



**METODE DIAZOTASI PADA SPEKTROFOTOMETRER  
VISIBEL UNTUK PENETAPAN KADAR PROKAIN  
HIDROKLORIDA DALAM SEDIAAN INJEKSI**

**OLEH  
A N W A R  
92 03 096**

PERPUSTAKAAN PUSAT UNIV. HASANUDDIN

Tgl. terima	11 Maret 1999
Asal dari	Fale. MIPA
Banyaknya	1 (satu) Eksp
Harga	Hadiah
No. Inventaris	99 05 1788
No. Kas	



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

1997

# SKRIPSI

OLEH  
A N W A R  
92 03 096



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1997

**METODE DIAZOTASI PADA SPEKTROFOTOMETER VISIBEL  
UNTUK PENETAPAN KADAR PROKAIN HIDROKLORIDA  
DALAM SEDIAAN INJEKSI**

**OLEH  
A N W A R  
92 03 096**

**Skripsi untuk melengkapi tugas dan memenuhi  
syarat untuk memperoleh gelar sarjana**

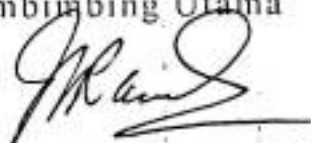
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN**

**1997**

**METODE DIAZOTASI PADA SPEKTROFOTOMETER VISIBEL  
UNTUK PENETAPAN KADAR PROKAIN HIDROKLORIDA  
DALAM SEDIAAN INJEKSI**

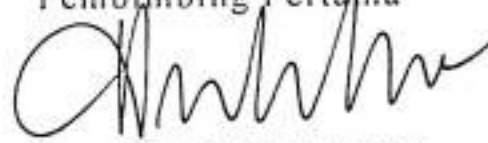
Disetujui oleh

Pembimbing Utama



Dra. Hj. Naimah Ramli  
Nip. 130 808 594

Pembimbing Pertama



Dra. Christiana Lethe  
Nip. 131 122 062

Pada tanggal,      November 1997

## UCAPAN TERIMA KASIH

Puji dan syukur penyusun panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Pengasih atas rahmat dan karunia-Nya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.

Melalui skripsi ini penyusun menyampaikan rasa terima kasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada Ibu Dra. Hj. Naimah Ramli sebagai Pembimbing Utama dan Ibu Dra. Christiana Lethe sebagai Pembimbing Pertama yang telah meluangkan waktu untuk memberikan petunjuk dan menyumbangkan pikiran serta tenaga dalam membimbing penyusun, mulai saat perencanaan penelitian sampai selesai penyusunan skripsi ini.

Ucapan terima kasih yang sama tak lupa penyusun sampaikan kepada :

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
2. Bapak DR. H. Tadjuddin Naid, MSc. selaku Ketua Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
1. Ibu DR. Latifah Rahman, DESS., selaku Penasehat Akademik selama penyusun menuntut ilmu di Jurusan Farmasi.

2. Bapak/Ibu Dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, khususnya Jurusan Farmasi yang telah mengalihkan ilmunya kepada penyusun selama menuntut ilmu.
3. Seluruh staf dan karyawan jurusan farmasi atas kesempatan dan pasilitas yang telah diberikan kepada penyusun selama menempuh pendidikan di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Dengan rasa hormat dan terima kasih tak terhingga kepada Ayahanda dan Ibunda Manta B. serta kepada saudara-saudaraku tercinta juga kepada rekan-rekan yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini.

Akhirnya dengan segala kerendahan hati, skripsi yang sederhana ini penyusun persembahkan untuk Bangsa, Negara dan Almamater khususnya Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

**Ujungpandang, November 1997**

**Penyusun**

## RINGKASAN

Telah dilakukan penelitian metode diazotasi pada spektrofotometer visibel untuk penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi. Tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan pereaksi kopel yang cocok digunakan pada penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi dengan spektrofotometer visibel.

Metode penelitian yang dilakukan dengan menetapkan akurasi dan presisi metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel yang menggunakan pengkopel  $\beta$ -naptol, N(1-naptil)etilendiamin dan fenol untuk menetapkan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi.

Berdasarkan hasil penelitian, ketiga jenis pereaksi kopel dapat digunakan pada metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel untuk menetapkan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi dengan akurasi dan presisi rata-rata sebesar 100,82% dan 0,48 untuk  $\beta$ -naptol ; 99,59% dan 0,42% untuk N(1-naptil)etilendiamin; 98,70% dan 0,80% untuk fenol.

## SUMMARY

The diazotation method using visible spectrophotometric was investigate to determine procain hydrochloride content in injection preparation. This research aimed at getting suitable couple reagents to be used in determining procain hydrochloride content in injection preparation by using visible spectrophotometric.

Method of research was carried out by determining the accuracy and precision of diazotasi with visible spectrophotometric using couple reagents  $\beta$ -naphthol, N(1-naphthyl)etilendiamin and phenol to determine procain hydrochloride content in injection preparation.

Based on the result of research, it was shown that the three couple reagent in this research could be used to determine procain hydrochloride content in injection preparation with average accuracy and precision of 100,82% and 0,48% for  $\beta$ -naphthol; 99.59% and 0,42% for N(1-naphthyl)etilendiamin; 98.70% and 0,80% for phenol, respectively.



## DAFTAR ISI

	Halaman
UCAPAN TERIMA KASIH .....	iv
RINGKASAN .....	vi
SUMMARY .....	vii
DAFTAR ISI .....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR TABEL .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiv
BAB I. PENDAHULUAN .....	1
BAB II. POLA PENELITIAN .....	4
II.1 Pengambilan Contoh .....	4
II.2 Penyediaan Alat dan Bahan .....	4
II.3 Penyiapan Larutan Pereaksi .....	4
II.4 Analisis Kualitatif Prokain Hidroklorida Dalam Sediaan Injeksi .....	4
II.5 Analisis Kadar Prokain Hidroklorida dalam Sediaan Injeksi .....	4
II.6 Pengumpulan dan Pengolahan data .....	5
II.7 Pembahasan Hasil .....	5

II.8	Pengambilan Kesimpulan .....	5
BAB III.	TINJAUAN PUSTAKA .....	6
III.1	Uraian Umum .....	6
III.1.1	Metode spektrofotometri...	6
III.1.2	Metode diazotasi .....	7
III.1.3	Reaksi kopel dengan garam diazonium .....	7
III.2	Pengujian Metode Analisis .....	9
III.2.1	Akurasi .....	9
III.2.2	Presisi .....	9
III.2.3	Batas deteksi dan batas Kuantitas .....	11
III.3	Uraian Bahan .....	13
III.3.1	Prokain hidroklorida .....	13
III.3.2	$\beta$ -naptol .....	14
III.3.3	N(1-naptil)etilendiamin ...	15
III.3.4	Fenol .....	15
III.4	Prinsip Reaksi .....	16
BAB IV.	PELAKSANAAN PENELITIAN .....	18
IV.1	Pengambilan Contoh .....	18
IV.2	Penyediaan Alat dan Bahan .....	18
IV.2.1	Alat-alat yang digunakan ...	18
IV.2.2	Bahan-bahan yang digunakan...	18

IV.3	Penyiapan Larutan Pereaksi .....	19
IV.3.1	Pembuatan natrium nitrit 0,1% .....	19
IV.3.2	Pembuatan $\beta$ -naptol 0,1% .....	19
IV.3.3	Pembuatan N ( 1-naptil ) etilendiamin .....	19
IV.3.4	Pembuatan fenol 0,1% .....	19
IV.3.5	Pembuatan asam sulfat 4N .....	19
IV.3.6	Pembuatan kalium bi- karbonat 0,1% .....	20
IV.4	Analisis Kualitatif Prokain Hidroklorida Dalam Sediaan Injeksi..	20
IV.5	Analisis Kadar Prokain Hidro- klorida dalam Sediaan injeksi .....	20
IV.5.1	Penyiapan larutan prokain hidroklorida Standar .....	20
IV.5.2	Penentuan panjang Gelombang Maksimum .....	21
IV.5.3	Pembuatan kurva baku .....	22
IV.5.4	Penyiapan dan pengukuran serapan contoh .....	24

BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN .....	27
V.1 Hasil Penelitian .....	27
V.1.1 Uji kualitatif prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi .....	27
V.1.2 Pengkopel $\beta$ -naptol .....	27
V.1.3 Pengokopel N(1-naptil)etilendi- amin .....	27
V.1.4 Pengkopel fenol .....	28
V.2 Pembahasan Hasil Penelitian .....	28
V.2.1 Pengujian akurasi .....	28
V.2.2 Pengujian presisi .....	29
V.2.3 Pengujian batas deteksi .....	29
V.2.4 Pengujian batas kuantitas .....	30
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN .....	32
VII.1 Kesimpulan .....	32
VII.2 Saran .....	33
DAFTAR PUSTAKA .....	34

## DAFTAR GAMBAR

Gambar		Halaman
Gambar I.	Kurva serapan maksimum prokain hidroklorida dengan pengkopel $\beta$ -naptol pada konsentrasi 1 bpj .....	42
Gambar II.	Kurva serapan maksimum prokain hidroklorida dengan pengkopel N(1-naptil)etilendiamin pada konsentrasi 1 bpj .....	43
Gambar III.	Kurva serapan maksimum prokain hidroklorida dengan pengkopel fenol pada konsentrasi 1 bpj .....	44
Gambar IV.	Kurva baku prokain hidroklorida dengan pengkopel $\beta$ -naptol .....	55
Gambar V.	Kurva baku prokain hidroklorida dengan pengkopel N(1-naptil)etilendiamin .....	56
Gambar VI.	Kurva baku prokain hidroklorida dengan pengkopel fenol .....	57

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Penentuan panjang gelombang maksimum prokain hidroklorida dengan pengkopel $\beta$ -naptol pada konsentrasi 1 bpj .....	38
2. Penentuan panjang gelombang maksimum prokain hidroklorida dengan pengkopel N(1-naptil)etilendiamin pada konsentrasi 1 bpj .....	39
3. Penentuan panjang gelombang maksimum prokain hidroklorida dengan pengkopel fenol pada konsentrasi 1 bpj .....	40
4. Hasil pengukuran serapan prokain hidroklorida murni dengan pengkopel pada panjang gelombang maksimum .....	41
5. Hasil pengukuran serapan larutan contoh dengan pengkopel pada panjang gelombang maksimum .....	48
6. Hasil perhitungan akurasi dan presisi .....	51
7. Hasil pengukuran sampel blanko .....	52

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
A. Skema Kerja .....	37
B. Data Hasil Penelitian .....	38
C. Perhitungan Akurasi, Presisi, Batas Deteksi dan Batas Kuantitas .....	48



**BAB I**  
**PENDAHULUAN**

Kimia analitik pada dasarnya meliputi identifikasi suatu zat, elusidasi struktur dan analisis kuantitatif komposisinya. Metode analisis yang digunakan puluhan tahun yang lalu didominasi oleh metode klasik yaitu metode gravimetri dan volumetri. Penemuan metode analisis modern yang terutama menggunakan instrumen yang mempunyai kemampuan analisis yang lebih cepat, sederhana dan dengan sensitivitas tinggi (1).

Gugus kromofor pada senyawa kimia telah lama digunakan untuk identifikasi secara visual (2). Metode spektrofotometri ini banyak digunakan dalam bidang farmasi, biokimia dan bidang-bidang yang lain. Dalam analisis sediaan farmasi penggunaan spektrofotometer sangat penting karena umumnya senyawa yang dinalisis kadarnya sangat rendah dan susunan kimianya rumit (3).

Struktur kimia dari prokain hidroklorida mempunyai gugus amin aromatis bebas yang dapat membentuk garam diazonium dengan asam nitrit. (4,5,6,7). Reaksi ini yang digunakan sebagai dasar metode diazotasi pada



spektrofotometer visibel untuk penetapan kadar prokain hidroklorida.

Prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi secara umum digunakan untuk anestesi infiltrasi, blokade saraf dan spinal (8). Sediaan injeksi prokain hidroklorida terdapat dalam kadar 1 - 2% dengan atau tanpa epinefrin untuk anestesi infiltrasi dan blokade saraf, secara spinal digunakan dengan kadar 5 - 20% (8,9). Pemberian obat secara parenteral selain kadar obat, volume pemberian merupakan faktor yang perlu diperhatikan. Dimana setiap cara pemberian obat dengan injeksi mempunyai kapasitas tertentu untuk tiap jaringan (10,11).

Anestesi lokal mencegah konduksi dan timbulnya impuls saraf. Tempat kerjanya terutama di membran sel. Potensi aksinya pada saraf terjadi karena meningkatnya permeabilitas membran bagi ion natrium akibat depolarisasi ringan pada membran. Dengan bertambahnya efek anestesi lokal yang mengakibatkan ambang rangsang membran meningkat dan kelancaran hantaran terhambat.

Prokain hidroklorida dalam jaringan absorpsinya sangat cepat dan setelah diabsorpsi akan mengalami hidrolisis oleh enzim esterase sehingga untuk memberikan

efek yang diinginkan, maka kadar obat yang diberikan harus sesuai dengan dosis yang dianjurkan (8).

Dari kedua hal tersebut sehingga obat dalam sediaan injeksi perlu ditetapkan kadarnya . Oleh karena itu perlu dicari alternatif lain pada penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan pereaksi kopel yang dapat digunakan untuk penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi dengan spektrofotometer visibel dengan membandingkan hasil pengujian akurasi dan presisinya.

## BAB II

### POLA PENELITIAN

#### II.1 Pengambilan Contoh

Sediaan injeksi yang mengandung prokain hidroklorida yang beredar diambil satu jenis merek dari beberapa apotek di Ujungpandang.

#### II.2 Penyediaan Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang disiapkan sesuai dengan keperluan penelitian.

#### II.3 Penyiapan Larutan Pereaksi

#### II.4 Analisis Kualitatif Prokain Hidroklorida Dalam Sediaan Injeksi

#### II.5 Analisis Kadar Prokain Hidroklorida Dalam Sediaan Injeksi

II.5.1 Penyiapan larutan prokain hidroklorida standar

II.5.2 penentuan panjang elomrang maksimum larutan prokain hidroklorida dengan pengkopel  $\beta$ -naptol, N(1-aptil)etilen-diamin dan fenol

II.5.3 Pembuatan kurva baku larutan prokain hidroklorida dengan pengkoppel  $\beta$ -naptol, N(1-naptil)etilendiamin dan fenol

II.5.4 Penyiapan dan pengukuran serapan contoh

## **II.6 Pengumpulan dan Pengolahan Data**

Data yang diperoleh dari hasil pengukuran serapan masing-masing larutan contoh dengan spektrofotometer visibel. Data serapan dari masing-masing contoh dihitung konsentrasi, akurasi dan presisi dari setiap metode yang digunakan.

## **II.7 Pembahasan Hasil**

Pembahasan hasil dilakukan berdasarkan dari pengumpulan dan pengolahan data untuk mengambil suatu kesimpulan.

## **II.8 Pengambilan Kesimpulan**

Kesimpulan yang diambil sesuai dengan hasil pengolahan data dan pembahasan hasil.

## BAB III

### TINJAUAN PUSTAKA

#### III.1 Uraian Umum

##### III.1.1 Metode Spektrofotometri (5,12)

Spektrofotometer sesuai dengan namanya adalah alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat mengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Jadi spektrofotometer digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang.

