan Maret-April'21

#### **3.2 Sampel Penelitian**

Sampel penelitian adalah 3 jenis jamu sesak napas yang diperoleh dengan merek yang berbeda untuk dianalisis. Ketiga jenis sampel diberi kode "A", "B", dan "C". Sampel jamu sesak napas yang dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif dalam penelitian ini didasarkan pada merek produk yang didapat di Kota Bekasi. Pengambilan sampel dikriteriakan dalam bentuk serbuk dan belum kadaluarsa.

#### **3.3 Prinsip Penelitian**

Sampel dari jamu sesak napas diekstraksi dengan eter, kemudian ekstrak eter diuapkan. Sisa penguapan dilarutkan dengan etanol kemudian diidentifikasi secara Kromatografi Lapis Tipis Preparatif, FTIR dan Spektrofotometri UV-Vis.

#### **3.4 Alat dan Bahan**

##### **3.4.1 Alat**

- a. Chamber
- b. Lempeng silika gel GF 254
- c. Lempeng KLT<sub>p</sub>
- d. Aluminium foil
- e. Erlenmeyer
- f. Beaker glass
- g. Corong pisah
- h. *Sentrifuge*
- i. Kertas saring

- j. Pipet kapiler
- k. Batang pengaduk
- l. Cawan uap
- m. Water bath
- n. Neraca analitik
- o. Gelas ukur
- p. Pipet mikro
- q. Pipet ukur
- r. Spektrofotometer FTIR
- s. Spektrofotometer UV-Vis

### 3.4.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- a. Baku pembanding : Teofilin
- b. Sampel : Jamu Sesak Napas dengan kode “A”, “B” dan “C”
- c. Penyari : Eter
- d. Pelarut : Aquades dan Etanol
- e. Pelarut untuk pembuatan fase gerak:

Kloroform, Etanol, Etil asetat, Asam glasial, Aquades, Metanol

## 3.5 Langkah Kerja

### 3.5.1 Pembuatan Larutan Uji

Sejumlah satu dosis cuplikan jamu sediaan serbuk dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL, ditambahkan 50 mL air panas, asamkan dengan HCl 0,1 N hingga pH 3, pisahkan fase padatan dengan cair menggunakan *sentrifuge* selama 15-30 menit. Kemudian diekstraksi menggunakan 15 mL eter. Ekstrak eter diuapkan. Sisa penguapan dilarutkan dalam 5 mL etanol (Feladita & Purnama, 2016).

### 3.5.2 Pembuatan Larutan Spike

Sejumlah satu dosis cuplikan jamu sediaan serbuk dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL ditambahkan 20 mg baku teofilin, ditambahkan 50 mL air panas, asamkan dengan HCl 0,1 N hingga pH 3, pisahkan fase padatan dengan cair

menggunakan sentrifuge selama 15-30 menit. Kemudian diekstraksi menggunakan 15 mL eter. Ekstrak eter dan diuapkan. Sisa penguapan dilarutkan dalam 5 mL etanol (Feladita & Purnama, 2016).

### **3.5.3 Pembuatan Baku Pembanding Teofilin**

Dibuat baku teofilin 0,1% b/v dalam etanol. Baku pembanding teofilin ditimbang sebanyak 100 mg dimasukkan ke dalam labu ukur, dilarutkan dengan etanol hingga 100 mL (Feladita & Purnama, 2016).

### **3.5.4 Orientasi Fase Gerak**

Baku teofilin dielusi dengan beberapa macam fase gerak yang terlebih dahulu terhadap 3 eluen berbeda menggunakan. Kemudian dari ketiga eluen dibandingkan dan dipilih mana yang terbaik. Eluen tersebut adalah:

- a. Kloroform-etanol (80:20) (Feladita & Purnama, 2016).
- b. Etil asetat-asam asetat glasial-aquades (11:5:1) (Wulandari dkk, 2013).
- c. Etil asetat-metanol-asam asetat glasial (80:10:10) (Nurdianti, 2017).

