

## INTISARI

Produk herbal, khususnya jamu, telah dikonsumsi oleh masyarakat Indonesia secara turun-temurun. Jamu-jamu pereda nyeri seperti jamu pegel linu, jamu encok, dan jamu sakit pinggang merupakan produk herbal dengan penjualan tertinggi di Indonesia. Peningkatan konsumsi masyarakat terhadap jamu diikuti dengan peningkatan laporan tentang banyaknya jamu yang dicampur dengan bahan kimia obat (BKO). Penggunaan secara terus-menerus dari Jamu yang telah dicampur dengan BKO dapat membahayakan konsumen karena adanya efek samping dari BKO. Tujuan penelitian ini adalah mengembangkan metode analisis yang cepat, efisien, efektif, dan reliabel untuk mendeteksi adanya obat-obat pereda nyeri pada produk herbal jamu pereda nyeri menggunakan metode spektroskopi inframerah,  $^1\text{H-NMR}$  yang dikombinasikan dengan kemometrika, dan 2D NMR (*J-resolved*)

Penelitian ini menggunakan 10 sampel BKO yang biasa ditemukan di jamu pereda nyeri, beberapa jamu pereda nyeri, dan pemodelan sampel campuran antara jamu dan BKO. Pemodelan sampel menggunakan dua metode yaitu metode dengan pencampuran %b/b dan metode dengan penambahan BKO sesuai dosis lazim ke dalam jamu pereda nyeri. Identifikasi jamu tanpa BKO dikonfirmasi dengan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT). Masing-masing sampel dilakukan analisis menggunakan spektroskopi inframerah dan  $^1\text{H-NMR}$ . Analisis 2D-NMR *J-resolved* digunakan untuk menganalisis adanya *overlapping* spektra  $^1\text{H-NMR}$  pada sampel tertentu. Spektrum hasil pengukuran dari spektroskopi inframerah dan  $^1\text{H-NMR}$  dianalisis lebih lanjut menggunakan analisis multivariat yaitu *Principal Component Analysis* (PCA), *Partial Least Square-Regression* (PLSR), *Principal Component Regression* (PCR), *Linear Discriminant Analysis* (PLS-DA), dan *Orthogonal Projection to Latent Structure Discriminant* (OPLS-DA) untuk mendeteksi adanya perbedaan antara jamu dengan jamu yang telah dicampur dengan BKO.

Hasil identifikasi jamu menunjukkan jamu yang digunakan untuk pemodelan tidak terdapat BKO yang digunakan. Hasil analisis kombinasi antara spektroskopi inframerah dan PCA dapat mengklasifikasi antara BKO, jamu, dan model pencampuran jamu khususnya model pencampuran %b/b. Regresi multivariat menunjukkan model yang optimal untuk metode pencampuran %b/b berdasarkan nilai RMSEC, RMSEP yang kecil, dan nilai  $R^2$  mendekati 1. Model LDA dapat membedakan antara jamu dan campuran jamu-BKO. Analisis kombinasi antara  $^1\text{H-NMR}$  dan analisis multivariat PCA menunjukkan hasil kurang optimal. Model OPLS-DA menggunakan data spektrum  $^1\text{H-NMR}$  menunjukkan hasil optimal untuk mengklasifikasi antara jamu pereda nyeri, BKO, dan campuran jamu pereda nyeri-BKO. Analisis kombinasi spektroskopi inframerah,  $^1\text{H-NMR}$  dan kemometrika menunjukkan hasil kurang optimal pada model pencampuran dengan dosis lazim dengan analisis PCA, tetapi hasil analisis OPLS-DA menunjukkan diskriminan yang optimal untuk membedakan antara jamu tunggal dan campuran dengan BKO. Analisis 2D-NMR *J-resolved* menunjukkan spektra cukup baik dan nilai konstanta kopling pada sampel dengan pencampuran dengan

dosis lazim. Kombinasi analisis antara spektroskopi inframerah, NMR dan kemometrika baik untuk dikembangkan lebih lanjut untuk menganalisis adanya kandungan BKO pada produk herbal.

Kata kunci : kemometrika, spektroskopi inframerah, spektroskopi NMR, produk herbal, bahan kimia obat, *J-resolved*.

## ABSTRACT

Herbal products, especially jamu, have been consumed by Indonesians for generations. Pain-relieving herbs such as jamu pegel linu, jamu encok, and jamu sakit pinggang are the highest-selling herbal products in Indonesia. The increase in public consumption of herbal products has been followed by increasing reports of herbal products laced with medicinal chemicals (MCs). The continuous use of herbal products that have been mixed with MCs can endanger consumers due to the side effects of BKO. The purpose of this study was to develop a fast, efficient, effective, and reliable analytical method to detect the presence of pain-relieving drugs in herbal products using infrared spectroscopy,  $^1\text{H}$ -NMR combined with chemometrics, and 2D NMR (*J*-resolved).

This study used 10 samples of BKOs commonly found in herbal pain relievers, several herbal pain relievers, and modeling of mixed samples between Jamu and BKOs. Modeling of samples using two methods, namely the method with %b/b mixing and the method with the addition of MC according to the usual dose into pain relieving jamu. The identification of jamu without MCs was confirmed by high-performance liquid chromatography (HPLC). Each sample was analyzed using infrared and  $^1\text{H}$ -NMR spectroscopy. *J*-resolved analysis was used to analyze the presence of overlapping  $^1\text{H}$ -NMR spectra in certain samples. The measured spectra from infrared and  $^1\text{H}$ -NMR spectroscopy were further analyzed using multivariate analysis, namely Principal Component Analysis (PCA), Partial Least Square-Regression (PLSR), Principal Component Regression (PCR), Linear Discriminant Analysis (PLS-DA), and Orthogonal Projection to Latent Structure Discriminant (OPLS-DA) to detect differences between jamu and jamu that have been mixed with BKO.

The results of herbal identification showed that the herbal medicine used for modeling did not contain any MCs. The results of the combination analysis between infrared spectroscopy and PCA can classify between BKO, herbal medicine, and herbal medicine mixing models, especially the %b/b mixing model. Multivariate regression showed an optimal model for the %b/b mixing method based on the RMSEC value, small RMSEP, and  $R^2$  value close to 1. The LDA model can distinguish between herbal medicine and herbal-BKO mixture. Combination analysis between  $^1\text{H}$ -NMR and PCA multivariate analysis showed suboptimal results. The OPLS-DA model using  $^1\text{H}$ -NMR spectrum data showed optimal results for classifying between pain relieving jamu, BKOs, and pain relieving jamu-BKO mixtures. Combined analysis of infrared,  $^1\text{H}$ -NMR and chemometric spectroscopy showed less than optimal results in the mixing model with prevalent doses by PCA analysis, but the results of OPLS-DA analysis showed optimal discriminants to distinguish between single jamu and mixtures with BKO. *J*-resolved analysis showed good spectra and constant values of coupling in samples with mixing at usual doses. The combination analysis between infrared spectroscopy, NMR and

chemometrics is good to be developed further to analyze the presence of BKO content in herbal products.

Keywords: chemometrics, infrared spectroscopy, NMR spectroscopy, herbal products, medicinal chemicals, *J*-resolved.