

## Detection of Chemical Drug Substances (CDS) in Herbal Medicines for Shortness of Breath Circulating on e-Marketplaces Using a Combination of TLC and FTIR Methods

### Deteksi Bahan Kimia Obat (BKO) Pada Jamu Sesak Napas Yang Beredar Di e-Marketplace Melalui Kombinasi Metode KLT dan FTIR.

Aulia Garnida Girvin <sup>a</sup>, Dedi Hanwar <sup>a\*</sup>

<sup>a</sup> Department of pharmacy, Faculty of pharmacy, Universitas Muhammadiyah Surakarta, Surakarta, Jawa Tengah, Indonesia.

\*Corresponding Authors: [dedi.hanwar@ums.ac.id](mailto:dedi.hanwar@ums.ac.id)

#### Abstract

The circulation of herbal medicines through e-marketplaces raises serious safety concerns due to the illegal addition of chemical drug substances to provide rapid therapeutic effects. This study aimed to detect chemical drug substances, specifically theophylline and chlorpheniramine maleate, in herbal medicines marketed for shortness of breath using a combination of *thin-layer chromatography* (TLC) and *Fourier transform infrared spectroscopy*. Qualitative analysis was conducted through optimization and validation of TLC using two mobile phase systems, followed by two-dimensional chromatography to enhance separation selectivity. The optimized systems demonstrated adequate separation with acceptable *resolution* values. The results showed that all herbal medicine samples had retention factor (*R<sub>f</sub>*) values comparable to the standard. FTIR confirmation showed typical absorption bands of chlorpheniramine maleate (CTM) and theophylline, so that all samples (5 of 5) were declared positive for containing chemical drugs, with CTM identified in samples 1 and 4 and theophylline in samples 2, 3, and 5. These findings indicate that some herbal medicines circulating in e-marketplaces contain chemical drugs, which are not in accordance with the provisions of traditional medicine regulations.

**Keywords:** Chemical drug substances, herbal medicine adulteration, thin-layer chromatography, Fourier transform infrared spectroscopy, traditional medicine safety

#### Abstrak

Peredaran jamu melalui e-marketplace menimbulkan kekhawatiran serius terhadap keamanan produk akibat penambahan bahan kimia obat secara ilegal untuk memberikan efek terapeutik yang cepat. Penelitian ini bertujuan untuk mendeteksi keberadaan bahan kimia obat, khususnya teofilin dan klorfeniramin maleat, dalam jamu yang diklaim dapat mengatasi sesak napas dengan menggunakan kombinasi metode kromatografi lapis tipis (KLT) dan spektroskopi inframerah transformasi Fourier. Analisis kualitatif dilakukan melalui optimasi dan validasi metode KLT menggunakan dua sistem fase gerak, kemudian dilanjutkan dengan kromatografi dua dimensi untuk meningkatkan selektivitas pemisahan. Sistem yang teroptimasi menunjukkan pemisahan yang memadai dengan nilai resolusi yang memenuhi kriteria penerimaan. Hasil menunjukkan bahwa semua sampel jamu memiliki nilai faktor retensi (*R<sub>f</sub>*) yang sebanding dengan standar. Konfirmasi dengan FTIR menunjukkan pita serapan khas chlorpheniramine maleate (CTM) dan teofilin. Hasilnya, seluruh sampel (5 dari 5) dinyatakan positif mengandung bahan kimia obat, dengan CTM teridentifikasi pada sampel 1 dan 4 serta teofilin pada sampel 2, 3, dan 5. Temuan ini mengindikasikan bahwa sebagian jamu yang beredar di e-marketplace mengandung bahan kimia obat, yang tidak sesuai dengan ketentuan peraturan obat tradisional.

**Kata Kunci:** Bahan kimia obat, pemalsuan obat herbal, kromatografi lapis tipis, spektroskopi inframerah transformasi Fourier, keamanan obat tradisional



Copyright © 2020 The author(s). You are free to : **Share** (copy and redistribute the material in any medium or format) and **Adapt** (remix, transform, and build upon the material) under the following terms: **Attribution** — You must give appropriate credit, provide a link to the license, and indicate if changes were made. You may do so in any reasonable manner, but not in any way that suggests the licensor endorses you or your use; **NonCommercial** — You may not use the material for commercial purposes; **ShareAlike** — If you remix, transform, or build upon the material, you must distribute your contributions under the same license as the original. Content from this work may be used under the terms of the [Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International \(CC BY-NC-SA 4.0\) License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

#### Article History:

Received: 26/11/2025,  
Revised: 29/01/2026  
Accepted: 30/01/2026,  
Available Online : 30/01/2026.

#### QR access this Article



<https://doi.org/10.36490/journal-jps.com.v9i1.1372>

## Pendahuluan

Saat ini penggunaan obat tradisional, berupa jamu masih banyak dimanfaatkan oleh masyarakat Indonesia sebagai alternatif pengobatan untuk berbagai keluhan kesehatan termasuk gangguan pernapasan seperti sesak napas. Tingginya tingkat kepercayaan masyarakat terhadap jamu didorong oleh persepsi bahwa produk berbahan alam relatif aman, mudah diperoleh, dan memiliki harga yang terjangkau. Seiring dengan meningkatnya minat tersebut, industri jamu mengalami perkembangan yang signifikan, baik dari sisi produksi maupun distribusi, termasuk melalui platform digital dan e-marketplace.

Namun demikian, pesatnya peredaran jamu tidak selalu diikuti dengan pengawasan mutu dan keamanan yang memadai. Salah satu permasalahan yang sering ditemukan adalah penambahan bahan kimia obat (BKO) secara ilegal oleh produsen untuk memberikan efek terapeutik yang cepat dan nyata. Praktik ini bertentangan dengan konsep dasar obat tradisional serta melanggar ketentuan peraturan yang berlaku [1]. Berdasarkan siaran pers Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) Republik Indonesia periode Juli 2025, BPOM menemukan 16 produk obat bahan alam (OBA) yang beredar secara ilegal dan positif mengandung BKO berbahaya. Temuan ini mencakup 16 produk OBA yang diuji melalui pengawasan, sampling, dan pengujian laboratorium terhadap 1.680 sampel yang beredar di pasaran; diantaranya produk-produk tanpa nomor izin edar (NIE), menggunakan NIE fiktif, maupun NIE yang sudah dibatalkan. Jenis BKO yang teridentifikasi antara lain sildenafil/tadalafil/nortadalafil (klaim menambah stamina/vitalitas), deksametason, parasetamol, klorfeniramin maleat, natrium diklofenak (klaim pegal linu), serta siproheptadin (klaim nafsu makan). Temuan ini menunjukkan bahwa praktik pemalsuan dan pencampuran ilegal jamu dengan bahan kimia obat masih menjadi permasalahan serius di Indonesia, khususnya pada produk yang beredar melalui jalur pemasaran daring. Selain itu, penambahan BKO berpotensi menimbulkan risiko kesehatan yang serius apabila dikonsumsi tanpa pengawasan tenaga medis.

Dalam kondisi tersebut, peredaran jamu melalui e-marketplace semakin meningkatkan risiko terhadap keamanan konsumen. Distribusi secara daring menyulitkan konsumen dalam menilai legalitas produk karena beberapa tantangan spesifik, antara lain anonimitas penjual, ketiadaan informasi izin edar yang dapat diverifikasi secara langsung, serta sulitnya penelusuran asal-usul dan produsen produk. Selain itu, sistem marketplace yang memungkinkan siapa pun membuka toko daring membuat pengawasan menjadi lebih kompleks dan membuka peluang bagi pelaku usaha ilegal untuk memasarkan produk jamu tanpa memenuhi persyaratan regulasi. Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 007/Menkes/Per/I/2012, sediaan obat tradisional secara tegas dilarang mengandung bahan kimia sintetis, sehingga setiap temuan bahan kimia obat (BKO) dalam jamu merupakan pelanggaran terhadap ketentuan hukum yang berlaku. Kondisi ini diperparah oleh keterbatasan literasi konsumen dalam membedakan produk jamu yang telah terdaftar resmi di BPOM dan produk ilegal. Oleh karena itu, pengawasan terhadap jamu yang beredar secara online menjadi tantangan penting dalam upaya perlindungan kesehatan masyarakat.