### **3.5.5 Identifikasi dengan KLT<sub>P</sub>**

Sampel dipisahkan dengan metode KLT<sub>P</sub>. Pengembang digunakan berdasarkan uji KLT dan fase diam silika gel GF 254. Noda pada plat KLT<sub>P</sub> dapat dilihat melalui lampu UV. Noda yang dihasilkan dikerok untuk analisis Spektrofotometri UV-Vis dan FTIR.

### **3.5.6 Analisis Secara Spektrofotometri UV-Vis**

#### **3.5.6.1. Pembuatan Larutan Baku**

Hasil kerokan larutan baku pada KLT<sub>P</sub> dilarutkan dengan fase gerak terbaik sebanyak 10 mL kemudian dibuat satu seri konsentrasi larutan baku dengan mengencerkan dari larutan baku induk.

#### **3.5.6.2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Baku**

Larutan baku diukur serapannya pada panjang gelombang 240 – 350 nm. Panjang gelombang maksimum tersebut digunakan untuk menentukan kurva baku.

#### **3.5.6.3. Pembuatan Kurva Larutan Baku**

Satu seri konsentrasi larutan baku diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum dan dibuat persamaan regresinya.

#### **3.5.6.4. Pembuatan Larutan Uji**

Hasil kerokan sampel dilarutkan dengan fase gerak terbaik sebanyak 10 mL untuk kemudian diukur pada spektrofotometri UV-Vis.

#### 3.5.6.5. Pengukuran Larutan Uji

Larutan uji diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum, lalu kadar dalam sampel dihitung berdasarkan persamaan garis regresinya. Dihitung konsentrasi bahan kimia obat dengan menggunakan rumus perbandingan pendekatan:

$$C_s = \frac{A_s \cdot C_b}{A_b}$$

Keterangan:

$A_s$  = Serapan sampel

$C_s$  = Konsentrasi sampel

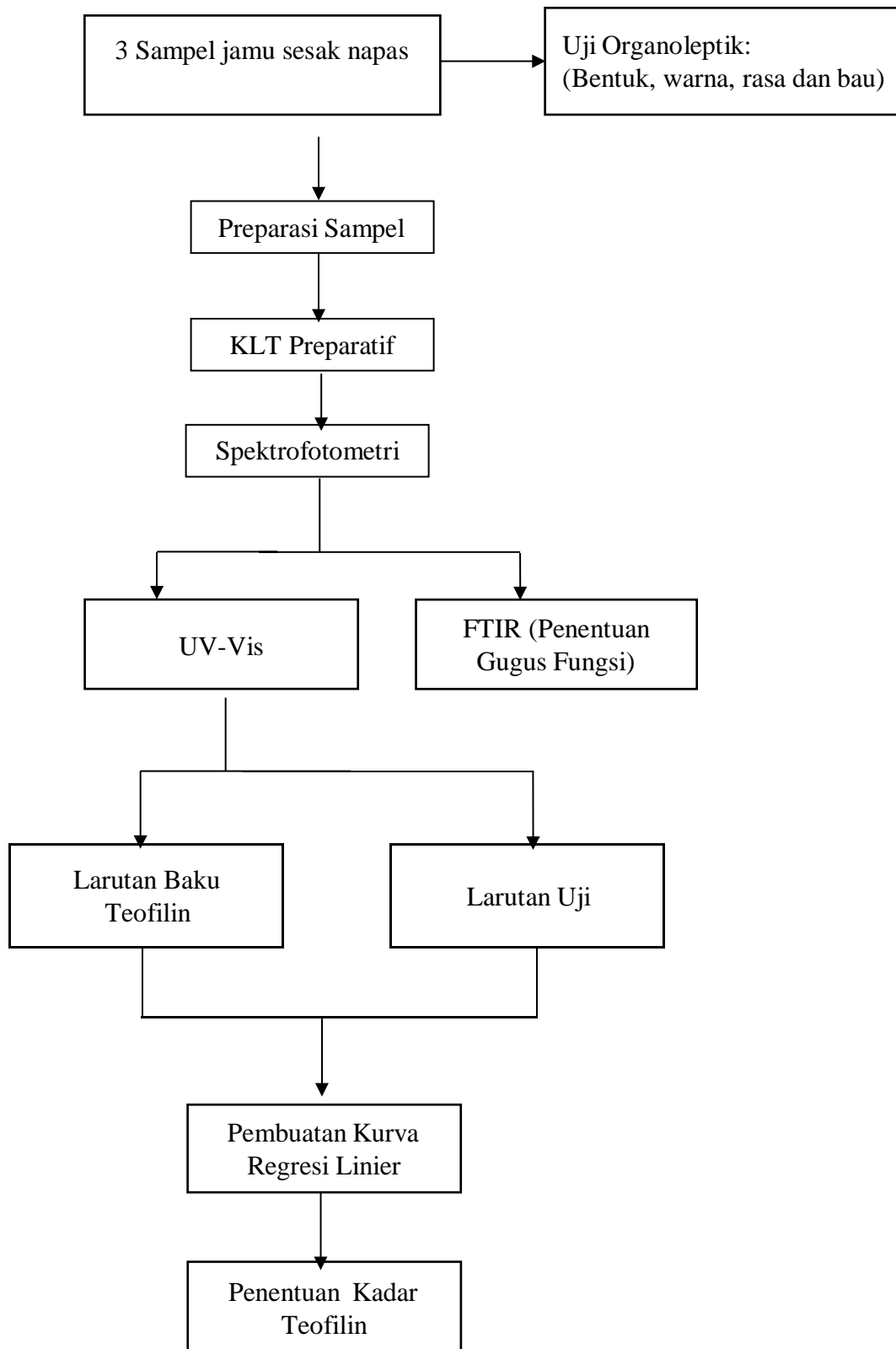
$A_b$  = Serapan Baku Standar

$C_b$  = Konsentrasi Baku Standar

#### 3.5.7 Analisis secara FTIR

Larutan uji kemudian juga dianalisis menggunakan spektrofotometri FTIR untuk melihat bilangan gelombangnya lalu ditentukan gugus fungsinya.

### 3.6 Skema Penelitian



Gambar 3.1 Skema Penelitian

## BAB 4 PEMBAHASAN

### 4.1 Hasil Uji Organoleptik

Hasil uji organoleptik sampel jamu sediaan serbuk dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 4.1 Hasil Uji Organoleptik Sampel Jamu Sediaan Serbuk

<b>Sampel</b>	A	B	C
<b>Bentuk</b>	Serbuk	Serbuk	Serbuk
<b>Warna</b>	Hijau kekuningan	Kuning	Kuning
<b>Rasa</b>	Pahit	Pahit & sedikit pedas	Pahit
<b>Bau</b>	Khas	Khas	Khas
<b>No. Registrasi</b>	Ada	Ada	Ada (palsu)
<b>Tgl. Kadaluarsa</b>	02 Aug 21	20/12/20	19/09/21

Berdasarkan tabel uji organoleptik, semua sampel mempunyai bentuk sediaan serbuk, dan bau yang khas. Perbedaan tiap sampel terdapat pada rasa dan warna, dimana sampel A dan C berasa pahit sedangkan sampel B berasa pahit dan sedikit pedas; untuk warnanya sampel A berwarna hijau kekuningan, sampel B dan C berwarna kuning. Selain itu pada tiap kemasan sampel terdapat nomor registrasi akan tetapi pada sampel C nomor yang tercantum palsu atau tidak terdaftar pada BPOM.

### 4.2 Hasil Identifikasi Dengan KLT<sub>P</sub>

Identifikasi teofilin pada jamu sediaan serbuk dilakukan dengan metode kromatografi lapis tipis preparatif (KLT<sub>P</sub>). Identifikasi dilakukan pada 3 jenis sampel jamu sesak napas sediaan serbuk yang beredar di Kota Bekasi. Sampel dapat memisah berdasarkan komponen-komponen senyawa dengan memilih fase gerak yang sesuai. Pada penelitian ini fase gerak yang digunakan adalah etil asetat : metanol : asam asetat glasial (80 : 10 : 10).

