



## Aplikasi FT-IR ATR Spektroskopi untuk Identifikasi Parasetamol pada Jamu Sediaan Serbuk

### Application of FT-IR ATR Spectroscopy to Identificate Paracetamol in Herbal Powder Preparations

Etik Wahyuningsih<sup>1\*</sup>, Rachma Dessidianti<sup>1</sup>

<sup>1</sup>S1 Farmasi, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Muhammadiyah, Surabaya, Indonesia

\*Corresponding author: etik.umssby@gmail.com

#### INFO ARTIKEL

Dikirim:  
30 Oktober 2022

Direvisi:  
27 November 2022

Diterima:  
26 Desember 2022

Terbit *Online*:  
31 Desember 2022

#### ABSTRAK

Parasetamol dengan rumus kimia N-(4-Hydroxyphenyl) acetamide adalah bahan kimia obat yang diduga ditambahkan secara ilegal kedalam obat tradisional. Metode analisis yang sederhana, cepat dan akurat diperlukan untuk pengendalian keberadaan bahan kimia obat yang ditambahkan pada obat tradisional. Identifikasi parasetamol dilakukan dengan menggunakan FTIR-ATR pada bilangan gelombang 650 to 2000  $\text{cm}^{-1}$  dan profil yang dihasilkan dibandingkan dengan standar parasetamol. Hasil penelitian menunjukkan adanya serapan yang karakteristik pada standar parasetamol daerah finger print pada bilangan gelombang 1650  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan C=O amida ulur; 1610  $\text{cm}^{-1}$  (C=C aromatis ulur); 1650  $\text{cm}^{-1}$  (N-H amida tekuk); 1500  $\text{cm}^{-1}$  (C-H aromatis ulur) dan bilangan gelombang 830  $\text{cm}^{-1}$  (=C-H aromatis ulur). Berdasarkan hasil analisis diperoleh bahwa tidak terdapat parasetamol pada sampel A dan sampel B dan terdapat parasetamol pada sampel C yang ditunjukkan dengan kemiripan profil dengan parasetamol standar dan adanya gugus karakteristik yang menunjukkan parasetamol.

**Kata Kunci** : Parasetamol, Serbuk Ramuan Tradisional, Identifikasi, FTIR-ATR

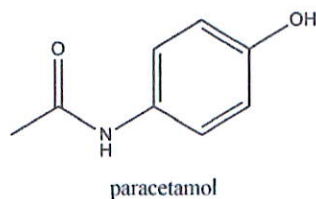
#### ABSTRACT

Paracetamol is medical chemical substances that suspected to be illegally added to the traditional herbs powder. A simple, fast and accurate analytical method is needed to control the presence of medical chemical substances that are illegally added to the traditional herbs. Identification of Paracetamol was performed using FT-IR ATR at wave number ranging from 650 to 2000  $\text{cm}^{-1}$  and the resulted profiles were compared with paracetamol standard. The result showed that the wave number of peaks characteristics of paracetamol standard were 1650  $\text{cm}^{-1}$  (C=O amide), 1610  $\text{cm}^{-1}$  (C=C aromatic), 1650  $\text{cm}^{-1}$  (N-H amide), 1500  $\text{cm}^{-1}$  (C-H aromatic) and 830  $\text{cm}^{-1}$  (=C-H aromatic) group: The paracetamol in sample A and sample B negative and sample C demonstrated identical spectra with paracetamol standard.

