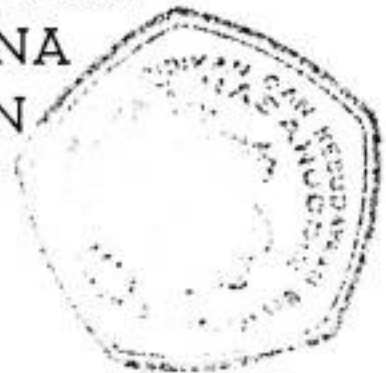


PENETAPAN KADAR KLORFENIRAMIN MALEAT
SECARA SPEKTROFOTOMETRI SINAR
TAMPAK DENGAN PEWARNA
GOLONGAN SULFOFTALEIN



PERPUSTAKAAN PINTU UNIV. HASANUDDIN

Tgl. terima	01. Juni 1990
Asal dari	Fak. Mipa
Panyaknya	2 (Dua) exp
Haras	Hadiah
No. Inventaris	90 06 1163
No. Kas	

NATALYA BUDIWIDJAJA

84 03 161

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
UJUNG PANDANG

1989

T E S I S



NATALYA BUDIWIDJAJA

84 03 161

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS HASANUDDIN

UJUNG PANDANG

1989

**PENETAPAN KADAR KLORFENIRAMIN MALEAT
SECARA SPEKTROFOTOMETRI SINAR
TAMPAK DENGAN PEWARNA
GOLONGAN SULFOFTALEIN**

T E S I S

Untuk melengkapi tugas-tugas dan
memenuhi syarat-syarat untuk
mencapai gelar Sarjana

NATALYA BUDIWIDJAJA

84 03 161

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
UJUNG PANDANG**

1989

PENETAPAN KADAR KLORFENIRAMIN MALEAT
SECARA SPEKTROFOTOMETRI SINAR
TAMPAK DENGAN PEWARNA
GOLONGAN SULFOFTALEIN

Disetujui Oleh :

Pembimbing Utama



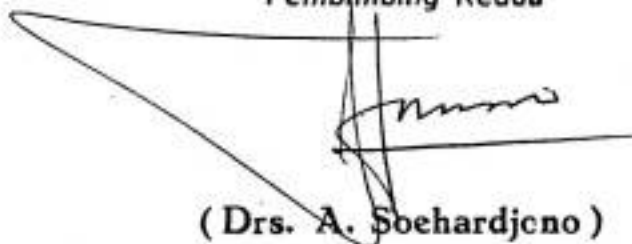
(Dra. Roswita Abbas)

Pembimbing Pertama



(Dra. Yeanny Wunas, MS)

Pembimbing Kedua



(Drs. A. Soehardjono)

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji dan syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa, yang telah melimpahkan kasih dan karuniaNya sehingga tesis ini dapat terselesaikan.

Terwujudnya tesis ini juga merupakan berkat bantuan dari berbagai pihak dan dalam kesempatan ini penulis menghaturkan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya dan menyampaikan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada :

1. Ibu Dra. Roswita Abbas, selaku Pembimbing Utama
 2. Ibu Dra. Jeanny Wunas, MS selaku Pembimbing Pertama
 3. Bapak Drs. A. Soehardjono, selaku Pembimbing Kedua
- atas kesediaannya meluangkan waktu, tenaga dan pikiran kepada penulis sejak saat perencanaan penelitian hingga terselesainya tesis ini.

Pada kesempatan ini pula penulis menghaturkan rasa terima kasih kepada :

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
2. Ketua Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
3. Kepala Laboratorium Kimia Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
4. Ibu Dra. Eva Firmina Sabu, MSc selaku Penasehat Akademik.

5. Seluruh Bapak dan Ibu dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
6. Seluruh staf pegawai Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

atas bantuan dan bimbingannya selama kami menempuh pendidikan di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Penulis menghaturkan pula rasa terima kasih yang tak terhingga kepada kedua orang tua dan saudara-saudara tercinta serta semua pihak yang telah memberikan bantuan baik moril maupun materiil hingga terselesainya tesis ini.

Kiranya tesis ini dapat dimanfaatkan bagi kepentingan mahasiswa jurusan farmasi khususnya dalam pengembangan ilmu farmasi di masa yang akan datang.

Semoga Tuhan Yang Maha Esa senantiasa memberkati amal kebaikan kita semua.

A M I N

Ujung Pandang, Desember 1989

Penulis

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian penetapan kadar klorfeniramin maleat secara spektrofotometri sinar tampak dengan pewarna golongan sulfoftalein. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan pewarna dan dapar yang paling baik untuk menetapkan kadar klorfeniramin maleat secara spektrofotometri sinar tampak.

Pada penelitian ini contoh klorfeniramin maleat didapar dengan dapar Mc.Ilvain pada pH 4,0; 5,0; 5,6; 6,0; 7,0; 7,8 atau dapar fosfat pH 5,6; 7,0; 7,8 kemudian ditambahkan larutan pewarna golongan sulfoftalein yaitu hijau bromkresol, ungu bromkresol, biru bromtimol kemudian warna yang terbentuk diekstraksi dengan kloroform. Lapisan kloroform yang bening setelah dikeringkan dengan natrium sulfat eksikatus, ditambahkan campuran trietanolamin : etanol (1:1) dan ditentukan serapannya pada panjang gelombang 25 nm untuk pewarna hijau bromkresol, 600 nm untuk pewarna ungu bromkresol, 630 nm untuk pewarna biru bromtimol secara spektrofotometri sinar tampak. Data yang diperoleh, diuji secara statistik menggunakan rancangan acak lengkap pada tingkat kepercayaan 1%.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pewarna ungu bromkresol yang memberikan hasil terbaik dan tidak ada pengaruh yang nyata antara penambahan dapar Mc.Ilvain pada pH 4,0; 5,0; 5,6; 6,0; 7,0; 7,8 atau dapar fosfat pada pH 5,6; 7,0; 7,8.

ABSTRACT

The assay of chlorpheniramin maleate spectrophotometric ally with sulfophtalein dyes has been done. This research aimed to get the best dye and buffer for the assay of chlorpheniramin maleat by the spectrophotometric method.

In this determination chlorpheniramin maleat was mixed with pH 4,0; 5,0; 5,6; 6,0; 7,0; 7,8 Mc.Ilvain buffer, or pH 5,6; 7,0; 7,8 phosphate buffer, then the solution of sulfophtalein dyes bromcresol green, bromcresol purple, bromthymol blue was added and the colour extracted with chloroform. The chloroform layer was dehydrated with sodiumsulfate, the clear chloroform layer was mixed with trietanolamine : ethanol (1:1), and the absorbance measured at 630 nm. The data obtained from this determination was analysed statistically.

The result of this determination showed that bromcresol purple dyes is the best dyes and there is no significant influence between Mc. Ilvain buffer at pH 4,0; 5,0; 5,6; 6,0; 7,0; 7,8 or phosphate buffer at pH 5,6; 7,0; 7,8.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
UCAPAN TERIMA KASIH	iii
ABSTRAK	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
BAB I PENDAHULUAN	1
BAB II POLA PENELITIAN	3
BAB III TINJAUAN PUSTAKA	5
III.1 Uraian umum antihistamin	5
III.1.1 Jenis-jenis antihistamin	5
III.1.2 Klorfeniramin maleat	6
III.2 Pewarna golongan sulfoftalein	7
III.2.1 Prinsip reaksi kesetimbangan pewarna golongan sulfoftalein	7
III.2.2 Jenis-jenis pewarna golongan sulfoftalein	8
III.3 Spektrofotometri	11
III.4 Dapar	12
III.4.1 Dapar Mc. Ilvain	13
III.4.2 Dapar fosfat	13

BAB	IV	Penelitian dan hasil penelitian	14
		IV.1 Alat-alat yang digunakan	14
		IV.2 Bahan-bahan yang digunakan	14
		IV.3 Penetapan klorfeniramin maleat secara kualitatif	15
		IV.5 Pembuatan larutan dapar	15
		IV.5.1 Dapar Mc. Ilvain	15
		IV.5.2 Dapar fosfat	15
		IV.6 Rancangan metode analisis	16
		IV.7 Penentuan panjang gelombang maksimum .	18
		IV.7.1 Pewarna Hijau bromkresol	18
		IV.7.2 Pewarna Purpur bromkresol	18
		IV.7.3 Pewarna Biru bromtimol	19
		IV.8 Pembuatan kurva kalibrasi	20
		IV.9 Penetapan kadar larutan klorfeniramin maleat secara spektrofotometri sinar tampak	20
		IV.9.1 Pewarna Hijau bromkresol	20
		IV.9.2 Pewarna Purpur bromkresol	21
		IV.9.3 Pewarna Biru bromtimol	21
		IV.10 Pengolahan data	22
BAB	V	PEMBAHASAN	23
BAB	VI	KESIMPULAN DAN SARAN	24
		VI.1 Kesimpulan	24
		VI.2 Saran	24
DAFTAR		PUSTAKA	25

DAFTAR TABEL

Tabel		Halaman
I	DAPAR Mc. ILVAIN	27
II	DAPAR FOSFAT	28
III	HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN DAPAR Mc. ILVAIN pH RENDAH	29
IV	HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN DAPAR Mc. ILVAIN pH TINGGI	30
V	HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN DAPAR FOSFAT pH TINGGI	31
VI	HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN CTM DENGAN PEWARNA HIJAU BROMKRESOL	32
VII	HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN CTM DENGAN PEWARNA PURPUR BROMKRESOL	33
VIII	HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN CTM DENGAN PEWARNA BIRU BROMTIMOL	34

DAFTAR GAMBAR

Gambar		Halaman
I	KURVA SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA HIJAU BROMKRESOL	35
II	KURVA SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA PURPUR BROMKRESOL	36
III	KURVA SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA BIRU BROMTIMOL	37
IV	KURVA KALIBRASI HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA HIJAU BROMKRESOL DAN DAPAR Mc. ILVAIN pH 4,0 VERSUS KONSENTRASI	38
V	KURVA KALIBRASI HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA HIJAU BROMKRESOL DAN DAPAR Mc. ILVAIN pH 5,6 VERSUS KONSENTRASI	39
VI	KURVA KALIBRASI HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA HIJAU BROMKRESOL DAN DAPAR FOSFAT pH 5,6 VERSUS KONSENTRASI	40
VII	KURVA KALIBRASI HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA PURPUR BROMKRESOL DAN DAPAR Mc. ILVAIN pH 5,0 VERSUS KONSENTRASI	41

VIII	KURVA KALIBRASI HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA PURPUR BROMKRESOL DAN DAPAR Mc. ILVAIN pH 7,0 VERSUS KONSENTRASI	42
IX	KURVA KALIBRASI HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA PURPUR BROMKRESOL DAN DAPAR FOSFAT pH 7,0 VERSUS KONSENTRASI	43
X	KURVA KALIBRASI HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA BIRU BROMTIMOL DAN DAPAR Mc. ILVAIN pH 6,0 VERSUS KONSENTRASI	44
XI	KURVA KALIBRASI HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA BIRU BROMTIMOL DAN DAPAR Mc. ILVAIN pH 7,8 VERSUS KONSENTRASI	45
XII	KURVA KALIBRASI HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA BIRU BROMTIMOL DAN DAPAR FOSFAT pH 7,8 VERSUS KONSENTRASI	46

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran		Halaman
A	CONTOH PERHITUNGAN PERSAMAAN GARIS REGRESI HASIL PENGUKURAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA HIJAU BROMKRESOL DAN DAPAR Mc. ILVAIN pH 4,0 SECARA SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK	47
B	CONTOH PERHITUNGAN PENGECERAN LARUTAN CTM DENGAN PEWARNA HIJAU BROMKRESOL	49
C	ANALISA STATISTIKA KADAR LARUTAN CTM DARI MASING-MASING PEWARNA GOLONGAN SULFOFTALEIN DENGAN DAPAR Mc. ILVAIN DAN DAPAR FOSFAT SECARA RANCANGAN ACAK LENGKAP	50



BAB I

PENDAHULUAN

Antihistamin adalah zat-zat yang dapat mengurangi atau menghalangi efek histamin yang berlebihan di dalam tubuh dengan jalan menghambat reseptor-reseptor histamin. Ada dua kelompok antihistamin yaitu antihistamin penghambat reseptor H_1 dan H_2 . Kedua macam antihistamin ini bekerja secara kompetitif, yaitu dengan menghambat interaksi histamin dan reseptor histamin H_1 dan H_2 . Klorfeniramin maleat sebagai antihistamin berinteraksi dengan reseptor H_1 untuk melawan alergi (1, 2).

Dalam sediaan farmasi, kadar klorfeniramin maleat umumnya kecil dan tercampur dengan bahan obat atau bahan penambah lain, hal ini menyulitkan penentuan secara titrimetri dan kadar yang diperoleh kurang memuaskan. Penetapan kadar klorfeniramin maleat secara spektrofotometri sinar tampak dengan pewarna hijau bromkresol menggunakan dapar Mc. Ilvain pH 5,6 telah diteliti oleh Masaru Aoki dan kawan-kawan (10). Berdasarkan hasil penelitian ini diharapkan pewarna golongan sulfoftalein dengan dapar Mc. Ilvain dan dapar fosfat dapat digunakan untuk menetapkan kadar klorfeniramin maleat.

