

**PENENTUAN KADAR KLORAMFENIKOL KAPSUL YANG TELAH
DALUWARSA SECARA SPEKTROFOTOMETRI
DAN VOLUMETRI**

OLEH

JOHANNES GEO TENA

8 5 0 3 0 5 8



PERPUSTAKAAN PUSAT UNIV. HASANUDDIN	
Tgl terima	9-10-1996
Asal dari	Mipa
Banyaknya	1 Exp
Harga	Hadiah
No Inventaris	969-10-50
No. klas	

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

1993

SKRIPSI



O L E H

JOHANNES GEO TENA

8 5 0 3 0 5 8

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS HASANUDDIN

1 9 9 3

PENENTUAN KADAR KLORAMFENIKOL KAPSUL YANG TELAH
DALUWARSA SECARA SPEKTROFOTOMETRI
DAN VOLUMETRI

O L E H
JOHANNES GEO TENA
8 5 0 3 0 5 8

Skripsi untuk melengkapi tugas dan
memenuhi syarat untuk memperoleh
gelar sarjana

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1 9 9 3



PENENTUAN KADAR Kloramfenikol Kapsul yang telah
daluwarsa secara Spektrofotometri
dan Volumetri

Disetujui oleh
Pembimbing Utama,

(Dra. Jeanny Wunas, MS)

Pembimbing Pertama,

(Dr. Tadjuddin Naid, MSc)

Pembimbing Kedua,

(Drs. Abd. Muzakkir Rewa)

Pada tanggal :

1993

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji dan syukur penyusun panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa, atas segala berkat dan rahmatNya sehingga skripsi ini dapat diselesaikan.

Pada kesempatan ini perkenankanlah penyusun untuk menyampaikan ucapan terima kasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada Ibu Dra. Jeanny Wunas, MS. selaku pembimbing utama, Bapak Dr. Tadjuddin Naid, MSc. selaku pembimbing pertama dan Bapak Drs. Abd. Muzakkir Rewa, selaku pembimbing kedua dan penasehat akademik, yang dengan sabar dan tekun membimbing dan mengarahkan penyusun sejak awal rencana penelitian sampai selesainya penyusunan skripsi ini.

Pada kesempatan ini juga penyusun ucapkan terima kasih dan penghargaan kepada :

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
2. Ketua Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
3. Seluruh Bapak dan Ibu Dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
4. Seluruh Staf pegawai Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Terakhir penyusun haturkan terima kasih yang tak terhingga kepada Ayahanda Matheus Boro Tura, Ibunda Maria Berek Keda (almarhumah), kekasih Fabiola Papona

dan seluruh keluarga, atas segala bantuan baik berupa bantuan moral maupun material.

Semoga Tuhan Yang Maha Kuasa senantiasa melimpahkan rahmat dan karuniaNya kepada kita sekalian.

Ujung Pandang, Oktober, 1993

Penyusun

ABSTRAK



Telah dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif contoh kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa, yang diambil dari salah satu apotik di Ujung Pandang dengan menggunakan metode kimia, spektrofotometri ultra violet dan volumetri.

Penelitian ini menggunakan contoh kloramfenikol kapsul dengan masa daluwarsa Januari 1992. Dilakukan selama 5 bulan mulai bulan VI, VII, VIII, IX dan X setelah masa daluwarsa. Analisis kualitatif dilakukan dengan metode kimia. Analisis kuantitatif dilakukan secara spektrofotometri ultra violet dengan membandingkan absorpsi contoh terhadap absorpsi kloramfenikol baku pada panjang gelombang maksimum 278 nm serta analisis volumetri dengan metode diazotasi. Hasil analisis kuantitatif dievaluasi berdasarkan persyaratan kadar yang ditetapkan dalam Farmakope Indonesia Edisi III.

Hasil analisis secara spektrofotometri ultra violet contoh kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa bulan VI, VII, VIII, IX dan X diperoleh kadar 92,78 %, 89,31 %, 86,58 %, 79,85 % dan 76,79 % dan hasil analisis secara volumetri diperoleh kadar 106,86 %, 103,76 %, 101,85 %, 103,62 % dan 104,48 %.

Hasil analisis secara spektrofotometri ultra violet menunjukkan bahwa kadar kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VI masih memenuhi syarat, sedangkan

kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VII, VIII, IX dan X tidak memenuhi syarat. Hasil analisis secara volumetri dengan metode diazotasi kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VI, VII, VIII, IX dan X, semuanya memenuhi syarat Farmakope Indonesia Edisi III.

ABSTRACT

The qualitative and quantitatively analysis of expired chloramphenicol capsules distributed in Ujung Pandang have been conducted by means of chemical method, ultra violet spectrophotometric method and volumetric method.

The research used chloramphenicol capsules sample which has expired date by January 1992. Five samples were taken on the 6th, 7th, 8th, 9th and 10th month after the expired date. The qualitative analysis was also carried out with chemical method. The quantitative analysis of the sample was carried out with ultra violet spectrophotometric method which the sample absorption was compared with standard chloramphenicol absorption on the maximum wavelength 278 nm and volumetric analysis conducted by diazotation method. The results of quantitative analysis were evaluated according to the quantity requirement specified in the Farmakope Indonesia 3rd Edition.

The results of ultra violet spectrophotometric have been determined, for expired chloramphenicol capsules 6th, 7th, 8th, 9th and 10th month were 92,78 %, 89,31 %, 86,58 %, 79,85 % and 76,79 %. Whereas the results from volumetric method were 106,86 %, 103,76 %, 101,85 %, 103,62 % and 104,48 %.

The results of quantitative analysis by ultra violet spectrophotometric shows that expired chloramphenicol capsules 6th month was met the requirement specified for the Farmakope Indonesia 3rd Edition, whereas the expired chloramphenicol capsules 7th, 8th, 9th and 10th month have been decreased their concentration. The results of quantitative analysis by volumetric with diazotation method shows that expired chloramphenicol capsules 6th, 7th, 8th, 9th and 10th, the all were met the requirement specified for the Farmakope Indonesia 3rd Edition.



DAFTAR ISI

	Halaman
UCAPAN TERIMA KASIH	iv
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I. PENDAHULUAN	1
BAB II. POLA PENELITIAN	4
BAB III. TINJAUAN PUSTAKA	6
III.1 Uraian Kloramfenikol	6
III.1.1 Struktur kimia	6
III.1.2 Pemerian	6
III.1.3 Kelarutan	6
III.1.4 Sinonim	7
III.1.5 Mekanisme kerja	7
III.1.6 Indikasi	8
III.1.7 Efek samping	9
III.1.8 Kontra indikasi	9
III.1.9 Dosis	9
III.2 Spektrofotometri Ultra Violet ...	10
BAB IV. BAHAN, ALAT DAN METODE	17
IV.1 Bahan-Bahan Yang Digunakan	17
IV.2 Alat-Alat Yang Digunakan	17
IV.3 Metode	18

IV.3.1	Pengambilan Contoh	18
IV.3.2	Pembuatan Pereaksi	18
IV.3.2.1	Larutan asam klorida encer	18
IV.3.2.2	Larutan asam klorida 1 N	18
IV.3.2.3	Larutan pyridin ..	18
IV.3.2.4	Larutan natrium nitrit 10 % b/v	18
IV.3.2.5	Larutan natrium hidroksida 15 % b/v .	18
IV.3.2.6	Larutan perak nitrat 5 % b/v	19
IV.3.2.7	Larutan metilen biru 0,1 % b/v	19
IV.3.2.8	Larutan tropeolin 00 0,1 % b/v	19
IV.3.3	Analisis Kualitatif Kloramfenikol Kapsul	19
IV.3.3.1	Reaksi dengan HCl encer- NaNO_2 10 %-Larutan alfa naftol dalam NaOH 15 % ..	19
IV.3.3.2	Reaksi dengan AgNO_3 5 %	20
IV.3.3.3	Reaksi dengan pyridin-NaOH 15 %	20

IV.3.3.4	Reaksi dengan NaOH	20
IV.3.4	Analisis Kuantitatif Contoh Kloramfenikol Secara Spektro- fotometri Ultra Violet	21
IV.3.4.1	Pembuatan larutan kloramfenikol baku	21
IV.3.4.2	Pemilihan panjang gelombang maksimum	21
IV.3.4.3	Pengukuran contoh kloramfenikol	21
IV.3.5	Analisis Kuantitatif Contoh Kloramfenikol Secara volumetri Dengan Metode Diazotasi ...	22
IV.3.5.1	Pembuatan larutan baku NaNO_2 0,1 M .	22
IV.3.5.2	Standardisasi larutan NaNO_2 0,1 N	22
IV.3.5.3	Titration kloramfenikol secara diazotasi .	23
BAB V.	HASIL DAN PEMBAHASAN	24
V.1	Hasil	24
V.2	Pembahasan	26
BAB VI.	KESIMPULAN DAN SARAN	28
VI.1	Kesimpulan	28
VI.2	Saran	28
DAFTAR PUSTAKA	29

DAFTAR TABEL

TABEL	Halaman
I. Hasil analisis kualitatif sediaan kloramfenikol baku	31
II. Hasil analisis kualitatif sediaan kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa	32
III. Hasil pengukuran kloramfenikol kapsul yang ditentukan secara spektrofotometri ultra violet	33
IV. Hasil perhitungan kadar kloramfenikol kapsul yang ditentukan secara spektrofotometri ultra violet	34
V. Hasil pengukuran kloramfenikol kapsul yang ditentukan secara volumetri	35
VI. Hasil perhitungan kadar kloramfenikol kapsul yang ditentukan secara volumetri	36