**Keywords** : Paracetamol, Traditional Herb Powder, Identification, FTIR-ATR

## PENDAHULUAN

Perkembangan obat tradisional di Indonesia meningkat dengan pesat dengan adanya slogan back to nature sehingga banyak masyarakat Indonesia yang mengkonsumsi dan menggunakan obat tradisional. Penggunaan obat tradisional relatif aman dibanding obat kimia, namun tidak menutup kemungkinan bahwa obat tradisional sering ditambahkan atau dicampur bahan kimia obat. Parasetamol (gambar 1) dengan struktur kimia N-(4-Hydroxyphenyl) acetamide merupakan bahan kimia obat yang sering ditambahkan secara ilegal oleh pihak yang tidak bertanggung jawab pada obat tradisional agar memiliki khasiat yang cepat (Hayun dkk, 2016). Pada tahun 2021 BPOM RI mengeluarkan public warning no HM.01.12.10.21.45 yang mencantumkan 53 jenis jamu yang mengandung parasetamol, deksametason, fenilbutazon, allopurinol, sildenafil sitrat, efedrin dan pseudoefedrin (BPOM RI, 2021). Penambahan jumlah bahan kimia obat yang dicampurkan kemungkinan tidak terukur dengan dosis yang bisa berbeda-beda pada setiap kemasan. Hal tersebut dapat berbahaya bagi kesehatan apabila dikonsumsi berlebihan secara terus menerus dalam jangka waktu lama (Degarding dkk, 2014; Sukkar, 2014; Sammons dkk, 2017).



**Gambar 1.** Rumus kimia parasetamol

Metode analisis cemaran bahan obat pada obat tradisional pada umumnya mengacu pada metode penentuan API (active Pharmaceutical Ingredient) (Wilczyński S., 2015; kwok dkk, 2012; Gorog dkk., 2015). Metode pada Farmakope membutuhkan preparasi sampel meliputi ekstraksi dan pengenceran sebelum analisis (Custers dkk, 2014; Lebel dkk, 2014; russo dkk, 2016). Teknik analisis dengan menggunakan KCKT detector UV (Dumarey dkk, 2009), LC-MS (Panusa dkk, 2007) dan NMR (Silvestre dkk, 2009) telah banyak diaplikasikan. Metode Kromatografi dibutuhkan pelarut yang mahal, waktu analisis yang lama, teknik penyiapan sampel dan diperlukan keahlian dalam mengoperasikannya. Dengan meningkatnya prevalensi penambahan bahan kimia obat pada obat tradisional dan suplemen kesehatan maka

diperlukan metode analisis yang cepat, tepat dan akurat.

Spektroskopi FT IR merupakan teknik analisis yang sangat populer untuk analisis bermacam-macam sampel seperti produk farmasi, makanan, sampel biologis dan lingkungan (Clusters dkk, 2015; Sacre dkk., 2010). Metode analisis kuantitatif untuk analisis parasetamol dengan teknik spektroskopi FT IR telah banyak dilakukan (Malla dkk., 2015; Graham dkk., 2018). FT-IR metode konvensional dengan analisis multivarian telah banyak diterapkan, namun dibutuhkan personal yang terampil karena sampel harus disiapkan dan terdispersi dalam matrik KBr yang kemudian dikompresi menjadi pellet sehingga membutuhkan waktu dan membutuhkan mesin pompa hidrolik untuk menghasilkan pellet yang seragam (Graham dkk., 2018). FT-IR ATR merupakan teknik FT IR sederhana dan dapat digunakan pada pengukuran sampel dalam bentuk padat dan cair. Teknik ini merupakan teknik yang sangat cepat dan hanya memerlukan sampel dalam jumlah sedikit.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk identifikasi parasetamol pada jamu pegel linu sediaan serbuk yang mudah, cepat dan biaya yang efektif dengan metode FT-IR kombinasi ATR.

## METODE PENELITIAN

### Alat

Fourier Transform Infrared spectrophotometer Cary 630 with Dial Path (Agilent)

### Bahan

Parasetamol (BPFI), etanol (Merck), sampel jamu yang diperoleh dari depot jamu di area Surabaya, etanol (Merck). Cotton dan tissue.

### Metode

#### Analisis kualitatif

Spektrum diukur dengan mode transmisi. Tahap awal spektrum latar belakang diukur terhadap udara sebelum memulai pengukuran. Standar parasetamol 100% diletakkan pada kristal sampel dan ditekan dengan menggunakan penjepit untuk memastikan kontak yang tepat dan diamati pada panjang gelombang 650 – 2000  $\text{cm}^{-1}$  dengan resolusi spektra 8  $\text{cm}^{-1}$ . Estimasi waktu scan untuk spectra acquisition adalah 25 detik. Proses scan diulang tiga kali. Matrik sampel jamu dan campuran jamu-matriks 50% juga diamati pada panjang gelombang 650 – 2000  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra pada daerah sidik jari standar

parasetamol direkam sebagai perbandingan kemudian spektra dari matrik jamu, parasetamol-matriks 50% dilakukan overlay dan daerah karakteristik dari parasetamol kemudian diidentifikasi. Setelah pengamatan, permukaan pengambilan sampel platinum diamond dibersihkan dengan menggunakan isopropanol kemudian dikeringkan.