Dalam penelitian ini contoh klorfeniramin maleat didapar dengan dapar Mc. Ilvain pada pH 4,0; 5,0; 5,6; 6,0; 7,0; 7,8 atau dapar fosfat pada pH 5,6; 7,0; 7,8 kemudian ditambahkan larutan pewarna golongan sulfoftalein dan warna yang terbentuk diekstraksi dengan kloroform. Lapisan

kloroform yang bening setelah dikeringkan dengan natrium sulfat eksikatus, ditambahkan campuran trietanolamin : etanol (1:1) dan ditentukan serapannya pada panjang gelombang 630 nm. Pendaparan dimaksudkan untuk menstabilkan warna yang akan diukur secara spektrofotometri.

Penelitian ini dimaksudkan untuk meneliti pewarna golongan sulfoftalein yang mana dapat digunakan untuk menetapkan kadar klorfeniramin maleat secara spektrofotometri sinar tampak dengan tujuan untuk mendapatkan pewarna dan dapar yang paling baik yang dapat digunakan untuk menetapkan kadar klorfeniramin maleat.

BAB II
POLA PENELITIAN

II.1 Penyediaan alat dan bahan

Alat disediakan sesuai kebutuhan penelitian dan bahan disediakan yang memenuhi syarat kefarmasian dengan melaksanakan pemeriksaan secara kualitatif dan kuantitatif.

II.1.1 Penetapan klorfeniramin maleat secara kualitatif

II.2 Pembuatan dapar

II.2.1 Pembuatan dapar Mc. Ilvain

II.2.2 Pembuatan dapar fosfat

II.3 Rancangan metode analisis

Analisis larutan klorfeniramin maleat dengan metode spektrofotometri menggunakan 3 macam pewarna golongan sulfoftalein.

II.4 Penentuan panjang gelombang maksimum klorfeniramin maleat dengan dapar Mc. Ilvain dan dapar fosfat menggunakan pewarna:

II.4.1 Hijau bromkresol

II.4.2 Ungu bromkresol

II.4.3 Biru bromtimol

II.5 Pembuatan kurva kalibrasi klorfeniramin maleat dengan dapar Mc. Ilvain dan dapar fosfat menggunakan pewarna:

II.5.1 Hijau bromkresol

II.5.2 Ungu bromkresol

II.5.3 Pewarna Biru bromtimol

II.6 Penentuan kadar Klorfeniramin maleat secara spektrofotometri sinar tampak menggunakan 3 macam pewarna golongan sulfoftalein

II.6.1 Dengan dapar Mc. Ilvain

II.6.2 Dengan dapar fosfat

II.7 Pembahasan

II.8 Pengambilan kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh.

BAB III
TINJAUAN PUSTAKA

III.1 Uraian umum antihistamin

Antihistamin adalah zat-zat yang dapat mengurangi atau menghalangi efek histamin yang berlebihan di dalam tubuh dengan jalan menghambat reseptor-reseptor histamin (2).

III.1.1 Jenis-jenis antihistamin

III.1.1.1 Antihistamin penghambat reseptor

H_1 (AH_1)

Antihistamin seperti antergan, neoantergan, difenhidramin, tripelenamin dan klorfeniramin maleat dalam dosis terapi, efektif untuk mengobati edema, eritem dan pruritus tetapi tidak dapat melawan efek hipersekresi asam lambung akibat histamin. Sifat khas AH_1 adalah kesanggupan menghambat efek histamin pada pembuluh darah, bronkus dan bermacam-macam otot polos, selain itu AH_1 bermanfaat untuk mengobati reaksi hipersensitif atau keadaan lain di mana terjadi pelepasan histamin endogen.

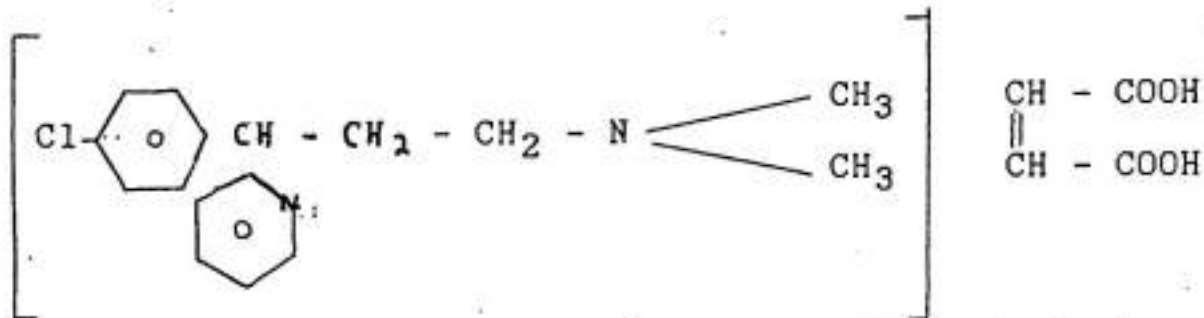
III.1.1.2 Antihistamin penghambat reseptor H_2 (AH_2)

Seperti burinamid, metiamid dan simetidin yang dapat menghambat sekresi asam lambung akibat histamin efektif untuk mengobati ulkus peptikum, gastritis atau duodenitis.

III.1.2 Klorfeniramin maleat (3, 4, 5, 11)

Sinonim : Chlorpheniramine maleat, chlorphenamine maleat, Chlortrimeton, Chlorpropenpyridamine maleat, 2-p-kloro-(2-dimetilaminoetilbenzilpiridina maleat).

Rumus bangun :



Rumus molekul : $C_{16} H_{19} ClN_2, C_4 H_4 O$

Berat molekul : 390,87

Kesamaan-kebasaaan : pKa pada 25° adalah 9,1, larutan 1% b/v mempunyai pH 4 sampai 5

Pemerian : serbuk hablur, putih, tidak berbau, rasa pahit

Kelarutan : Larut dalam 4 bagian air,
dalam 10 bagian etanol (95%) P dan 10 bagian
kloroform P, sukar larut dalam eter P.

Dosis maksimum : sehari 40 mg

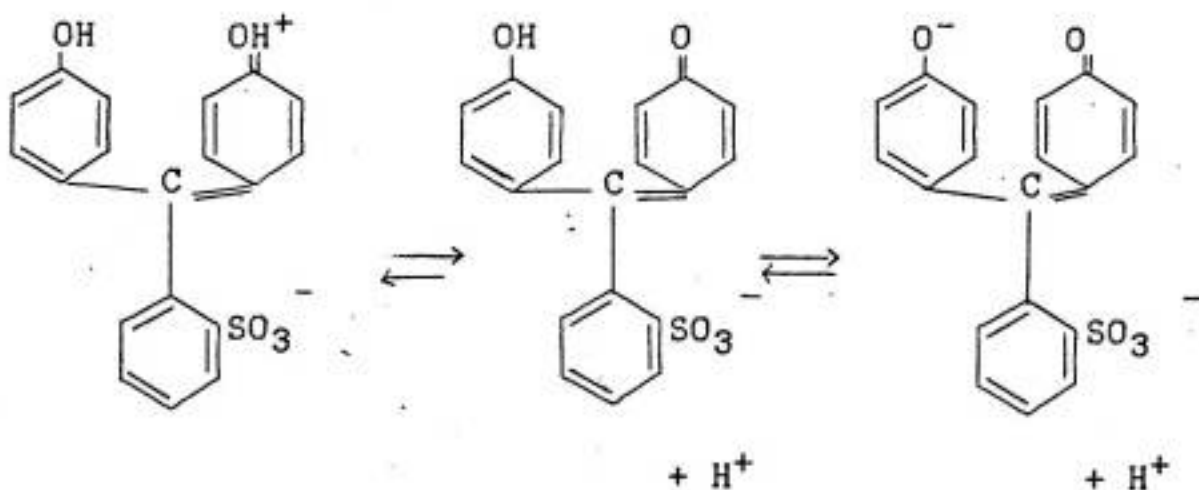
Penyimpanan : Dalam wadah yang tertutup
baik, terlindung dari cahaya

Kegunaan : Antihistamin

III.2 Pewarna golongan sulfoftalein (6, 7)

Kebanyakan pewarna golongan sulfoftalein mempunyai daerah perubahan warna yang berguna, yang satu terjadi dalam larutan yang agak asam dan lainnya terjadi di dalam larutan netral atau agak basa dimana warna basa yang terjadi lebih stabil (6).

III.2.1 Prinsip reaksi kesetimbangan pewarna golongan sulfoftalein



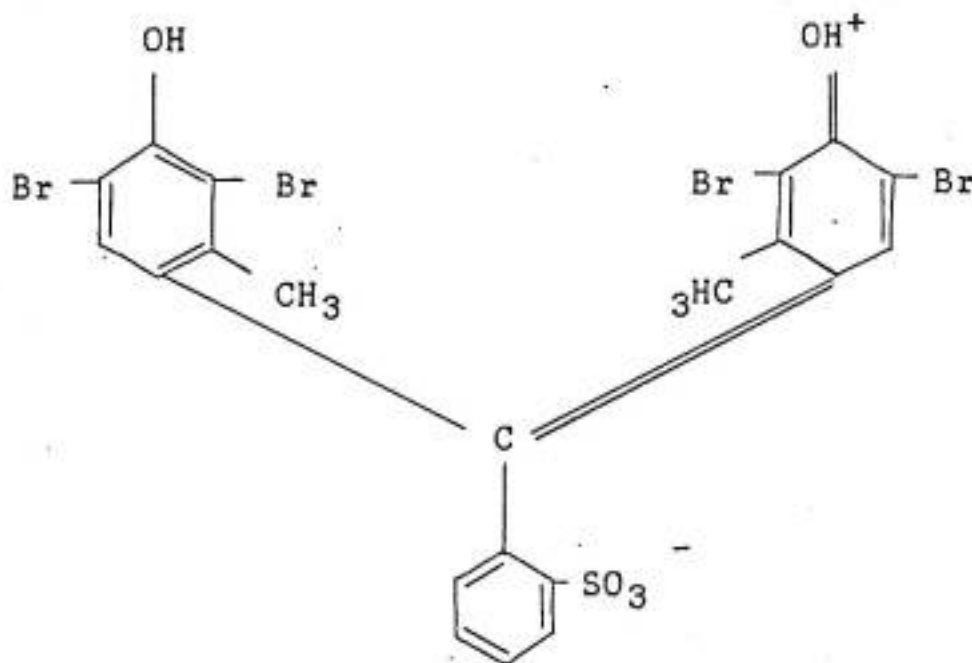
III.2.2 Jenis-jenis pewarna golongan sulfoftalein

Ada 3 macam pewarna golongan sulfoftalein yang digunakan yaitu :

1. Hijau bromkresol (4)

Sinonim : 3, 3', 5, 5'-tetrabromo-o-cresol-sulfonftalein, bromkresol green (3), bromkresol hijau (14)

Rumus bangun :



Rumus molekul : $C_{21} H_{14} Br_4 O_5 S$

Berat molekul : 698,05

Pemerian : serbuk agak kekuningan

Jarak lebur : 218-219°

Kelarutan : Sedikit larut dalam air.

Mudah larut dalam alkohol, eter, etil asetat

Agak larut dalam benzen.

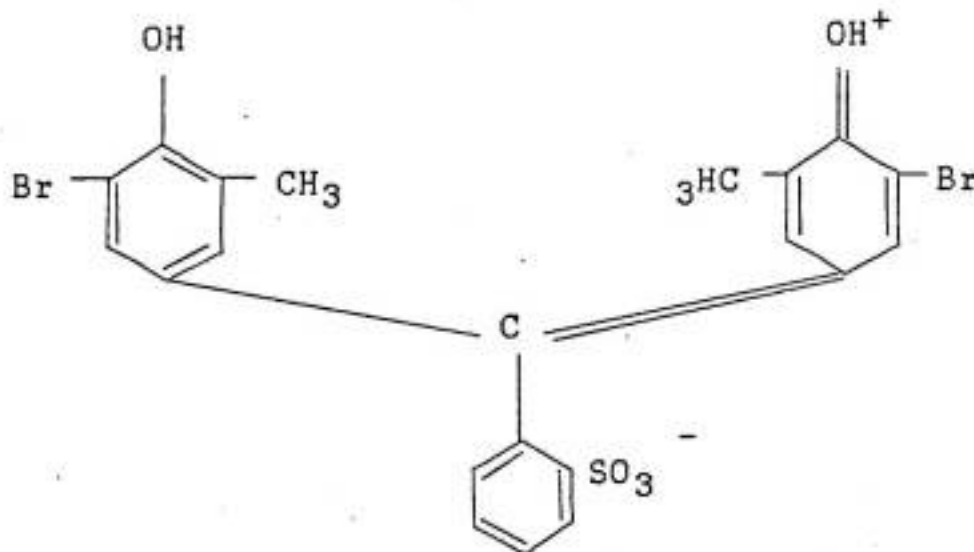
Sifat kimia : Sangat peka terhadap alkali bahkan airpun ternyata cukup alkalis untuk memberikan warna karakteristik biru-hijau.

Kegunaan : Sebagai indikator, pH 3,8 kuning; pH 5,4 biru hijau.

2. Ungu bromkresol (4)

Sinonim : 5, 5'-dibromo-o-cresolsulfon - fthalein, bromcresol purple (3), bromkresol ungu (14)

Rumus bangun :



Rumus molekul : $C_{21} H_{16} Br_2 O_5 S$

Berat molekul : 540,24

Pemerian : serbuk agak kekuningan

Kelarutan : Praktis tidak larut dalam air. Larut dalam alkohol, alkali encer.