Untuk penentuan kadar secara spektrofotometri yang ditentukan adanya absorpsi maksimum pada kurva absorpsi. Jika absorpsi ini untuk penentuan kadar adalah sangat rendah atau senyawa mula-mula mengabsorpsi dibawah 220 nm, maka sering kali diubah terlebih dahulu menjadi suatu zat warna melalui reaksi

kimia dan absorpsi ditentukan dalam daerah tampak atau kolorimetri.

### III.1.2 Metode Diazotasi (13,14)

Diazotasi pada dasarnya adalah pembentukan garam diazonium dari gugus amin aromatis bebas dengan asam nitrit dalam suasana asam. Reaksi diazotasi telah digunakan seraca umum untuk penetapan gugus amin aromatis dalam industri zat warna, dan dapat dipakai untuk penetapan sulfanilamida dan semua senyawa yang mengandung gugus amino aromatis.

Kation diazonium mempunyai kesamaan dengan jenis yang lain sebagai hasil antara dalam reaksi substitusi aromatis elektrofilik. Sebagai contoh ion arenediazonium dapat direaksikan seperti pereaksi elektrofilik dalam substitusi aromatis, tetapi pereaksi yang mempunyai sifat elektrofilik lemah hanya dapat digunakan untuk senyawa yang mempunyai aktivitas cincin yang tinggi.

### III.1.3 Reaksi Kopel Garam Diazonium (15)

Garam diazonium yang mempunyai reaktivitas tinggi dapat direaksikan dengan komponen organik lain yang mengandung atom karbon yang mempunyai sifat elektrofilik yang tinggi pada komponen diazo, dengan mengeliminasi anion dari garam diazonium tersebut. Reaksi ini disebut reaksi kopel. Hasil reaksi kopel garam diazonium terkonjugasi kuat dan absorpsinya pada gelombang panjang. Komponen ini adalah berwarna.

Dalam beberapa tahun metode ini penting untuk menganalisis sulfonamida dan senyawa-senyawa obat yang mengandung gugus amin aromatis secara kolorimetri yang meliputi prosedur diazotasi dari amin primer diikuti kopel oleh yang lain. Konsentrasi dari hasil reaksi kopel komponen organik dapat ditentukan secara spektrofotometri.

### III.2 Teori Pengujian Analisis

#### III.2.1 Akurasi (2,16,17)

Menurut Day dan Underwood (1986), suatu hasil analitis yang akurat adalah hasil yang sangat mendekati nilai sejati dari suatu besaran terukur.

Akurasi suatu metode adalah pengujian yang digunakan untuk mengetahui ukuran ketepatan suatu metode analisis kuantitatif dalam menganalisis jumlah kadar yang sebenarnya.

Nilai akurasi dari suatu metode biasanya dinyatakan sebagai % recovery. Harga % recovery yang memenuhi persyaratan bervariasi tergantung pada prosedur yang dipakai, komposisi dan sifat matriks dari sampel. Persyaratan yang baik adalah  $\pm 5\%$  dari harga sebenarnya.

#### III.2.2 Presisi (2,16,17)

Istilah presisi atau kecermatan merujuk ke masalah cocok tidaknya diantara



sekelompok hasil eksperimen kuantitatif terhadap suatu sampel.

Dalam melakukan suatu eksperimen kuantitatif hasil analisis yang diperoleh dapat bersifat tidak tepat antara satu hasil dengan hasil yang lain meskipun menggunakan metode yang sama, atau hasil yang diperoleh tersebut dapat menimbulkan simpangan dari nilai sebenarnya. Untuk mengetahui kecermatan suatu metode analisis yang digunakan dapat ditentukan dengan mengukur simpangan baku standar hasil analisis.

Ukuran kecermatan hasil tersebut dikenal sebagai presisi atau derajat reproducibility metode analisis, yang dapat diperoleh dengan cara menentukan nilai standar deviasi relatif (SDR) atau koefisien vareansi (KV). Ukuran presisi yang masih dapat diterima adalah bila nilai KV atau SDR lebih kecil atau sama dengan 2%.

### III.2.3 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi adalah suatu parameter uji. Pada batas uji tersebut konsentrasi analit yang terendah dalam suatu sampel masih dapat terdeteksi. Jadi batas deteksi yaitu jumlah terkecil senyawa yang ditetapkan dan masih cukup besar untuk dideteksi, yang secara statistik dinyatakan sebagai nilai terkecil yang dapat dibedakan dari nol.

Batas kuantitasi adalah suatu parameter uji, untuk menetapkan konsentrasi terendah dari analit dalam suatu sampel yang masih memiliki akurasi dan presisi yang dapat diterima. Untuk menghitung batas deteksi dan batas kuantitasi dipakai rumus Carr dan Wahlich, yaitu :

$$C = \frac{K \times S_B}{S}$$

Keterangan : C = konsentrasi pada batas deteksi dan batas kuantitasi

$K$  = konstanta ( $K = 3$  untuk batas deteksi dan  $K = 10$  untuk batas kuantitasi)

$S_b$  = Simpangan baku

$S$  = Kemiringan (slope)

Batas deteksi dan batas kuantitasi suatu metode analisis dapat ditetapkan secara instrumental atau dengan prosedur non instrumental. Penetapan batas deteksi dan batas kuantitasi secara instrumental dapat dilakukan dengan cara membandingkan hasil analisis sampel dengan berbagai konsentrasi analit yang diketahui terhadap sampel blanko. Dapat pula dengan menetapkan standar deviasi dari hasil analisis sampel blanko dan dikalikan dengan suatu faktor yaitu 3 untuk batas deteksi dan 10 untuk batas kuantitasi, kemudian batas uji ditetapkan dengan menganalisis beberapa sampel dengan berbagai konsentrasi yang diketahui dan divalidasi terhadap standar deviasi sampel blanko.

### III.3 Uraian Bahan

#### III.3.1 Prokain hidroklorida (9,10,18)

Sinonim : Procaini hydrochloridum,  
 Allocain, Ethocain,  
 Novocain, Syncaine.

Rumus bangun :  $\text{H}_2\text{N}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}(\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \cdot \text{HCl}$

Rumus kimia :  $\text{C}_{13}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{HCl}$

Berat molekul: 272,77

Pemerian : Hablur, rasa agak pahit  
 dan tidak berwarna.

Kelarutan : Mudah larut dalam air,  
 larut dalam etanol,  
 sukar larut dalam  
 kloroform dan tidak  
 larut dalam eter.

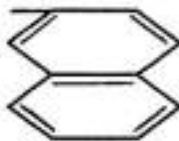
Kestabilan : Prokain terurai dalam  
 larutan yang mengandung  
 natrium, kalium, dan  
 garam-garam kalsium,  
 stabil pada pH 3,5 dan  
 kestabilan tergantung  
 pada temperatur.

Penyimpanan : Dalam wadah tertutup rapat.

Khasiat : Untuk anestesi lokal.

### III.3.2 $\beta$ -naptol (9,10,18)

Sinonim : Naphthol, Naphth-2-01, 2-naptol.

Rumus bangun : HO 

Rumus kimia :  $C_{10}H_8O$

Berat molekul: 144,16

Pemerian : Lempeng hablur atau serbuk, putih atau hampir putih, bau lemah mirip fenol.

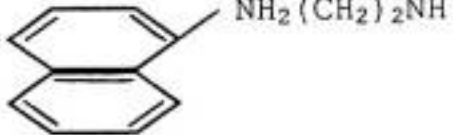
Kelarutan : Sukar larutan dalam air dan dalam 2 bagian etanol dan larut dalam larutan alkali hihroksida.

Penyimpanan : Dalam wadah tertutup rapat.

Kegunaan : Sebagai pereaksi kopel.