DAFTAR GAMBAR

GAMBAR	Halaman
1. Spektrum absorpsi kloramfenikol baku	37
2. Spektrum absorpsi rata-rata contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VI	38
3. Spektrum absorpsi rata-rata contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VII	39
4. Spektrum absorpsi rata-rata contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VIII	40
5. Spektrum absorpsi rata-rata contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan IX	41
6. Spektrum absorpsi rata-rata contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan X	42
7. Grafik antara kadar kloramfenikol dengan lama masa daluwarsa	43

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	Halaman
A. Pengenceran larutan baku dan pengukuran pada spektrofotometri ultra violet	44
B. Perhitungan hasil analisis kuantitatif klo-ramfenikol yang telah daluwarsa secara spektrofotometri ultra violet	45
C. Perhitungan hasil analisis kuantitatif klo-ramfenikol yang telah daluwarsa secara volumetri	48

BAB I

PENDAHULUAN

Pada periode terakhir ini dimana kemajuan di bidang kesehatan begitu pesat, pemakaian antibiotika dalam dunia pengobatan meningkat secara tajam, terutama untuk penyakit infeksi. Penyakit-penyakit infeksi pada manusia yang sebelumnya membutuhkan waktu yang panjang untuk penyembuhan bahkan sering menyebabkan kematian, sekarang ini dapat dikontrol dengan antibiotika secara efektif (1).

Antibiotika merupakan suatu senyawa kimia yang dihasilkan oleh mikroba, dalam konsentrasi kecil sudah mempunyai kapasitas untuk menghambat proses hidup mikroba yang lain. Dewasa ini antibiotika banyak dibuat secara semi sintesis dan sintesis penuh, sehingga istilah antibiotika hampir tidak dapat didefinisikan secara tepat. Karena adanya perbedaan ini, maka oleh para ahli telah merumuskan tentang kriteria suatu antibiotika. Suatu senyawa dikatakan antibiotika bila memenuhi syarat-syarat yaitu merupakan produk metabolisme, merupakan produk sintesis dengan struktur yang sama dengan antibiotika yang terdapat di alam, dapat melawan pertumbuhan atau kelangsungan hidup mikroba lain, efektif dalam kadar rendah dan mempunyai toksisitas selektif yang tinggi (2, 3, 4).

Kloramfenikol merupakan antibiotika spektrum luas pertama, yang diisolasi dari Streptomyces venezuelae

pada tahun 1947 oleh John Ehrlick, Paul Burholder dan David Gottlieb. Kloramfenikol dapat menghambat secara luas bakteri gram positif dan bakteri gram negatif, beberapa rickettsia dan fungi. Namun pada beberapa tahun terakhir ini pemakaian antibiotika kloramfenikol sangat dibatasi karena mempunyai efek samping yang serius (3, 5, 6, 7).

Pemakaian antibiotika pada dosis yang kurang tepat, selain menyebabkan pengobatan tidak efektif juga dapat menyebabkan terjadinya resistensi pada mikroba tersebut, yaitu mikroba tidak peka lagi terhadap antibiotika yang digunakan. Oleh karena itu pada obat-obat antibiotika selalu dicantumkan masa daluwarsanya. Antibiotika yang telah daluwarsa kemungkinan telah mengalami penurunan kadar. Secara kimia terjadinya penurunan kadar antibiotika kloramfenikol disebabkan karena terjadinya hidrolisis kloramfenikol pada ikatan amida membentuk amin dan dikloroasetat (8, 9).

Berdasarkan uraian ini maka telah diteliti kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa setiap selang waktu satu bulan mulai bulan keenam.

Dengan kemajuan teknologi yang menuntut kecepatan dan ketepatan analisis serta kepekaan alat yang tinggi, maka metode spektrofotometri merupakan pilihan metode analisis yang banyak digunakan, baik untuk penentuan kualitatif maupun penentuan kuantitatif, mengingat kesederhanaan operasionalnya, waktu yang digunakan relatif

singkat, bahan yang digunakan relatif sedikit dan pengamatan lebih obyektif (10).

Penelitian ini menggunakan metode spektrofotometri ultra violet dengan cara membandingkan absorpsi contoh (A_x), terhadap absorpsi baku (A_s), dan metode volumetri.

Hasil analisis secara spektrofotometri ultra violet menunjukkan bahwa kadar kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VI masih memenuhi syarat dan kloramfenikol yang daluwarsa bulan VII, VIII, IX dan X tidak memenuhi syarat, sedangkan hasil analisis secara volumetri dengan metode diazotasi kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa bulan VI, VII, VIII, IX dan X semuanya, memenuhi syarat Farmakope Indonesia Edisi III.

Penelitian ini dimaksudkan untuk penetapan kadar contoh kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa dengan menggunakan metode spektrofotometri ultra violet dan metode volumetri dengan tujuan untuk mengetahui apakah kadar kloramfenikolnya masih sesuai dengan persyaratan yang ditetapkan dalam Farmakope Indonesia Edisi III.

BAB II
POLA PENELITIAN



II.1 Pengambilan Contoh

Contoh kloramfenikol kapsul 250 mg diambil dari salah satu apotik di Ujung Pandang sebelum masa deluwarsa obat tersebut.

II.2 Penyediaan Alat dan Bahan

Alat dan bahan disiapkan sesuai dengan kebutuhan penelitian.

II.3 Analisis Kualitatif Contoh Kloramfenikol Kapsul

II.3.1 Reaksi dengan HCl encer- NaNO_2 10 %-Larutan alfa naftol dalam NaOH 15 %

II.3.2 Reaksi dengan AgNO_3 5 %

II.3.3 Reaksi dengan pyridin-NaOH 15 %

II.3.4 Reaksi dengan NaOH

II.4 Analisis Kuantitatif Contoh Kloramfenikol Kapsul

Secara Spektrofotometri Ultra Violet

II.4.1 Pembuatan larutan kloramfenikol baku

II.4.2 Pemilihan panjang gelombang maksimum

II.4.3 Pengukuran contoh kloramfenikol

II.5 Analisis Kuantitatif Contoh Kloramfenikol Kapsul

Secara Volumetri Dengan Metode Diazotasi

II.5.1 Pembuatan larutan baku NaNO_2 0,1 M

II.5.2 Standardisasi larutan baku NaNO_2 0,1 M

II.5.3 Titrasi kloramfenikol secara diazotasi

II.6 Pengumpulan dan Analisis Data

Data yang diperoleh dikumpulkan dan dihitung kadar kloramfenikolnya.

II.7 Pembahasan

Data yang diperoleh dari hasil penelitian dan perhitungan kadar, dikumpulkan dan dibahas.

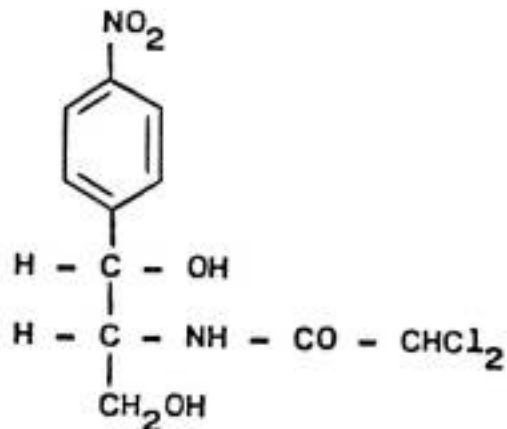
II.8 Pengambilan Kesimpulan

Dari hasil penelitian, pengolahan data dan pembahasan maka diambil suatu kesimpulan.

BAB III
TINJAUAN PUSTAKA

III.1 Uraian Kloramfenikol (3, 4, 6, 7, 8, 9, 13, 14, 15)

III.1.1 Struktur Kimia



Rumus molekul C₁₁H₁₂Cl₂N₂O₅

Berat molekul 323,13

III.1.2 Pemerian

Serbuk, warna putih atau putih kekuningan atau putih keabuan, bentuk jarum seperti kristal, tidak berbau, rasa sangat pahit, larutannya netral terhadap litmus, stabil dalam larutan netral atau sedikit asam, secara cepat terdestruksi dalam larutan alkali.

III.1.3 Kelarutan

Satu bagian larut dalam 400 bagian air, dalam 2,5 bagian etanol (95 %) bebas larut dalam butanol, sukar larut dalam eter.

III.1.4 Sinonim

Nama generik	- kloramfenikol
	- chloramphenicolum
Nama kimia	- D (-)threo-2-dicloroasetamido-1-p-nitrofenil propana-1,3-diol
	- D-threo-2-dichloroacetamido-1-p-nitrophenil-1,3-propanadiol
	- D-(-)-threo-2-dikloroasetamido-1-(4)-nitrofenil-1,3-propanadiol
Nama dagang	- Nelmicetin (Nellco)
	- Alchlor (Pharma Apex)
	- Aromicetin (Aroindo)
	- Biotiocol (Sanbe)
	- Chloramex (Dumex)
	- Chlorbiotik (Bernofarm)
	- Combicetin (Combiphar)
	- Bakamycetin (Kimia Farma)

III.1.5 Mekanisme Kerja

Kloramfenikol menghambat sintesa protein pada bakteri, yaitu dengan memblok pengikatan asam amino baru pada rantai peptida yang sedang dibentuk, dengan jalan menghambat enzim peptidil transferase (amino-asil-tRNA-sintetase).