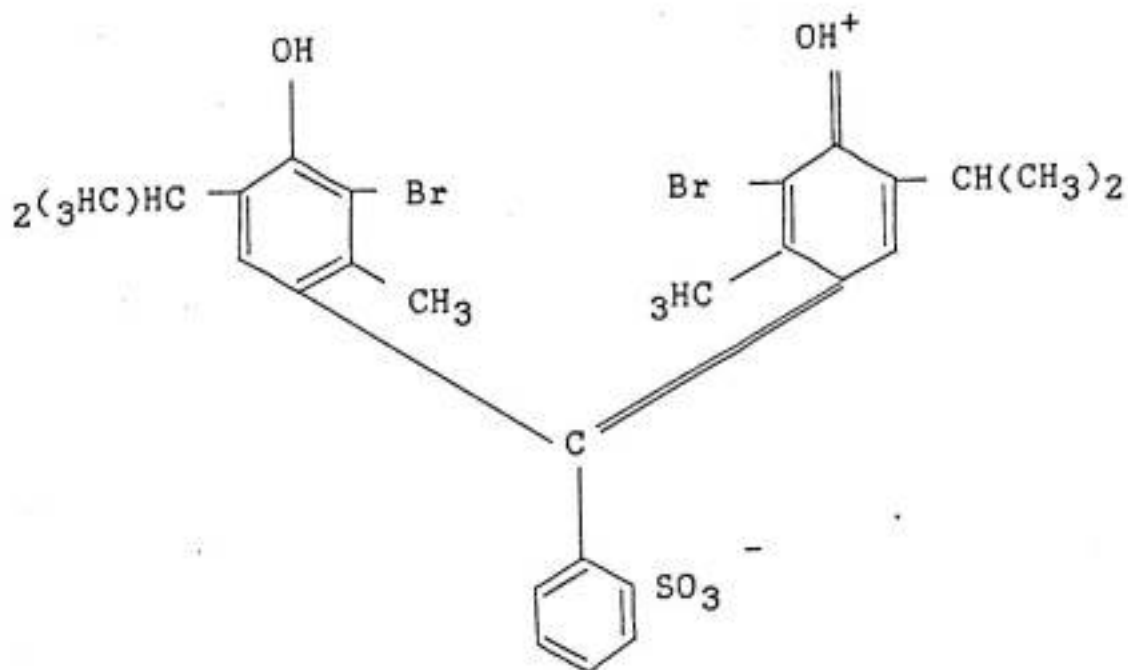
Kegunaan : Sebagai indikator, pH 5,2 kuning; pH 6,8 purple (merah lembayung)



3. Biru bromtimol (4)

Sinonim : 3, 3'-dibromothymol-sulfon -
fthalein, bromthymol blue (3), bromtimol
biru (14)

Rumus bangun :



Rumus molekul : $C_{27} H_{28} Br_2 O_5 S$

Berat molekul : 624,39

Pemerian : serbuk kemerahan atau
kecoklatan

Kelarutan : Sukar larut dalam air ;
larut daalm alkohol dan dalam larutan air
yang mengandung alkali. Juga larut dalam
eter. Kurang larut dalam benzen, toluena,
xilen. Praktis tidak larut dalam petroleum
eter.



Kegunaan : Sebagai indikator memberi -
kan warna kuning dalam larutan asam lemah
dan warna biru dalam larutan basa lemah,
pH 6,2 kuning; pH 7,6 biru.

III.3 Spektrofotometri (8, 9)

Spektrofotometri adalah alat untuk mengukur transmitans atau absorbans suatu senyawa sebagai fungsi dari panjang gelombang. Spektrofotometri absorpsi, pemakaiannya hanya pada molekul atau senyawa yang mempunyai sistim terkonyugasi atau berikatan rangkap yang dapat mengabsorpsi radiasi elektromagnetik di daerah sinar tampak. Pada spektrofotometri sinar tampak radiasi sinar tampak yang dipakai pada panjang gelombang 400 - 750 nm. Spektrofotometri sinar tampak disebut juga spektrum elektronik, karena terjadi sebagai hasil interaksi cahaya tampak terhadap molekul yang mengakibatkan molekul tersebut mengalami transisi elektronik.

Radiasi elektromagnetik dari cahaya tampak dapat dianggap sebagai energi yang dipancarkan dalam bentuk gelombang. Panjang gelombang adalah jarak linear dari satu titik pada satu gelombang hingga ketitik yang sama pada gelombang berikutnya.

Warna dari cahaya tampak dapat dihubungkan dengan panjang gelombangnya. Cahaya putih mengandung

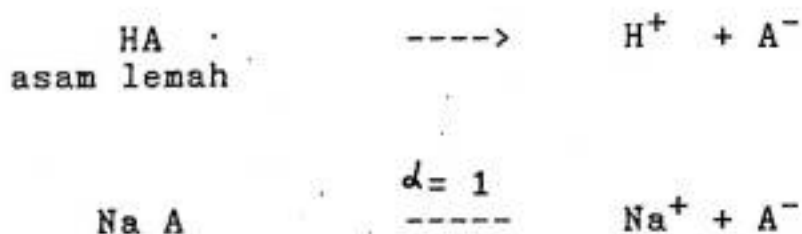
radiasi dari semua panjang gelombang dalam batas daerah sinar tampak. Cahaya dari panjang gelombang yang tunggal (radiasi monokromatis) dapat dipilih dari cahaya putih (menggunakan prisma).

III.4 Dapar (13)

Banyak proses-proses biologi dan kimia yang memerlukan medium dengan pH yang tetap atau hanya sedikit penambahan asam atau basa. Untuk ini diperlukan larutan dapar. Larutan dapar dapat didefinisikan sebagai larutan yang dapat menahan perubahan konsentrasi ion H^+ atau pH, meskipun ke dalam larutan ditambahkan basa atau asam kuat. Larutan yang berisi asam lemah dan garamnya atau basa lemah dan garamnya, pHnya tetap bila ke dalamnya ditambahkan sedikit asam atau basa. Larutan inilah yang disebut larutan dapar.

Konsentrasi ion H^+ juga pH larutan dapat dicari atas dasar pengertian-pengertian ion senama. Untuk menghitung pH larutan dapar dari :

a. Asam lemah dan garamnya

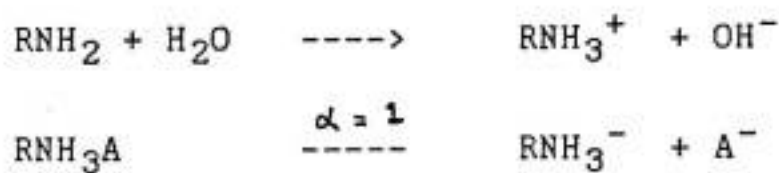




$$K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]} \quad \text{-----} \rightarrow \quad [H^+] = K_a \cdot \frac{[HA]}{[A^-]}$$

$$pH = p K_a + \log \frac{[\text{garam}]}{[\text{asam}]}$$

b. Basa lemah dan garamnya



$$K_b = \frac{[\text{RNH}_3^+][\text{OH}^-]}{[\text{RNH}_2]} \quad \text{-----} \rightarrow \quad [\text{OH}^-] = K_b \cdot \frac{[\text{RNH}_2]}{[\text{RNH}_3]}$$

$$p \text{ OH} = p K_b + \log \frac{[\text{garam}]}{[\text{basa}]}$$

$$\begin{aligned} pH &= p K_w - p \text{ OH} \\ &= p K_w - p K_b - \log \frac{[\text{garam}]}{[\text{basa}]} \end{aligned}$$

III.4.1 Dapar Mc. Ilvain (12)

Dapar Mc. Ilvain pH 4,0; 5,0; 5,6; 6,0; 7,0; 7,8 terdiri dari campuran asam sitrat 0,1M dan dinatrium hidrogenfosfat 0,2M.

III.4.3 Dapar fosfat

Dapar fosfat pH 5,6; 7,0; 7,8 terdiri dari campuran natrium dihidrogrnfosfat 0,2 M dan dinatrium hidrogenfosfat 0,2 M.

BAB IV

PENELITIAN DAN HASIL PENELITIAN

IV.1 Alat-alat yang digunakan

1. Corong pisah 125 ml
2. Erlenmeyer 50 ml, 100 ml
3. Gelas piala 50 ml, 100 ml
4. Gelas ukur 25 ml, 50 ml
5. Labu takar 10 ml, 25 ml, 50 ml
6. Pipet volume 1 ml, 2ml, 5 ml, 10 ml
7. Oven (Mettler)
8. pH meter (Metrohm)
9. Spectrophotometer uv-visible (Shimadzu,
Double Beams uv-vis 240)
10. Timbangan analitik (Sartorius)

IV.2 Bahan-bahan yang digunakan

1. Asam sitrat (E. Merck)
2. Biru bromtimol (E. Merck)
3. Dinatrium hidrogenfosfat (E. Merck)
4. Etanol p.a (E. Merck)
5. Hijau bromkresol (E. Merck)
6. Klorfeniramin maleat
7. Kloroform p.a (E. Merck)
8. Natrium dihidrogenfosfat (E. Merck)
9. Natrium sulfat (E. Merck)
10. Trietanolamin
11. Ungu bromkresol (E. Merck)

IV.3 Analisis klorfeniramin maleat secara kualitatif (4)

a. Pemeriksaan titik lebur

Sejumlah zat dalam bentuk serbuk halus, dimasukkan ke dalam pipa kapiler, mampatkan dengan mengetokkan pipa kapiler hingga diperoleh kolom zat padat setinggi lebih kurang 3 mm. Dimasukkan ke dalam alat pengukur titik lebur, baca skala mulai pada zat tepat melebur hingga pada saat fase padat tepat hilang hasilnya $129^{\circ}\text{C} - 132^{\circ}\text{C}$.

b Keasaman-kebasaan

pH larutan klorfeniramin maleat 1 % dalam air diukur dengan pH meter, didapatkan pH = 4.

IV.4 Pembuatan larutan dapar

IV.4.1 Dapar Mc. Ilvain (12)

Dapar Mc. Ilvain terdiri dari campuran asam sitrat 0,1 M dan dinatrium hidrogenfosfat 0,2 M. Ditimbang sebanyak 21,04 g asam sitrat kemudian dilarutkan ke dalam 1000 ml air suling dan 35,6 g dinatrium hidrogenfosfat dilarutkan dalam 1000 ml air suling. Pembuatan larutan dapar Mc. Ilvain pH 4,0; 5,0; 5,6; 6,0; 7,0; 7,8 sesuai dengan tabel I, kemudian pada hasil pembuatan larutan dapar diukur dengan pH meter.

IV.4.2 Dapar fosfat

Dapar fosfat terdiri dari campuran natrium dihidrogenfosfat 0,2 M dan dinatrium hidrogenfosfat 0,2 M. Ditimbang sebanyak 31,2 g natrium

dihidrogenfosfat kemudian dilarutkan dalam 1000 ml air suling dan 35,6 g dinatrium hidrogenfosfat dilarutkan dalam 1000 ml air suling. Pembuatan larutan dapar fosfat pH 5,6; 7,0; 7,8 sesuai dengan tabel II, kemudian pH hasil pembuatan larutan dapar diukur dengan pH meter.

IV.5 Rancangan metode analisis

Analisis larutan klorfeniramin maleat secara spektrofotometri menggunakan 3 macam pewarna golongan sulfoftalein.

Bahan	Pewarna Golongan Sulfoftalein		
	I	II	III
CTM	40 ppm	40 ppm	40 ppm
Dapar Mc.Ilvain	2 ml pH 4,0	2 ml pH 5,0	2 ml pH 6,0
Pewarna	1 ml 0,1%	1 ml 0,1%	1 ml 0,1%
Kloroform	10 ml	10 ml	10 ml
Na ₂ SO ₄ eksikatus	0,1 g	0,1 g	0,1 g
Trietanolamin :			
Etanol (1:1)	5 ml	5 ml	5 ml

Bahan	Pewarna Golongan Sulfoftalein		
	I	II	III
CTM	40 ppm	40 ppm	40 ppm
Dapar Mc.Ilvain	2 ml pH 5,6	2 ml pH 7,0	2 ml pH 7,8
Pewarna	1 ml 0,1%	1 ml 0,1%	1 ml 0,1%
Kloroform	10 ml	10 ml	10 ml
Na ₂ SO ₄ eksikatus	0,1 g	0,1 g	0,1 g
Trietanolamin :			
Etanol	5 ml	5 ml	5 ml

Bahan	Pewarna Golongan Sulfoftalein		
	I	II	III
CTM	40 ppm	40 ppm	40 ppm
Dapar fosfat	2 ml pH 5,6	2 ml pH 7,0	2 ml pH 7,8
Pewarna	1 ml 0,1%	1 ml 0,1%	1 ml 0,1%
Kloroform	10 ml	10 ml	10 ml
Na ₂ SO ₄ eksikatus	0,1 g	0,1 g	0,1 g
Trietanolamin :			
Etanol	5 ml	5 ml	5 ml

Keterangan : I = Hijau bromkresol

II = Ungu bromkresol

III = Biru bromtimol



IV.6 Penentuan panjang gelombang maksimum

Penetapan kadar CTM dilakukan secara spektrofotometri sinar tampak dengan menggunakan 3 macam pewarna golongan sulfoftalein dan dapar yang berbeda-beda.