### III.3.3 N(1-Naptil)Etilendiamin (9,10,17)

Sinonim : Nafetilendiamina  
Hydroksida.

Rumus bangun : 

Rumus Kimia :  $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{C}_{10}\text{H}_7)$

BM : 186,25


Pemerian : Serbuk, putih atau kuning gading.

Penyimpanan : Dalam wadah tertutup rapat.

Kegunaan : Sebagai pereaksi kopel.

### III.3.4 Fenol (9,10,18)

Sinonim : Phenolum, Phenyl hydrate.

Rumus bangun : 

Rumus kimia :  $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$

Berat molekul: 94,11

Pemerian : Tidak berwarna atau sedikit berwarna kuning, berbentuk kristal.

Kelarutan : Larut dalam 12 bagian air, sangat larut dalam



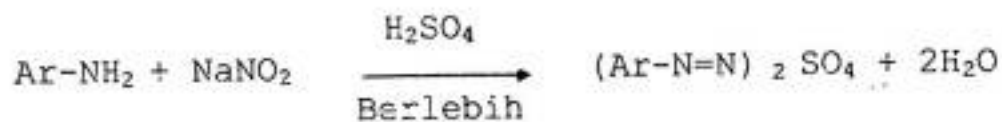
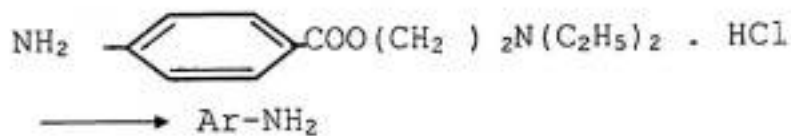
etanol, diklorometana  
dan dalam gliserin.

Penyimpanan : Dalam wadah tertutup  
rapat.

Kegunaan : Sebagai pereaksi kopel.

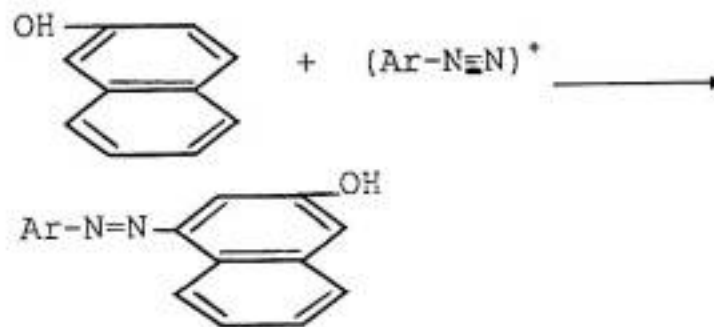
### III.4 Prinsip Reaksi

#### a. Reaksi diazotasi



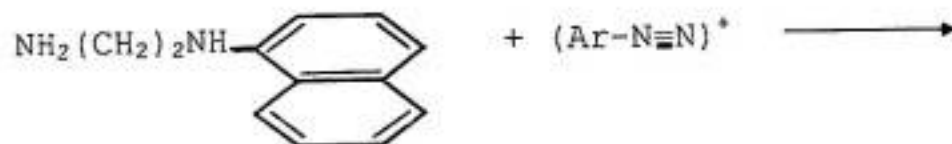
#### b. Reaksi kopel

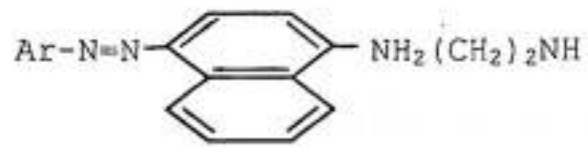
##### 1. $\beta$ -naptol



(warna jingga)

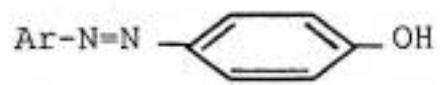
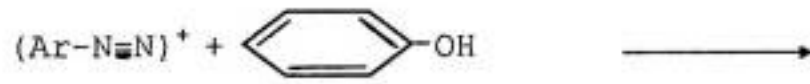
##### 2. N(1-naptil)etilendiamin





(warna ungu)

### 3. Fenol



(warna kuning)



## BAB IV

### PELAKSANAAN PENELITIAN

#### IV.1 Pengambilan Contoh

Sediaan injeksi yang mengandung prokain hidroklorida yang beredar diambil satu jenis merek dari beberapa apotek di Ujungpandang.

#### IV.2 Penyediaan Alat dan Bahan

##### IV.2.1 Alat-alat yang digunakan

- a. Corong
- b. Gelas piala 250 ml
- c. Labu tetukur 50 ml dan 100 ml
- d. Gelas ukur 10 ml dan 100 ml
- e. Pipet volume 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4ml dan 5 ml
- f. Spektrofotometer (Zimadzu)
- g. Timbangan analitik (Sartorius)

##### IV.2.2 Bahan-bahan yang digunakan

- a. Air suling
- b. Asam sulfat (E. Merck)
- c. Fenol (E. Merck)
- d. Injeksi prokain hidroklorida
- e. Kalium bikromat (E. Merck)

f. Natrium nitrit	(E. Merck)
g. N(1-naptil)etilendiamin	(E. Merck)
h. $\beta$ -naptol	(E. Merck)
i. Prokain hidroklorida	(E. Merck)

### IV.3 Penyiapan Larutan Pereaksi (12)

#### IV.3.1 Pembuatan larutan natrium nitrit 0,1%

Dilarutkan 200 mg natrium nitrit dengan air suling hingga 200 ml.

#### IV.3.2 Pembuatan larutan $\beta$ -naptol 0,1%

Dilarutkan 100 mg  $\beta$ -naptol dengan air suling hingga 100 ml.

#### IV.3.3 Pembuatan larutan N(1-naptil)etilendiamin 0,1%

Dilarutkan 100 mg N(1-naptil)etilendiamin dengan air suling hingga 100 ml.

#### IV.3.4 Pembuatan larutan fenol 0,1%

Dilarutkan 100 mg fenol dengan air suling hingga 100 ml.

#### IV.3.5 Pembuatan asam sulfat 4N

Diencerkan 10,7 ml asam sulfat pekat dengan air suling hingga 100 ml.

#### IV.3.6 Pembuatan larutan kalium bikromat 0,1%

Dilarutkan 50 mg kalium bikromat dengan air suling hingga 50 ml.

#### IV.4 Analisis Kualitatif Prokain Hidroklorida Dalam Sediaan Injeksi (19)

- a. Larutan contoh dipipet 1 ml ke dalam tabung reaksi ditambah 1 ml asam sulfat 4N, 2 tetes larutan fenol 0,1% dan 2 tetes kalium bikromat 0,1%.
- b. Larutan contoh dipipet 1 ml ke dalam tabung reaksi ditambah 1 ml asam sulfat 4N, 2 tetes natrium nitrit 0,1% dan 2 tetes  $\beta$ -naptol 0,1%.

#### IV.5 Analisis Kadar Prokain Hidroklorida Dalam Sediaan Injeksi

##### IV.5.1 Penyiapan larutan prokain hidroklorida standar (14)

Ditimbang teliti 100 mg prokain hidroklorida dan dilarutkan dalam labu tentukur 100 ml dengan air suling hingga tanda. Dipipet 1 ml kemudian dicukupkan volumenya dengan air suling hingga 100 ml

dalam labu tentu ukur. Tiap ml larutan standar mengandung  $10 \mu\text{g/ml}$  atau 10 bpj.

#### IV.5.2 Penentuan panjang gelombang maksimum (14)

##### a. Pengkopel $\beta$ -naptol

Larutan prokain standar dibuat dipipet 5 ml larutan standar dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, kemudian ditambahkan 1 ml asam sulfat 4N dan 5 ml larutan natrium nitrit 0,1% setelah 3 menit ditambahkan 5 ml  $\beta$ -naptol 0,1% dan dicukupkan volumenya hingga tanda kemudian diukur serapannya dengan menggunakan spektrofotometer visibel.