Dalam konteks jamu untuk gangguan pernapasan, beberapa penelitian melaporkan adanya penambahan BKO seperti teofilin dan chlorpheniramine maleate (CTM) [2]. Teofilin diketahui memiliki aktivitas sebagai bronkodilator, sedangkan CTM merupakan antihistamin yang digunakan untuk meredakan gejala alergi, termasuk gejala saluran pernapasan atas. Meskipun kedua senyawa tersebut memiliki manfaat farmakologis, penggunaannya secara tidak terkontrol dapat menimbulkan efek samping dan risiko toksisitas, terutama apabila digunakan dalam jangka panjang [3]. Oleh sebab itu, diperlukan metode analisis yang

mampu mendeteksi keberadaan BKO dalam jamu secara selektif dan reliabilitas yang memadai. Kromatografi Lapis Tipis (KLT) banyak digunakan sebagai metode skrining awal karena bersifat sederhana, cepat, dan ekonomis, sehingga memungkinkan analisis terhadap banyak sampel dalam waktu relatif singkat. Akan tetapi, metode ini memiliki keterbatasan dalam mengonfirmasi identitas senyawa secara spesifik apabila digunakan secara tunggal. Untuk mengatasi keterbatasan tersebut, spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR) dapat digunakan sebagai metode pendukung untuk mengidentifikasi gugus fungsi khas suatu senyawa. Dengan demikian, kombinasi KLT–FTIR memberikan sinergi analitik yang saling melengkapi, dengan KLT sebagai metode skrining cepat dan ekonomis serta FTIR sebagai metode konfirmatori berbasis gugus fungsi yang lebih spesifik. Kedua metode ini relatif mudah diakses di banyak laboratorium pengawasan, sehingga berpotensi diterapkan secara luas dalam deteksi BKO pada jamu yang beredar melalui e-marketplace [4].

## Metode Penelitian

### Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain; Lampu UV Camag 254 nm, neraca analitik, mikropipet 0,5 – 10 µL, alat gelas (Pyrex), sentrifuge, dan FT-IR Spectrometer PerkinElmer tipe Spectrum Two.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain; plat KLT Silika Gel 60 GF 254 nm, baku CTM, baku teofilin, etanol p.a, metanol p.a., isopropanol p.a., amonia p.a., dan sampel jamu sesak napas tanpa izin edar sebanyak 5 sampel yang dibeli secara online.

### Pengambilan Sampel

Sampel jamu sesak napas yang digunakan dalam penelitian ini berjumlah lima sampel yang dipilih secara purposive sampling. Kriteria pemilihan sampel meliputi jamu sesak napas yang tidak memiliki izin edar dari BPOM, diperoleh dari marketplace daring yang berbeda, serta memiliki klaim khasiat untuk meredakan sesak napas. Sampel yang digunakan merupakan sediaan serbuk. Setiap sampel diberi kode (Sampel 1 – Sampel 5) untuk memudahkan identifikasi selama proses analisis.

### Preparasi Larutan Baku

#### Pembuatan Larutan Baku CTM

Sebanyak 25 mg baku CTM ditimbang, selanjutnya dimasukkan ke dalam labu ukuran 5 mL, dan dilarutkan dengan etanol p.a hingga tanda batas, kemudian digojog hingga diperoleh larutan homogen.

#### Pembuatan Larutan Baku Teofilin

Sebanyak 25 mg baku teofilin ditimbang, selanjutnya dimasukkan ke dalam labu ukuran 5 mL, dan dilarutkan dengan etanol p.a hingga tanda batas, kemudian digojog hingga diperoleh larutan homogen.

### Preparasi Sampel

Sebanyak 1 bungkus sampel jamu sebanyak 7 g dilarutkan 30 mL etanol p.a, lalu diaduk hingga homogen dan saring. Kemudian diencerkan dengan mengambil 2,5 mL sampel ad 5 mL etanol p.a, digojog hingga diperoleh larutan homogen.

### Optimasi Fase Gerak

Optimasi fase gerak dalam KLT dilakukan dengan menggunakan 2 fase gerak yaitu campuran etil asetat : metanol : amonia dan isopropanol : amonia dengan berbagai perbandingan. Ditotolkan standar CTM, standar teofilin, dan campuran kedua standar (CTM dan isopropanol) pada plat KLT ukuran 7 x 3 cm. Masing-masing fase gerak diuji dengan rasio komposisi yang berbeda yaitu etil asetat : metanol : amonia (3 : 1,5 : 0,5, 4 : 0,5 : 0,5, dan 3,5 : 1 : 0,5) serta isopropanol : amonia (4 : 1, 3,5 : 1,5, : 4,5 : 0,5). Secara visual kualitas bercak, dipilih bentuk bercak (spot) yang kompak (compact), simetris, dan tidak berekor (tailing). Kemudian dihitung nilai R<sub>f</sub> dengan bandingkan nilai R<sub>f</sub> yang baik adalah 0,2-0,8, serta bandingkan dari berbagai perbandingan komposisi larutan fase gerak yang digunakan dengan menggunakan rumus:

$$R_s = \frac{2 \times (\text{Jarak yang ditempuh zat (1)} - \text{Jarak yang ditempuh zat (2)})}{\text{Lebar bercak zat (1)} + \text{Lebar bercak zat (2)}}$$

## Validasi Metode Analisis

### Uji Spesifitas

Pengukuran spesifisitas dilakukan dengan membandingkan nilai faktor retensi ( $R_f$ ) dari larutan standar, pelarut, dan larutan sampel. Pengukuran dilakukan dengan menotolkan larutan standar, pelarut (etanol p.a), dan larutan sampel pada fase diam silika gel 60F 254 nm ukuran  $7 \times 5$  cm, berikutnya dielusi dengan fase gerak yang dipilih, lalu diamati noda larutan sampel di bawah lampu UV 254 nm

### Batas Deteksi (LOD)

Penentuan batas deteksi (*Limit of Detection/LOD*) dilakukan menggunakan larutan standar CTM dan teofilin pada konsentrasi 625 ppm, 313 ppm, dan 156 ppm dengan tiga kali pengulangan. Setiap konsentrasi diaplikasikan sebanyak 2  $\mu$ L ke permukaan plat KLT silika gel 60 F 254 nm berukuran  $7 \times 4$  cm menggunakan mikropipet. Plat kemudian dikembangkan sesuai kondisi yang telah ditetapkan dan diamati di bawah lampu UV 254 nm. Batas deteksi ditentukan secara visual berdasarkan konsentrasi terendah yang masih menunjukkan bercak teramati, dengan pengamatan dilakukan oleh minimal dua pengamat secara independen untuk mengurangi bias subjektif.

### Uji Presisi

Uji presisi dilakukan untuk menilai konsistensi metode analisis. Pengujian dilakukan selama tiga hari berturut-turut dengan penotolan lima sampel jamu sesak napas. Setiap sampel dianalisis dalam tiga kali replikasi per hari menggunakan metode KLT. Dua sistem fase gerak dengan komposisi berbeda digunakan untuk mengevaluasi kestabilan metode terhadap variasi kondisi kromatografi. Parameter yang diamati meliputi nilai faktor retensi ( $R_f$ ) dan konsistensi visual bercak. Data  $R_f$  dianalisis secara statistik dengan menghitung nilai rata-rata, standar deviasi (SD), dan koefisien variasi (%RSD).

### Identifikasi Sampel Menggunakan KLT Dua Dimensi

Analisis KLT dua dimensi dilakukan menggunakan plat silika gel berukuran  $7 \times 7$  cm dengan posisi penotolan ditetapkan 1 cm dari sisi bawah dan kiri plat. Larutan sampel ditotolkan menggunakan pipa kapiler, kemudian dikembangkan pada dimensi pertama dengan fase gerak etil asetat : metanol : amonia (4 : 0,5 : 0,5) dalam bejana yang telah dijenuhkan. Setelah pengembangan dan pengeringan, plat diputar  $90^\circ$  dan dikembangkan kembali pada dimensi kedua menggunakan fase gerak yang lebih polar dari fase gerak yang pertama yaitu isopropanol : amonia (4,5 : 0,5) untuk meningkatkan resolusi pemisahan. Plat hasil pengembangan diamati di bawah sinar ultraviolet pada panjang gelombang 254 nm, dan nilai faktor retensi ( $R_f$ ) dihitung dengan rumus:

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

### Identifikasi Sampel Menggunakan FTIR

Pemisahan awal dilakukan menggunakan plat KLT berukuran  $7 \times 7$  cm dengan aplikasi sampel secara merata sepanjang garis awal hingga  $\pm 6$  cm. Setelah pengembangan dan pengeringan, identifikasi bercak senyawa target dilakukan dengan membandingkan posisi bercak sampel terhadap bercak standar CTM dan teofilin yang dikembangkan pada kondisi yang sama. Bercak sampel yang memiliki posisi sejajar dengan bercak standar dianggap sebagai bercak yang diduga mengandung senyawa target, kemudian dikerok secara hati-hati hanya pada area bercak menggunakan spatula, dengan menghindari bagian silika di sekitarnya untuk meminimalkan kontaminasi silika gel. Spatula dibersihkan menggunakan etanol p.a setiap pergantian sampel guna mencegah terjadinya kontaminasi silang. Sebagai pembanding, bercak standar pada posisi  $R_f$  yang sama juga dikerok dan diperlakukan dengan prosedur yang identik.