IV.6.1 Pewarna Hijau bromkresol

Dipipet 2 ml larutan CTM 40 ppm, masukkan ke dalam corong pisah dan dicampur dengan 2 ml dapar Mc. Ilvain pH 4,0 atau pH 5,6 atau dapar fosfat pH 5,6; 1 ml 0,1% pewarna Hijau bromkresol dan 10 ml CHCl_3 , digoyang-goyang selama 2 menit dan didiamkan. Lapisan CHCl_3 dipisahkan ke dalam erlenmeyer dan dikeringkan dengan 0,1 g natrium sulfat eksikatus dan didiamkan selama 30 menit. Kemudian dipipet 5 ml lapisan CHCl_3 yang bening ditambah 5 ml campuran trietanolamin : etanol (1:1) dicampurkan dan ditentukan pada panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum. Hasilnya dapat dilihat pada gambar I.

IV.6.2 Pewarna Ungu bromkresol

Dipipet 2 ml larutan CTM 40 ppm, masukkan ke dalam corong pisah dan dicampur dengan 2 ml dapar Mc. Ilvain pH 5,0 atau pH 7,0 atau dapar fosfat pH 7,0; 1 ml 0,1 % pewarna Ungu bromkresol dan 10ml CHCl_3 , digoyang-goyang selama 2 menit dan didiamkan. Lapisan CHCl_3 dipisahkan ke dalam

erlenmeyer dan dikeringkan dengan 0,1 g natrium sulfat eksikatus dan didiamkan selama 30 menit. Kemudian dipipet 5 ml lapisan CHCl_3 yang bening ditambah 5 ml campuran trietanolamin : etanol (1:1) dicampurkan dan ditentukan panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum. Hasilnya dapat dilihat pada gambar II.

IV.6.3 Pewarna Biru bromtimol

Dipipet 2 ml larutan CTM 40 ppm, masukkan ke dalam corong pisah dan dicampur dengan 2 ml dapar Mc.Ilvain pH 6,0 atau pH 7,8 atau dapar fosfat pH 7,8; 1ml 0,1% pewarna biru bromtimol dan 10 ml CHCl_3 , digoyang-goyang selama 2 menit dan didiamkan. Lapisan CHCl_3 dipisahkan ke dalam erlenmeyer dan dikeringkan dengan 0,1 g natrium sulfat eksikatus dan didiamkan selama 30 menit. Kemudian dipipet 5 ml lapisan CHCl_3 yang bening ditambahkan 5 ml campuran trietanolamin : etanol (1:1) dicampurkan dan ditentukan panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum. Hasilnya dapat dilihat pada gambar III.

IV.7 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dari larutan CTM konsentrasi 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, 50 ppm, 60 ppm dengan dapar Mc. Ilvain pH 4,0; 5,0; 5,6; 6,0; 7,0; 7,8 dan dapar fosfat pH 5,6; 7,0; 7,8 untuk zat pewarna hijau

bromkresol, ungu bromkresol dan biru bromtimol.

Hasilnya dapat dilihat pada tabel III - V dan gambar IV - XII.

IV.8 Penetapan kadar larutan CTM secara spektrofotometri sinar tampak (10).

IV.8.1 Pewarna Hijau bromkresol

Dipipet 2 ml larutan contoh CTM 40 ppm, masukkan ke dalam corong pisah dan dicampur dengan 2 ml dapar Mc. Ilvain pH 4,0 atau pH 5,6 atau dapar fosfat pH 5,6; 1 ml 0,1% pewarna hijau bromkresol dan 10 ml CHCl_3 , digoyang-goyang selama 2 menit dan didiamkan. Lapisan CHCl_3 dipisahkan ke dalam erlenmeyer dan dikeringkan dengan 0,1 g natrium sulfat eksikatus dan didiamkan selama 30 menit. Kemudian dipipet 5 ml lapisan CHCl_3 yang bening ditambah 5 ml campuran trietanolamin : etanol (1:1) dicampurkan dan ditentukan serapannya pada panjang gelombang 625 nm. Hasilnya dapat dilihat pada tabel VI.

IV.8.2 Pewarna Ungu bromkresol

Dipipet 2 ml larutan contoh CTM 40 ppm, masukkan ke dalam corong pisah dan dicampur dengan 2 ml dapar Mc. Ilvain pH 5,0 atau pH 7,0 atau dapar fosfat pH 7,0, 1 ml 0,1% pewarna ungu bromkresol dan 10 ml CHCl_3 , digoyang-goyang selama 2 menit dan didiamkan. Lapisan CHCl_3

dipisahkan ke dalam erlenmeyer dan dikeringkan dengan 0,1 g natrium sulfat eksikatus dan didiamkan selama 30 menit. Kemudian dipipet 5 ml lapisan CHCl_3 yang bening ditambah 5 ml campuran trietanolamin : etanol (1:1) dicampurkan dan ditentukan serapannya pada panjang gelombang 600 nm. Hasilnya dapat dilihat pada tabel VII.

IV.8.3 Pewarna Biru bromtimol

Dipipet 2 ml larutan contoh CTM 40 ppm, masukkan ke dalam corong pisah dan dicampur dengan 2 ml dapar Mc. Ilvain pH 6,0 atau pH 7,8 atau dapar fosfat pH 7,8; 1 ml 0,1% pewarna biru bromtimol dan 10 ml CHCl_3 , digoyang-goyang selama 2 menit dan didiamkan. Lapisan CHCl_3 dipisahkan ke dalam erlenmeyer dan dikeringkan dengan 0,1 g natrium sulfat eksikatus dan didiamkan selama 30 menit. Kemudian dipipet 5 ml lapisan CHCl_3 yang bening ditambahkan 5 ml campuran trietanolamin : etanol (1:1) dicampurkan dan ditentukan serapannya pada panjang gelombang 630 nm. Hasilnya dapat dilihat pada tabel VIII.

IV.9 Pengolahan data

Digunakan rancangan acak lengkap dengan 3 replikasi percobaan, 3 macam pewarna sesuai dengan pH.



BAB V

PEMBAHASAN

Pada penentuan panjang gelombang maksimum larutan baku CTM menggunakan pewarna hijau bromkresol dengan dapar Mc. Ilvain pada pH 4,0; 5,6 atau dapar fosfat pH 5,6 memberikan panjang gelombang yang sama pada 625 nm; dengan pewarna ungu bromkresol dengan dapar Mc. Ilvain pada pH 5,0; 7,0 atau dapar fosfat pH 7,0 memberikan panjang gelombang yang sama pada 600 nm; dengan pewarna biru brontimol dengan dapar Mc. Ilvain pada pH 6,0; 7,8 atau dapar fosfat pH 7,8 memberikan panjang gelombang yang sama pada 630 nm.

Penetapan kadar klorfeniramin maleat dengan pewarna golongan sulfoftalein tanpa dapar tidak dapat diukur pada spektrofotometri sinar tampak, karena hasil reaksi antara klorfeniramin maleat dengan pewarna tidak tersari ke dalam kloroform.

Pada analisis statistik dari konsentrasi klorfeniramin maleat secara keseluruhan ada pengaruh yang nyata antara 3 macam pewarna golongan sulfoftalein yang digunakan yaitu 4,95 pada tingkat kepercayaan 1% dan tidak ada pengaruh yang nyata antara dapar Mc. Ilvain pada pH 4,0; 5,0; 5,6; 6,0; 7,0; 7,8 dan dapar fosfat pada pH 5,6; 7,0; 7,8 dengan tingkat kepercayaan 1%.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

VI.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa:

1. Dari ketiga macam pewarna golongan sulfoftalein yang digunakan, pewarna ungu bromkresol memberikan hasil terbaik untuk penetapan kadar klorfeniramin maleat secara spektrofotometri sinar tampak dengan dapar pH 7,0.
2. Tidak adanya pengaruh yang nyata penggunaan dapar Mc.Ilvain atau dapar fosfat.

VI.2 Saran

Hendaknya dilakukan penelitian lebih lanjut penetapan kadar klorfeniramin maleat dalam sediaan farmasi menggunakan pewarna ungu bromkresol dengan dapar pH 7,0.

DAFTAR PUSTAKA

1. Gan, S. "Farmakologi Dan Terapi", edisi II, Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia, Jakarta, 206 (1983)
2. Tjay, T.H. dan Rahardja, K., "Obat-obat Penting Khasiat, Penggunaan dan Efek-efek Sampingnya", edisi IV, 596-606 (1985)
3. Windholz, M. "The Merck Index", Ninth Edition, Merck & Co., Inc., Rahway, N.J., U.S.A., Nomor monograf 1386, 1387, 1448, 2169 (1983).
4. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, "Farmakope Indonesia" edisi III, Jakarta, 50, 153, 227, 409, 661 (1979).
5. Reynolds, J.E.F., (Ed), "Martindale, The Extra Pharmacopoeia", 28th Ed., The Pharmaceutical Press, London, 1299 (1982).
6. Skoog, A.D. dan West, M.D., "Fundamentals of Analytical Chemistry", edisi IV, 199-200.
7. Roth, Hermann, J. dan Blaschke, G. "Analisis Farmasi", Gadjah Mada University Press, 176-179 (1988).
8. Soemadi, Mulja, M. dan Purwanto, "Spektrofotometri UV-VIS", Jurusan Kimia Farmasi, Fakultas Farmasi Universitas Airlangga, 3-8 (1986)
9. _____, "Spektroskopi Resapan", Departemen Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, 1-6 (1986).

10. Aoki, M., Iwayama, Y., dan Yata, N., "2-Analytical Chemistry", Yakugaku Zasshi 82, 918-921 (1962)
11. Florey, K., "Analytical Profiles of Drug Substances", volume 7, Academic Press New York, 43-80 (1978).
12. Vogel, A. I., "The book of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis", Fourth edition, Longmans, Green and Co, New York, 644.
13. Sukardjo, "Kimia Anorganik", Edisi pertama, Bina Aksara Yogyakarta, 153-157 (1985).
14. Underwood, A. L. dan Day, R. A., "Analisa Kimia Kuantitatif", Edisi keempat, Erlangga, Jakarta, 141-145 (1983)



TABEL I

DAPAR Mc. ILVAIN
DAERAH pH 2,2 - 8,0 (Mc. ILVAIN)

20,00 ml campuran dari X ml 0,2 M Na_2HPO_4 dan Y ml 0,1 M asam sitrat.

X(ml) Na_2HPO_4 0,2 M	Y(ml) asam sitrat 0,1 M	pH
0,40	19,60	2,2
1,24	18,76	2,4
2,18	17,82	2,6
3,17	16,83	2,8
4,11	15,89	3,0
4,94	15,06	3,2
5,70	14,30	3,4
6,44	13,56	3,6
7,10	12,90	3,8
7,71	12,29	4,0
8,28	11,72	4,2
8,82	11,18	4,4
9,35	10,65	4,6
9,86	10,14	4,8
10,30	9,70	5,0
10,72	9,28	5,2
11,15	8,85	5,4
11,60	8,40	5,6
12,09	7,91	5,8
12,63	7,37	6,0
13,22	6,78	6,2
13,85	6,15	6,4
14,55	5,45	6,6
15,45	4,55	6,8
16,47	3,53	7,0
17,39	2,61	7,2
18,17	1,83	7,4
18,73	1,27	7,6
19,15	0,85	7,8
19,45	0,55	8,0

TABEL II
DAPAR FOSFAT

X(ml) Na_2HPO_4 0,2 M	Y(ml) NaH_2PO_4 0,2M	pH
0	20	3,2
2	18	5,1
4	16	5,6
6	14	6,1
8	12	6,3
10	10	6,6
12	8	7,0
14	6	7,3
16	4	7,8
18	2	8,1
20	0	8,9

TABEL III

HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM
DENGAN DAPAR Mc. ILVAIN pH 4,0; 5,0; 6,0

No.	Pewarna	pH	Konsentrasi (ppm)	Serapan
1.	Hijau bromkresol	4,0	20	2,145
			30	2,558
			40	2,654
			50	2,774
			60	2,774
2.	Ungu bromkresol	5,0	20	2,848
			30	2,959
			40	3,108
			50	3,204
			60	3,204
3.	Biru bromtimol	6,0	20	1,076
			30	1,213
			40	1,271
			50	1,339
			60	1,339

TABEL IV

HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM
DENGAN DAPAR Mc. ILVAIN pH 5,6; 7,0; 7,8

No.	Pewarna	pH	Konsentrasi (ppm)	Serapan
1.	Hijau bromkresol	5,6	20	0,885
			30	0,895
			40	0,967
			50	0,988
			60	0,988
2.	Ungu bromkresol	7,0	20	1,701
			30	2,263
			40	2,552
			50	2,646
			60	2,646
3.	Biru bromtimol	7,8	20	0,941
			30	1,040
			40	1,177
			50	1,354
			60	1,354

TABEL V

HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN BAKU CTM
DENGAN DAPAR FOSFAT pH 5,6; 7,0; 7,8

No.	Pewarna	pH	Konsentrasi (ppm)	Serapan
1.	Hijau bromkresol	5,6	20	2,434
			30	2,588
			40	2,790
			50	2,965
			60	2,965
2.	Ungu bromkresol	7,0	20	2,919
			30	3,126
			40	3,200
			50	3,225
			60	3,225
3.	Biru brontimol	7,8	20	1,029
			30	1,048
			40	1,152
			50	1,195
			60	1,195

TABEL VI

HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN CTM
DENGAN PEWARNA HIJAU BROMKRESOL
PADA PANJANG GELOMBANG 625 nm