Kloramfenikol merupakan suatu antibiotika dengan bobot molekul yang rendah, cepat dan hampir sempurna diabsorpsi dari saluran gastrointestinal, oleh karena itu pemberian secara oral lebih menonjol. Pada pemberian secara oral, kloramfenikol melakukan penetrasi dengan baik ke dalam cairan tubuh dan jaringan. Lebih kurang 60 % kloramfenikol dalam sirkulasi diikat oleh plasma protein (serum albumin).

Kloramfenikol dinaktifkan dalam hati oleh glukoronil transferase dan secara cepat diekskresikan sebesar 80 - 90 % melalui urin. Lebih kurang 5 - 10 % diekskresi tanpa mengalami perubahan. Eliminasi ginjal melalui sekresi tubular dan glomerular.

III.1.6 Indikasi

Kloramfenikol terutama digunakan untuk mengobati infeksi yang disebabkan oleh *Salmonella*, meningitis yang disebabkan oleh *Haemophilus influenzae* dan pneumonia yang tidak memberikan respon terhadap ampicillin, meningitis yang disebabkan oleh *Neisseria meningitidis* pada pasien yang alergi terhadap penisillin, dan mengobati rickettsia berat.

III.1.7 Efek Samping

Kloramfenikol dapat menyebabkan kerusakan sumsum tulang, gangguan pembentukan eritrosit, gray sindrom terutama pada bayi prematur dan neonatus yang ditandai dengan gangguan pada saluran pencernaan, kolaps peredaran darah perifer dan pewarnaan kulit kelabu.

III.1.8 Kontra Indikasi

Kloramfenikol dikontraindikasikan pada neonatus, penderita dengan gangguan faal hati dan penderita yang hipersensitif terhadap kloramfenikol.

III.1.9 Dosis

Kloramfenikol yang diberikan secara oral untuk orang dewasa 3 - 4 kali sehari 500 mg, untuk anak-anak 50 - 100 mg/kg berat badan sehari dibagi dalam 3 - 4 kali.

Kloramfenikol yang digunakan sebagai obat luar, salep mata 1 %, obat tetes mata 0,5 %, salep kulit 2 % dan obat tetes telinga 1 - 5 %.

III.2 Spektrofotometri Ultra Violet (10, 11, 12, 16)

Spektrofotometri merupakan salah satu cabang analisis instrumental yang membahas tentang interaksi atom atau molekul dengan radiasi elektromagnetik.

Pada prinsipnya radiasi elektromagnetik berinteraksi dengan molekul atau atom yang menghasilkan satu atau dua macam kejadian dari tiga macam kejadian yang mungkin terjadi antara lain hamburan (scattering), absorpsi dan emisi (emission).

Energi radiasi elektromagnetik ditinjau dari besarnya energi berturut-turut adalah energi elektronik, energi vibrasi, energi rotasi dan energi translasi. Energi radiasi elektromagnetik yang banyak memberikan informasi untuk spektrofotometri adalah energi vibrasi dan energi elektronik, sedangkan energi rotasi sangat sedikit memberikan informasi pada spektrofotometri infra merah (IR).

Pada spektrofotometri ultra violet, radiasi yang dipakai adalah radiasi ultra violet dekat yang mempunyai panjang gelombang 200 - 380 nm, sedangkan radiasi ultra violet jauh yang mempunyai panjang gelombang 100 - 190 nm, tidak digunakan karena radiasi ini diabsorpsi oleh udara, sehingga diperlukan kondisi hampa udara bila dikehendaki pengukuran pada daerah ini.

Radiasi cahaya ultra violet pada molekul atau atom akan menyebabkan terjadinya energi elektronik, sebagai akibat transisi antara dua tingkat energi elektron dari molekul atau atom

dengan demikian energi elektronik adalah energi molekul atau atom yang disebabkan oleh energi potensial dan energi kinetik elektronnya.

Apabila radiasi elektromagnetik dikenakan pada suatu molekul atau atom, maka yang terjadi adalah sebagian dari energi radiasi elektromagnetik tersebut diabsorpsi oleh molekul atau atom sesuai dengan struktur molekul atau atom tersebut.

Ada 4 macam transisi elektronik pada molekul atau atom yaitu dari $n \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \pi^*$, $\sigma \rightarrow \sigma^*$, dan $\pi \rightarrow \pi^*$. Gugusan atom yang mengabsorpsi radiasi elektromagnetik disebut gugus kromofor, dimana hampir semua gugus kromofor merupakan ikatan kovalen yang tidak jenuh.

Dalam mempelajari absorpsi secara kuantitatif, berkas radiasi dikenakan pada cuplikan dan intensitas radiasi yang ditransmisikan diukur. Radiasi yang diabsorpsi oleh cuplikan ditentukan dengan membandingkan intensitas dari berkas radiasi yang ditransmisikan bila spesies penyerap tidak ada dengan intensitas yang ditransmisikan bila spesies ada.

Intensitas dari berkas sinar sebanding dengan jumlah foton per detik yang melalui satu satuan luas penampang. Bila foton yang mengenai cuplikan mempunyai tenaga yang sama dengan yang dibutuhkan untuk menyebabkan terjadinya perubahan

tenaga, maka absorpsi dapat terjadi. Intensitas radiasi juga ditentukan dengan adanya penghamburan dan pemantulan, namun demikian pengurangan-pengurangan ini sangat kecil bila dibandingkan dengan absorpsi.

Perbandingan antara intensitas radiasi yang diteruskan oleh kuvet dan larutan zat terhadap intensitas radiasi yang diteruskan oleh suatu baku yang dipakai sebagai pembanding (transmisi = T) dapat dinyatakan dalam persen (%).

Menurut hukum Lambert-Beer, hubungan antara absorpsi (A) dengan konsentrasi (c) dan panjang jalan yang menembus medium pengabsorpsi (b) adalah :

$$A = abc$$

dimana a = absorptifitas

Tahap-tahap analisis kuantitatif dengan metode spektrofotometri ultra violet :

1. Pemilihan pelarut

Pelarut yang digunakan adalah pelarut yang tidak mengabsorpsi radiasi pada panjang gelombang pengukuran contoh. Oleh karena itu pelarut harus memenuhi syarat-syarat sebagai berikut :

- Tidak mengandung sistem terkonjugasi pada struktur molekulnya atau tidak berwarna,

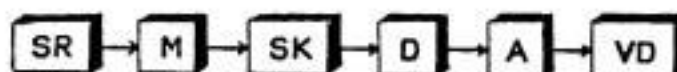
- Tidak berinteraksi dengan molekul senyawa yang diukur dan
- Harus mempunyai kemurnian yang tinggi.

2. Pemilihan panjang gelombang maksimum

Pada pengukuran spektrofotometri harus dipilih panjang gelombang maksimum karena pada panjang gelombang ini perubahan absorpsi untuk setiap satuan konsentrasi adalah paling besar, sehingga diperoleh kepekaan analisis yang tinggi dan di sekitar panjang gelombang maksimum bentuk kurva absorpsinya adalah datar, sehingga hukum Lambert-Beer akan dipenuhi dengan baik.

Setiap bagian peralatan optik dari spektrofotometer memegang fungsi dan peranan tersendiri yang saling berhubungan fungsi dan peranannya. Setiap fungsi dan peranannya dituntut ketelitian dan ketepatan yang optimal, sehingga diperoleh hasil pengukuran yang tinggi tingkat ketelitian dan ketepatannya.

Pada umumnya konfigurasi dasar setiap spektrofotometer berupa susunan peralatan yang terkonstruksi sebagai berikut :





Keterangan :

- SR = Sumber radiasi
- M = Monokromator
- SK = Sampel kompartemen
- D = Detektor
- A = Amplifier
- VD = Visual display

1. Sumber radiasi

Sumber radiasi spektrofotometri ultra violet merupakan suatu sumber energi cahaya yang berkesinambungan yang meliputi daerah spektrum dimana instrumen itu dirancang untuk beroperasi. Sumber radiasi yang sering digunakan pada spektrofotometer ultra violet adalah lampu deuterium dan lampu hidrogen.

2. Monokromator

Monokromator merupakan suatu piranti yang berfungsi untuk radiasi monokromatis dari sumber radiasi yang polikromatis. Monokromator pada spektrofotometer biasanya terdiri dari susunan sebagai berikut : Celah (slit) masuk - filter - prisma kisi (grating) - celah keluar,

3. Sampel kompartemen

Sampel kompartemen (sel/kuvet) merupakan wadah sampel yang dianalisa. Kuvet yang dipakai untuk analisa kuantitatif dan kualitatif pada

daerah pengukuran panjang gelombang 190 - 1100 nm adalah kuvet dari leburan silika (kuarsa), dan kuvet dari bahan gelas pada daerah pengukuran 380 - 1100 nm karena bahan dari gelas mengabsorpsi radiasi ultra violet.

4. Detektor

Detektor merupakan suatu transduser yang mengubah energi cahaya menjadi isyarat listrik. Detektor merupakan salah satu bagian dari spektrofotometer yang penting, karena kualitas detektor akan menentukan kualitas dari spektrum.

Beberapa macam detektor yang sering digunakan adalah :

- detektor fotosel
- detektor tabung foton hampa
- detektor tabung penggandaan foton (photomultiplier tube)
- detektor diode array

Ada beberapa cara analisis kuantitatif zat tunggal dengan metode spektrofotometri, yaitu :

1. Dengan cara membandingkan absorpsi atau transmisi zat yang dianalisis dengan zat murni. Dalam hal ini dilakukan pengukuran absorpsi zat standar (A_s) dan absorpsi zat yang akan diukur (A_x), pada panjang gelombang yang sama yaitu panjang gelombang maksimum.