Hasil kerokan dilarutkan dalam etanol p.a, kemudian disentrifugasi untuk memisahkan partikel silika, dan supernatan yang diperoleh disaring. Filtrat selanjutnya dianalisis menggunakan spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR) dengan aksesori ATR tanpa preparasi tambahan. Pengukuran FTIR dilakukan pada rentang bilangan gelombang  $4000-400$   $\text{cm}^{-1}$  dengan resolusi  $4$   $\text{cm}^{-1}$  dan jumlah pemindaian sebanyak 4 scan. Pemindaian FTIR dilakukan untuk memperoleh spektrum inframerah, yang kemudian dibandingkan dengan spektrum standar CTM dan teofilin. Identifikasi gugus fungsi dilakukan berdasarkan kesesuaian puncak serapan khas, dan keberadaan bahan kimia obat (BKO) ditentukan apabila spektrum sampel menunjukkan pola yang serupa dengan spektrum standar.

## Hasil dan Pembahasan

### Optimasi Fase Gerak

Pemilihan sistem fase gerak menjadi faktor utama yang memengaruhi kualitas pemisahan senyawa pada kromatografi lapis tipis. Komposisi fase gerak memiliki pengaruh yang signifikan terhadap efektivitas pemisahan, sehingga diperlukan pemilihan rasio fase gerak yang tepat untuk meningkatkan selektivitas dan resolusi noda. Optimasi fase gerak dianggap optimal apabila nilai faktor retensi ( $R_f$ ) yang dihasilkan berada dalam kisaran 0,2 hingga 0,8 karena di luar rentang tersebut bercak sulit terlihat jelas akibat pengaruh pelarut, baik karena terlalu dekat dengan titik awal maupun garis pelarut [5]. Selain itu, pemisahan dianggap selektif apabila kedua senyawa menghasilkan bercak dengan posisi berbeda dan nilai  $R_s$  (Resolusi) yang terpisah cukup jauh (selisih  $> 1,5$ ) yang menunjukkan bahwa sistem pelarut yang digunakan mampu memisahkan kedua senyawa secara efektif [6]. Pada uji ini, digunakan dua sistem fase gerak yaitu, etil asetat : metanol : amonia dan isopropanol : amonia dengan rasio fase gerak berbeda.

**Tabel 1.** Hasil Optimasi Fase Gerak KLT CTM dan Teofilin Menggunakan Berbagai Komposisi Pelarut

|                     |                     | Etil Asetat : Metanol : Amonia |               |               | Isopropanol : Amonia |           |           |
|---------------------|---------------------|--------------------------------|---------------|---------------|----------------------|-----------|-----------|
|                     |                     | 3 : 1,5 : 0,5                  | 4 : 0,5 : 0,5 | 3,5 : 1 : 0,5 | 4 : 1                | 3,5 : 1,5 | 4,5 : 0,5 |
| Rf Standar CTM      |                     | 1                              | 0,74          | 0,86          | 0,96                 | x         | 0,78      |
| Rf Standar Teofilin |                     | 0,86                           | 0,26          | 0,36          | 0,62                 | 0,98      | 0,50      |
| Rf Standar Campuran | Rf Standar CTM      | 1                              | 0,74          | 0,86          | 0,96                 | x         | 0,78      |
|                     | Rf Standar Teofilin | 0,86                           | 0,26          | 0,36          | 0,66                 | 0,98      | 0,50      |

Keterangan (x) = Bercak tidak dapat diukur secara akurat karena bergerak hingga garis pelarut

**Tabel 2.** Nilai Resolusi ( $R_s$ ) KLT CTM dan Teofilin pada Dua Sistem Fase Gerak

|                        | Etil Asetat : Metanol : Amonia<br>(4 : 0,5 : 0,5) | Isopropanol : Amonia<br>(4,5 : 0,5) |
|------------------------|---------------------------------------------------|-------------------------------------|
| Nilai $R_s$ (Resolusi) | 5,3                                               | 3,5                                 |

Berdasarkan hasil optimasi dua sistem fase gerak, pada etil asetat : metanol : amonia dengan perbandingan 3,5 : 1,5 : 0,5 dan 3,5 : 1 : 0,5 diperoleh nilai  $R_f$  relatif tinggi (0,36 – 1), menunjukkan senyawa bergerak terlalu jauh dan tidak memenuhi kriteria keberterimaan, sedangkan perbandingan 4 : 0,5 : 0,5 diperoleh nilai  $R_f$  sebesar (0,26 - 0,74) yang berada pada kisaran optimum 0,2 – 0,8. Pada isopropanol : amonia perbandingan 4 : 1 dan 3,5 : 1,5 menghasilkan nilai  $R_f$  sangat tinggi (0,62 – Bercak tidak dapat diukur secara akurat karena bergerak hingga garis pelarut) sehingga fase gerak ini dianggap tidak optimum, sedangkan perbandingan 4,5 : 0,5, memperoleh nilai  $R_f$  (0,50 – 0,78). Secara keseluruhan, perbandingan fase gerak etil asetat : metanol : amonia (4 : 0,5 : 0,5) dan isopropanol : amonia (4,5 : 0,5) dipilih sebagai fase gerak yang paling optimal, keduanya mampu menghasilkan dua noda yang terpisah dengan baik dengan resolusi baik dan nilai  $R_f$  yang optimal yaitu 0,2 – 0,8 serta menunjukkan nilai resolusi ( $R_s$ ) lebih besar dari 1,5. Selain itu, perbedaan polaritas kedua sistem pelarut yang bersifat polar dan semipolar mendukung pemisahan yang efektif terhadap senyawa chlorpheniramine maleate (CTM) dan teofilin.

### Validasi Metode Analisis

#### Uji Spesifitas

Uji spesifisitas merupakan salah satu metode analisis yang bertujuan untuk membedakan senyawa target dari komponen lain yang terdapat pada sampel, termasuk matriks sampel dan pelarut. Pada metode analisis KLT, uji spesifisitas dilakukan untuk memastikan bahwa metode yang digunakan dapat mengidentifikasi senyawa target meskipun terdapat senyawa lain yang berpotensi menimbulkan interferensi dengan membandingkan nilai *retention factor* ( $R_f$ ) [7]. Pengujian dilakukan terhadap baku CTM, baku teofilin, pelarut (etanol p.a), dan 5 sampel jamu sesak napas yang kemudian dielusi dengan dua sistem fase gerak. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada fase gerak Etil Asetat : Metanol : Amonia (4 : 0,5 : 0,5), baku CTM dan baku teofilin memiliki nilai  $R_f$  masing masing 0,72 dan 0,22. Sampel 1 dan 4 menunjukkan hasil bercak identik dengan nilai  $R_f$  baku CTM, sampel 2, 3, dan 5 juga menunjukkan hasil bercak yang identik dengan nilai  $R_f$  baku teofilin. Pada fase gerak isopropanol : amonia (4,5 : 0,5), baku CTM dan baku teofilin memiliki nilai  $R_f$  masing masing 0,78 dan 0,48. Sampel 1 dan 4 menunjukkan hasil bercak yang mendekati nilai  $R_f$  baku

CTM, sampel 2, 3, dan 5 juga menunjukkan hasil bercak yang identik dengan nilai  $R_f$  baku teofilin. Sementara kontrol pelarut (etanol p.a) tidak menimbulkan noda sehingga dapat disimpulkan tidak terjadi interferensi dan metode KLT memenuhi kriteria keberterimaan uji spesifisitas.

**Tabel 3.** Hasil Uji Spesifisitas KLT CTM dan Teofilin Menggunakan Dua Sistem Fase Gerak

| Keterangan Sampel    | Etil Asetat : Metanol : Amonia<br>(4 : 0,5 : 0,5) | Isopropanol : Amonia<br>(4,5 : 0,5) |
|----------------------|---------------------------------------------------|-------------------------------------|
|                      | Nilai $R_f$                                       |                                     |
| Standar CTM          | 0,72                                              | 0,78                                |
| Standar Teofilin     | 0,22                                              | 0,48                                |
| Pelarut (etanol p.a) | -                                                 | -                                   |
| Sampel 1             | 0,72                                              | 0,78                                |
| Sampel 2             | 0,22                                              | 0,48                                |
| Sampel 3             | 0,22                                              | 0,48                                |
| Sampel 4             | 0,72                                              | 0,78                                |
| Sampel 5             | 0,22                                              | 0,48                                |

Keterangan (-) = Tidak terdapat bercak

### Uji Batas Deteksi (LOD)

Batas deteksi (LOD) adalah kadar atau konsentrasi analit terendah suatu senyawa yang masih dapat dideteksi [7]. Penentuan batas deteksi (LOD) dilakukan menggunakan larutan standar CTM dan teofilin dengan variasi konsentrasi berbeda, lalu ditotolkan pada plat KLT menggunakan dan diamati secara visual. Berdasarkan hasil pengamatan, penentuan LOD secara visual dengan KLT menunjukkan noda terendah yang masih terdeteksi yaitu pada 313 ppm untuk CTM dan teofilin. Setelah itu, dilakukan 3 kali replikasi pada konsentrasi 313 ppm untuk memastikan pada konsentrasi tersebut bercak masih dapat terlihat. Didapatkan dari hasil replikasi bahwa standar CTM dan teofilin pada konsentrasi 313 ppm masih teramati ini menandakan bahwa metode masih layak meskipun visual noda tampak samar.