DAPAR	PENIMBANGAN CTM (g)	SERAPAN	K A D A R	
			ppm	%
Mc. Ilvain pH 4,0	0,0498	2,5805	37,090	93,097
		2,5837	37,231	93,451
		2,5837	37,231	93,451
	0,0488	2,4918	33,158	84,933
		2,4918	33,158	84,933
		2,4943	33,271	85,223
	0,0492	2,6624	40,719	103,453
		2,6707	41,087	104,388
		2,6707	41,087	104,388
Mc. Ilvain pH 5,6	0,0498	0,8613	17,517	43,968
		0,8623	17,752	44,558
		0,8618	17,635	44,265
	0,0480	0,8706	19,746	51,422
		0,8699	19,544	51,039
		0,8690	19,365	50,430
	0,0498	0,9764	25,166	64,462
		0,9754	24,932	63,862
		0,9748	24,785	63,486
Fosfat pH 5,6	0,0498	2,5710	28,130	70,607
		2,5710	28,130	70,607
		2,5580	27,408	68,795
	0,0480	2,4160	19,524	50,844
		2,4160	19,524	50,844
		2,4160	19,524	50,844
	0,0488	2,3220	24,304	62,254
		2,3220	24,304	62,254
		2,3220	24,304	62,254

TABEL VII

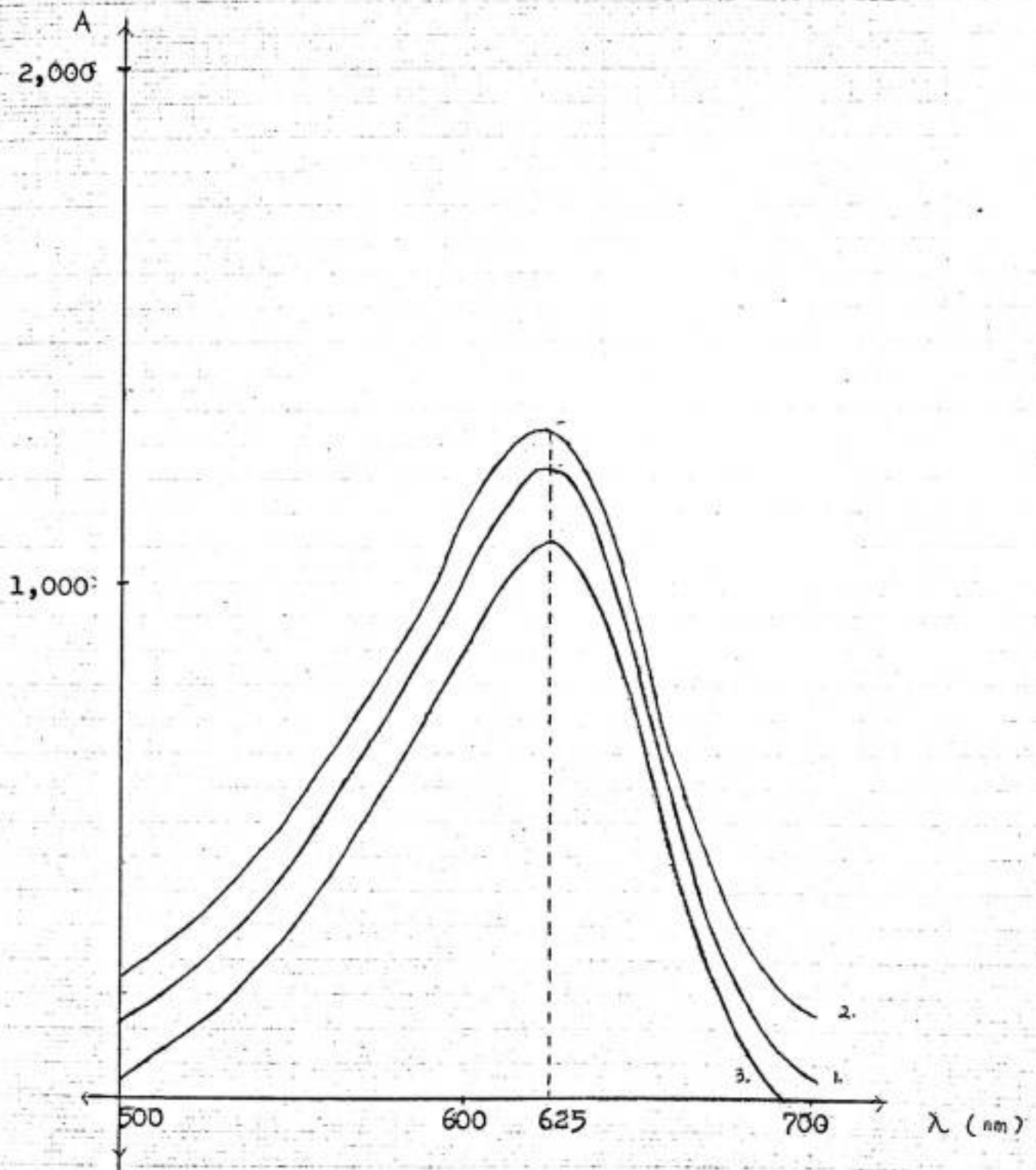
HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN CTM
DENGAN PEWARNA UNGU BROMKRESOL
PADA PANJANG GELOMBANG 600 nm

No.	DAPAR	PERIMBANGAN CTM (g)	SERAPAN	K A D A R	
				ppm	%
1	Mc. Ilvain pH 5,0	0,0498	3,2258	23,947	60,108
			3,2258	23,947	60,108
			3,5056	29,598	74,292
		0,0480	3,2258	23,947	62,362
			3,2417	31,034	80,818
			3,2258	23,947	62,362
		0,0488	3,2258	23,947	61,340
			3,2417	31,034	79,493
			3,2417	31,034	79,493
2	Mc. Ilvain pH 7,0	0,0480	2,3759	37,440	97,500
			2,3740	37,384	97,354
			2,3680	37,219	96,924
		0,0488	2,3902	37,651	96,954
			2,3922	37,907	97,098
			2,3922	37,907	97,098
		0,0492	2,1677	31,453	79,911
			2,1677	31,453	79,911
			2,1689	31,488	80,000
3	fosfat pH 7,0	0,0498	3,1883	41,026	102,977
			3,2008	42,092	105,663
			3,2258	44,236	111,034
		0,0488	3,1634	38,892	99,621
			3,1634	38,892	99,621
			3,1385	36,759	94,157
		0,0492	3,1385	36,759	93,392
			3,1261	35,692	90,681
			3,1385	36,759	93,392

TABEL VIII

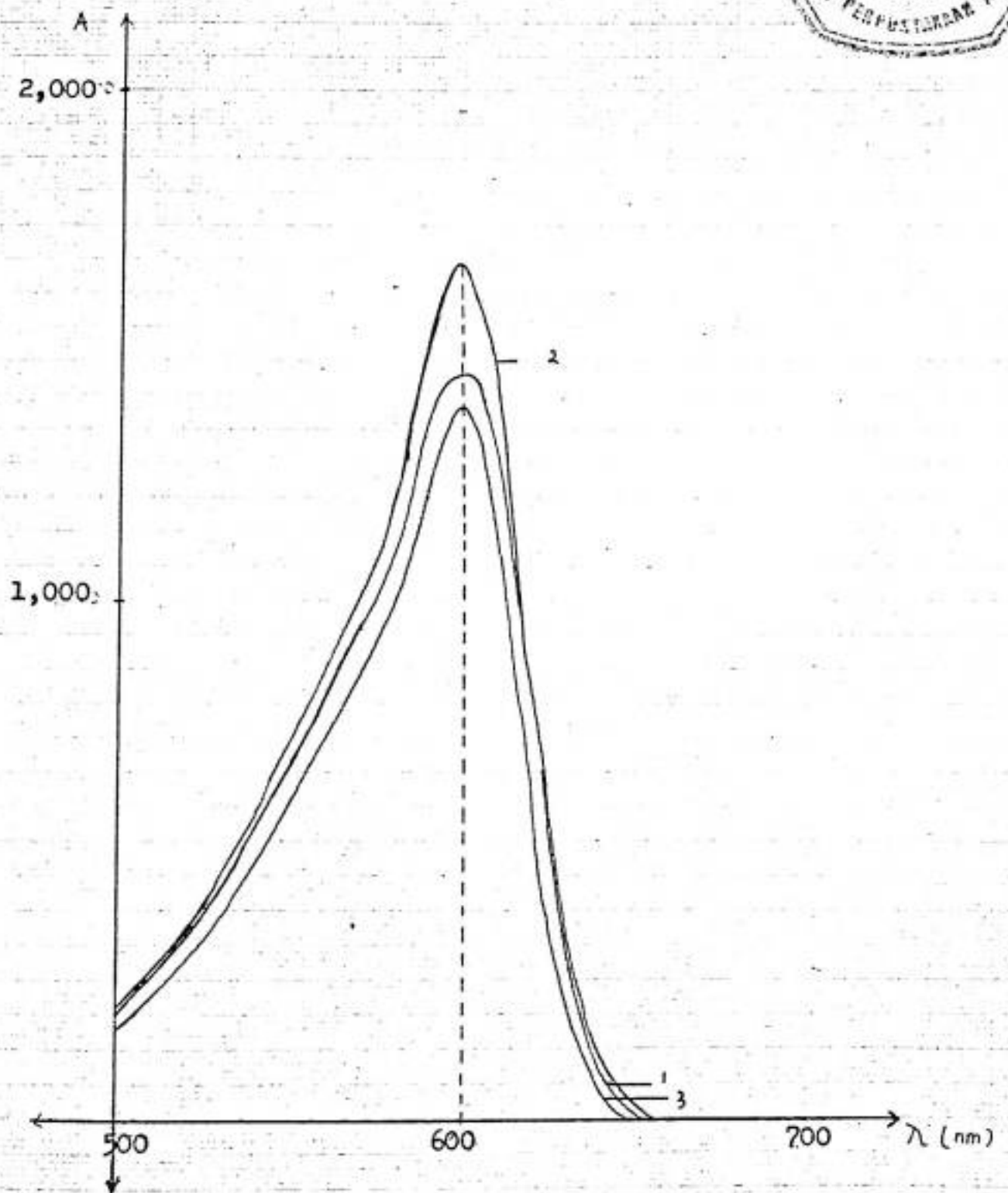
HASIL PENGUKURAN SERAPAN LARUTAN CTM
DENGAN PEWARNA BIRU BROMTIMOL
PADA PANJANG GELOMBANG 630 nm

No.	DAPAR	PENIMBRANGAN CTM (g)	SERAPAN	K A D A R	
				ppm	%
Mc. Ilvain pH 6,0	0,0498	1,2080	33,069	83,005	
		1,2100	33,295	83,572	
		1,2110	33,408	83,655	
	0,0488	1,2169	34,078	87,290	
		1,2180	34,202	87,608	
		1,2196	34,382	88,069	
	0,0492	1,1815	30,073	76,405	
		1,1826	30,197	76,720	
		1,1816	30,087	76,441	
Mc. Ilvain pH 7,6	0,0498	1,1108	33,709	84,736	
		1,1096	33,672	84,518	
		1,1086	33,602	84,342	
	0,0480	1,0712	30,929	80,544	
		1,0727	31,034	80,618	
		1,0717	30,964	80,635	
	0,0488	1,1273	34,938	89,493	
		1,1319	35,270	90,343	
		1,1352	35,506	90,948	
Fosfat pH 7,8	0,0480	1,0628	28,157	73,326	
		1,0705	29,396	76,552	
		1,0764	30,310	78,932	
	0,0492	1,0909	32,579	82,772	
		1,0894	32,350	82,190	
		1,1195	37,039	94,103	
	0,0492	1,1026	34,409	87,421	
		1,0996	33,932	86,209	
		1,0979	33,665	85,531	



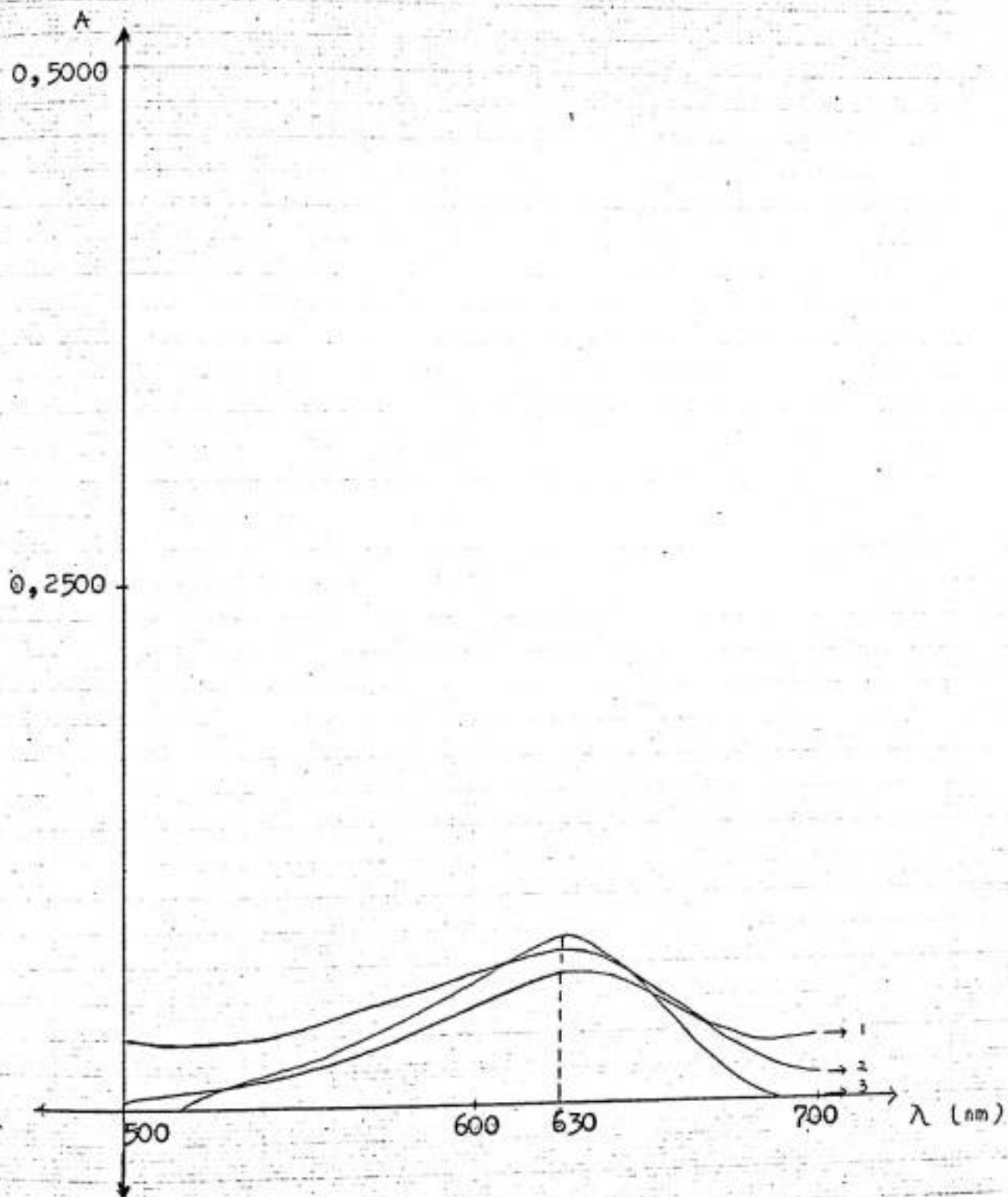
Gambar I : Kurva serapan larutan baku CTM dengan pewarna Hijau bromkresol