##### b. Pengkopel N(1-naptil)etilendiamin

Larutan prokain standar dibuat dipipet 5 ml larutan standar dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, kemudian ditambahkan 1 ml asam sulfat 4N dan 5 ml larutan natrium nitrit 0,1% setelah 3 menit ditambahkan 5 ml N(1-naptil)etilendiamin 0,1% dan dicukupkan volumenya hingga tanda kemudian diukur

serapannya dengan menggunakan spektrofotometer visibel.

c. Pengkopel fenol

Larutan prokain standar dibuat dipipet 5 ml larutan standar dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, kemudian ditambahkan 1 ml asam sulfat 4N dan 5 ml larutan natrium nitrit 0,1% setelah 3 menit ditambahkan 5 ml fenol 0,1% dan dicukupkan volumenya hingga tanda kemudian diukur serapannya dengan menggunakan spektrofotometer visibel.

IV.5.3 Pembuatan kurva baku (14,16)

a. Pengkopel  $\beta$ -naptol

Larutan prokain standar dipipet 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml dan 5 ml masing-masing dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, kemudian ditambahkan 1 ml asam sulfat 4N dan 5 ml larutan natrium nitrit 0,1% setelah 3 menit ditambahkan 5 ml  $\beta$ -naptol 0,1% dan dicukupkan volumenya hingga tanda. Diukur serapannya pada

panjang gelombang 470 nm dengan menggunakan spektrofotometer visibel.

b. Pengkopel N(1-naptil)etilendiamin

Larutan prokain standar dipipet 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml dan 5 ml masing-masing dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, kemudian ditambahkan 1 ml asam sulfat 4N dan 5 ml larutan natrium nitrit 0,1% setelah 3 menit ditambahkan 5 ml N(1-naptil)etilendiamin 0,1% dan dicukupkan volumenya hingga tanda. Diukur serapannya pada panjang gelombang 550 nm N(1-naptil)etilendiamin dengan menggunakan spektrofotometer visibel.

c. Pengkopel fenol

Larutan prokain standar dipipet 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml dan 5 ml masing-masing dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, kemudian ditambahkan 1 ml asam sulfat 4N dan 5 ml larutan natrium nitrit 0,1% setelah 3 menit ditambahkan 5 ml fenol 0,1% dan dicukupkan volumenya

hingga tanda. Diukur serapannya pada panjang gelombang 445 nm dengan menggunakan spektrofotometer visibel.

#### IV.5.4 Penyiapan dan pengukuran serapan contoh

##### a. Penyiapan contoh (10,14)

Diambil secara acak 10 ampul injeksi prokain hidroklorida . Tiap ampul mengandung 2 ml larutan injeksi dan tiap ml mengandung 20 mg prokain hidroklorida. Larutan injeksi prokain hidroklorida dipipet setara dengan 100 mg prokain hidroklorida ke dalam labu tentukur 100 ml dan volumenya dicukupkan dengan air suling hingga tanda. Dipipet 1 ml dan dicukupkan volumenya dalam labu tentukur 100 ml dengan air suling. Tiap ml larutan contoh mengandung 10  $\mu\text{g/ml}$  atau 10 ppm.

##### b. Pengukuran serapan contoh (4,7,14,16)

###### 1. Pengkopel $\beta$ -naptol

Larutan prokain contoh dipipet 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml masing-masing dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, kemudian ditambahkan 1 ml asam



sulfat 4N dan 5 ml larutan natrium nitrit 0,1% setelah 3 menit ditambahkan 5 ml larutan  $\beta$ -naptol 0,1% dan dicukupkan volumenya hingga tanda. Diukur serapannya pada panjang gelombang 470 nm.

### 2. Pengkopel N(1-naptil)etilendiamin

Larutan prokain contoh dipipet 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml masing-masing dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, kemudian ditambahkan 1 ml asam sulfat 4N dan 5 ml larutan natrium nitrit 0,1% setelah 3 menit ditambahkan 5 ml larutan N(1-naptil)etilendiamin 0,1% dan dicukupkan volumenya hingga tanda. Diukur serapannya pada panjang gelombang 550 nm.

### 3. Pengkopel fenol

Larutan prokain contoh dipipet 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml masing-masing dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml, kemudian ditambahkan 1 ml asam sulfat 4N dan 5 ml larutan natrium



nitrit 0,1% setelah 3 menit ditambahkan 5 ml larutan fenol 0,1% dan dicukupkan volumenya hingga tanda. Diukur serapannya pada panjang gelombang 445.

## BAB V

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### V.1 Hasil Penelitian

##### V.1.1 Uji kualitatif prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi

Dari hasil pemeriksaan pendahuluan yang telah dilakukan berupa uji kualitatif memberikan hasil yang positif.

##### V.1.2 Pengkopel $\beta$ -naptol

Dari pengujian metode diazotasi dengan pengkopel  $\beta$ -naptol untuk menganalisis kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi diperoleh akurasi rata-rata sebesar 100,82%, presisi rata-rata sebesar 0,84% batas deteksi minimum sebesar 0,0090 bpj dan batas kuantitas maksimum sebesar 0,0300 bpj.

##### V.1.3 Pengkopel N(1-naptil)etilendiamin

Dari pengujian metode diazotasi dengan pengkopel N(1-naptil)etilendiamin untuk menganalisis kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi diperoleh akurasi rata-rata sebesar 99,59%, presisi rata-rata sebesar 0,42%, batas deteksi minimum sebesar 0,0082

bpj dan batas kuantitas maksimum sebesar 0,0272 bpj.

#### V.1.4 Pengkopel Fenol

Dari pengujian metode diazotasi dengan menggunakan pengkopel fenol untuk menganalisis kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi diperoleh akurasi rata-rata sebesar 98,70%, presisi rata-rata sebesar 0,80% batas deteksi minimum sebesar 0,0195 bpj dan batas kuantitas maksimum sebesar 0,0538 bpj.

### V.2 Pembahasan Hasil Penelitian

#### V.2.1 Pengujian akurasi

Pengujian akurasi ketiga pengkopel yang digunakan pada metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel untuk penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi masing-masing diperoleh sebesar 100,82% untuk  $\beta$ -naptol, 99,54% untuk N(1-naptil)etilendiamin dan 98,70% untuk fenol.

Dalam pustaka disyaratkan bahwa akurasi yang diperbolehkan adalah berkisar antara 95% - 105% (16). Dari hasil perhitungan akurasi yang diperoleh dalam penelitian,

ketiga pengkopel dapat digunakan pada metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel untuk penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi.

#### V.2.2 Pengujian presisi

Pengujian presisi ketiga pengkopel yang digunakan pada metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel untuk penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi masing-masing diperoleh sebesar 0,84% untuk  $\beta$ -naptol, 0,42% untuk N(1-naptil)etilendiamin dan 0,80% untuk fenol.

Dalam pustaka disyaratkan bahwa presisi yang diperbolehkan adalah berkisar antara 0-2% (16). Dari hasil perhitungan presisi yang diperolehkan dalam penelitian, ketiga pengkopel dapat digunakan pada metode diazotasi dengan spektrofotometer untuk penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi.

#### V.2.3 Pengujian Batas Deteksi

Pengujian batas deteksi metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel pada

penentuan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi masing-masing diperoleh sebesar 0,0090 bpj dengan pengkopel  $\beta$ -naptol, 0,0082 bpj dengan pengkopel N(1-naptil) etilendiamin dan 0,0195 bpj dengan pengkopel fenol.

Nilai batas deteksi yang diperoleh dari hasil penelitian menunjukkan bahwa metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel pada penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi dengan menggunakan pengkopel dapat digunakan dalam menentukan suatu senyawa prokain dalam jumlah yang relatif kecil.