Konsentrasi zat yang diukur (C_x) :

$$C_x = \frac{(A_x)}{(A_s)} \times (\text{konsentrasi zat standar})$$

2. Dengan membuat kurva baku

Kurva baku dibuat pada koordinat cartesius dimana sebagai absis adalah konsentrasi zat standar dan sebagai ordinat adalah absorbansinya. Pengamatan absorpsi dilakukan pada panjang gelombang maksimum.

3. Dengan memakai sistim ekstingsi spesifik ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$)

Cara ini sebagai salah satu usaha analisis kuantitatif zat tunggal dengan metode spektrofotometri yang dalam hal ini tidak mempunyai zat standar. Dengan jalan membandingkan $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ dari zat yang tertera dalam pustaka, maka kadar zat tersebut akan dapat diketahui.

BAB IV
BAHAN, ALAT DAN METODE

IV.1 Bahan-Bahan Yang Digunakan

1. Kloramfenikol
2. Contoh kloramfenikol kapsul
3. Etanol p.a (E. Merck)
4. Asam klorida p.a (E. Merck)
5. Natrium nitrit (E. Merck)
6. Alfa naftol
7. Perak nitrat (E. Merck)
8. Pyridin (E. Merck)
9. Amonia 25 % (E. Merck)
10. Tropeolin 00
11. Metilen biru (E. Merck)
12. Kalium bromida (E. Merck)
13. Serbuk seng

IV.2 Alat-Alat Yang Digunakan

1. Gelas piala 250 ml, 300 ml
2. Pipet volum 1 ml, 10 ml
3. Gelas ukur 10 ml, 50 ml, 100 ml
4. Labu tentukur
5. Timbangan analitik (Sartorius)
6. Tengas air (Memmert)
7. Buret
8. Spektrofotometer Diode Array
HP8452A (Hewlett Pac-
kard)

IV.3 Metode (10, 17, 18, 19, 20)

IV.3.1 Pengambilan Contoh

Contoh kloramfenikol kapsul 250 mg diambil dari salah satu apotik di Ujung Pandang dengan masa daluwarsa Januari 1992 dengan batch yang sama.

IV.3.2 Pembuatan Pereaksi

IV.3.2.1 Larutan asam klorida encer

Dimasukkan 17 ml asam klorida pekat ke dalam labu yang mengandung 90 ml air. Cukupkan dengan air hingga 100 ml.

IV.3.2.2 Larutan asam klorida 1 N

Dimasukkan 8,3 ml asam klorida ke dalam labu yang mengandung 90 ml air. Cukupkan dengan air hingga 100 ml.

IV.3.2.3 Larutan pyridin

Merupakan larutan murni pereaksi.

IV.3.2.4 Larutan natrium nitrit 10 % b/v

Dilarutkan 10 g natrium nitrit dalam air secukupnya hingga 100 ml.

IV.3.2.5 Larutan natrium hidroksida 15 % b/v

Dilarutkan 15 g natrium hidroksida dalam air bebas CO₂ secukupnya hingga 100 ml.

IV.3.2.6 Larutan perak nitrat 5 % b/v

Dilarutkan 5 g perak nitrat dalam air secukupnya hingga 100 ml.

IV.3.2.7 Larutan metilen biru 0,1 % b/v

Dilarutkan 125 mg metilen biru dalam 100 ml etanol. Dicapkan dengan air hingga 125 ml.

IV.3.2.8 Larutan Tropeolin OO 0,1 % b/v

Dilarutkan 100 mg tropeolin OO dalam air, panaskan di atas pemanas air. Setelah dingin cukupkan volumenya dengan air hingga 100 ml.

IV.3.3 Analisis Kualitatif Kloramfenikol Kapsul**IV.3.3.1 Reaksi dengan HCl encer-NaOH 10 %-**

Larutan alfa naftol dalam NaOH 15 %

Sejumlah 50 mg contoh kloramfenikol yang telah deluwarsa dilarutkan dalam 3 ml etanol (70 %). Ke dalam larutan ini ditambahkan 7 ml air dan dipanaskan di atas pemanas air selama 10 menit, kemudian disaring. Ke dalam 2 ml filtrat ditambahkan 3 tetes asam klorida encer,

3 tetes larutan natrium nitrit 10 % dan 5 tetes larutan 10 g alfa naftol dalam 5 ml larutan natrium hidroksida 15 %, maka terbentuk warna merah jingga.

IV.3.3.2 Reaksi dengan AgNO_3 5 %

Sejumlah 50 mg contoh kloramfenikol dilarutkan dalam 3 ml etanol (70 %). Ke dalam larutan ini ditambahkan 7 ml air dan dipanaskan di atas penangas air selama 10 menit, kemudian disaring.

Ke dalam 2 ml filtrat encer 2 N ditambahkan larutan AgNO_3 5 % 3 ml, maka akan terbentuk endapan AgCl .

IV.3.3.3 Reaksi dengan pyridin-NaOH 15 %

Sejumlah 20 mg contoh kloramfenikol ditambahkan dengan 2 ml larutan pyridin dan 5 ml larutan natrium hidroksida 15 % dalam tabung. Kocok dengan baik dan dipanaskan di atas penangas air, maka akan terbentuk warna merah kecoklatan pada lapisan pyridin.

IV.3.3.4 Reaksi dengan NaOH

Sejumlah 10 mg contoh kloramfenikol dalam tabung dicampurkan

dengan 2 g natrium hidroksida dan ditambahkan dengan 3 ml air, maka terbentuk warna kuning.

IV.3.4 Analisis Kuantitatif Contoh Kloramfenikol Secara Spektrofotometri Ultra Violet

IV.3.4.1 Pembuatan larutan kloramfenikol baku

Ditimbang 200,0 mg kloramfenikol baku, dilarutkan dalam air 800 ml, hangatkan jika perlu sampai larut sempurna. Tambahkan air secukupnya hingga 1000 ml. Larutan ini diambil 5 ml, dimasukkan dalam labu tentukur 100 ml dan diencerkan dengan air hingga 100 ml. Ukur absorbansinya pada spektrofotometri ultra violet.

IV.3.4.2 Pemilihan panjang gelombang maksimum

Panjang gelombang maksimum adalah panjang gelombang dimana terjadi absorpsi maksimum.

IV.3.4.3 Pengukuran Contoh kloramfenikol

Ditimbang 200,0 mg campuran isi dari 20 kapsul kloramfenikol dan dilarutkan dalam air 800 ml, hangatkan jika perlu sampai larut sempurna. Tambahkan air secukupnya hingga 1000 ml. Larutan ini diambil

5 ml, dimasukkan dalam labu tentukur 100 ml dan diencerkan dengan air hingga 100 ml. Ukur absorbansinya pada spektrofotometer ultra violet.

Pengerjaan yang sama dilakukan terhadap contoh kloramfenikol kapsul dengan batch dan masa kadaluarsa sama pada setiap selang waktu satu bulan mulai bulan VI sampai dengan bulan X, setelah masa kadaluarsa.

IV.3.5 Analisis Kuantitatif Contoh Kloramfenikol

Secara Volumetri Dengan Metode Diazotasi

IV.3.5.1 Pembuatan larutan baku NaNO_2 0,1 M

Ditimbang 7,5 g natrium nitrit dan dilarutkan dalam air secukupnya hingga 1000 ml.

IV.3.5.2 Standardisasi Larutan NaNO_2 0,1 M

Ditimbang saksama asam sulfanilat 173 mg yang telah dikeringkan lebih dahulu, masukkan ke dalam gelas piela 250 ml, tambahkan 30 ml air dan 20 tetes amonia 25 % hingga semua asam sulfanilat larut, tambahkan 15 ml asam klorida 1 N dan 1 g kalium bromida, kemudian tambahkan indikator campuran

5 tetes larutan tropeolin OO 0,1 % dan 3 tetes larutan metilen. biru 0,1 %. Titrasi hati-hati dengan natrium nitrit 0,1 M sambil diaduk, sampai terjadi perubahan warna dari ungu ke biru hijau.

IV.3.5.3 Titrasi kloramfenikol secara diazotasi

Dipindahkan 500,0 mg contoh kloramfenikol yang ditimbang sek-sama ke dalam 20 ml asam klorida pekat dan 5 g serbuk seng sedikit demi sedikit, kemudian tambahkan lagi 10 ml asam klorida pekat. Setelah semua serbuk seng larut, pindahkan larutan secara kuantitatif ke dalam gelas piala dan dinginkan larutan dengan es, tambahkan 3 g kalium bromida dan indikator campuran 5 tetes larutan tropeolin OO 0,1 % dan 3 tetes larutan metilen. biru 0,1 %. Titrasi perlahan-lahan dengan larutan natrium nitrit baku 0,1 M. Titrasi dianggap selesai bila terjadi perubahan warna dari ungu ke biru hijau.

BAB V
HASIL DAN PEMBAHASAN

V.1 Hasil

Dari hasil analisis contoh kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa, diperoleh hasil sebagai berikut :

1. Analisis kualitatif contoh kloramfenikol kapsul

Dari hasil analisis yang dilakukan semuanya memberikan reaksi yang positif. Hasil lengkap analisis kualitatif disajikan pada Tabel I dan Tabel II.

2. Analisis kuantitatif contoh kloramfenikol kapsul secara spektrofotometri ultra violet

Dari hasil analisis kuantitatif contoh kloramfenikol kapsul secara spektrofotometri ultra violet, diperoleh kadar rata-rata sebagai berikut :

Lama masa daluwarsa	Kadar rata-rata (%)
Bulan VI	92,78
Bulan VII	89,31
Bulan VIII	86,58
Bulan IX	79,85
Bulan X	76,79

Data selengkapnya disajikan pada Tabel III dan Tabel IV.