- Keterangan :
1. Dapar Mc. Ilvain pH 4,0
 2. Dapar Mc. Ilvain pH 5,6
 3. Dapar fosfat pH 5,6



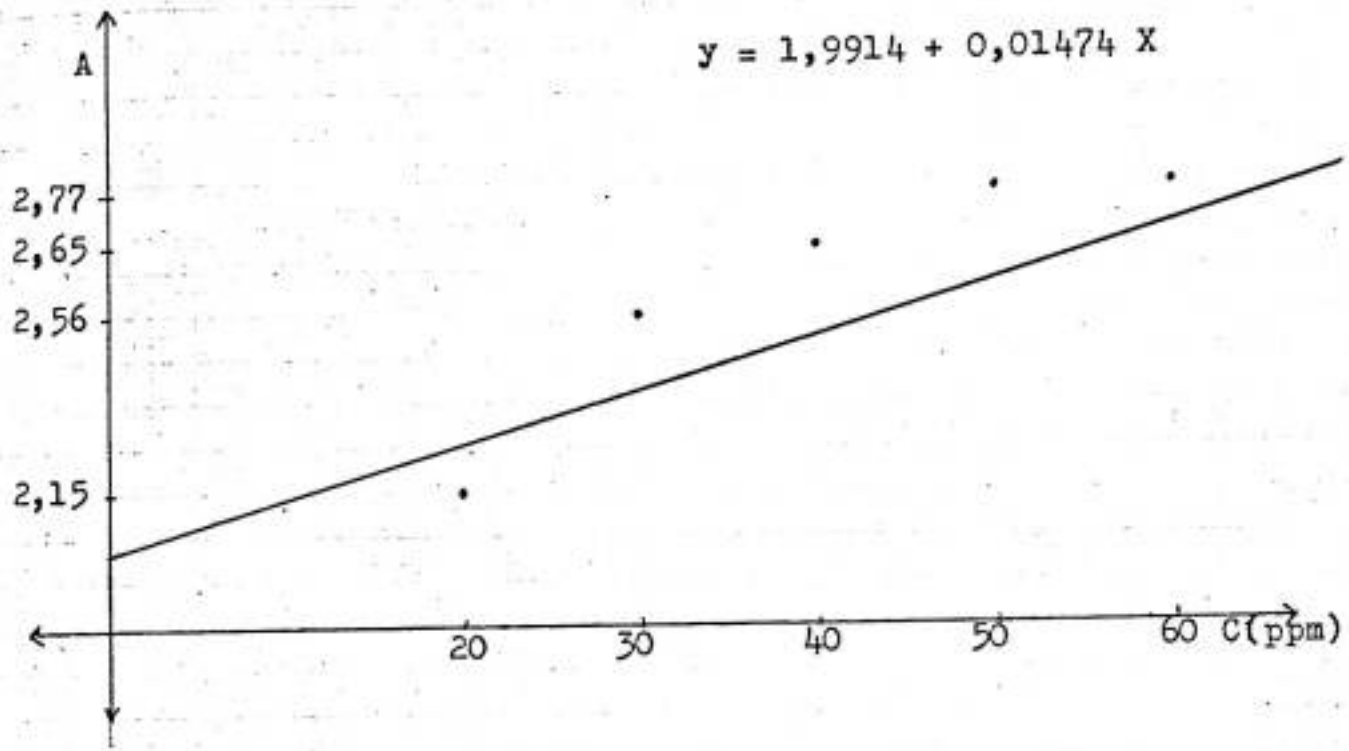
Gambar II : Kurva serapan larutan baku CTM dengan pewarna ungu bromkresol

Keterangan : 1. Dapar Mc. Ilvain pH 5,0
 2. Dapar Mc. Ilvain pH 7,0
 3. Dapar fosfat pH 7,0

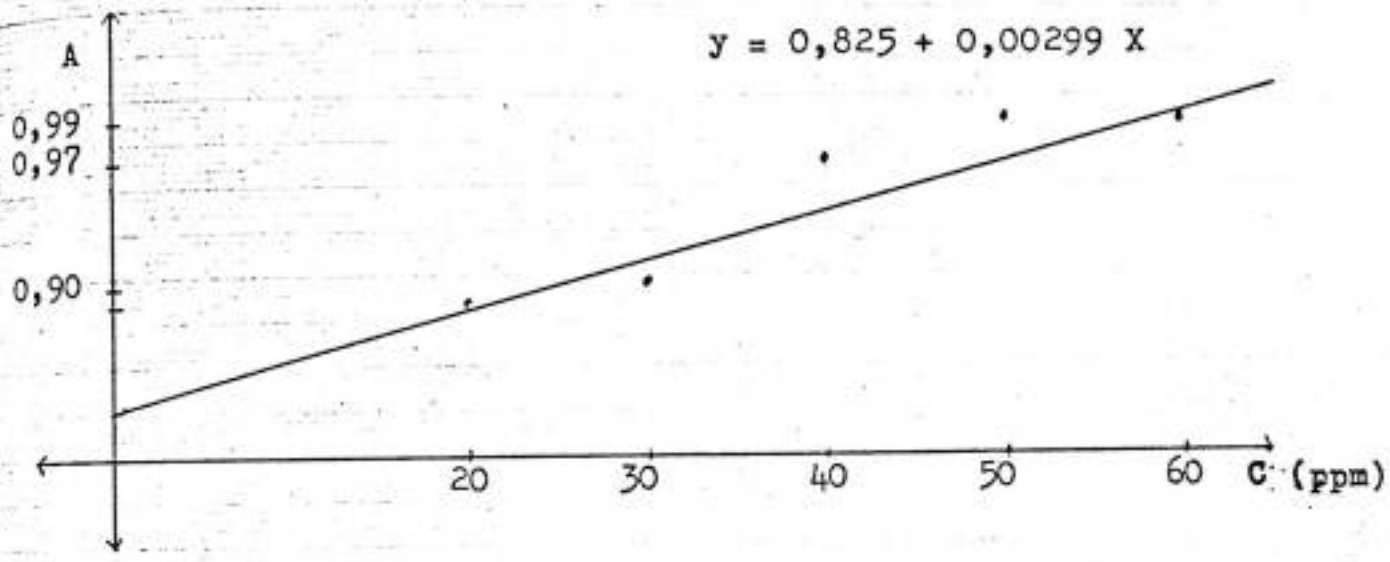


Gambar III : Kurva serapan larutan baku CTM dengan pewarna Biru brontimol

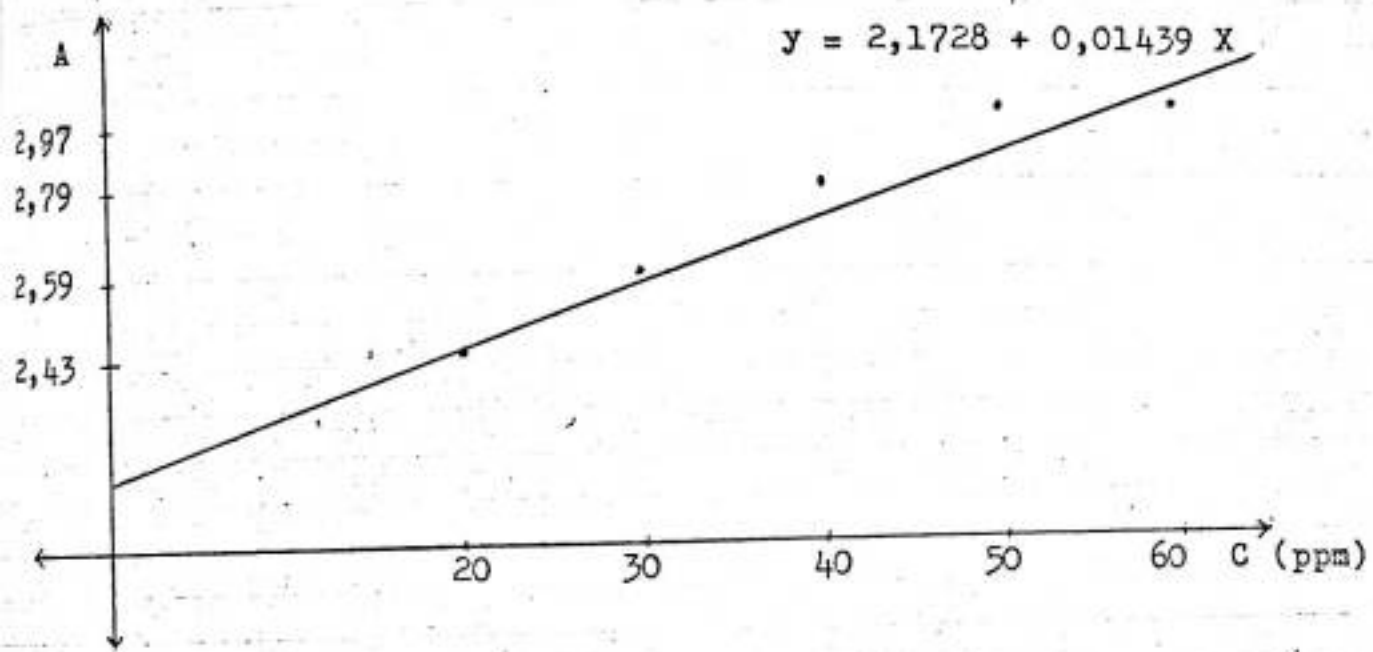
- Keterangan :
1. Dapar Mc. Ilvain pH 6,0
 2. Dapar Mc. Ilvain pH 7,8
 3. Dapar fosfat pH 7,8



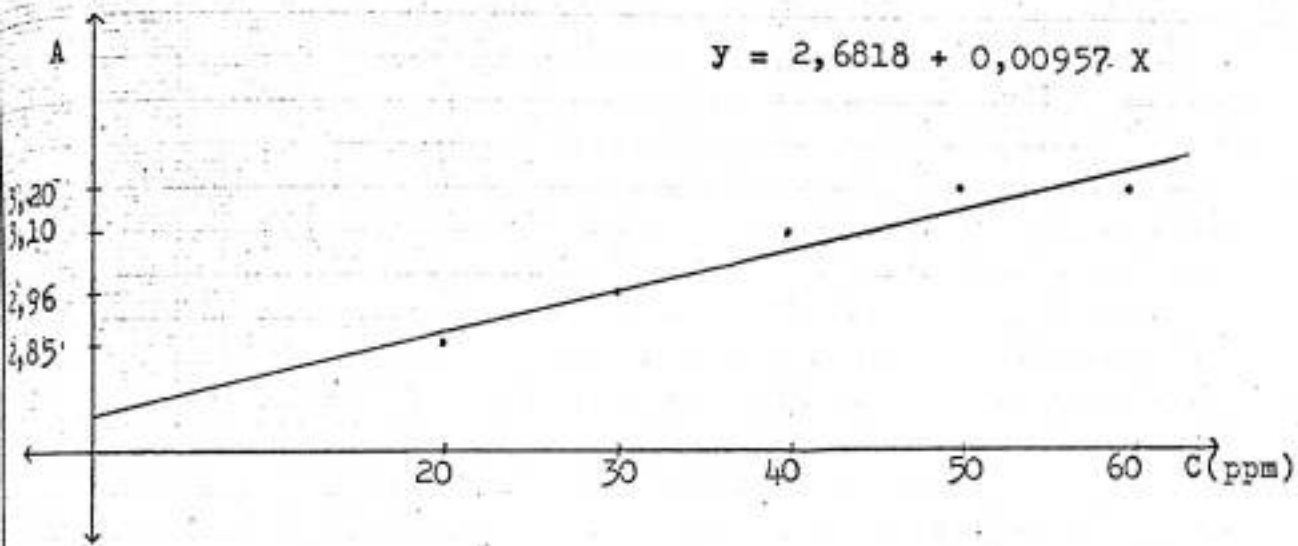
Gambar IV : Kurva kalibrasi hasil pengukuran serapan larutan baku CTM dengan pewarna Hijau bromkresol dan dapar Mc. Ilvain pH 4,0 versus konsentrasi