**Tabel 4.** Hasil Uji Batas Deteksi (LOD) CTM dan Teofilin pada Dua Sistem Fase Gerak

| Zat Uji          | Fase Gerak                                        | Konsentrasi (ppm) | $R_f$ | Keterangan     |
|------------------|---------------------------------------------------|-------------------|-------|----------------|
| Standar CTM      | Etil Asetat : Metanol : Amonia<br>(4 : 0,5 : 0,5) | 625               | 0,76  | Teramati       |
|                  |                                                   | 313               | 0,76  | Teramati       |
|                  |                                                   | 156               | -     | Tidak teramati |
|                  | Isopropanol : Amonia<br>(4,5 : 0,5)               | 625               | 0,78  | Teramati       |
|                  |                                                   | 313               | 0,78  | Teramati       |
|                  |                                                   | 156               | -     | Tidak teramati |
| Standar Teofilin | Etil Asetat : Metanol : Amonia<br>(4 : 0,5 : 0,5) | 625               | 0,24  | Teramati       |
|                  |                                                   | 313               | 0,24  | Teramati       |
|                  |                                                   | 156               | -     | Tidak teramati |
|                  | Isopropanol : Amonia<br>(4,5 : 0,5)               | 625               | 0,5   | Teramati       |
|                  |                                                   | 313               | 0,5   | Teramati       |
|                  |                                                   | 156               | -     | Tidak teramati |

**Tabel 5.** . Data Replikasi Uji Batas Deteksi (LOD) CTM dan Teofilin

| Fase Gerak                                        | Replikasi | Nilai $R_f$      |                       | Keterangan |
|---------------------------------------------------|-----------|------------------|-----------------------|------------|
|                                                   |           | CTM<br>(313 ppm) | Teofilin<br>(313 ppm) |            |
| Etil Asetat : Metanol : Amonia<br>(4 : 0,5 : 0,5) | 1         | 0,76             | 0,24                  | Teramati   |
|                                                   | 2         | 0,76             | 0,24                  | Teramati   |
|                                                   | 3         | 0,78             | 0,26                  | Teramati   |
| Isopropanol : Amonia<br>(4,5 : 0,5)               | 1         | 0,78             | 0,5                   | Teramati   |
|                                                   | 2         | 0,76             | 0,48                  | Teramati   |
|                                                   | 3         | 0,76             | 0,48                  | Teramati   |

## Uji Presisi

Uji presisi didefinisikan sebagai tingkat kesesuaian hasil pengukuran yang diperoleh dari pengulangan analisis pada kondisi operasional yang sama. Presisi yang baik ditunjukkan oleh kecilnya variasi antarhasil pengukuran sehingga mencerminkan konsistensi suatu metode analisis. Secara umum, suatu metode dinyatakan memiliki presisi yang dapat diterima apabila nilai koefisien variasi relatif (%RSD) yang diperoleh kurang dari 5% [8] agar metode dapat dinyatakan memiliki kestabilan yang baik. Uji presisi pada penelitian ini dilakukan selama tiga hari berturut-turut menggunakan dua fase gerak yang berbeda yaitu, Etil Asetat : Metanol : Amonia (4 : 0,5 : 0,5) dan isopropanol : amonia (4,5 : 0,5) dengan 3 kali replikasi per hari. Hasil penelitian menunjukkan %RSD selama tiga hari pengujian pada fase gerak Etil Asetat : Metanol : Amonia (4 : 0,5 : 0,5) yaitu sebesar 1,58% – 4%, sedangkan pada fase gerak isopropanol : amonia (4,5 : 0,5) yaitu sebesar 0,76% – 2,25%. Rentang nilai %RSD < 5% menunjukkan sistem memiliki presisi yang baik dan memenuhi kriteria kestabilan metode kromatografi.

**Tabel 6.** Hasil Uji Presisi Sampel Menggunakan Fase Gerak Etil Asetat : Metanol : Amonia (4 : 0,5 : 0,5)

| Hari        | Replikasi | Nilai Rf Sampel |           |           |           |           |
|-------------|-----------|-----------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|             |           | 1               | 2         | 3         | 4         | 5         |
| 1           | 1         | 0,72            | 0,24      | 0,24      | 0,74      | 0,24      |
|             | 2         | 0,74            | 0,24      | 0,24      | 0,72      | 0,24      |
|             | 3         | 0,74            | 0,24      | 0,24      | 0,72      | 0,26      |
|             | Rerata±SD | 0,73±0,01       | 0,24±0    | 0,24±0    | 0,73±0,01 | 0,25±0,01 |
|             | %RSD      | 1,57%           | 0         | 0         | 1,59%     | 4%        |
| 2           | 1         | 0,74            | 0,22      | 0,22      | 0,74      | 0,22      |
|             | 2         | 0,74            | 0,24      | 0,24      | 0,74      | 0,24      |
|             | 3         | 0,74            | 0,22      | 0,22      | 0,72      | 0,22      |
|             | Rerata±SD | 0,74±0          | 0,23±0,01 | 0,23±0,01 | 0,73±0,01 | 0,23±0,1  |
|             | %RSD      | 0               | 4,35%     | 4,35%     | 1,57%     | 4,35%     |
| 3           | 1         | 0,72            | 0,24      | 0,24      | 0,74      | 0,24      |
|             | 2         | 0,74            | 0,26      | 0,26      | 0,74      | 0,24      |
|             | 3         | 0,72            | 0,24      | 0,24      | 0,74      | 0,24      |
|             | Rerata±SD | 0,73±0,01       | 0,25±0,01 | 0,25±0,01 | 0,74±0    | 0,24±0    |
|             | %RSD      | 1,59%           | 4%        | 4%        | 0         | 0         |
| %RSD 3 Hari |           | 1,58%           | 4,18%     | 4,18%     | 1,58%     | 4%        |

**Tabel 7.** Hasil Uji Presisi Sampel Menggunakan Fase Gerak Isopropanol : Amonia (4,5 : 0,5)

| Hari        | Replikasi | Nilai Rf Sampel |           |           |           |           |
|-------------|-----------|-----------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|             |           | 1               | 2         | 3         | 4         | 5         |
| 1           | 1         | 0,78            | 0,46      | 0,46      | 0,78      | 0,46      |
|             | 2         | 0,78            | 0,48      | 0,48      | 0,78      | 0,46      |
|             | 3         | 0,78            | 0,48      | 0,48      | 0,78      | 0,46      |
|             | Rerata±SD | 0,70±0          | 0,47±0,01 | 0,47±0,01 | 0,78±0    | 0,46±0    |
|             | %RSD      | 0               | 2,44%     | 2,44%     | 0         | 0         |
| 2           | 1         | 0,76            | 0,48      | 0,48      | 0,76      | 0,46      |
|             | 2         | 0,78            | 0,48      | 0,46      | 0,76      | 0,46      |
|             | 3         | 0,78            | 0,48      | 0,48      | 0,78      | 0,48      |
|             | Rerata±SD | 0,77±0,01       | 0,48±0    | 0,47±0,01 | 0,77±0,01 | 0,47±0,01 |
|             | %RSD      | 1,51%           | 0         | 2,44%     | 1,51%     | 2,47%     |
| 3           | 1         | 0,76            | 0,48      | 0,48      | 0,78      | 0,46      |
|             | 2         | 0,76            | 0,50      | 0,48      | 0,78      | 0,48      |
|             | 3         | 0,78            | 0,50      | 0,48      | 0,78      | 0,50      |
|             | Rerata±SD | 0,77±0,01       | 0,49±0,01 | 0,48±0    | 0,78±0    | 0,48±0,02 |
|             | %RSD      | 1,51%           | 2,04%     | 0         | 0         | 4,16%     |
| %RSD 3 Hari |           | 0,76%           | 2,08%     | 1,23%     | 1,51%     | 2,13%     |

### Identifikasi Sampel Menggunakan KLT Dua Dimensi

Identifikasi kandungan CTM dan teofilin dilakukan pada sampel menggunakan metode KLT dua dimensi untuk meningkatkan kejelasan pemisahan dalam senyawa target dan memastikan keberadaan kedua senyawa dalam sediaan jamu sesak napas melalui dua tahap elusi dengan sistem fase gerak yang berbeda. Plat KLT berukuran  $7 \times 7$  cm digunakan karena bentuk persegi memungkinkan proses elusi dilakukan dua kali secara ortogonal pada arah horizontal dan vertikal, sehingga pemisahan pada analisis dua dimensi dapat berlangsung seimbang dan efisien.