Pengukuran kloramfenikol baku pada spektrofotometer disajikan pada Gambar 1. Gambar 2, 3, 4, 5 dan 6 masing-masing merupakan pengukuran contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VI, VII, VIII, IX dan X. Hasil perhitungan kadar kloramfenikol disajikan pada lampiran A dan lampiran B.

3. Analisis kuantitatif contoh kloramfenikol kapsul secara volumetri

Dari hasil analisis kuantitatif contoh kloramfenikol kapsul secara volumetri diperoleh kadar rata-rata sebagai berikut :

Lama masa daluwarsa	Kadar rata-rata (%)
Bulan VI	106,86
Bulan VII	103,76
Bulan VIII	101,85
Bulan IX	103,62
Bulan X	104,48

Data selengkapnya disajikan pada Tabel V dan Tabel IV. Hasil perhitungan standardisasi larutan baku dan kadar kloramfenikol disajikan pada lampiran C.

V.2 Pembahasan

Analisis kualitatif contoh kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa dan kloramfenikol baku, memberikan reaksi yang sama dengan reaksi yang terdapat dalam pustaka. Hal ini menunjukkan bahwa contoh kloramfenikol yang dianalisis mengandung senyawa kloramfenikol.

Analisis kuantitatif contoh kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa dan kloramfenikol baku secara spektrofotometri ultra violet menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum sesuai dengan yang terdapat dalam pustaka (6, 17).

Hasil analisis kuantitatif contoh kloramfenikol kapsul secara spektrofotometri ultra violet terlihat adanya penurunan kadar setiap bulannya. Hal ini disebabkan karena sebagian kloramfenikol telah mengalami kerusakan secara kimia. Secara kimia kerusakan kloramfenikol disebabkan karena terjadinya hidrolisis pada ikatan amida membentuk amin dan dikloroasetat (8).

Hasil analisis kuantitatif contoh kloramfenikol kapsul secara volumetri dengan metode diazotasi, menunjukkan tidak terjadinya penurunan kadar. Hal ini disebabkan karena pada penetapan kadar dengan metode diazotasi, yang ditetapkan adalah gugus amin aromatis.

Hasil analisis contoh kloramfenikol kapsul secara spektrofotometri ultra violet diperoleh kadar kloramfenikol rata-rata antara 76,79 % - 92,78 %. Untuk contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VI dengan kadar 92,78 %, masih sesuai dengan persyaratan kadar yang ditetapkan dalam Farmakope Indonesia Edisi III, yaitu 92,5 % - 107,5 %. Sedangkan untuk contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VII, VIII, IX dan X yang mengandung kloramfenikol berturut-turut 89,31 %, 86,58 %, 79,85 % dan 76,79 % sudah tidak memenuhi syarat. Hal ini disebabkan karena terjadinya hidrolisis pada ikatan amida senyawa kloramfenikol.

Hasil analisis contoh kloramfenikol kapsul secara volumetri dengan metode diazotasi, diperoleh kadar kloramfenikol rata-rata antara 101,85 % sampai dengan 106,86 %. Hal ini menunjukkan bahwa kadar kloramfenikol yang ditentukan dengan metode ini, semuanya masih memenuhi syarat sebagaimana yang ditetapkan dalam Farmakope Indonesia Edisi III.

BAB VI
KESIMPULAN DAN SARAN

VI.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa :

1. Analisis dengan metode Spektrofotometri ultra violet contoh kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa bulan VI, kadar kloramfenikol masih memenuhi syarat Farmakope Indonesia, sedangkan contoh kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa bulan VII, VIII, IX dan X sudah tidak memenuhi syarat Farmakope Indonesia.
2. Analisis contoh kloramfenikol kapsul secara volumetri dengan metode diazotasi tidak dapat digunakan untuk menentukan kadar kloramfenikol yang telah daluwarsa.

VI.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang analisis potensi hayati contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa.

DAFTAR PUSTAKA



1. Claus, E. P. (1962), "Pharmacognocny", 4th edition, Lea & Febiger, Philadelphia, 431.
2. Doerge, R. F. (1982), "Textbook of Organic Medicinal & Pharmaceutical Chemistry", 8th edition, Lippincott Company, Philadelphia, 289-290.
3. Gan, S (1987), "Farmakologi dan Terapi", Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia, Edisi III, 592-597.
4. Schunack, W. dkk (1990), "Senyawa Obat", Edisi II, Terjemahan Joke R. W. dan Sriwoelan S., Editor Kosasih P., Gajah Mada University Press, 681-684.
5. Alcamo, I. E. (1984), "Fundamental of Microbiology", Addison Wesley Publishing Company, Inc., 144.
6. Clarke, E. C. G. (1975), "Isolation & Identification of Drug", The Pharmaceutical society of Great Britein, London, 246.
7. Muechler, K. (1991), "Dinamika Obat", Edisi V, Terjemahan Mathilda B. W. dan Anna S., Editor Kosasih P., Penerbit ITB Bandung, 651, 652.
8. Connors, K. A., Amidon, G. L. & Stella, V. J. (1986), "Chemical Stability of Pharmaceutical", A Wiley-Inter-Science Publication John Wiley & Sons, 328-329.
9. Osol, A. (1975), "Remington Pharmaceutical Sciences", 15th edition, Mack Publishing Company, Easton-Pennsylvania, 282, 1144.

10. Harjadi, W. (1986), "Ilmu Kimia Analitik Dasar", PT. Graha Jakarta, 244.
11. Mulia, M. & Syahrani, A. (1990), "Aplikasi Analisis Spektrofotometri UV-VIS", Surabaya, 1-3, 13-94.
12. Roth, H. J. & Blascke, G. (1980), "Analisis Farmasi", Terjemahan Kisman & Slamet I., Editor Sriwoelan S., F.MIPA ITB Gajah Mada University Press, 374-376.
13. Craig, T. R. & Stizel, R. E. (1986), "Modern Pharmacology", 2nd edition, Little Brown Company, Boston-Toronto, 697-699.
14. Jawets, E., Melnick, R. G. & Adelberg, E. A. (1986), "Mikrobiologi Untuk Profesi Kesehatan", Terjemahan Tomang H., Edisi XVI, Jakarta, 145-146.
15. Watts, D. H. (1984), "Terapi Medik", Terjemahan Petrus L., Edisi XVIII, Jakarta, 298-299.
16. Day, R. A. & Underwood, A. L. (1986). "Analisis Kimia Kuantitatif", Terjemahan Aloysius H. P. Penerbit Erlangga, Jakarta, 396-407.
17. Departemen Kesehatan Republik Indonesia (1979), "Farmakope Indonesia", Edisi III, Jakarta, 143-144.
18. Ama Departement of Drugs (1977), "Ama Drugs Evaluation", 3rd edition, Publishing Science Group Inc. Littleton, Massachusetts, 753.
19. Departemen Kesehatan Republik Indonesia (1972), "Farmakope Indonesia", Edisi II, Jakarta, 122-123.
20. Auterhoff, H. & Kovar, K (1987), "Identifikasi Obat", Terjemahan Sugiarto N., Edisi VI, ITB Bandung, 35-47.

Tabel I. Hasil analisis kualitatif sediaan kloramfenikol baku

Pereaksi	Hasil		Keterangan
	Pengamatan	Pustaka	
1.	Warna merah jingga	warna merah jingga	+
2.	terjadi endapan perak klorida	terjadi endapan perak klorida	+
3.	terbentuk warna merah kecoklatan	terbentuk warna merah kecoklatan	+
4.	terbentuk warna kuning	terbentuk warna kuning	+

Keterangan :

Pereaksi 1. asam klorida encer + larutan natrium nitrit + larutan alfa naftol dalam larutan natrium nitrit

2. asam nitrat + perak nitrat

3. larutan pyridin + natrium hidroksida

4. natrium hidroksida

Tabel II. Hasil analisis kualitatif contoh kloramfenikol kapsul yang telah daluwarsa

Pereaksi	Hasil		Keterangan
	Pengamatan	Pustaka	
1.	warna merah jingga	warna merah jingga	+
2.	terjadi endapan perak klorida	terjadi endapan perak klorida	+
3.	terbentuk warna merah kecoklatan	terbentuk warna merah kecoklatan	+
4.	terbentuk warna kuning	terbentuk warna kuning	+

Keterangan :

Pereaksi 1. asam klorida encer + larutan natrium nitrit + larutan alfa naftol dalam larutan natrium nitrit

2. asam nitrat + perak nitrat

3. larutan pyridin + natrium hidroksida

4. natrium hidroksida

Tabel III. Hasil pengukuran kloramfenikol kapsul yang ditentukan secara spektrofotometri ultra violet

LMD	Penimbangan (mg)	Absorpsi	Kadar	
			ppm	persen (%)
VI	200,0	0,2989	9,1351	91,35
		0,3120	9,5355	95,36
		0,3005	9,2848	92,85
VII	200,0	0,2897	8,8539	88,54
		0,2923	8,9334	89,33
		0,2968	9,0709	90,71
VIII	200,0	0,2848	8,7042	87,04
		0,2814	8,6003	86,00
		0,2857	8,7217	87,22
IX	200,0	0,3180	9,7188	97,19
		0,2292	7,0049	70,05
		0,2436	7,4450	74,45
X	200,0	0,2274	6,9498	69,50
		0,2503	7,6498	76,50
		0,2827	8,6400	86,00