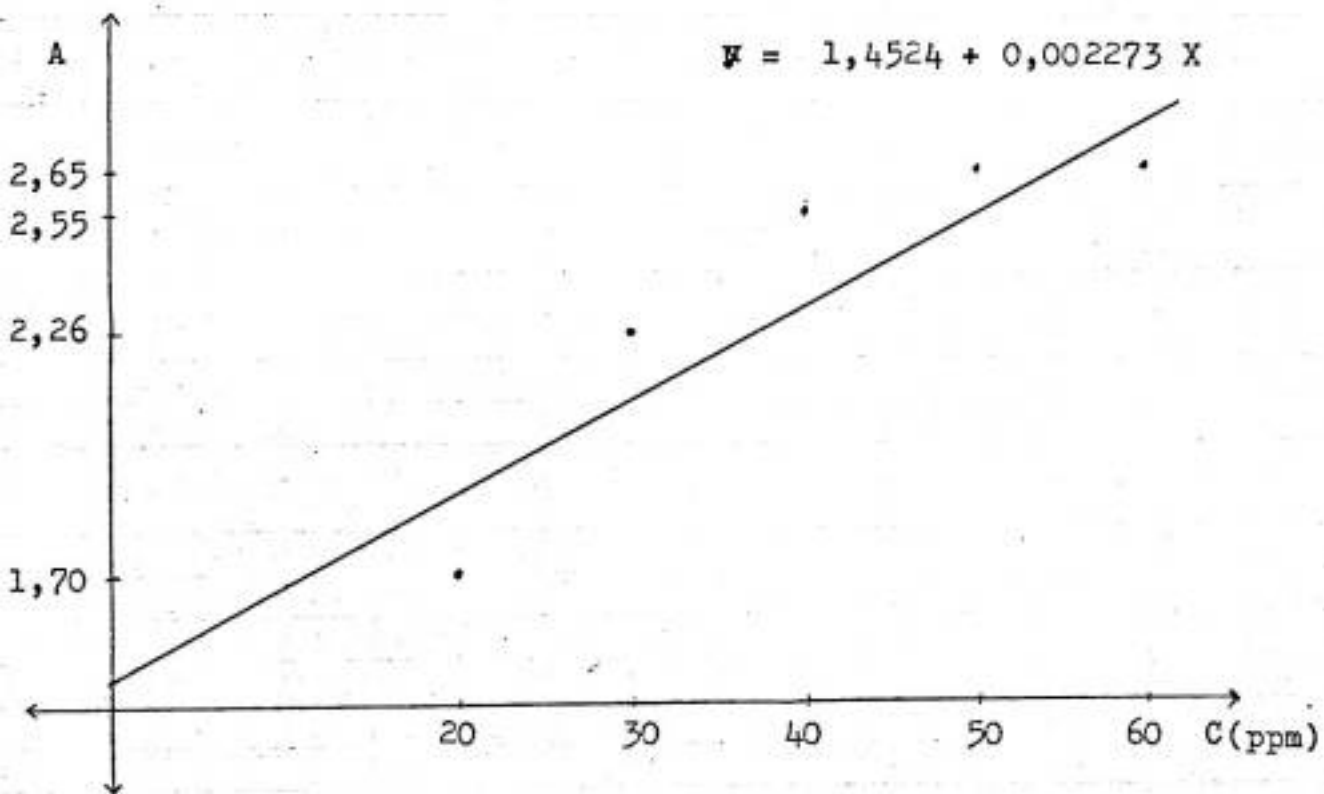
Gambar V : Kurva kalibrasi hasil pengukuran serapan larutan baku CTM dengan pewarna Hijau bromkresol dan dapar Mc. Ilvain pH 5,6 versus konsentrasi



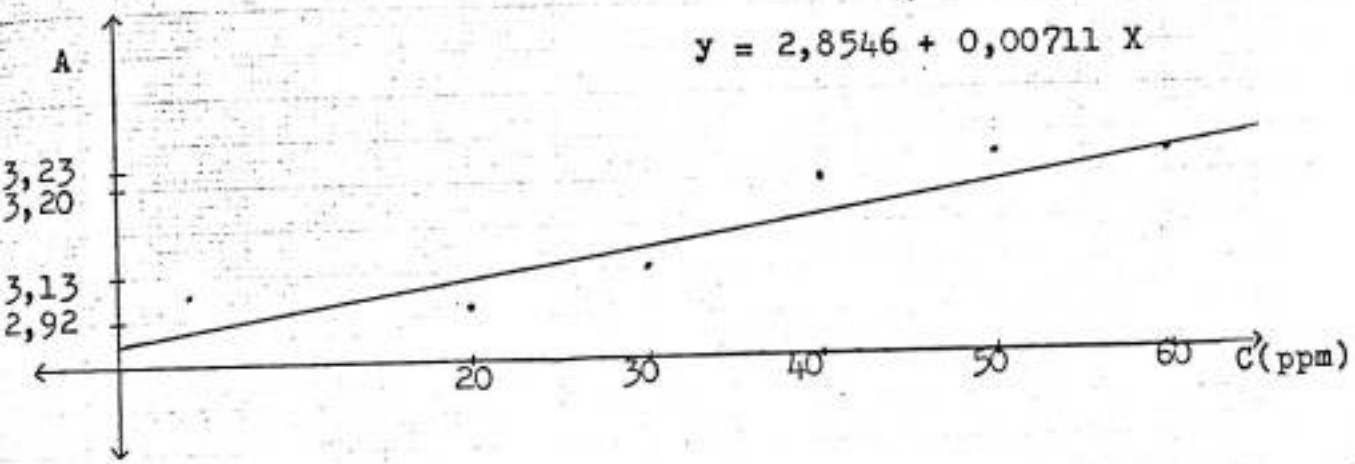
Gambar VI : Kurva kalibrasi hasil pengukuran serapan larutan baku CTM dengan pewarna Hijau bromkresol dan dapar fosfat pH 5,6 versus konsentrasi



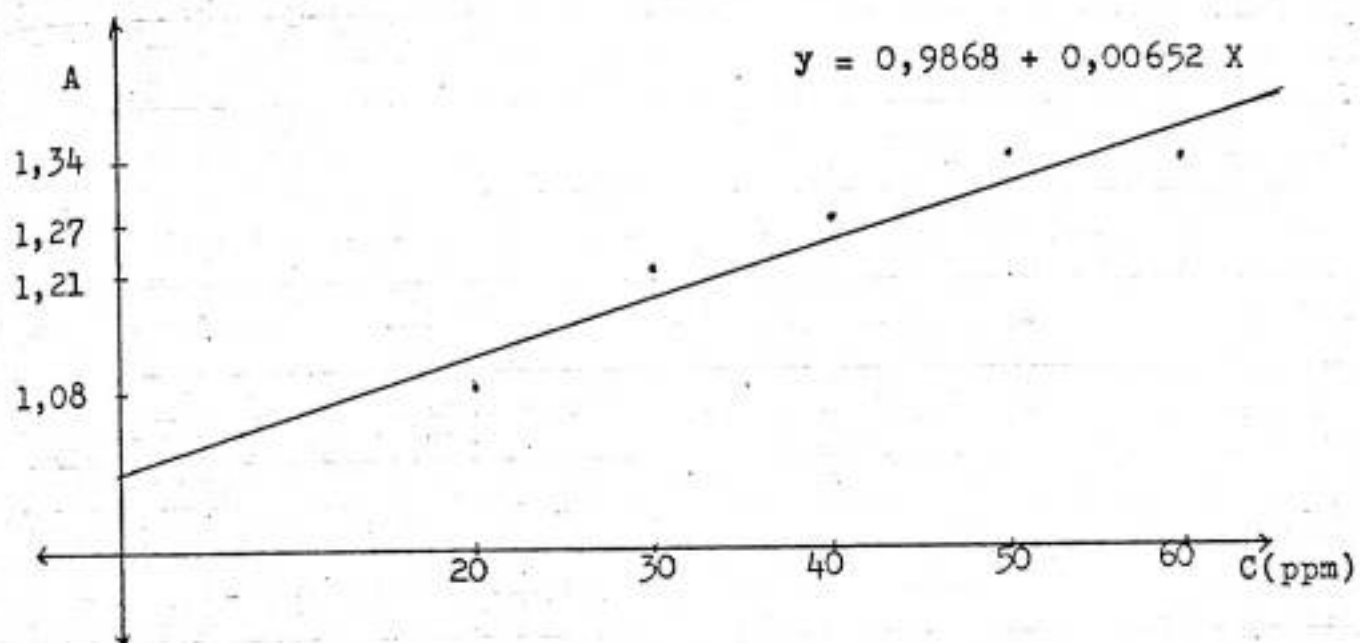
Gambar VII : Kurva kalibrasi hasil pengukuran serapan larutan baku CTM dengan pewarna ungu bromkresol dan dapar Mc. Ilvain pH 5,0 versus konsentrasi



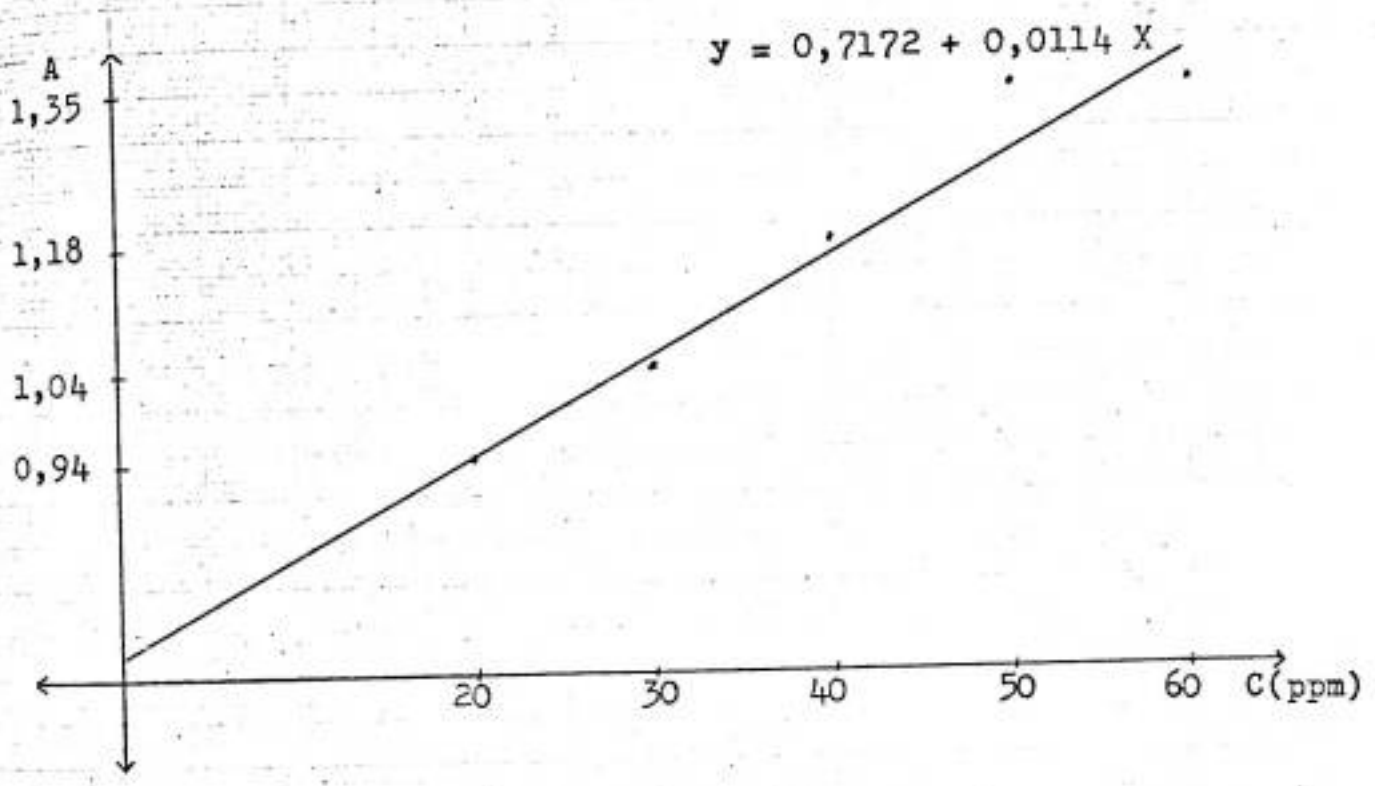
Gambar VIII : Kurva kalibrasi hasil pengukuran serapan larutan baku CTM dengan pewarna ungu bromkresol dan dapar Mo. Ilvain pH 7,0 versus konsentrasi