Tabel 4.2 Identifikasi Teofilin Secara KLT<sub>P</sub>

No	Sampel/Baku	Tinggi Bercak (cm)	Jarak Rambat (cm)	Harga R <sub>f</sub>	Hasil
1	Larutan uji: sampel A	15,6	17	0,92	(+)
2	Larutan uji: sampel B	15,4	17	0,91	(+)
3	Larutan uji: sampel C	15,8	17	0,93	(+)
4	Larutan Spike: AA	15,6	17	0,92	(+)
5	Larutan spike: BB	15,4	17	0,91	(+)
6	Larutan spike: CC	15,4	17	0,91	(+)
7	Baku	15,5	17	0,91	(+)

Keterangan: (+) = Positif mengandung teofilin

(-) = Negatif mengandung teofilin

Berdasarkan hasil identifikasi dengan KLT<sub>P</sub> yang dilakukan terhadap 3 jenis jamu sesak napas sediaan serbuk, semua sampel positif mengandung teofilin. Hal ini disebabkan karena sampel tersebut memiliki harga R<sub>f</sub> yang hampir sama dengan baku pembandingan teofilin yaitu 0,92; 0,91 dan 0,93 dimana R<sub>f</sub> dari baku pembandingan teofilin yaitu 0,91 (Lampiran 5).

### 4.3 Hasil Analisis Dengan Spektrofotometri UV-Vis

Dari 3 jamu sesak napas yang telah diidentifikasi dengan KLT<sub>P</sub>, bercak yang terbentuk dikerok lalu dilarutkan dengan pelarut yang cocok yaitu fase gerak yang digunakan. Selanjutnya dilakukan analisis dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat absorbansi dan menetapkan kadar teofilin yang terkandung dalam sampel jamu sesak napas sediaan serbuk.

Analisis dimulai dengan membuat larutan baku seri dengan konsentrasi 0.23 bpj, 0.14 bpj, 0.08 bpj dan 0.05 bpj untuk menentukan kurva kalibrasi larutan standar teofilin. Deret larutan tersebut diukur serapan pada panjang gelombang maksimum. Untuk mengukur panjang gelombang maksimum larutan standar diukur pada rentang gelombang 240-350 nm. Berdasarkan pengukuran diperoleh panjang gelombang maksimum larutan baku standar teofilin yaitu 261 nm (Lampiran 8).



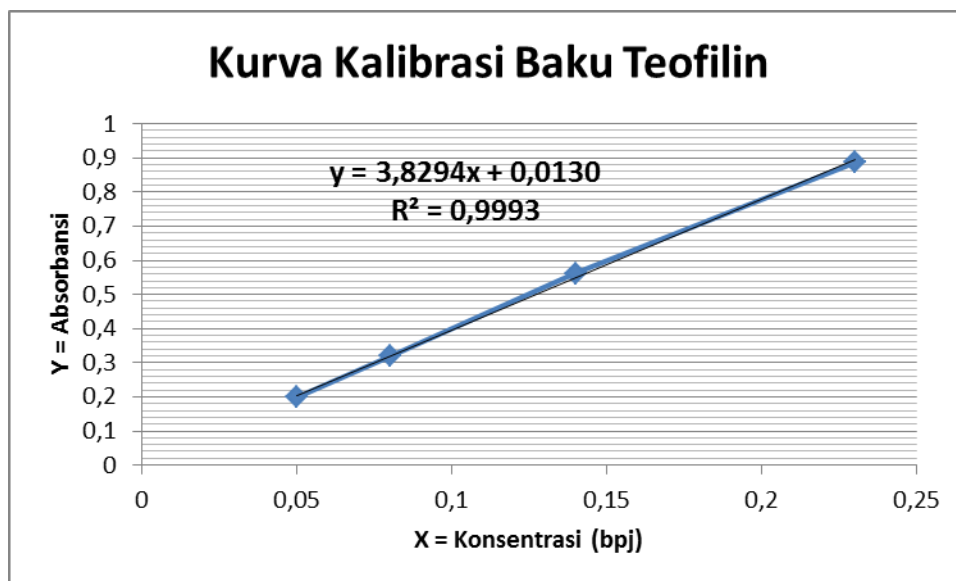
Larutan baku seri yang telah dibuat masing-masing diukur absorbansinya pada panjang gelombang 261 nm. Hasil absorbansi dari larutan baku seri beberapa konsentrasi dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 4.3 Hasil absorbansi larutan baku seri teofilin pada panjang gelombang 261 nm.