Keterangan :

LMD = lama masa deluwarsa (bulan)

Tabel IV. Hasil perhitungan kadar kloramfenikol kapsul yang ditentukan secara spektrofotometri ultra violet

LMD	Berat isi (mg)			Kadar rata-rata (%)	rata-rata (%)
	rata-rata kapsul	etiket	hasil spek-trofotometri		
VI	249,8	250	228,19	91,28	92,78
			238,21	95,28	
			231,91	91,77	
VII	249,4	250	220,82	88,33	89,31
			222,19	89,12	
			226,23	90,49	
VIII	249,4	250	217,08	86,83	86,58
			214,48	89,12	
			217,78	87,11	
IX	247,8	250	240,84	96,36	79,85
			173,58	69,43	
			184,49	73,79	
X	247,8	250	173,22	68,89	76,79
			189,57	75,83	
			214,10	85,64	

Keterangan :

LMD = lama masa deluwarsa (bulan)

Tabel V. Hasil pengukuran kloramfenikol kapsul yang ditentukan secara volumetri

LMD	Penimbangan (mg)	Volume titrasi (ml)	kadar (%)
VI	500,0	14,30	106,45
		14,45	107,57
		14,35	106,82
VII	500,0	14,40	107,19
		14,35	106,82
		13,10	97,52
VIII	500,0	13,35	99,38
		13,75	102,36
		13,05	104,59
IX	500,0	14,14	105,26
		13,90	103,47
		13,82	102,88
X	500,0	14,50	107,94
		13,94	103,77
		14,16	105,41

Keterangan :

LMD = lama masa daluwarsa (bulan)

Tabel VI. Hasil perhitungan Kadar Kloramfenikol kapsul yang ditentukan secara Volumetri

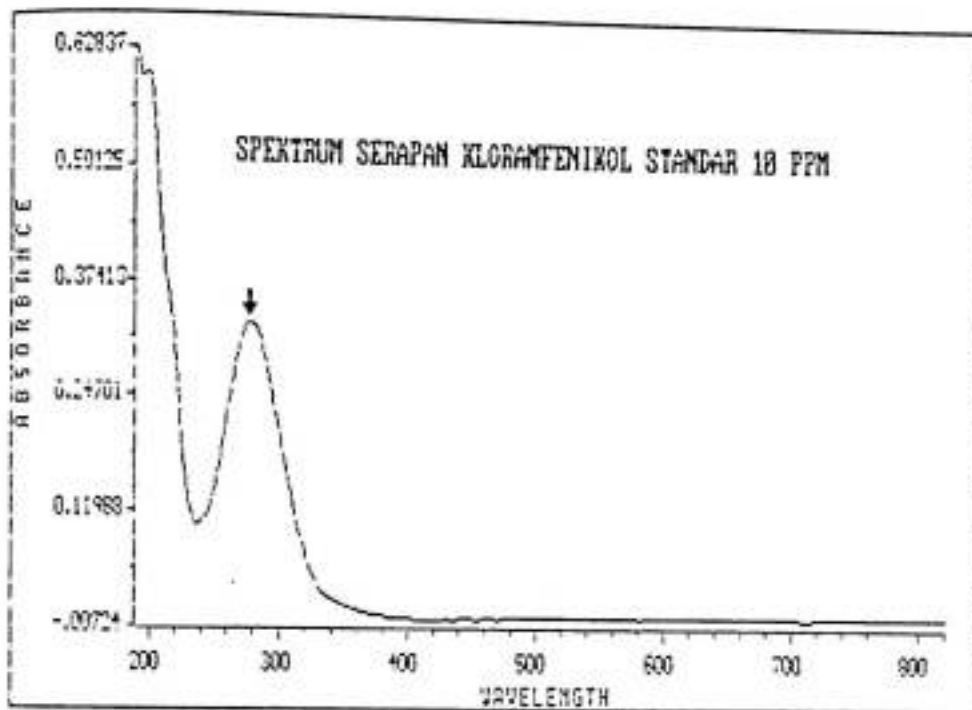
LMD	Berat isi (mg)			Kadar (%)	rata-rata (%)
	rata-rata kapsul	etiket	hasil volu- metri		
VI	249,8	250	265,91	106,37	106,86
			268,71	107,48	
			266,84	106,74	
VII	249,8	250	267,76	107,10	103,76
			266,84	106,74	
			243,61	97,44	
VIII	249,4	250	247,85	99,14	101,85
			255,24	102,11	
			260,22	104,34	
IX	249,4	250	262,52	105,01	103,62
			258,05	103,22	
			256,58	102,62	
X	247,8	250	267,48	106,99	104,78
			257,14	102,86	
			261,21	104,48	

Keterangan :

LMD = lama masa deluwarsa (bulan)

Sample Name : Klormfenikol st
Solvent Name : Aquadest
Concentration : 10.0000
Units : ppm

Function : Absorbance
Wavelength Range : 190 to 820 nanometers
Integration Time : 1 seconds
Std Deviation : OFF



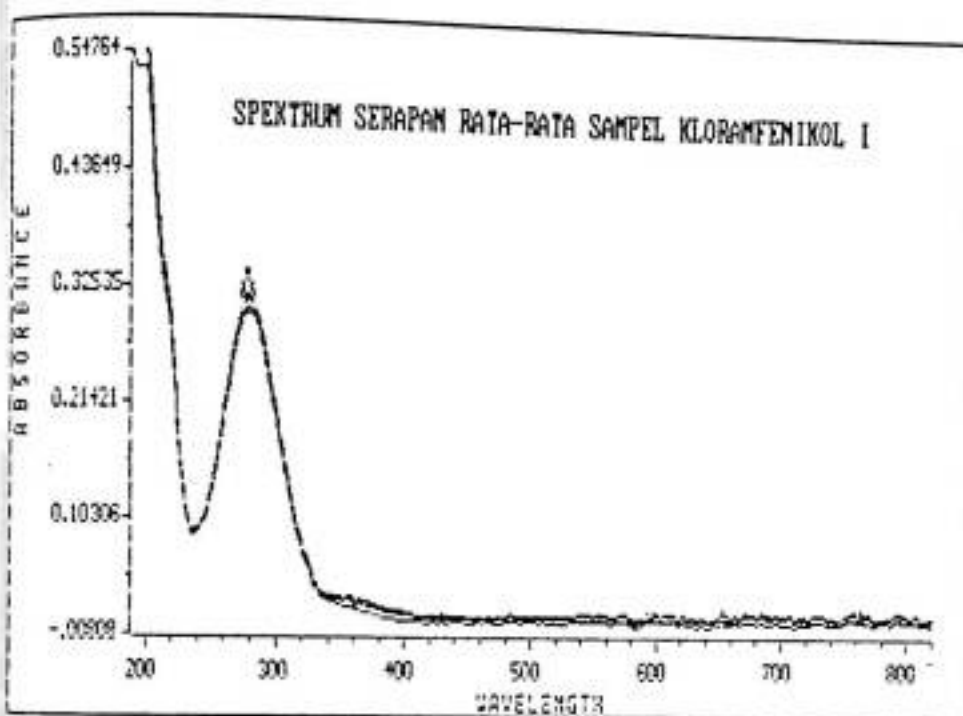
Annotated Wavelengths:

1 : Wavelength = 278 Result = 0.327240

Gambar 1. Spektrum absorpsi kloramfenikol baku.

Sample Name : 1A-2A-3A
Solvent Name : AQUADEST
Concentration : 0.00E+00
Units : PPM

Function : Absorbance
Wavelength Range : 190 to 820 nanometers
Integration Time : 1 seconds
Std Deviation : OFF



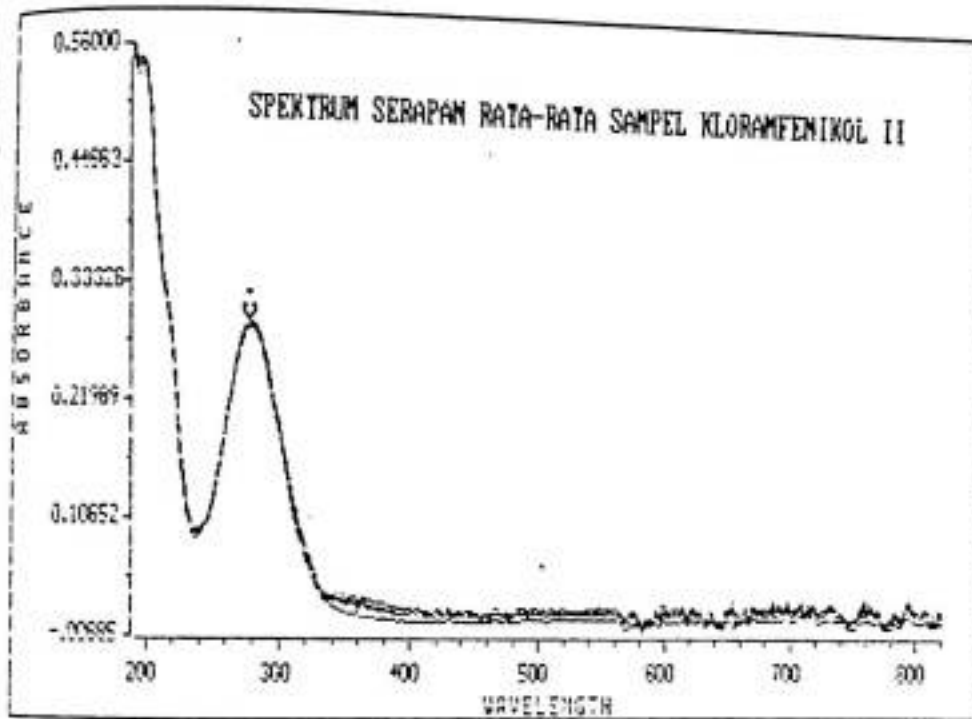
Annotated Wavelengths:

1 : Wavelength = 278 Result = 0.303802

Gambar 2. Spektrum absorpsi rata-rata contoh
kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VI.