#### V.2.4 Pengujian Batas Kuantitasi

Pengujian batas kuantitasi metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel pada penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi masing-masing diperoleh 0,0300 bpj dengan pengkopel  $\beta$ -naptol, 0,0272 bpj dengan pengkopel N(1-naptil) etilendiamin dan 0,0651 bpj dengan pengkopel fenol.

Nilai batas kuantitasi yang diperoleh dari hasil penelitian menunjukkan bahwa metode

diazotasi dengan spektrofotometer visibel pada penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi dengan menggunakan pengkopel dapat digunakan untuk penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi dalam jumlah yang relatif kecil dimana nilai tersebut masih memiliki nilai akurasi dan nilai presisi yang masih dapat diterima.

## BAB VI

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### VI.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan pada penentuan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi menggunakan metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel, dengan beberapa pengkopel adalah sebagai berikut:

1. Nilai akurasi rata-rata sebesar 100,82% untuk  $\beta$ -naptol, 99,59% untuk N(1-naptil)etilendiamin dan 98,70% untuk fenol.
2. Nilai presisi rata-rata sebesar 0,84% untuk  $\beta$ -naptol 0,42% untuk N(1-naptil)etilendiamin dan 0,80% untuk fenol.
3. Nilai batas deteksi minimum rata-rata sebesar 0,0090 bpj untuk  $\beta$ -naptol, 0,0082 bpj untuk N(1-naptil)etilendiamin dan 0,0195 bpj untuk fenol.
4. Nilai kuantitas minimum rata-rata sebesar 0,0300 bpj untuk  $\beta$ -naptol, 0,0275 bpj untuk N(1-naptil) etilendiamin dan 0,0651 bpj untuk fenol.

## VI.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian tentang penggunaan pengkopel tersebut pada senyawa-senyawa obat yang lain yang mempunyai gugus amin aromatis dalam strukturnya.



## DAFTAR PUSTAKA

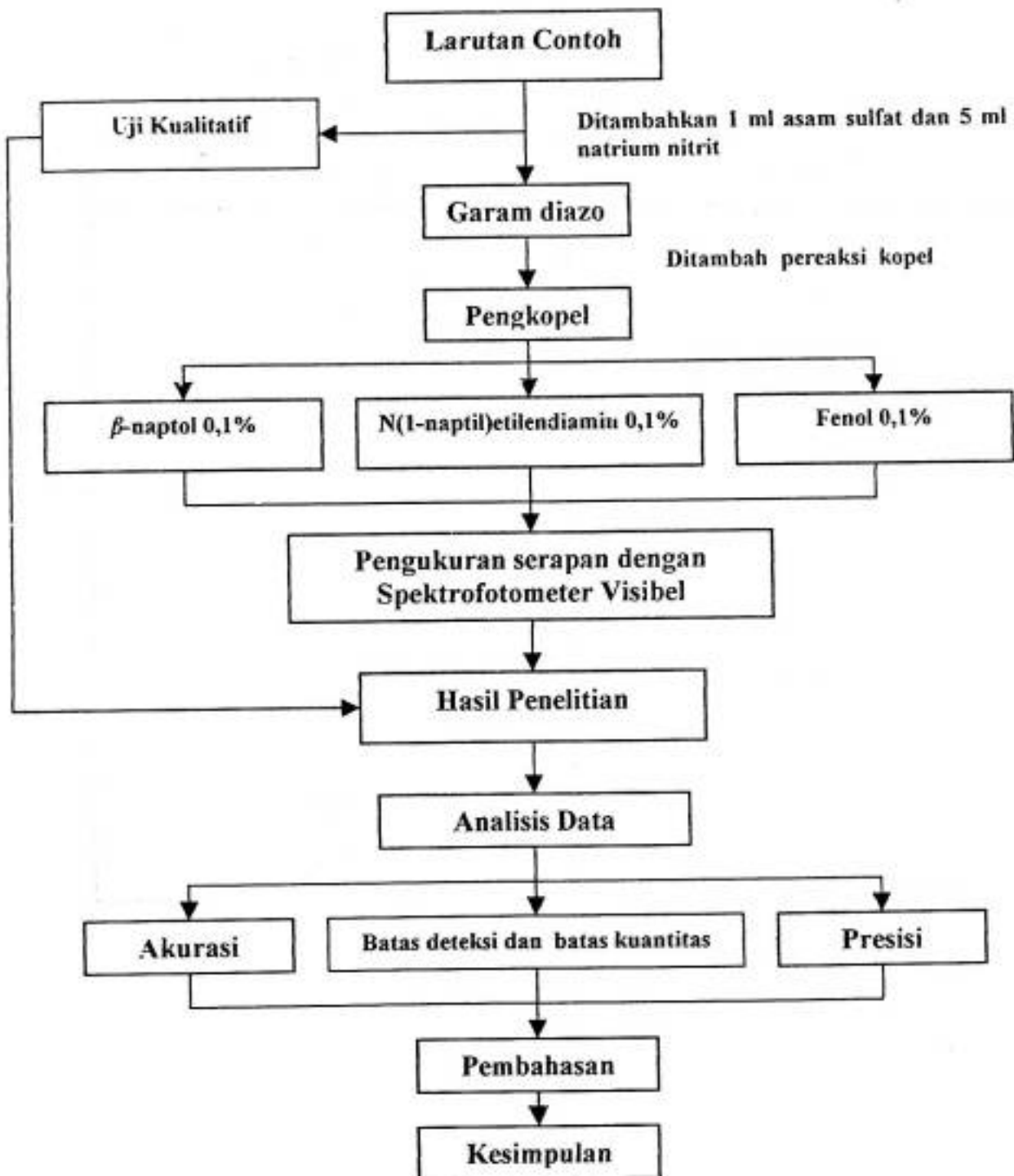
1. Khopkar, S.M., (1990), **Konsep Dasar Kimia Analitik**, diterjemahkan oleh A. Saptohardjo, Universitas Indonesia Press, Jakarta, 1,2,201,215.
2. Day, Jr R.A., Underwood, A.L., (1986), **Analisa Kimia Kuantitatif**, Edisi IV, Penerbit Erlangga, Jakarta, 383.
3. Munson, J.W., (1991), **Analisa Farmasi Metode Modern**, Volume 11, diterjemahkan oleh Drs. Harjana, M.Sc., Airlangga University Press, Surabaya, 298.
4. Schunack, W., (1990), **Senyawa Obat**, Edisi II, Diterjemahkan oleh Dr. Joke R. Wattimena , MSc., Gadjah Mada University Press, Yogyakarta, 250 -259.
5. Roth, H.J., Blaschke, G., (1988), **Analisis Farmasi**, Diterjemahkan oleh Dr. Slamet I., Gadjah Mada University Press, Yogyakarta, 98,99,359.
6. Doerge, R.F., (1982), **Kimia Farmasi dan Medisinal Organik**, Diterjemahkan oleh Drs. Ahmad Mustofo F., IKIP Semarang Press, Semarang 558,559.
7. Snell, F.D., Snell C.T., (1967), **Colorimetric Methods of Analysis**, Volume A, D. Van Nostrand Company Toronto, 404-407.