Hasil identifikasi sampel dan standar yang diperoleh pada elusi pertama maupun elusi kedua disajikan pada Tabel 8. Berdasarkan perbandingan nilai  $R_f$  antara larutan sampel dan larutan baku, diketahui bahwa beberapa noda pada sampel menunjukkan kesesuaian nilai  $R_f$  dengan standar CTM dan teofilin, dengan selisih tidak lebih dari 0,05. Kriteria identifikasi menyatakan bahwa nilai  $R_f$  sampel dikatakan sama dengan standar apabila memiliki kesamaan atau selisih tidak lebih dari 0,05 [9].

Perbedaan jumlah dan posisi bercak CTM dan teofilin pada kedua sistem elusi menunjukkan bahwa polaritas fase gerak berpengaruh nyata terhadap daya elusi kedua senyawa tersebut pada pelat KLT. Variasi ini berkaitan dengan nilai kekuatan pelarut (*solvent strength*,  $\epsilon^0$ ), di mana sistem isopropanol : amonia (4,5 : 0,5) yang memiliki nilai  $\epsilon^0$  sekitar 0,617 dan bersifat lebih polar dibandingkan sistem etil asetat : metanol : amonia (4 : 0,5 : 0,5) memiliki nilai  $\epsilon^0$  sekitar 0,424. Fase gerak yang lebih polar justru meningkatkan daya elusi senyawa polar dan semi-polar seperti CTM dan teofilin melalui interaksi yang lebih kuat dengan fase gerak dibandingkan fase diam, sehingga menghasilkan nilai  $R_f$  yang lebih tinggi. Sebaliknya, pada sistem yang kurang polar, retensi pada silika gel lebih kuat sehingga CTM dan teofilin bermigrasi lebih pendek dengan nilai  $R_f$  yang lebih rendah [10].

Penggunaan metode KLT dua dimensi diterapkan dalam identifikasi CTM dan teofilin untuk memperoleh pemisahan yang lebih efektif pada sampel dengan matriks kompleks seperti sediaan jamu sesak napas. Teknik ini dilakukan secara ortogonal menggunakan dua sistem fase gerak berbeda, sehingga mampu memperluas daya pisah, memperjelas visualisasi noda, dan mengurangi kemungkinan tumpang tindih antar senyawa. Selain itu, metode ini memiliki keunggulan berupa prosedur yang sederhana dan biaya analisis yang relatif rendah, namun tetap memberikan resolusi pemisahan yang memadai untuk analisis kualitatif [11].

**Tabel 8.** Uji KLT Dua Dimensi CTM dan Teofilin pada Sampel Jamu Sesak Napas dengan Dua Sistem Fase Gerak

| Nilai $R_f$ |          | Fase Gerak                                        |                                     |
|-------------|----------|---------------------------------------------------|-------------------------------------|
|             |          | Etil Asetat : Metanol : Amonia<br>(4 : 0,5 : 0,5) | Isopropanol : Amonia<br>(4,5 : 0,5) |
| Standar     | CTM      | 0,74                                              | 0,78                                |
|             | Teofilin | 0,22                                              | 0,46                                |
| Sampel 1    |          | 0,74                                              | 0,78                                |
| Sampel 2    |          | 0,22                                              | 0,46                                |
| Sampel 3    |          | 0,24                                              | 0,46                                |
| Sampel 4    |          | 0,72                                              | 0,78                                |
| Sampel 5    |          | 0,24                                              | 0,48                                |

Prinsip tersebut selanjutnya diterapkan melalui proses elusi bertahap menggunakan dua sistem fase gerak dengan arah migrasi yang saling tegak lurus. Pada elusi pertama yang dilakukan secara vertikal menggunakan fase gerak etil asetat : metanol : amonia (4 : 0,5 : 0,5), bercak CTM dan teofilin pada standar maupun sampel bermigrasi sejajar dari titik penotolan ke arah atas plat. Pada tahap ini, pemisahan senyawa masih bersifat satu dimensi sehingga potensi kedekatan posisi bercak antar senyawa masih dapat terjadi [11]. Meskipun demikian, bercak CTM dan teofilin tampak berbentuk kompak dan tidak mengalami pelebaran, yang menunjukkan bahwa proses migrasi berlangsung stabil akibat interaksi yang seimbang antara senyawa dengan fase diam silika gel dan fase gerak.

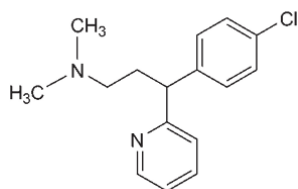
Setelah elusi pertama selesai dan plat dikeringkan, elusi kedua dilakukan secara horizontal menggunakan fase gerak isopropanol : amonia (4,5 : 0,5). Pada tahap ini, bercak CTM dan teofilin kembali bermigrasi dari posisi hasil elusi pertama ke arah kanan plat sehingga membentuk pola pemisahan dua dimensi yang khas. Setelah elusi kedua, pada plat hanya terlihat bercak senyawa target yang sesuai dengan posisi standar CTM dan teofilin, dengan bentuk bercak yang tetap kompak dan tajam. Ketidadaan bercak lain

pada posisi tersebut menunjukkan bahwa komponen matriks jamu tidak bermigrasi ke lokasi yang sama atau telah terelusi pada posisi berbeda, sehingga tidak mengganggu identifikasi. Dengan demikian, lokasi bercak CTM dan teofilin pada koordinat dua dimensi menjadi pembeda yang jelas dari komponen jamu lainnya.

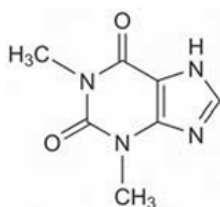
Berdasarkan hasil yang diperoleh, terdeteksi adanya CTM dan teofilin pada sampel uji. Kedua senyawa ini dikenal efektif sebagai bronkodilator dan antihistamin yang digunakan untuk meredakan gejala alergi, termasuk gejala saluran pernapasan atas [3]. Temuan ini menunjukkan pentingnya pengawasan terhadap peredaran produk jamu sesak napas di pasaran. Oleh karena itu, hasil penelitian ini memperkuat urgensi pengawasan dan penindakan terhadap peredaran produk jamu sesak napas ilegal yang mengandung CTM dan asam teofilin.

### Identifikasi Sampel Menggunakan FTIR

Spektroskopi Inframerah Transformasi Fourier (FTIR) merupakan teknik analisis yang sangat selektif untuk mengidentifikasi senyawa berdasarkan gugus fungsi yang dimilikinya. Setiap ikatan kimia dalam suatu molekul menyerap radiasi inframerah pada bilangan gelombang tertentu sehingga menghasilkan spektrum yang khas. Oleh karena itu, pola serapan FTIR dapat digunakan sebagai “sidik jari” molekul untuk membedakan satu senyawa dengan yang lain [12]. Pada penelitian ini, digunakan FTIR sebagai metode pendukung untuk memastikan kembali kandungan yang terdapat pada sampel tersebut dengan mengidentifikasi gugus fungsi khas suatu senyawa.



**Gambar 1.** Struktur Molekul CTM



**Gambar 2.** Struktur Molekul Teofilin

Chlorpheniramine maleate (CTM) dan teofilin memiliki struktur molekul yang berbeda sehingga menunjukkan keberadaan gugus fungsi yang khas pada masing-masing senyawa. Struktur molekul CTM tersusun atas cincin aromatik yang mengandung ikatan rangkap atom karbon (C=C) sebagai ciri senyawa aromatik. Selain itu, CTM memiliki gugus C-H baik pada bagian aromatik maupun alifatik yang berasal dari rantai samping hidrokarbon. Kehadiran gugus amina (C-N) serta ikatan rangkap C=N menunjukkan bahwa CTM termasuk golongan senyawa amina tersubstitusi dengan sistem ikatan yang melibatkan atom nitrogen. Ciri struktur yang sangat khas pada CTM adalah adanya atom klorin yang terikat pada cincin aromatik (C-Cl), yang berasal dari cincin klorofenil. Gugus C-Cl ini menjadi penanda spesifik CTM karena jarang ditemukan pada senyawa alami [13].

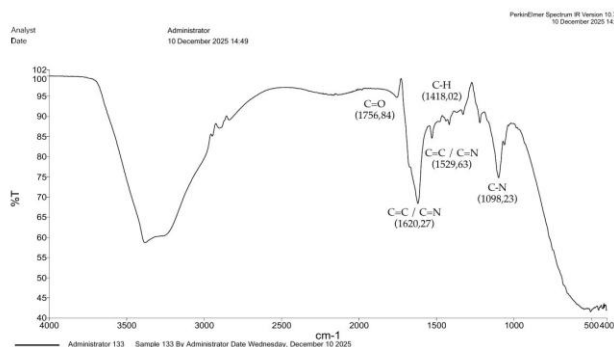
Sementara itu, teofilin memiliki struktur heterosiklik yang termasuk golongan xantin. Struktur ini mengandung gugus karbonil (C=O) yang berperan penting dalam sifat kimia teofilin. Selain itu, teofilin juga memiliki ikatan rangkap C=C dan C=N pada cincin heterosiklik serta gugus C-N yang menunjukkan keberadaan atom nitrogen dalam sistem cincin. Teofilin juga mengandung gugus C-H, terutama yang berasal dari gugus metil dan atom karbon pada cincin heterosiklik. Kombinasi gugus fungsi tersebut berperan penting dalam menentukan sifat kimia dan kestabilan molekul teofilin [14].