No	Konsentrasi (bpj)	Absorbansi
1	0.05	0,1983
2	0.08	0,3198
3	0.14	0,5609
4	0.23	0,8876

Hasil absorbansi yang baik berada pada rentang antara 0,2 sampai 0,8. Tabel 4.3 menunjukkan absorbansi pada rentang tersebut. Berdasarkan hasil penelitian yang didapat menunjukkan nilai absorbansi yang baik.

Hasil dari absorbansi dibuat kurva kalibrasi dengan y merupakan absorbansi dan x adalah konsentrasi larutan.



Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Baku Standar Teofilin

Berdasarkan hasil perhitungan persamaan regresi kurva diperoleh persamaan garis  $y = 3,8294x + 0,0130$  dengan koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,9993. Dari hasil tersebut dapat dikatakan bahwa terdapat korelasi yang positif antara kadar dan serapan. Hal ini berarti dengan meningkatnya konsentrasi, maka serapan juga akan meningkat. Kurva kalibrasi baku

teofilin juga menunjukkan garis lurus sehingga Hukum Lambert-Beer telah terpenuhi. Konsentrasi teofilin dalam sampel dapat dihitung dengan memasukkan data absorbansi ke dalam nilai “y” dari persamaan regresi linier. Hasil analisis teofilin dalam sampel secara Spektrofotometri UV-Vis dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 4.4 Hasil Analisis Sampel secara Spektrofotometri UV-Vis

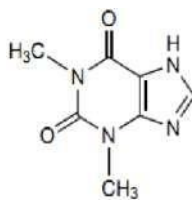
No	Sampel	Berat sampel (mg)	Absorbansi	Konsentrasi (bpj)	Kadar (% b/b)	Kadar rata-rata (% b/b)
1	A	6840	1,3534	0,3500	0,0640	0,0640
		6840	1,3535	0,3501	0,0640	
		6840	1,3535	0,3501	0,0640	
2	B	6340	1,026	0,2645	0,0522	0,0522
		6340	1,025	0,2643	0,0521	
		6340	1,027	0,2648	0,0522	
3	C	5800	1,1081	0,2860	0,0616	0,0616
		5800	1,1082	0,2860	0,0616	
		5800	1,1083	0,2860	0,0616	

Berdasarkan hasil analisis menggunakan Spektrofotometri UV-Vis, nilai persentase konsentrasi Teofilin yang diperoleh setelah pengukuran pada sampel A sebesar 0,0640%, sampel B sebesar 0,0522% dan sampel C sebesar 0,0616%.

Dari hasil pengukuran sampel diatas, dapat dinyatakan sampel positif mengandung teofilin. Apabila jamu mengandung teofilin maka akan sangat berbahaya untuk dikonsumsi mengingat jamu adalah bahan alam yang dikonsumsi secara rutin tanpa pengawasan dari tenaga medis. Apabila masyarakat mengonsumsi jamu yang mengandung teofilin akan mengalami risiko takikardi, aritmia, palpitasi, mual, gangguan saluran cerna, sakit kepala dan insomnia (Feladita & Purnama, 2016).

#### 4.4 Hasil Analisis Dengan Spektrofotometri FTIR

Dari 3 jenis sampel jamu sesak napas tersebut di analisis gugus fungsinya menggunakan spektrofotometri FTIR untuk memastikan kembali kandungan yang terdapat pada sampel tersebut. Berikut adalah hasil analisis secara Spektrofotometri FTIR.