8. Gan, S., (1987), **Farmakologi dan Terapi**, Edisi III, Bagian Farmakologi FK-UI, Jakarta, 214.
9. Reynold, J.W., (1989), **Martindale The Extra Pharmacopeia**, 29<sup>th</sup> Edition, The Pharmaceutics Press, London, 1225.
10. Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan, (1979), **Farmakope Indonesia**, Edisi III, Departemen Kesehatan RI., Jakarta, 13,19,696,775.
11. Groves, M.J., (1988), **Parenteral Technology Manual**, 2<sup>th</sup> Edition, Interpharm Press, Chicago, 6-8.
12. Mulja, M., (1990), **Aplikasi Analisa Spektrofotometri UV-Vis**, Mecphiso Grafika, Surabaya, 1-31.
13. Higuchi, T., Hannsen, E.B., (1961), **Pharmaceutical Analysis**, Interscience Publishing Company., New York, London, Sydney, 167.
14. Loudon, G.M., (1989), **Organic Chemistry**, 3<sup>th</sup> Edition, The Benjamin/Cumming Publishing Company Inc., California, New York, Seoul, 1139.
15. Connors, K.A., (1982), **A Textbook of Pharmaceutical Analysis**, 2<sup>th</sup> Edition, A Wiley-Interscience Publication, New York, Toronto, 124-127, 179-185.

16. Soerjono, J., (1990), **Validasi Metode Analisis HPLC Pada Penetapan Kadar Parasetamol**, Laboratorium Kimia Farmasi, Universitas Airlangga, Semarang, 410-418.
17. Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J., (1991), **Fundamental of Analytical Chemistry**, 11<sup>th</sup> Edition, Saunders College Publishing, Philadelphia, San Diego, Sydney, Tokyo, 8-12.
18. Anonim, (1989), **The Merck Index**, 11<sup>th</sup> Edition, Merck and Co. Inc., Rahway, New Jersey, USA, 1010,1013,1150,1365.
19. Auterhoff H., Kovar, K.A., (1987), **Identifikasi Obat**, Edisi IV, diterjemahkan oleh Dr. N. C. Sugiwarso. Penerbit ITB, Bandung 171.

LAMPIRAN A  
SKEMA KERJA



## LAMPIRAN B

### DATA HASIL PENELITIAN

Tabel 1. Penentuan panjang gelombang maksimum prokain hidroklorida dengan pengkopel  $\beta$ -naptol pada konsentrasi 1 bpj

Panjang gelombang (nm)	Serapan (A)
400	0,000
410	0,004
420	0,012
430	0,048
440	0,160
450	0,236
460	0,248
<b>470</b>	<b>0,304</b>
480	0,244
490	0,196
500	0,092

Keterangan :  $\lambda$  maks. = 470 nm

Tabel 2. Penentuan panjang gelombang maksimum prokain hidroklorida dengan pengkoppel N(1-naptil) etilendiamin pada konsentrasi 1 bpj

Panjang gelombang (nm)	Serapan (A)
500	0,004
510	0,020
520	0,044
530	0,076
540	0,120
<b>550</b>	<b>0,188</b>
560	0,136
570	0,096
580	0,032
590	0,004
600	0,000

Keterangan :  $\lambda$  maks. = 550 nm

Tabel 3. Penentuan panjang gelombang maksimum prokain hidroklorida dengan pengkoppel fenol pada konsentrasi 1 bpj

Panjang gelombang (nm)	Serapan (A)
400	0,002
410	0,008
420	0,040
430	0,052
440	0,061
<b>445</b>	<b>0,064</b>
450	0,060
460	0,056
470	0,048
480	0,032
490	0,012
500	0,004

Keterangan :  $\lambda$  maks. = 445 nm

Tabel 4. Hasil pengukuran serapan prokain hidroklorida murni dengan pengkopel pada panjang gelombang maksimum

Konsentrasi (bpj)	Serapan (A)		
	$\beta$ -naptol	N(1-naptil) etilendiamin	Fenol
0,2	0,033	0,037	0,015
0,4	0,083	0,073	0,033
0,6	0,126	0,112	0,042
0,8	0,168	0,144	0,052
1,0	0,216	0,184	0,066

Dari kurva baku diperoleh persamaan linear sebagai berikut :