Spektrum FTIR standar CTM menunjukkan pita serapan khas yang sesuai dengan struktur molekulnya. Pada bilangan gelombang 1649,95  $\text{cm}^{-1}$  tampak pita serapan C=C yang berasal dari cincin aromatik, yang merupakan ciri struktur klorofenil dalam CTM. Selanjutnya, pada daerah 1449,86  $\text{cm}^{-1}$  muncul serapan C-H yang berasal dari gugus alifatik dan aromatik pada rantai samping molekul CTM. Pita serapan pada 1016,36  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan keberadaan gugus C-N yang mengindikasikan adanya gugus amina dalam struktur CTM. Selain itu, pita pada 565,97  $\text{cm}^{-1}$  merupakan serapan khas gugus C-Cl yang menandakan keberadaan atom klorin pada cincin aromatik CTM dan menjadi penanda spesifik senyawa tersebut.

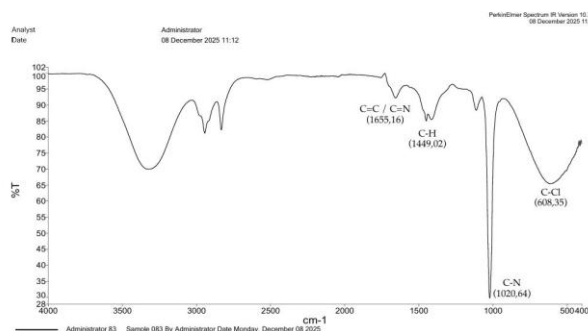
Spektrum FTIR standar teofilin menunjukkan pola yang berbeda dibandingkan CTM. Pada bilangan gelombang 1756,84  $\text{cm}^{-1}$  muncul pita serapan kuat dari gugus karbonil (C=O) yang merupakan ciri utama struktur xantin. Selain itu, pita pada 1620,27  $\text{cm}^{-1}$  dan 1529,63  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan rangkap C=N pada cincin heterosiklik. Serapan pada daerah 1098,23  $\text{cm}^{-1}$  berkaitan dengan gugus C-N yang menunjukkan keberadaan atom nitrogen dalam sistem cincin teofilin. Pita serapan C-H juga teridentifikasi pada bilangan gelombang 1418,02  $\text{cm}^{-1}$ , yang berasal dari gugus metil dan struktur cincin senyawa teofilin.



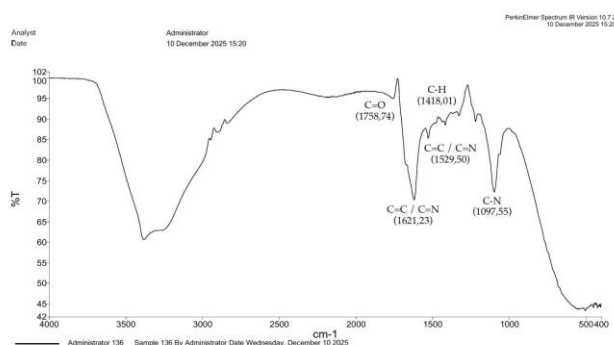
Gambar 3. Spektrum FTIR Standar CTM



Gambar 4. Spektrum FTIR Standar Teofilin



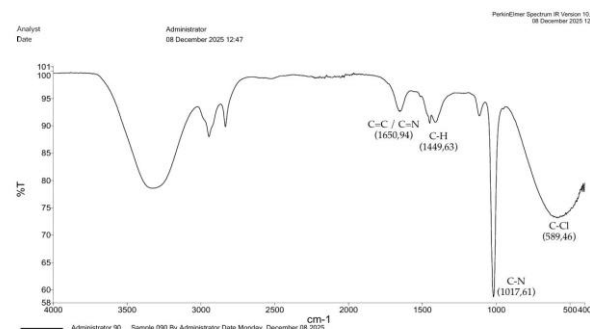
Gambar 5. Spektrum FTIR Sampel 1



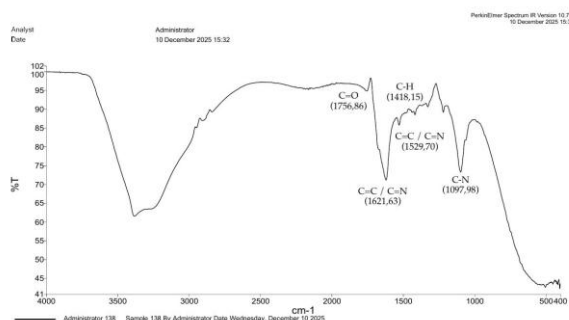
Gambar 6. Spektrum FTIR Sampel 2



Gambar 7. Spektrum FTIR Sampel 3



Gambar 8. Spektrum FTIR Sampel 4



Gambar 9. Spektrum FTIR Sampel 5

Hasil analisis FTIR terhadap lima sampel jamu menunjukkan adanya kesamaan pita serapan antara spektrum sampel dengan spektrum standar CTM dan teofilin. Pada rentang 1675–1500  $\text{cm}^{-1}$ , seluruh sampel menunjukkan pita serapan yang sesuai dengan gugus C=C aromatik dan C=N, yang merupakan ciri khas struktur CTM dan teofilin. Sampel 1 dan 4 menunjukkan pita pada 1655,16  $\text{cm}^{-1}$  dan 1650,94  $\text{cm}^{-1}$  yang

mendekati standar CTM ( $1649,95\text{ cm}^{-1}$ ), sedangkan sampel 2, 3, dan 5 menunjukkan pita pada sekitar  $1621\text{ cm}^{-1}$  yang sebanding dengan standar teofilin ( $1620,27\text{ cm}^{-1}$ ). Meskipun terdapat pergeseran kecil sekitar  $1\text{--}6\text{ cm}^{-1}$ , perbedaan ini masih berada dalam batas toleransi variasi instrumen FTIR dan preparasi sampel ATR, sehingga tidak dianggap signifikan secara analitik dan tidak mengubah identifikasi kualitatif senyawa [15].

Pada daerah  $1475\text{--}1300\text{ cm}^{-1}$ , seluruh sampel memperlihatkan pita serapan C–H aromatik. Sampel 1 dan 4 menunjukkan pita pada sekitar  $1449\text{ cm}^{-1}$ , yang konsisten dengan standar CTM ( $1449,86\text{ cm}^{-1}$ ), sementara sampel 2, 3, dan 5 menunjukkan pita pada sekitar  $1418\text{ cm}^{-1}$ , yang sesuai dengan standar teofilin ( $1418,02\text{ cm}^{-1}$ ). Pergeseran kecil kurang dari  $\pm 1\text{ cm}^{-1}$  pada beberapa sampel diduga berasal dari efek matriks jamu dan variasi kontak sampel dengan kristal ATR [15].

Selanjutnya, pada rentang  $1250\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$ , seluruh sampel menunjukkan pita serapan gugus C–N. Sampel 1 dan 4 memiliki pita pada  $1020,64\text{ cm}^{-1}$  dan  $1017,61\text{ cm}^{-1}$ , mendekati standar CTM ( $1016,36\text{ cm}^{-1}$ ). Sementara itu, sampel 2, 3, dan 5 menunjukkan pita pada kisaran  $1097\text{--}1098\text{ cm}^{-1}$ , yang sesuai dengan standar teofilin ( $1098,23\text{ cm}^{-1}$ ). Pergeseran minor sebesar  $1\text{--}4\text{ cm}^{-1}$  pada gugus ini masih berada dalam rentang variasi wajar FTIR dan tidak menunjukkan adanya perubahan struktur kimia senyawa [16].

Pada daerah bilangan gelombang  $850\text{--}550\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik gugus C–Cl hanya terdeteksi pada sampel 1 ( $608,35\text{ cm}^{-1}$ ) dan sampel 4 ( $589,46\text{ cm}^{-1}$ ) yang mendekati standar CTM ( $565,97\text{ cm}^{-1}$ ). Pergeseran yang relatif lebih besar pada gugus C–Cl ( $\pm 20\text{--}40\text{ cm}^{-1}$ ) ini kemungkinan disebabkan oleh interaksi CTM dengan komponen matriks jamu, seperti senyawa fenolik atau flavonoid, yang dapat memengaruhi lingkungan ikatan C–Cl, serta oleh efek fisik pengukuran ATR. Meskipun demikian, kemunculan pita pada wilayah khas C–Cl tetap menjadi indikator spesifik keberadaan CTM, karena gugus ini tidak ditemukan pada spektrum teofilin maupun senyawa herbal alami [16].