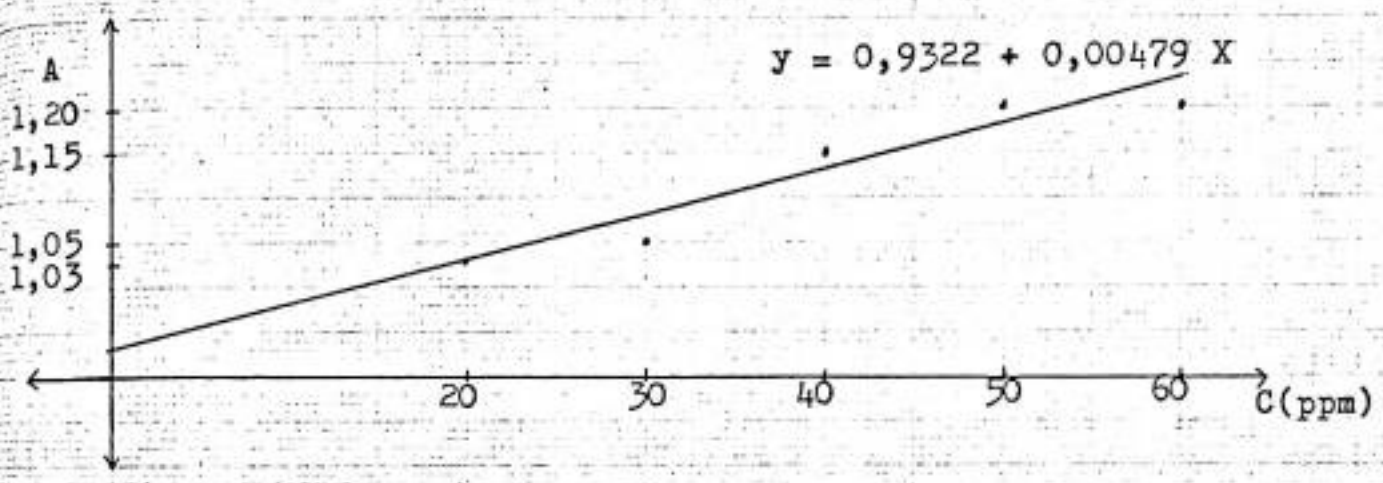
Gambar IX : Kurva kalibrasi hasil pengukuran serapan larutan baku CTM dengan pewarna ungu bromkresol dan dapar fosfat pH 7,0 versus konsentrasi



Gambar X : Kurva kalibrasi hasil pengukuran serapan larutan baku CTM dengan pewarna Biru brontimol dan dapar Mc. Ilvain pH 6,0 versus konsentrasi



Gambar XI : Kurva kalibrasi hasil pengukuran serapan larutan baku CTM dengan pewarna Biru bromtimol dan dapar Mc. Ilvain pH 7,8 versus konsentrasi



Gambar XII : Kurva kalibrasi hasil pengukuran serapan larutan baku CTM dengan pewarna Biru bromtimol dan dapar fosfat pH 7,8 versus konsentrasi

LAMPIRAN A

CONTOH PERHITUNGAN PERSAMAAN GARIS REGRESI HASIL
PENGUKURAN LARUTAN BAKU CTM DENGAN PEWARNA HIJAU BROMKRESOL
DAN DAPAR Mc. ILVAIN pH 4,0 SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK

X	X^2	Y	Y^2	XY
20	400	2,145	4,6010	42,90
30	900	2,558	6,5434	76,74
40	1600	2,654	7,0437	106,16
50	2500	2,774	7,6951	138,70
60	3600	2,774	7,6951	166,44
$\Sigma X=200$	$\Sigma X^2=9000$	$\Sigma Y=12,905$	$\Sigma Y^2=33,5783$	$\Sigma XY=530,94$

Persamaan garis regresi : $Y = a + bX$

Y = serapan

X = konsentrasi (ppm)

Untuk menghitung harga a dan b, dapat dipakai rumus :

$$a = \frac{\Sigma X^2 \Sigma Y - \Sigma X \Sigma XY}{n \Sigma X^2 - (\Sigma X)^2}$$

$$b = \frac{n \Sigma XY - (\Sigma X) (\Sigma Y)}{n \Sigma X^2 - (\Sigma X)^2}$$



$$r = \frac{n \sum XY - \sum X \sum Y}{\sqrt{n \sum X^2 - (\sum X)^2} \sqrt{n \sum Y^2 - (\sum Y)^2}}$$

Dari rumus di atas, diperoleh harga :

$$a = 1,9914$$

$$b = 0,01474$$

$$r = 0,8963$$

maka persamaannya menjadi $Y = 1,9914 + 0,01474 X$.

Untuk memperoleh konsentrasi dari tiap pengukuran, maka harga serapan (Y) yang diperoleh dari pengukuran disubsitusi pada persamaan kurva kalibrasi. Dengan cara perhitungan yang sama, dapat diperoleh persamaan garis regresi dari hasil pengukuran serapan larutan baku CTM yang lainnya seperti pada tabel III - V.

LAMPIRAN B

CONTOH PERHITUNGAN PENGENCERAN LARUTAN CTM DENGAN PEWARNA HIJAU BROMKRESOL

Contoh : Untuk pembuatan larutan CTM 40 ppm, ditimbang sebanyak 0,05 g CTM

Berat kertas timbang	=	0,2818 g
Berat zat	=	0,05 g
		----- +
Berat kertas + zat	=	0,3318 g
Berat kertas bekas	=	0,2820 g
		----- +
Berat zat sebenarnya	=	0,0498 g

Dilarutkan ke dalam 50 ml etanol p.a kemudian dipipet sebanyak 1 ml dan dilarutkan dalam 25 ml etanol p.a

Perhitungannya :

0,0498 g CTM dilarutkan dalam 50 ml etanol p.a

$$= \frac{0,0498}{50} = 9,96 \times 10^{-4} \text{ g/ml}$$

Dipipet 1 ml -----> dilarutkan hingga 25 ml

$$= \frac{9,96 \times 10^{-4}}{25} = 3,984 \times 10^{-5} \text{ g/ml}$$

$$= 3,984 \times 10^{-3} \text{ g/100 ml}$$

$$= 0,03984 \text{ mg/ml}$$

$$= 39,84 \text{ mg/1000 ml}$$

$$= 39,84 \text{ g/1000'000 ml}$$

$$= 39,84 \text{ ppm}$$

LAMPIRAN C

ANALISA STATISTIKA KADAR LARUTAN CTM DARI
 MASING-MASING PEWARNA GOLONGAN SULFOFTALEIN
 DENGAN DAPAR Mc. ILVAIN DAN DAPAR FOSFAT
 SECARA RANCANGAN ACAK LENGKAP

$$\text{JK rata-rata} = \frac{(6464,154)^2}{81} = 515867,74$$

$$\text{JK dapar} = \frac{(2210,658)^2 + (2066,619)^2 + (2186,877)^2}{27}$$

$$515867,74 = 441,66$$

$$\text{JK pewarna} = \frac{(1874,112)^2 + (2333,664)^2 + (2256,378)^2}{27}$$

$$515867,74 = 4485,04$$

JK interaksi dapar dengan pewarna =

$$\frac{(847,317)^2 + (477,492)^2 + (549,303)^2 + (620,376)^2}{9}$$

$$\frac{(822,75)^2 + (890,538)^2 + (742,965)^2 + (766,377)^2}{9}$$

$$\frac{(747,036)^2}{9} - 515867,74 - 441,66 - 4485,04 = 12529,32$$

UJI JARAK DUNCAN

Tabel

Pewarna	Dapar (dalam %)			Jumlah	Rata-rata
	Mc.Ilvain pH rendah	Mc.Ilvain pH tinggi	Fosfat pH tinggi		
Hijau bromkresol	847,317	477,492	549,303	1874,112	69,41
Ungu bromkresol	620,376	822,750	890,538	2333,664	86,43
Biru bromtimol	742,965	766,377	747,036	2256,378	83,57
Jumlah	2210,658	2066,619	2186,877		
Total				6464,154	

Standar Deviasi Rata-rata ($S_{\bar{x}}$) untuk tiap perlakuan pewarna:

$$S_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{KT \text{ sisa}}{n}}$$

$$= \sqrt{\frac{54,78438356}{27}} = 1,42$$

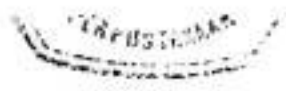
Dari daftar dengan DB = 73, diperoleh:

	Tingkat nyata	2	3
Jarak Nyata (J.N)	0,01	3,74	3,90
Jarak Nyata Terkecil (J.N.T)	0,01	5,3108	5,5380

$$JARAK NYATA TERKECIL = NJS \times S_{\bar{x}}$$

$$J.N.T_2 = (3,74) (1,42) = 5,3108$$

$$J.N.T_3 = (3,90) (1,42) = 5,5380$$



$$\begin{aligned} \text{JK total} &= (93,097)^2 + (93,451)^2 + (93,451)^2 + (84,933)^2 \\ &+ (84,933)^2 + \dots + (85,531)^2 - 515867,74 \\ &= 21455,28 \end{aligned}$$

TABEL ANOVA

Sumber keragaman	DB	JK	KT	FH
Dapar	2	441,66	220,830	1,09
Pewarna	2	4485,04	2242,520	7,62 **
Interaksi dapar dengan pewarna	4	12529,32	3132,330	8,65 **
Sisa	73	3999,26	54,780	
Total	81	21455,28		

F tabel (2, 73) 5% = 3,15
1% = 4,95

$F_H > F$ tabel berarti signifikan, kesimpulan : H_0 ditolak
 H_1 diterima

Rata-rata kadar larutan CTM pada pewarna:

Hijau bromkresol	Ungu bromkresol	Biru bromtimol
69,41	86,43	83,57

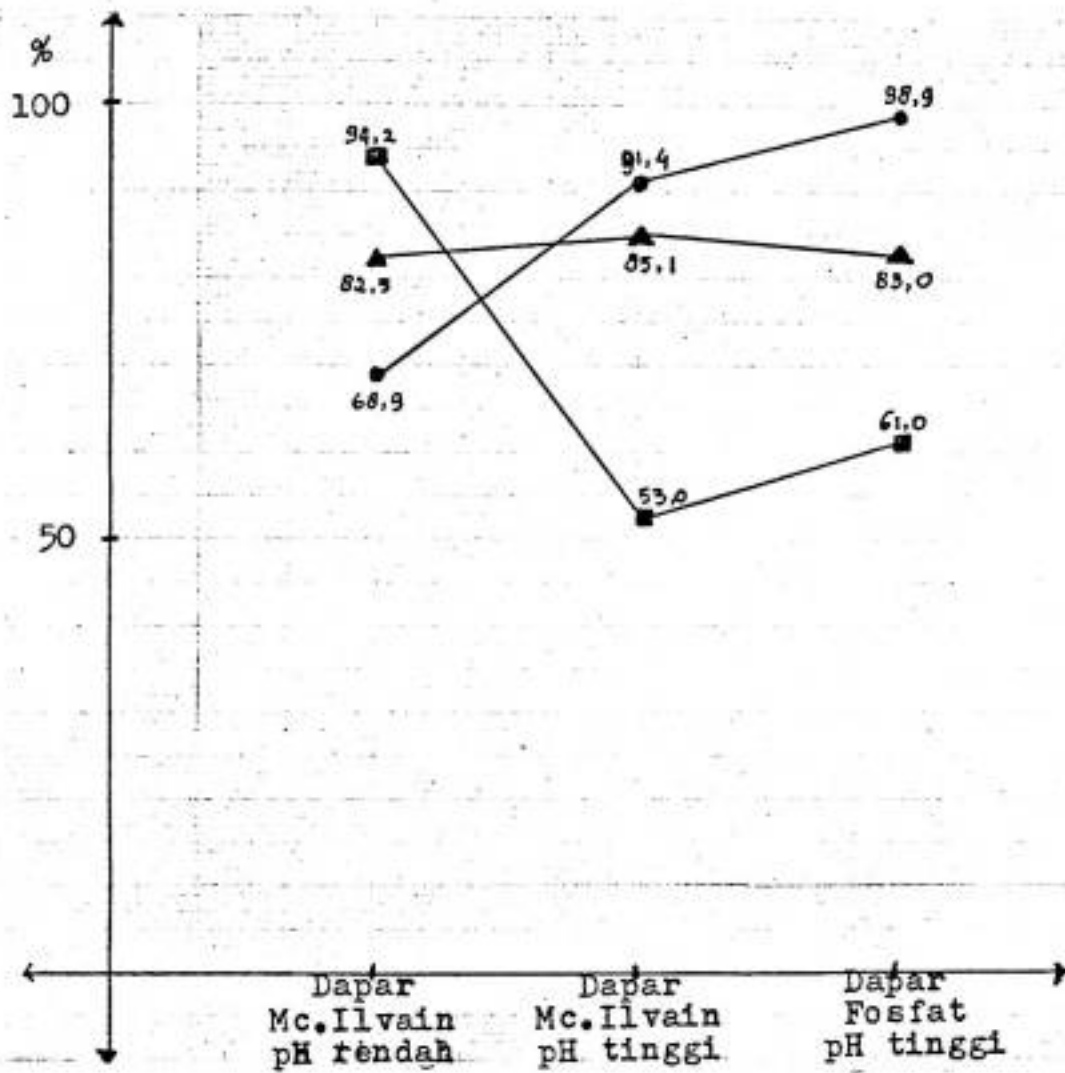
Perbandingan antar perlakuan:

$86,43 - 69,41 = 17,02 > 5,5380$ (J.N.T₃) signifikan

$86,43 - 83,57 = 2,86 < 5,3108$ (J.N.T₂) non signifikan

Tabel rata-rata

Pewarna	Dapar (dalam %)		
	Mc.Ilvain pH 4,0;5,0;6,0	Mc.Ilvain pH 5,6;7,0;7,8	Fosfat pH 5,6;7,0;7,8
Hijau bromkresol	94,146	53,055	61,034
Ungu bromkresol	68,931	91,417	98,949
Biru bromtimol	82,552	85,153	83,004



Keterangan : ■ = Pewarna Hijau bromkresol
 ● = Pewarna Ungu bromkresol
 ▲ = Pewarna Biru bromtimol