



APLIKASI METODE $^1\text{H-NMR}$ BERBASIS FINGERPRINTING METABOLIT DAN KEMOMETRIKA UNTUK ANALISIS ALOPURINOL

DAN ASETAMINOFEN SEBAGAI BAHAN KIMIA OBAT DALAM JAMU

ADITA YUNIATI P, Dr. Respati Tri Swasono, M.Phil ; Prof. Dr. Harno Dwi Pranowo, M.Si

Universitas Gadjah Mada, 2019 | Diunduh dari <http://etd.repository.ugm.ac.id/>

**APLIKASI METODE $^1\text{H-NMR}$ BERBASIS *FINGERPRINTING*
METABOLIT DAN KEMOMETRIKA UNTUK ANALISIS
ALOPURINOL DAN ASETAMINOFEN SEBAGAI BAHAN
KIMIA OBAT DALAM JAMU**

Adita Yuniati Puspitasari
17/418549/PPA/05333

INTISARI

Telah dilakukan studi analisis kualitatif dan kuantitatif menggunakan $^1\text{H-NMR}$ untuk menentukan *fingerprint* metabolit dari jamu serta alopurinol dan asetaminofen sebagai Bahan Kimia Obat (BKO). Metode analisis yang telah tervalidasi digunakan untuk analisis 6 jamu komersial dengan klaim khasiat menyembuhkan asam urat, pegal linu, rematik dan nyeri sendi.

Penelitian ini diawali dengan mengekstraksi 75 mg jamu dengan pelarut metanol terdeuterasi (metanol- d_4) yang mengandung standar internal TMSP (3-Trimethylsilyl Propionic Acid- d_4) 0,001%. Supernatan hasil ekstraksi jamu, larutan standar alopurinol dan asetaminofen dianalisis dengan $^1\text{H-NMR}$. Analisis multivariat menggunakan model PCA (*principal component analysis*) dan OPLS-DA (*orthogonal projection to latent structures-discriminant analysis*) dilakukan terhadap spektra $^1\text{H-NMR}$.

Validasi metode menunjukkan persentase perolehan kembali untuk analisis alopurinol dan asetaminofen masing-masing 97,08%-101% dan 97,28-99,69 % dengan nilai RSD $\leq 5,7\%$. Batas deteksi (LOD) untuk alopurinol dan asetaminofen diperoleh masing-masing 0,19 mg/mL dan 0,04 mg/mL. Batas kuantitasi (LOQ) ditemukan masing-masing analit 0,57 mg/mL dan 0,12 mg/mL. *Fingerprinting* metabolit menggunakan $^1\text{H-NMR}$ yang dikombinasikan dengan analisis multivariat menunjukkan bahwa terdapat 4 jamu terdeteksi mengandung asetaminofen yaitu jamu asam urat J1, J2, J3 dan J5 dengan konsentrasi masing-masing 0,05; 3,03; 1,72; dan 5,01 mg/mL. Berdasarkan hasil tersebut disimpulkan $^1\text{H-NMR}$ merupakan metode yang akurat, memiliki kinerja yang baik dan memenuhi syarat validasi.

Kata kunci : *fingerprinting*, $^1\text{H-NMR}$, validasi metode, ekstraksi, bahan kimia obat, jamu



APPLICATION OF $^1\text{H-NMR}$ METHOD BASED ON METABOLITES FINGERPRINTING AND CHEMOMETRICA FOR ANALYSIS OF ALLOPURINOL AND ACETAMINOPHEN AS PHARMACEUTICAL ACTIVE INGREDIENT IN JAMU

Adita Yuniati Puspitasari

17/418549/PPA/05333

ABSTRACT

A study of qualitative and quantitative analysis using $^1\text{H-NMR}$ for determination of metabolites fingerprinting of Indonesian herbal medicine (jamu) along with allopurinol and acetaminophen added as pharmaceutical active ingredients had been performed. Validated analytical method was applied for analysis of 6 commercial herbs with claims of efficacy in healing gout, aches, rheumatism and joint pain.

The study was initiated by extracting 75 mg of jamu with deuterated methanol (methanol- d_4) which contained an internal standard TMSP (3-Trimethylsilyl Propionic Acid- d_4) 0.001%. Supernatant extracted from jamu, standard solution of allopurinol and acetaminophen was analyzed by $^1\text{H-NMR}$. Multivariate analysis using PCA (Principal Component Analysis) and OPLS-DA models (Orthogonal Projection to Latent Structures-Discriminant Analysis) was performed on $^1\text{H-NMR}$ spectra.

The method validation showed the percentage of recovery for allopurinol and acetaminophen analysis of 97.08-101% and 97.28 -99.69 % with RSD values $\leq 5.7\%$. The detection limit (LOD) for allopurinol and acetaminophen were calculated 0.19 mg / mL and 0.04 mg/mL, respectively. The limit of quantitation (LOQ) were found for allopurinol and acetaminophen 0.57 mg / mL and 0.12 mg/mL, respectively. Fingerprinting metabolites using $^1\text{H-NMR}$ combined with multivariate analysis showed that there were 4 detected herbs containing acetaminophen, namely J1, J2, J3 and J5 with concentrations of 0.05, 3.03, 1.72, and 5.01 mg/mL, respectively. Based on these results it is concluded that $^1\text{H-NMR}$ is an accurate method, has good performance and meets validation requirements.

Kata kunci : fingerprinting, $^1\text{H-NMR}$, analysis, method validation, extraction, pharmaceutical active ingredients, jamu