Sebaliknya, pada rentang  $1900\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$ , pita serapan C=O hanya muncul pada sampel 2 ( $1758,74\text{ cm}^{-1}$ ), sampel 3 ( $1758,91\text{ cm}^{-1}$ ), dan sampel 5 ( $1756,86\text{ cm}^{-1}$ ), yang sesuai dengan pita karbonil standar teofilin ( $1756,84\text{ cm}^{-1}$ ) dan tidak ditemukan pada CTM. Pergeseran kecil sebesar  $\pm 2\text{ cm}^{-1}$  pada gugus karbonil ini juga tidak signifikan secara analitik dan dapat dikaitkan dengan efek matriks serta kondisi pengukuran ATR [16].

Dalam interpretasi spektrum FTIR, kesesuaian senyawa tidak ditentukan berdasarkan kecocokan satu pita serapan secara individual, melainkan pada kesamaan pola spektrum secara keseluruhan, khususnya pada wilayah fingerprint ( $1500\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ ). Wilayah ini mencerminkan kombinasi unik dari berbagai getaran ikatan dalam molekul, sehingga lebih representatif untuk identifikasi kualitatif dibandingkan kecocokan absolut satu puncak tertentu.

Pada penelitian ini, sampel FTIR diperoleh dari hasil kerok noda KLT yang dilarutkan menggunakan etanol, yang dipilih sesuai dengan kelarutan chlorpheniramine maleate (CTM) dan teofilin [17]. Silika gel sebagai fase diam yang tidak dapat larut kemudian dipisahkan melalui proses sentrifugasi dan penyaringan [18], sehingga filtrat yang diperoleh mengandung senyawa target. Namun demikian, jumlah analit yang diperoleh setelah pemisahan KLT relatif terbatas, yang didasarkan pada karakteristik KLT sebagai metode skala mikro dengan luas noda yang terbatas serta intensitas spektrum FTIR yang relatif rendah. Kondisi ini merupakan keterbatasan metodologis yang umum dijumpai pada analisis FTIR pasca-KLT dan perlu dipertimbangkan dalam interpretasi spektrum [19].

**Tabel 9.** Identifikasi Gugus Fungsi Berdasarkan Spektrum FTIR Standar dan Sampel Jamu

| Referensi   | Standar CTM | Standar Teofilin   | Bilangan Gelombang Gugus Fungsi ( $\text{cm}^{-1}$ ) |                    |                    |          |                    | Gugus Fungsi |
|-------------|-------------|--------------------|------------------------------------------------------|--------------------|--------------------|----------|--------------------|--------------|
|             |             |                    | Sampel 1                                             | Sampel 2           | Sampel 3           | Sampel 4 | Sampel 5           |              |
| 1675-1500   | 1649,95     | 1620,27<br>1529,63 | 1655,16                                              | 1621,23<br>1529,50 | 1621,54<br>1529,74 | 1650,94  | 1621,63<br>1529,70 | C=C / C=N    |
| 1475-1300   | 1449,86     | 1418,02            | 1449,02                                              | 1418,01            | 1417,89            | 1449,63  | 1418,15            | C–H          |
| 1250 - 1000 | 1016,36     | 1098,23            | 1020,64                                              | 1097,55            | 1097,53            | 1017,61  | 1097,98            | C–N          |
| 850 - 550   | 565,97      | -                  | 608,35                                               | -                  | -                  | 589,46   | -                  | C–Cl         |
| 1900-1650   | -           | 1756,84            | -                                                    | 1758,74            | 1758,91            | -        | 1756,86            | C=O          |

[20] [21] [22].

Meskipun demikian, pola spektrum FTIR sampel tetap menunjukkan kesesuaian yang konsisten dengan spektrum standar pada wilayah fingerprint, termasuk keberadaan gugus fungsi khas seperti C–Cl pada CTM dan C=O pada teofilin. Dengan mempertimbangkan kesamaan pola spektrum secara menyeluruh

serta keterbatasan metode analisis, hasil FTIR pada penelitian ini dapat digunakan sebagai metode pendukung yang memperkuat hasil identifikasi senyawa sebelumnya.

Temuan bahwa seluruh sampel yang dianalisis (100%) positif mengandung BKO merupakan hasil yang sangat penting dan perlu mendapat perhatian khusus. Kondisi ini mengindikasikan adanya kemungkinan praktik penambahan BKO yang dilakukan secara sistematis dan bukan bersifat insidental. Temuan ini sejalan dengan penelitian sebelumnya yang dilaporkan pada referensi [2] dan [4], yang juga menunjukkan prevalensi keberadaan BKO yang relatif tinggi pada sediaan jamu di wilayah dan platform distribusi yang berbeda. Perbandingan ini memperkuat dugaan bahwa praktik penambahan BKO masih terjadi secara luas dan berulang.

### Implikasi Kesehatan

Temuan keberadaan chlorpheniramine maleate (CTM) dan teofilin dalam sediaan jamu sesak napas memiliki implikasi serius terhadap kesehatan masyarakat. CTM merupakan antihistamin generasi pertama yang dapat menimbulkan efek samping seperti sedasi, pusing, gangguan konsentrasi, mulut kering, retensi urin, dan gangguan penglihatan, terutama bila dikonsumsi tanpa pengawasan medis atau pada dosis yang tidak terkontrol [23]. Sementara itu, teofilin memiliki indeks terapi yang sempit, sehingga perbedaan kecil antara dosis terapeutik dan dosis toksik dapat menyebabkan efek samping serius, seperti mual, muntah, takikardia, aritmia, kejang, dan bahkan kematian [24].

Risiko ini semakin meningkat apabila teofilin dikonsumsi bersamaan dengan obat lain yang dapat memengaruhi metabolisme enzim sitokrom P450, seperti antibiotik makrolida atau obat antiinflamasi nonsteroid, yang dapat meningkatkan kadar teofilin dalam darah dan memicu toksisitas [25]. Dengan demikian, konsumsi jamu yang mengandung CTM dan teofilin tanpa informasi dosis, tanpa etiket peringatan, dan tanpa pengawasan tenaga kesehatan berpotensi membahayakan konsumen secara signifikan.

### Keterbatasan Penelitian

Penelitian ini juga memiliki beberapa keterbatasan yang perlu dipertimbangkan dalam interpretasi hasil. Pertama, jumlah sampel yang dianalisis relatif kecil ( $n = 5$ ), sehingga belum dapat mewakili keseluruhan populasi produk jamu sesak napas yang beredar di pasaran. Kedua, metode KLT dua dimensi dan FTIR yang digunakan bersifat kualitatif, sehingga penelitian ini belum dapat menentukan kadar atau kuantitas bahan kimia obat (BKO) yang ditambahkan ke dalam masing-masing sampel. Oleh karena itu, meskipun keberadaan CTM dan teofilin telah terkonfirmasi, tingkat risiko toksikologis secara kuantitatif belum dapat dievaluasi secara pasti. Ketiga, uji spesifisitas pada penelitian ini hanya dilakukan dengan membandingkan sampel terhadap pelarut blanko, tanpa menyertakan kontrol negatif berupa jamu murni atau simplisia yang dipastikan bebas BKO. Dengan demikian, potensi interferensi matriks bahan herbal terhadap pola kromatogram dan spektrum FTIR belum dapat sepenuhnya dieliminasi.

Berdasarkan keterbatasan tersebut, penelitian lanjutan sangat disarankan untuk melakukan analisis kuantitatif menggunakan metode yang lebih sensitif dan presisi, seperti kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT/HPLC), guna menentukan kadar CTM dan teofilin dalam produk jamu. Selain itu, penelitian berikutnya perlu menyertakan kontrol negatif berupa jamu atau simplisia yang dipastikan bebas BKO untuk mengevaluasi kemungkinan interferensi matriks herbal terhadap hasil analisis. Perluasan jumlah dan variasi sampel dari berbagai daerah dan platform penjualan daring juga disarankan agar diperoleh gambaran yang lebih representatif mengenai prevalensi BKO dalam jamu sesak napas. Selain CTM dan teofilin, identifikasi kemungkinan keberadaan BKO lain, seperti kortikosteroid atau analgesik, yang kerap dilaporkan disalahgunakan dalam produk jamu, juga perlu dipertimbangkan guna mendukung upaya pengawasan dan perlindungan konsumen secara lebih komprehensif.