#### Identifikasi parasetamol pada jamu sediaan serbuk

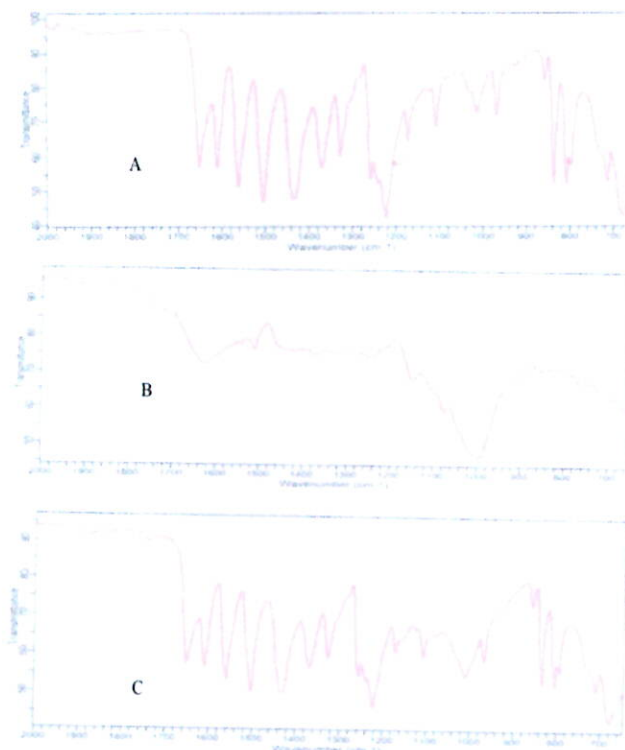
Sampel jamu bentuk serbuk digerus homogen (sebelumnya dioven suhu 40°C selama 3 jam). Spektrum diukur dengan mode transmisi. Sampel diletakkan pada kristal sampel dan ditekan dengan menggunakan penjepit untuk memastikan kontak yang tepat dan diamari pada panjang gelombang 650 – 2000 cm<sup>-1</sup> dengan resolusi spektra 8 cm<sup>-1</sup>. Estimasi waktu scan untuk spectra acquisition adalah 25 detik. Proses scan diulang tiga kali. Matrik sampel jamu dan campuran jamu-matriks 30% juga diamati pada panjang gelombang 650 – 2000 cm<sup>-1</sup>. Spektra pada daerah sidik jari sampeljamu direkam daerah karakteristik dari parasetamol kemudian diidentifikasi.

#### HASIL DAN PEMBAHASAN

Spektroskopi FT-IR kombinasi ATR merupakan teknik FT IR sederhana dan dapat digunakan pada pengukuran sampel dalam bentuk padat dan cair. Teknik ini merupakan teknik yang sangat cepat dan hanya memerlukan sampel dalam jumlah sedikit. Spektroskopi FT IR bertujuan untuk menentukan gugus senyawa organik yang diidentifikasi yaitu parasetamol dalam jamu sediaan serbuk. Hasil Uji FTIR kombinasi ART, serapan dari matriksjmu dan campuran matrik-parasetamol direkam dan dibandingkan dengan serapan standar parasetamol serta dipilih serapan yang memiliki sedikit atau tidak ada gangguan dari matriks jamu.

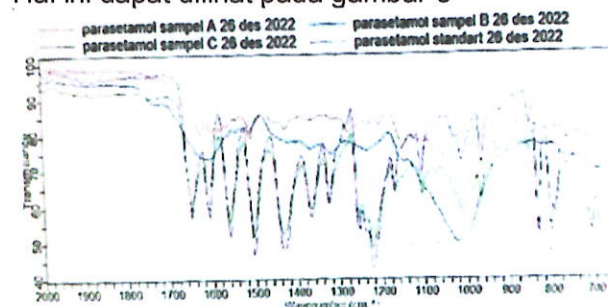
Parasetamol menunjukkan serapan yang karakteristik pada bilangan gelombang 3320; 3159; 3035; 1649; 1560; 835 cm<sup>-1</sup> (Tambunan dkk, 2020; Mallah dkk, 2015; Amado dkk, 2017) Gambar 2 menunjukkan identifikasi parasetamol berdasarkan perbandingan spektrum dari standar parasetamol, matriks jamu dan campuran matrik jamu-parasetamol pada panjang gelombang daerah 650 – 2000 cm<sup>-1</sup>. Dari gambar 2 pada standar parasetamol dan campuran matriks jamu-parasetamol menunjukkan serapan yang karakteristik pada bilangan gelombang 1651; 1610; 1561; 1505; 831 cm<sup>-1</sup> sedangkan pada matriks jamu