Sample Name : 1B-2B-3B
Solvent Name : AQUADEST
Concentration : 0.00E+00
Units : PPM

Function : Absorbance
Wavelength Range : 190 to 820 nanometers
Integration Time : 1 seconds
Std Deviation : OFF



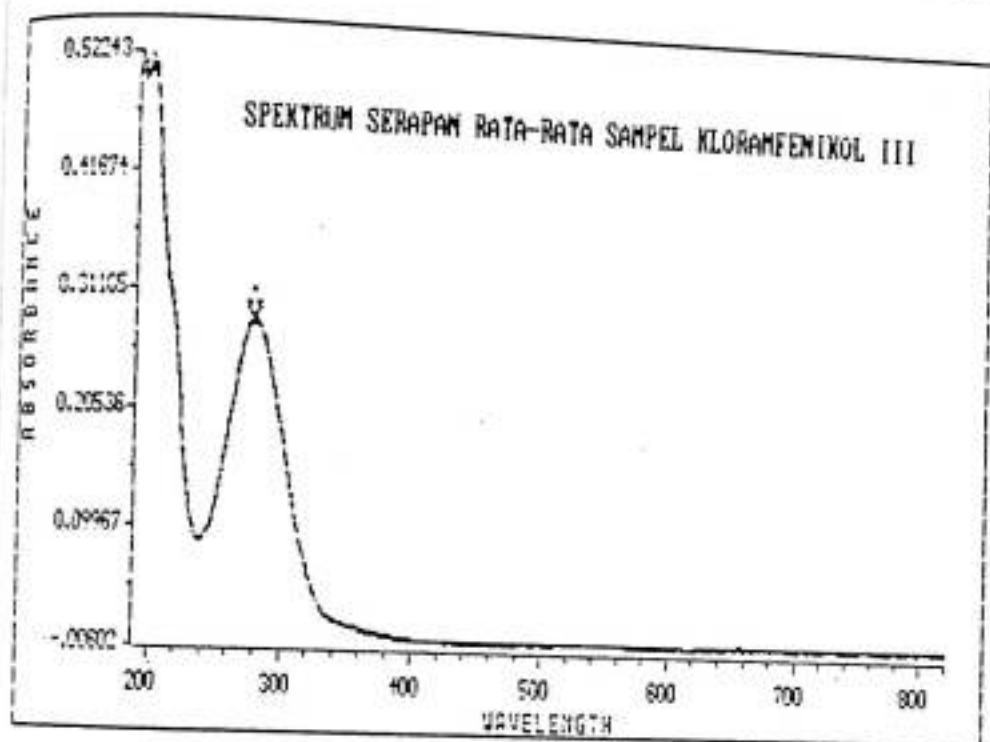
Annotated Wavelengths:

1 : Wavelength = 278 Result = 0.202918

Gambar 3. Spektrum absorpsi rata-rata contoh kloramfenikol yang telah deluwarsa bulan VII.

Sample Name : 1C-2C-3C
Solvent Name : AQUADEST
Concentration : 0.00E+00
Units : PPM

Function : Absorbance
Wavelength Range : 190 to 820 nanometers
Integration Time : 1 seconds
Std Deviation : OFF

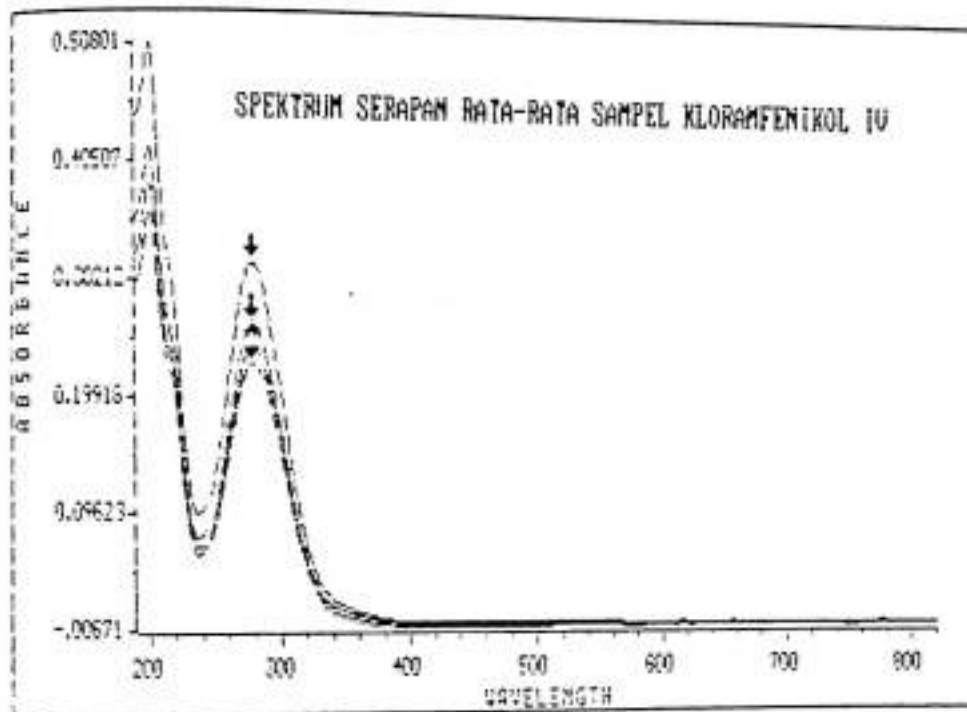


Annotated Wavelengths:
1 : Wavelength = 278 Result = 0.283981

Gambar 4. Spektrum absorpsi rata-rata contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan VIII.

Sample Name : 1D-2D-3D
 Solvent Name : AQUADEST
 Concentration : 0.00E+00
 Units : PPM

Function : Absorbance
 Wavelength Range : 190 to 820 nanometers
 Integration Time : 1 seconds
 Std Deviation : OFF



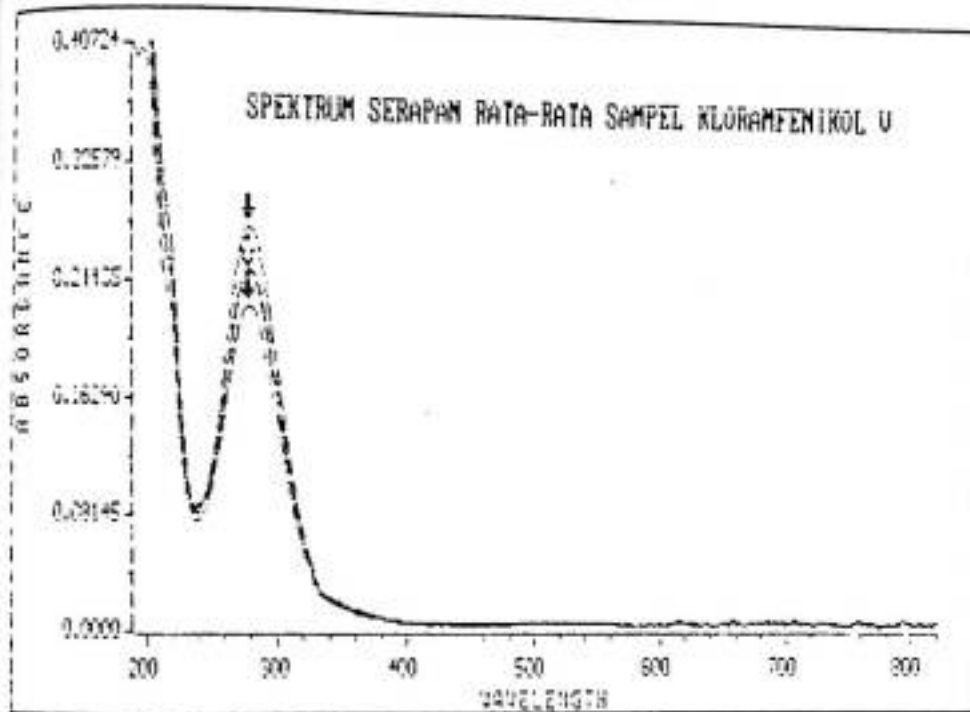
Annotated Wavelengths:

1 : Wavelength = 278 Result = 0.263580

Gambar 5. Spektrum absorpsi rata-rata contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan IX.