Gambar 4.2 Rumus Struktur Teofilin  
(Anonim, 1995)

Tabel 4.5 Hasil Analisis Sampel Jamu secara Spektrofotometri FTIR

No	Sampel	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) Literatur (*)		Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) Sampel	Prediksi Vibrasi Gugus Ikatan Pada Sampel
1	A	CH <sub>3</sub> stretching	3000 – 2700	2866,02	CH <sub>3</sub>
		C=O stretching	1900 – 1650	1909,50	C=O
		C=C stretching	1650 – 1566	1642,46	C=C (aromatik)
		C-N stretching	1342 – 1266	1295,64	C-N (amin aromatik)
2	B	CH <sub>3</sub> stretching	3000 – 2700	2864,02	CH <sub>3</sub>
		C=O stretching	1900 – 1650	1893,06	C=O
		C=C stretching	1650 – 1566	1643,38	C=C (aromatik)
		C-N stretching	1342 – 1266	1303,12; 1274,44	C-N (amin aromatik)
3	C	CH <sub>3</sub> stretching	3000 – 2700	2865,09	CH <sub>3</sub>
		C=O stretching	1900 – 1650	1893,46; 1745,41	C=O
		C=C stretching	1650 – 1566	1643,27	C=C (aromatik)
		C-N stretching	1342 – 1266	1309,64; 1273,35	C-N (amin aromatik)

(\*) 1. Dachriyanus, 2004  
2. Merck KgaA, 2019

Berdasarkan hasil analisis dengan menggunakan Spektrofotometri FTIR didapatkan bilangan-bilangan gelombang yang menunjukkan jenis ikatan dari suatu zat yang terkandung dalam sampel. Dari bilangan gelombang yang terbentuk pada ketiga sampel diduga terdapat adanya gugus CH<sub>3</sub> pada bilangan gelombang 2866,02 cm<sup>-1</sup>; 2864,02 cm<sup>-1</sup> dan 2865,09 cm<sup>-1</sup>.

Pada ketiga sampel juga menunjukkan bilangan gelombang yang menunjukkan adanya gugus C=O dan C=C aromatik. Bilangan gelombang tersebut berturut-turut yaitu pada sampel A 1909,50  $\text{cm}^{-1}$  dan 1642,46  $\text{cm}^{-1}$ ; sampel B 1893,06  $\text{cm}^{-1}$  dan 1643,38  $\text{cm}^{-1}$ ; sampel C 1893,46  $\text{cm}^{-1}$ ; 1745,41  $\text{cm}^{-1}$  dan 1643,27  $\text{cm}^{-1}$ . Sedangkan untuk gugus C-N (amin aromatik) pada ketiga sampel ditunjukkan dengan bilangan gelombang 1295,64  $\text{cm}^{-1}$  pada sampel A, 1303,12  $\text{cm}^{-1}$  dan 1274,44  $\text{cm}^{-1}$ ; pada sampel B, 1309,64  $\text{cm}^{-1}$  dan 1273,35  $\text{cm}^{-1}$  pada sampel C. Dari hasil tersebut sampel diduga terdapat gugus fungsi  $\text{CH}_3$ , C=O, C=C aromatik dan C-N (amin aromatik) yang mana gugus fungsi ini merupakan gugus fungsi yang dimiliki oleh teofilin (Dachriyanus, 2014) (Merck KGaA, 2019).

Semua sampel jamu dapat dinyatakan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 006 Tahun 2012 tentang Industri dan Usaha Obat Tradisional, pada Bab IV Penyelenggaraan Pasal 37 dan melanggar Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 007 Tahun 2012 Tentang Izin Usaha Industri Obat Tradisional dan Pendaftaran Obat Tradisional, Bab II Izin Edar Pasal 7 yang menyatakan bahwa obat tradisional dilarang mengandung bahan kimia obat yang merupakan hasil isolasi atau sintetik berkhasiat obat.

## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

- a. Identifikasi dengan  $KLTP$  menunjukkan hasil yang positif mengandung teofilin dengan harga  $R_f$  pada masing-masing sampel yaitu 0,92; 0,91 dan 0,93.
- b. Kadar pada sampel A sebesar 0,125%; sampel B 0,0945% dan sampel C 0,143%.
- c. Spektrum IR yang terbentuk pada ketiga sampel menunjukkan bilangan gelombang dari gugus fungsi  $CH_3$ ,  $C=O$ ,  $C=C$  aromatik dan  $C-N$  (amin aromatik) yang merupakan gugus fungsi dari teofilin.

#### 5.2 Saran

- a. Perlu dilakukan analisis terhadap bahan kimia obat lain yang terkandung dalam jamu sesak napas.