menunjukkan serapan pada bilangan gelombang 1744; 1632; 1509; 1151 dan 995 cm<sup>-1</sup>.



**Gambar 2.** Spektra FT-IR dari A. Standar parasetamol B. Matrik jamu C. Matrik jamu-parasetamol

Berdasarkan hasil karakteristik antara standar parasetamol, sampel A, B dan C dengan menggunakan FT-IR kombinasi ATR menunjukkan bahwa obat tradisional sampel A dan B tidak mengandung parasetamol sedangkan sampel C mengandung parasetamol. Hal ini dapat dilihat pada gambar 3



**Gambar 3.** Hasil Overlay uji FT-IR pada sampel A, sampel B dan sampel C

Dari hasil spektra overlay FT IR pada gambar 3 diatas, menunjukkan bahwa antara standar parasetamol, sampel A, sampel B terdapat perbedaan profil sedang pada sampel C terdapat kemiripan profil parasetamol yang dapat dilihat pada serapan dibilangan gelombang 650-

2000 cm<sup>-1</sup>. Hasil identifikasi gugus fungsi FTIR standar parasetamol, sampel A, sampel B dan sampel C dapat dilihat pada tabel 1.

**Tabel 1.** Hasil Identifikasi bilangan gelombang (cm<sup>-1</sup>) gugus fungsi FT IR sampel A, sampel B dan sampel C

Standar parasetamol	Sampel A	Sampel B	Sampel C	Prediksi gugus fungsi
1650,21	-	-	1658,67	C=O amida ulur
1610,21	1632,57	1617,66	1613,94	C=C aromatis ulur
1561,75	-	-	1569,21	N-H amida tekuk
1505,84	1509,57	-	1513,30	C=C aromatis ulur
831,20	-	-	834,92	=C-H ulur

Hasil menunjukkan bahwa gugus fungsi sampel A dan sampel B tidak ada puncak serapan pada bilangan gelombang 1650 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya gugus C=O amida ulur; bilangan gelombang 1560 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya N-H amida tekuk dan pada bilangan gelombang 830 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya gugus =C-H ulur. Sedangkan sampel C terdapat serapan yang karakteristik yang mirip dengan serapan parasetamol standar sesuai dengan tabel 1. Dilihat dari profil serapannya diperoleh bahwa profil serapan sampel C identic dengan profil serapan standar parasetamol yang dapat dilihat pada hasil overlay pada gambar 3.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian identifikasi parasetamol dalam jamu sediaan serbuk yang mudah, cepat dan biaya yang efektif dapat dilakukan dengan dengan uji FT-IR kombinasi ATR.

## DAFTAR PUSTAKA

Amado AM, Azevedo C, Ribeiro-Claro PJA. Conformational and vibrational reassessment of solid paracetamol. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 2017; 183: 431–438.

BPOM-RI, 2021, [https://drive.google.com/file/d/1Rxus9R7\\_R2AjtxrCkMj7SqAFymGdkK7q/view](https://drive.google.com/file/d/1Rxus9R7_R2AjtxrCkMj7SqAFymGdkK7q/view) accessed, 20 September 2022

Custers D, Canfyn M, Courselle P, De Beer JO, Apers S, Deconinck E. 2014. Headspace-gas chromatographic fingerprints to discriminate and classify counterfeit medicine. *Talanta*. 123: 78–88.

Custers D, Cauwenbergh T, Bothy JL, Courselle P, De Beer JO, Apers E et al. 2015. ATR-FTIR spectroscopy and chemometrics: An interesting tool to discriminate and characterize counterfeit medicines. *J. Pharm. Biomed. Anal.* 112: 181–189.