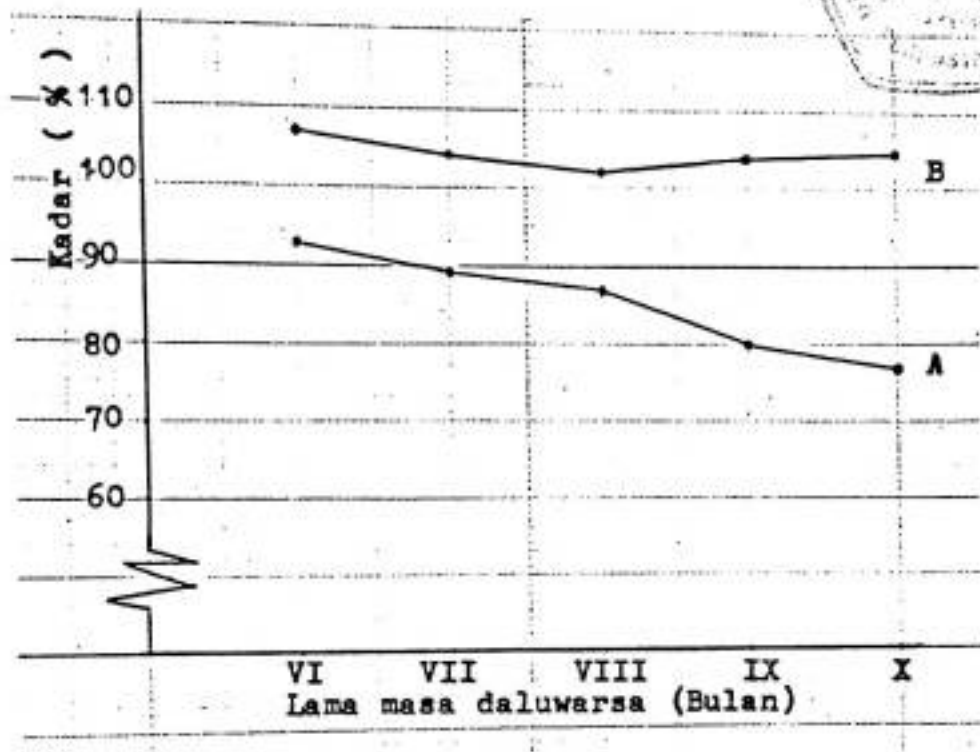
Sample Name : 1E-2E-3E
Solvent Name : AQUADEST
Concentration : 0.00E+00
Units : PPM

Function : Absorbance
Wavelength Range : 190 to 820 nanometers
Integration Time : 1 seconds
Std Deviation : OFF



Annotated Wavelengths:
1 : Wavelength = 278 Result = 0.253484

Gambar. 6. Spektrum absorpsi rata-rata contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa bulan X.



Keterangan : A = Kadar kloramfenikol yang ditentukan secara spektrofotometri ultra violet.
 B = Kadar kloramfenikol yang ditentukan secara volumetri.

Gambar 7. Grafik antara kadar kloramfenikol dengan lama masa daluwarsa.

Lampiran A. Pengenceran larutan baku dan pengukuran pada spektrofotometri ultra violet

Berat kloramfenikol yang ditimbang : 200,0 mg.

Dilartukan dalam 800 ml air, kemudian dicukupkan volumenya hingga 1000 ml. Dipipet sebanyak 5 ml dan cukupkan volumenya hingga 100 ml dengan air.

Sebelum pengenceran :

$$\begin{aligned} \text{konsentrasi larutan} &= 200 \text{ mg}/1000 \text{ ml} \\ &= 200 \text{ g}/1000.000 \text{ ml} \\ &= 200 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Setelah pengenceran :

$$\begin{aligned} \text{konsentrasi larutan} &= 200 \text{ ppm} \times \text{faktor pengenceran} \\ &= 200 \text{ ppm} \times 5/100 \\ &= 10 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Hasil pengukuran pada spektrofotometri ultra violet :

$$\begin{aligned} \text{Panjang gelombang maksimum} &= 278 \text{ nm} \\ \text{Absorpsi (} A_s \text{)} &= 0,3272 \end{aligned}$$

Lampiran B. Perhitungan hasil analisis kuantitatif kloramfenikol yang telah daluwarsa secara spektrofotometri ultra violet

Berat contoh kloramfenikol yang ditimbang : 200 mg
 Dilarutkan dalam 800 ml air, kemudian dicukupkan volumenya dengan air hingga 1000 ml. Dipipet 5 ml dan dicukupkan volumenya hingga 100 ml.

Perhitungan :

Sebelum pengenceran :

$$\begin{aligned} \text{konsentrasi larutan} &= 200 \text{ mg}/1000 \text{ ml} \\ &= 200 \text{ g}/1000.000 \text{ ml} \\ &= 200 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Setelah pengenceran :

$$\begin{aligned} \text{konsentrasi larutan} &= 200 \text{ ppm} \times \text{faktor pengenceran} \\ &= 200 \text{ ppm} \times 5/100 \\ &= 10 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Contoh kloramfenikol yang telah daluwarsa

1. Bulan VI

$$\begin{aligned} \text{Berat isi 20 kapsul} &= 4996,0 \text{ mg} \\ \text{Berat isi rata-rata} &= 249,8 \text{ mg} \\ \text{Panjang gelombang maksimum} &= 278 \text{ nm} \\ \text{Bulan VI (1)} & \\ \text{Absorpsi} &= 0,2989 \\ \text{Kadar kloramfenikol} &= \frac{A_x}{A_B} \times \text{Konsentrasi larutan baku} \\ &= 0,2989/0,3272 \times 10 \text{ ppm} \\ &= 9,1351 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$= 9,1351/10 \times 100 \%$$

$$= 91,35 \%$$
 Berat isi hasil spektrofotometri

$$= 91,35/100 \times 249,8 \text{ mg}$$

$$= 228,19 \text{ mg}$$

Berat isi kapsul yang tertera pada etiket = 250 mg
 Kadar kloramfenikol

$$= 228,19/250 \times 100 \%$$

$$= 91,28 \%$$

Bulan VI (2)

Absorpsi

$$= 0,3120$$
 Kadar kloramfenikol

$$= 0,3120/0,3272 \times 10 \text{ ppm}$$

$$= 9,5355 \text{ ppm}$$

$$= 9,5355/10 \times 100 \%$$

$$= 95,36 \%$$

Berat isi kapsul hasil spektrofotometri

$$= 95,36/100 \times 249,8 \text{ mg}$$

$$= 238,91 \text{ mg}$$
 Kadar kloramfenikol

$$= 238,91/250 \times 100 \%$$

$$= 95,28 \%$$

Bulan VI (3)

Absorosi

$$= 0,3005$$
 Kadar kloramfenikol

$$= 0,3005$$

$$= 0,3005/0,3272 \times 10 \text{ ppm}$$

$$= 9,1840 \text{ ppm}$$

$$= 9,1840/10 \times 100 \%$$

$$= 91,84 \%$$

Berat isi kapsul hasil spektrofotometri

$$= 91,84/100 \times 249,8 \text{ mg}$$

$$= 231,91 \text{ mg}$$

Kadar kloramfenikol

$$= 231,91/250 \times 100 \%$$

$$= 91,77 \%$$

Kadar kloramfenikol
rata-rata

$$= \frac{91,28 \% + 95,28 \% + 91,77 \%}{3}$$

3

$$= 92,78 \%$$

Lampiran C. Perhitungan hasil analisis kuantitatif kloramfenikol yang telah deluwarsa secara volumetri

1. Standardisasi larutan baku NaNO_2 0,1 M

Berat NaNO_2 yang ditimbang = 7,5 g

Berat asam sulfanilat yang ditimbang = 173,0 mg

Volume titrasi (1) = 8,65 ml

$$N_{\text{NaNO}_2} = \frac{\text{Berat asam sulfanilat}}{\text{Vol. Titrasi} \times \text{BE asam sulfanilat}}$$

$$= 173/8,65 \times 173$$

$$= 0,1156$$

Volume titrasi (2) = 8,80 ml

$$N_{\text{NaNO}_2} = 173/8,80 \times 173$$

$$= 0,1156$$

Volume titrasi (3) = 8,60 ml

$$N_{\text{NaNO}_2} = 173/8,60 \times 173$$

$$= 0,1163$$

$$\text{Rata-rata } N_{\text{NaNO}_2} = \frac{0,1156 + 0,1156 + 0,1162}{3}$$

$$= 0,1152$$

2. Perhitungan Kadar contoh kloramfenikol

Deluwarsa bulan VI

Berat isi 20 kapsul = 4996,0 mg

Berat isi rata-rata = 249,8 mg

BE kloramfenikol	= 323,1
Kadar kloramfenikol	= $\frac{Vt \times N \text{ NaNO}_2 \times BE}{\text{Berat contoh}} \times 100 \%$
Volume titrasi (1)	= 14,30 ml
Kadar kloramfenikol	= $\frac{14,30 \times 0,1152 \times 323,1}{500} \times 100 \%$
	= 106,45 %
Berat isi kapsul hasil titrasi	= 106,45/100 X 249,8 mg
	= 265,91 mg
Kadar kloramfenikol	= 265,91/250 X 100 %
	= 106,37 %
Volume titrasi (2)	= 14,45 ml
Kadar kloramfenikol	= $\frac{14,30 \times 0,1152 \times 323,1}{500} \times 100 \%$
	= 107,57 %
Berat isi kapsul hasil titrasi	= 107,57/100 X 249,8 mg
	= 268,71 mg
Kadar kloramfenikol	= 268,71/250 X 100 %
	= 107,48 %
Volume titrasi (3)	= 14,35 ml
Kadar kloramfenikol	= $\frac{14,35 \times 0,1152 \times 323,1}{500} \times 100 \%$
	= 106,82 %
Berat isi kapsul hasil titrasi	= 106,82/100 X 249,8 mg
	= 266,84 mg
Kadar kloramfenikol	= 266,84/250 X 100 %
	= 106,74 %

$$\begin{aligned} \text{Kadar kloramfenikol} &= \underline{106,37 \% + 107,48 \% + 106,74 \%} \\ \text{rata-rata} & \qquad \qquad \qquad 3 \\ &= 106,86 \% \end{aligned}$$