## DAFTAR REFERENSI

- Agustina, I. 2006. *Metode Cepat Untuk Kuantifikasi Teofilin Dalam Sediaan Farmasi Secara Spektrofotometri Derivatif Ultraviolet*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Bahaya Bahan Kimia Obat (BKO) Yang Dibubuhkan Ke Dalam Obat Tradisional (Jamu)*. 2006. Jakarta: Badan Pengawas Obat Dan Makanan.
- Cartika H. 2016. *Kimia Farmasi*. Jakarta: Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi (LPTIK) Universitas Andalas.
- Endarini LH. 2016. *Farmakognosi Dan Fitokimia*. Jakarta: Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.
- Farmakope Indonesia Edisi IV*. 1995. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Feladita N, Purnama RC. 2016. Identifikasi Teofilin Dalam Jamu Asma Sediaan Serbuk Yang Beredar Di Pasar-Pasar Di Kecamatan Tanjung Karang Pusat Secara Kromatografi Lapis Tipis. *Jurnal Analis Farmasi Volume 1*. Hal 2015-210.
- Gandjar IG, Rohman A. 2012. *Analisis Obat Secara Spektroskopi dan Kromatografi*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Ganiswarna SG. 2001. *Farmakologi Dan Terapi Edisi 4*. Jakarta: Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia.
- Harmita. 2015. *Analisis Fisikokimia Kromatografi Volume 2*. Jakarta : EGC.
- Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.00.05.4.2411 Tahun 2004 Tentang Ketentuan Pokok Pengelompokkan Dan Penandaan Obat Bahan Alam Indonesia.
- Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 661/Menkes/SK/VII/1994 Tentang Persyaratan Obat Tradisional.
- Leba MAU, 2017. *Buku Ajar Ekstraksi Dan Real Kromatografi*. Yogyakarta : Deepublish.
- Materi Edukasi Tentang Peduli Obat Dan Pangan Aman*. 2015. Badan Pengawas Obat Dan Makanan. Jakarta.
- Merck KGaA. *IR Spectrum Table & Chart*. September 3, 2019. <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/biology/ir-spectrum-table.html>
- Murdopo. 2014. *Obat Herbal Tradisional*. Jakarta: Kementerian Perdagangan Republik Indonesia.

- Nurdianti. 2017. *Analisis Kafein Dalam Jamu Sesak Napas Yang Diperoleh Di Pasar Bojong GedeDepok*. Jakarta : Institut Sains Dan Teknologi Nasional.
- Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor 13 Tahun 2014 Tentang Pedoman Uji Klinik Obat Herbal.
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No 246/Menkes/Per/V/1990 BAB V Pasal 23 tentang larangan Bahan Kimia Obat dalam jamu.
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 006 Tahun 2012 Tentang Industri Dan Usaha Obat Tradisional.
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 007 Tahun 2012 Tentang Registrasi Obat Tradisional.
- Sari NK. 2010. *Analisa Instrumentasi Edisi Pertama*. Klaten : Yayasan Humaniora.
- Sastrohamidjojo H. 2013. *Dasar-Dasar Spektroskopi*. Yogyakarta : Gajah Mada University Press.
- Slamet, Setyo UD, Dewi S. 2018. Identifikasi Bahan Kimia Obat Pada Jamu rematik dan Asam Urat Yang Beredar Di Kabupaten/Kota Pekalongan Secara Kualitatif. *The 7<sup>th</sup> University Research Colloquium*. STIKES PKU Muhammadiyah Surakarta. Hal 544-548.
- Suhartati T. 2017. *Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-Vis Dan Spektrometri Massa Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Lampung : AURA.
- Sukandar dkk. 2013. *ISO Farmakoterapi Buku 1*. Jakarta : ISFI Penerbitan.
- Wulandari L, Retnaningtyas Y, Mustafidah D. 2013. *Pengembangan dan Validasi Metode Kromatografi Lapis Tipis Densitometri Untuk Penetapan Kadar Teofilin dan Efedrin Hidroklorida Secara Simultan Pada Sediaan Tablet*. ISSN 0853 – 2788. Hal 15-21.
- Wulandari L. 2011. *Kromatografi Lapis Tipis*. Jember : Tama