Degardin K, Roggo Y, Margot P. 2014. Understanding and fighting the medicine counterfeit market. *J. Pharm. Biomed. Anal.* 87: 167–175.

Dumarey M, van Nederkassel AM, Stanimirova I, Daszykowski M, Bensaid F, Lees M, et al. 2009. Recognizing paracetamol formulations with the same synthesis pathway based on their trace-enriched chromatographic impurity profiles. *Anal. Chim. Acta*. 655:43–51.

Gorog S. 2015 Identification in drug quality control and drug research. *TrAC Trends Anal. Chem.*; 69: 114–122.

Graham L, John O., Sangeeta T. 2018. Quantitative screening of the pharmaceutical ingredient for the rapid of identification of substandard and falsified medicine using reflectance infrared spectroscopy. *Plos one*. 1-17. Mallah MA,

Hayun., Baitha P., Manggadani., Nurul amalina. 2017. Determination of sibutramine adulterated in herbal slimming products using TLC Densitometric Method. *Indonesian Journal Pharm*, 27(1).pp 15-21

Kwok K, Taylor LS. 2012. Analysis of the packaging enclosing a counterfeit pharmaceutical tablet using Raman microscopy and two-dimensional correlation spectroscopy. *Vib. Spectrosc*; 61: 176–182.

Lebel P, Gagnon J, Furtos A, Waldron KC. 2014. A rapid, quantitative liquid chromatography-mass spectrometry screening method for 71 active and 11 natural erectile dysfunction ingredients present in potentially adulterated or counterfeit products. *J. Chromatogr. A*. 1343:143–151.

Mallah MA, Sherazi STH, Bhangar MI, Mahesar SA, Bajeeer MA. A rapid Fourier-transform infrared (FTIR) spectroscopic method for direct quantification of paracetamol content

- in solid pharmaceutical formulations. *Spectrochim. Acta A Mol. Biomol. Spectrosc.* 2015; 141: 64–70.
- Panusa A, Multari G, Incarnato G, Gagliardi L. 2007. High-performance liquid chromatography analysis of anti-inflammatory pharmaceuticals with ultraviolet and electrospray-mass spectrometry detection in suspected counterfeit homeopathic medicinal products. *J. Pharm. Biomed. Anal.* 43:1221–1227.
- Russo G, Barbato F, Grumetto L. 2016. A validated LC/UV method for the determination of four adulterating drugs in herbal slimming capsules. *J. Pharm. Biomed. Anal.* 117: 436–445.
- Sacre' PY, Deconinck E, De Beer T, Courselle P, Vancauwenberghe R, Chiap P, et al. 2010. Comparison and combination of spectroscopic techniques for the detection of counterfeit medicines. *J. Pharm. Biomed. Anal.* 53: 445–453.
- Sammons HM, Choonara I. 2017. Substandard medicines: a greater problem than counterfeit medicines. *BMJ Paediatrics.*
- Sherazi STH, Bhangar MI, Mahesar SA, Bajeer MA. A rapid Fourier-transform infrared (FTIR) spectroscopic method for direct quantification of paracetamol content in solid pharmaceutical formulations. *Spectrochim. Acta A Mol. Biomol. Spectrosc.* 2015; 141: 64–70.
- Silvestre V, Mboula VM, Jouitteau C, Akoka S, Robins RJ, Remaud G.S. 2009. Isotopic <sup>13</sup>C NMR spectrometry to assess counterfeiting of active pharmaceutical ingredients: site-specific <sup>13</sup>C content of aspirin and paracetamol. *J. Pharm. Biomed. Anal.* 50: 336–341.
- Sukkar E. 2014. Taking stock of counterfeit medicines. *Pharm. J.* 292: 570.
- Tambunan, E. Y. B. 2020. Penetapan kadar campuran parasetamol dan ibuprofen dalam sediaan tablet secara spektrofotometri inframerah (FTIR). Skripsi Universitas Sumatera utara. Medan
- Wilczyński S. 2015. The use of dynamic thermal analysis to distinguish between genuine and counterfeit drugs. *Int. J. Pharm.* 2015; 490: 16–21.