### Kesimpulan dan Rekomendasi

Analisis menunjukkan bahwa beberapa sampel jamu sesak napas yang beredar di e-marketplace memiliki karakteristik kromatografi dan spektrum gugus fungsi yang identik dengan baku pembanding bahan kimia obat (BKO), yaitu chlorpheniramine maleate dan teofilin. Identifikasi menggunakan metode kromatografi lapis tipis (KLT) memperlihatkan kesesuaian nilai faktor retensi ( $R_f$ ) antara sampel dan standar, yang selanjutnya dikonfirmasi melalui spektroskopi inframerah transformasi Fourier (FTIR) berdasarkan kemiripan pita serapan gugus fungsi khas masing-masing senyawa. Dari lima sampel jamu yang dianalisis,

sampel 1 dan 4 teridentifikasi mengandung chlorpheniramine maleate, sedangkan sampel 2, 3, dan 5 mengandung teofilin, sehingga dapat disimpulkan bahwa seluruh sampel jamu sesak napas yang diuji mengandung BKO yang tidak diperbolehkan dalam sediaan obat tradisional. Berdasarkan temuan tersebut, diperlukan tindak lanjut berupa penguatan pengawasan dan pengujian rutin oleh otoritas terkait terhadap produk jamu yang dipasarkan secara daring, peningkatan edukasi kepada masyarakat mengenai risiko dan bahaya penggunaan jamu yang mengandung BKO, kolaborasi dengan platform e-marketplace untuk mewajibkan pemenuhan izin edar dan kepatuhan terhadap regulasi sebelum produk dipasarkan, serta pengembangan dan penerapan metode deteksi cepat yang praktis sebagai upaya skrining awal keberadaan BKO pada produk jamu.

### Conflict of Interest

Penulis menyatakan bahwa tidak terdapat konflik kepentingan, baik secara finansial maupun non-finansial, yang dapat memengaruhi pelaksanaan, analisis, maupun pelaporan hasil penelitian ini.

### Acknowledgment

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Program Studi Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Surakarta atas fasilitas laboratorium dan dukungan yang diberikan selama pelaksanaan penelitian ini. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada semua pihak yang telah membantu, baik secara langsung maupun tidak langsung, sehingga penelitian ini dapat diselesaikan dengan baik.

### Referensi

- [1] W. Nichairin and S. R. Mita, "Review Artikel : Identifikasi Bahan Kimia Obat (BKO) Dalam Sediaan Obat Tradisional Menggunakan Metode Kromatografi Lapis Tipis," *Farmaka*, vol. 21, no. 2, p. 158, 2023, [Online]. Available: <https://doi.org/10.24198/farmaka.v21i2.45900>
- [2] I. Indawati and et al, "Identification of Medicinal Chemicals in Herbal Medicine for Shortness of Breath in Cirebon Using Thin-Layer Chromatography Method," *J. Medisci*, vol. 1, no. 6, pp. 280–293, 2024, [Online]. Available: <https://doi.org/10.62885/medisci.v1i6.318>
- [3] Halisah and et al, "Profil Penggunaan Obat Chlorpheniramine Maleat pada Balita di Kecamatan Haur Gading," *Heal. Res. J. Indones.*, vol. 1, no. 3, pp. 91–95, 2023, [Online]. Available: <https://doi.org/10.63004/hrji.v1i3.72>
- [4] Herdini and et al, "Analisis Teofilin Dalam Jamu Sesak Napas Sediaan Serbuk yang Beredar di Kota Bekasi Secara KLTp, Spektrofotometri UV/VIS dan FTIR," *TEKNOSAINS J. Sains, Teknol. dan Inform.*, vol. 8, no. 2, pp. 100–108, 2021, [Online]. Available: <https://doi.org/10.37373/tekno.v8i2.101>
- [5] H. R. Prasetyawan and et al, "Teknik Aplikasi Sampel Pada Pengujian Kuantitatif Kromatografi Lapis Tipis: Tinjauan Terhadap Area Dan Faktor Retensi," *Media Farm.*, vol. 20, no. 2, pp. 143–150, 2024, [Online]. Available: <https://doi.org/10.32382/mf.v20i2.655>
- [6] L. Wulandari and et al, "Pengembangan Dan Validasi Metode Kromatografi Lapis Tipis Densitometri Untuk Penetapan Kadar Teofilin Dan Efedrin Hidroklorida Secara Simultan Pada Sediaan Tablet," *JKTI*, vol. 15, no. 1, pp. 15–21, 2013, [Online]. Available: <https://doi.org/10.14203/jkti.v15i1.100>
- [7] C. K. Sahoo and et al, "International Journal of Chromatography and Validation of Analytical Methods : A Review," *Int J Chromatogr Sep Tech*, vol. 2018, no. 01, pp. 1–8, 2018, [Online]. Available: <https://doi.org/10.29011/IJCST-112.000012>
- [8] Y. Malik, "Akurasi dan Presisi Analisis Kadar Nikel (Ni) pada Sampel Nikel Laterit Menggunakan X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF)," *J. Kim. dan Pendidik. Kim.*, vol. 12, no. 2, pp. 87–94, 2023, [Online]. Available: <https://doi.org/10.36709/sains.v12i2.47>
- [9] D. E. Oktaviantari and et al, "Identification of Hydroquinones in Cleaning Bleaching Soap Face at Three Beauty Clinics in Bandar Lampung with Thin Layer Chromatography and UV-Vis Spectrophotometry," *J. Anal. Farm.*, vol. 4, no. 2, pp. 91–97, 2019, [Online]. Available: <https://doi.org/10.33024/jaf.v4i2.2071>
- [10] L. R. S. J. J. Kirkland, *Introduction to Modern Liquid Chromatography Second Edition*. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 1979.

- [11] M. Cid-hernández and et al, "Two-Dimensional Thin Layer Chromatography-Bioautography Designed to Separate and Locate Metabolites with Antioxidant Activity Contained on *Spirulina platensis*," *Int. J. Anal. Chem.*, vol. 2018, p. 9, 2018, [Online]. Available: <https://doi.org/10.1155/2018/4605373>
- [12] I. Nugroho and et al, "Tinjauan Kritis Kemampuan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) dalam Analisis dan Karakterisasi Senyawa Obat," *J. Ilm. Wahana Pendidik.*, vol. 10, no. 15, pp. 332–334, 2024, [Online]. Available: <https://doi.org/10.5281/zenodo.13777154>
- [13] E. G. C. Clarke, Ed., *Chlorphenamine (Clarke's Analysis of Drugs and Poisons)*, 3rd ed., vol. 2. London: Pharmaceutical Press, 2004.
- [14] E. G. C. Clarke, Ed., *Theophylline (Clarke's Analysis of Drugs and Poisons)*, 3rd ed., vol. 2. London: Pharmaceutical Press, 2004.
- [15] Nurfitriyana and et al, "Analisis Interaksi Kimia Fourier Transform Infrared (Ftir) Tablet Gastroentif Ekstrak Daun IONTech," *IONTech*, vol. 03, no. 02, pp. 27–33, 2022, [Online]. Available: <https://doi.org/10.62702/ion.v3i2>
- [16] D. Kowalczyk and M. Pitucha, "Application of FTIR Method for the Assessment of Immobilization of Active Substances in the Matrix of Biomedical Materials," *Materials (Basel)*, vol. 12, no. 18, pp. 1–13, 2019, doi: 10.3390/ma12182972.
- [17] K. K. R. Indonesia, *Farmakope Indonesia Edisi V*. Jakarta: Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, 2014.
- [18] A. A. A. F. Amara and et al, "Silica Gel Chromatographic Methods for Identification, Isolation and Purification of Gossypol Acetic Acid," *Gels*, vol. 10, no. 7, pp. 1–14, 2024, [Online]. Available: <https://doi.org/10.3390/gels10070432>
- [19] Y. Jiang and et al, "Finding a Suitable Separation Condition for TLC/FTIR Analysis by using Multiple-Narrow-Band TLC Technique," *RSC Adv.*, vol. 4, pp. 1–54, 2014, [Online]. Available: <https://doi.org/10.1039/C4RA13537G>
- [20] Dachriyanus, *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press, 2004.
- [21] D. of Chemistry and Biochemistry, "Typical IR Absorption Frequencies For Common Functional Groups," *Department of Chemistry and Biochemistry, Northern Illinois University*. <https://www.niu.edu/clas/chembio/research/analytical-lab/ftir/ir-frequencies-table.shtml>
- [22] LibreTexts., "Infrared Spectroscopy Absorption Table," *LibreTexts Chemistry*. <https://chem.libretexts.org/@go/page/22645>
- [23] Y. W. Choi and et al, "Anaphylaxis to chlorpheniramine maleate and literature review," *Ann. Dermatol.*, vol. 31, no. 4, pp. 438–441, 2019, [Online]. Available: <https://doi.org/10.5021/ad.2019.31.4.438>
- [24] M. Elizabeth and T. Rusdiana, "Therapeutic Drug Monitoring (TDM) Teofilin sebagai Antiasma di Indonesia," *J. Farm. Sains Indones.*, vol. 6, no. 1, pp. 33–38, 2023, [Online]. Available: <https://doi.org/10.52216/jfsi.vol6no1p33-38>
- [25] U. N. Rista and A. Y. Permana, "Reaksi Obat yang Tidak Diharapkan dari Penggunaan Teofilin akibat Interaksi dengan Obat Penghambat Enzim Sitokrom P450 1A2: Laporan Kasus," *Indones. J. Clin. Pharm.*, vol. 10, no. 2, p. 127, 2021, [Online]. Available: <https://doi.org/10.15416/ijcp.2021.10.2.127>