1.  $\beta$ -naptol

$$Y = -0,0101 + 0,2255X$$

$$r = 0,9995$$

2. N(1-naptil)etilendiamin

$$Y = 0,0005 + 0,1825X$$

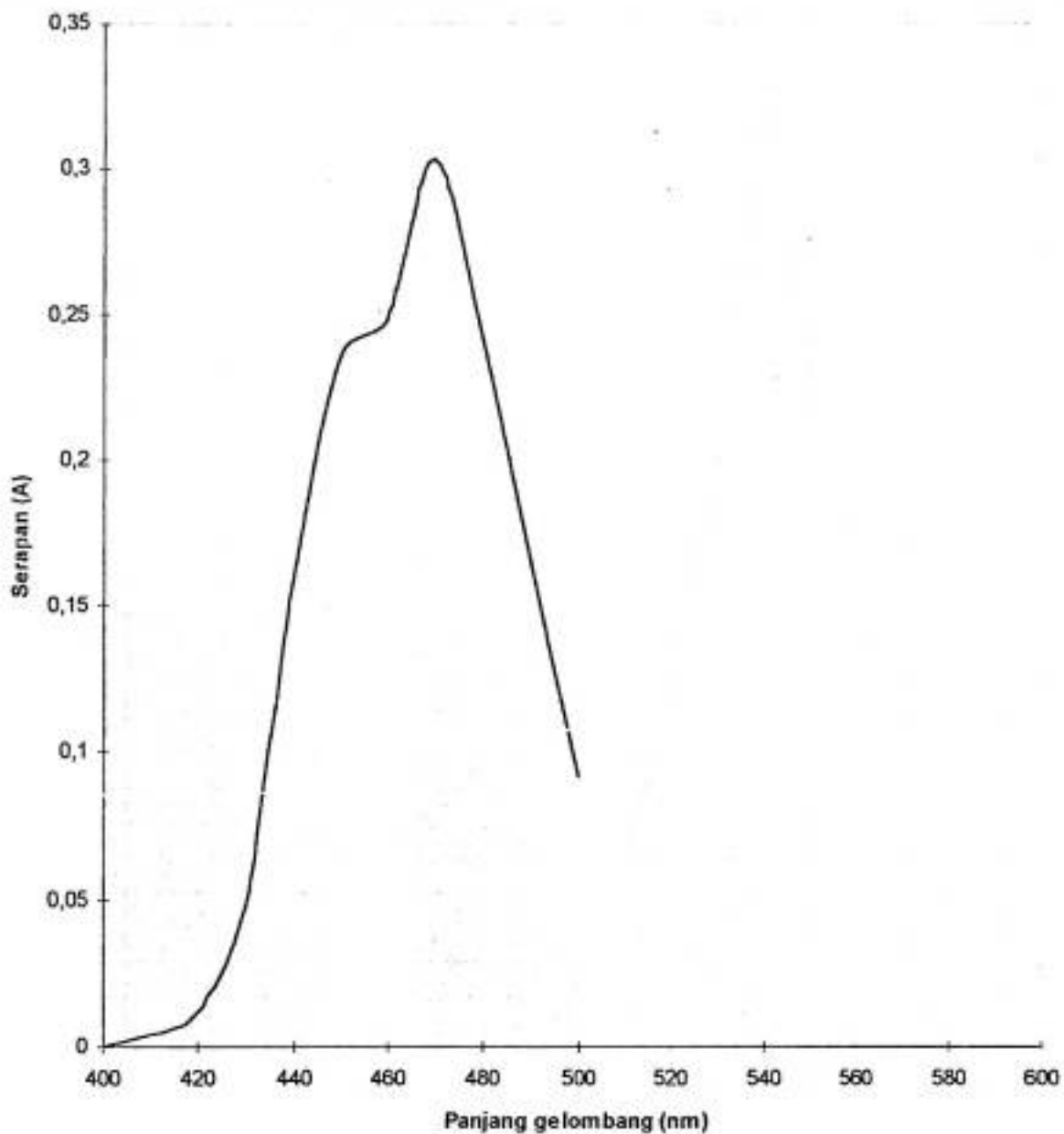
$$r = 0,9996$$

3. Fenol

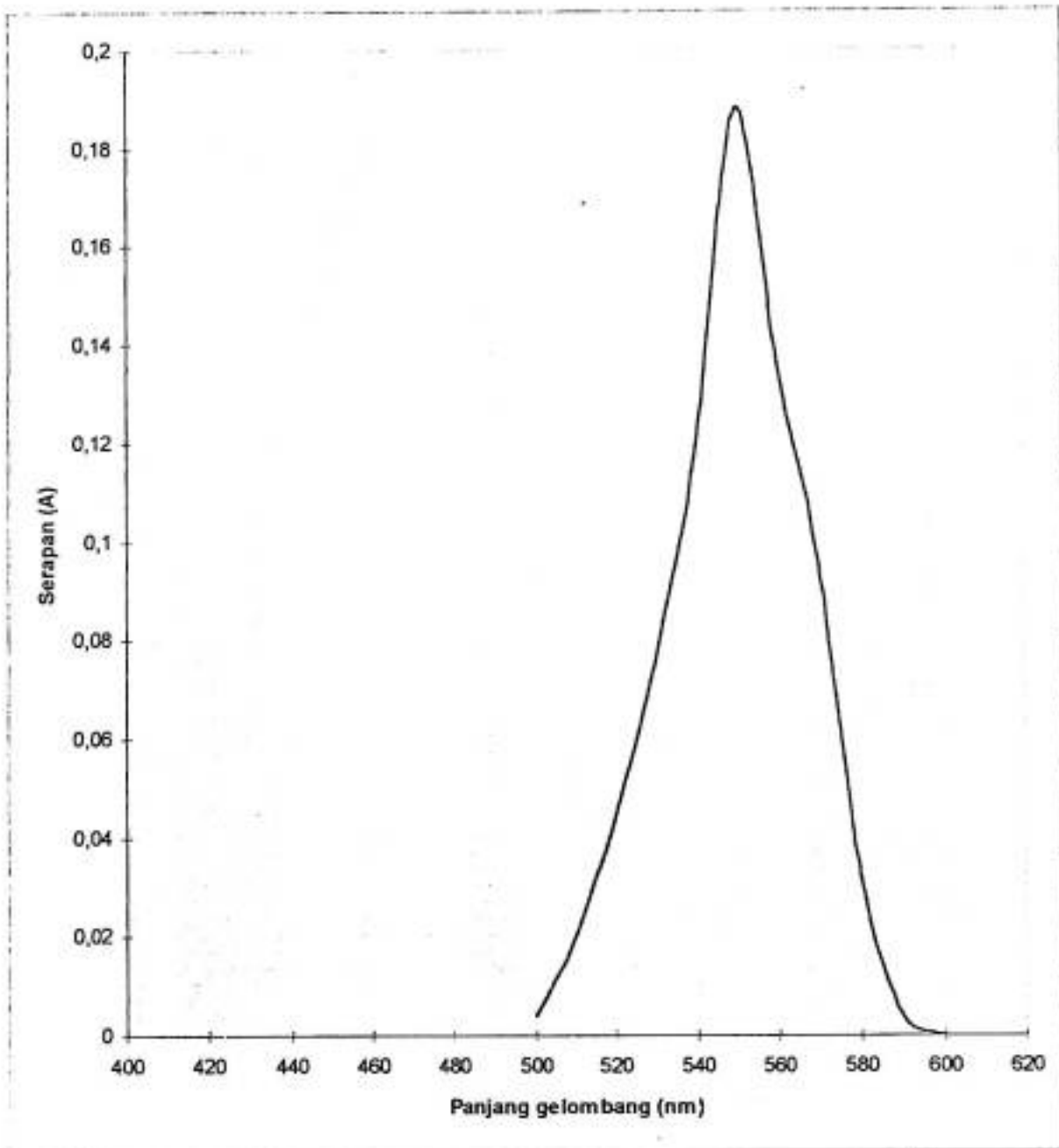
$$Y = 0,0053 + 0,0605X$$

$$r = 0,9929$$

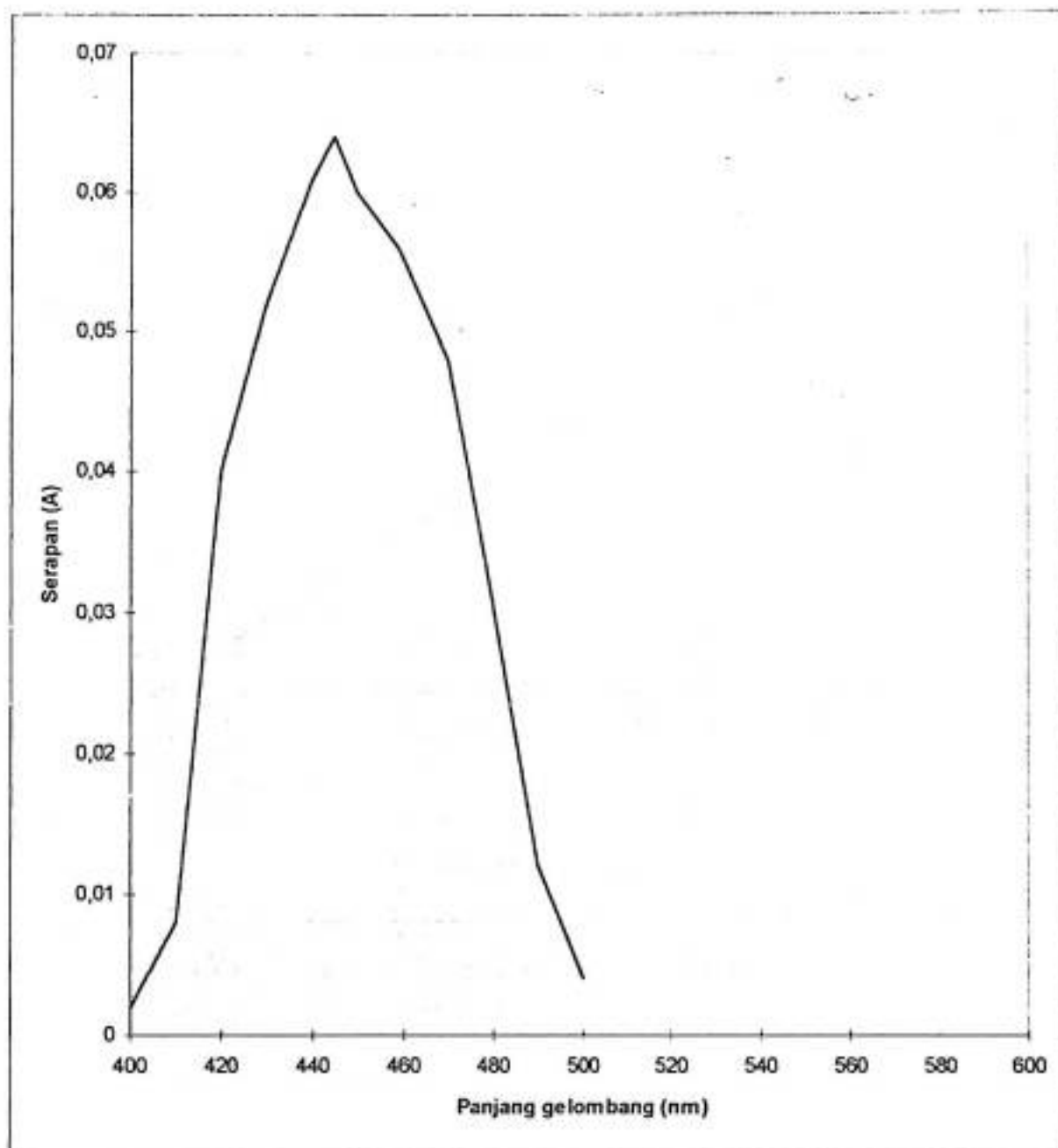




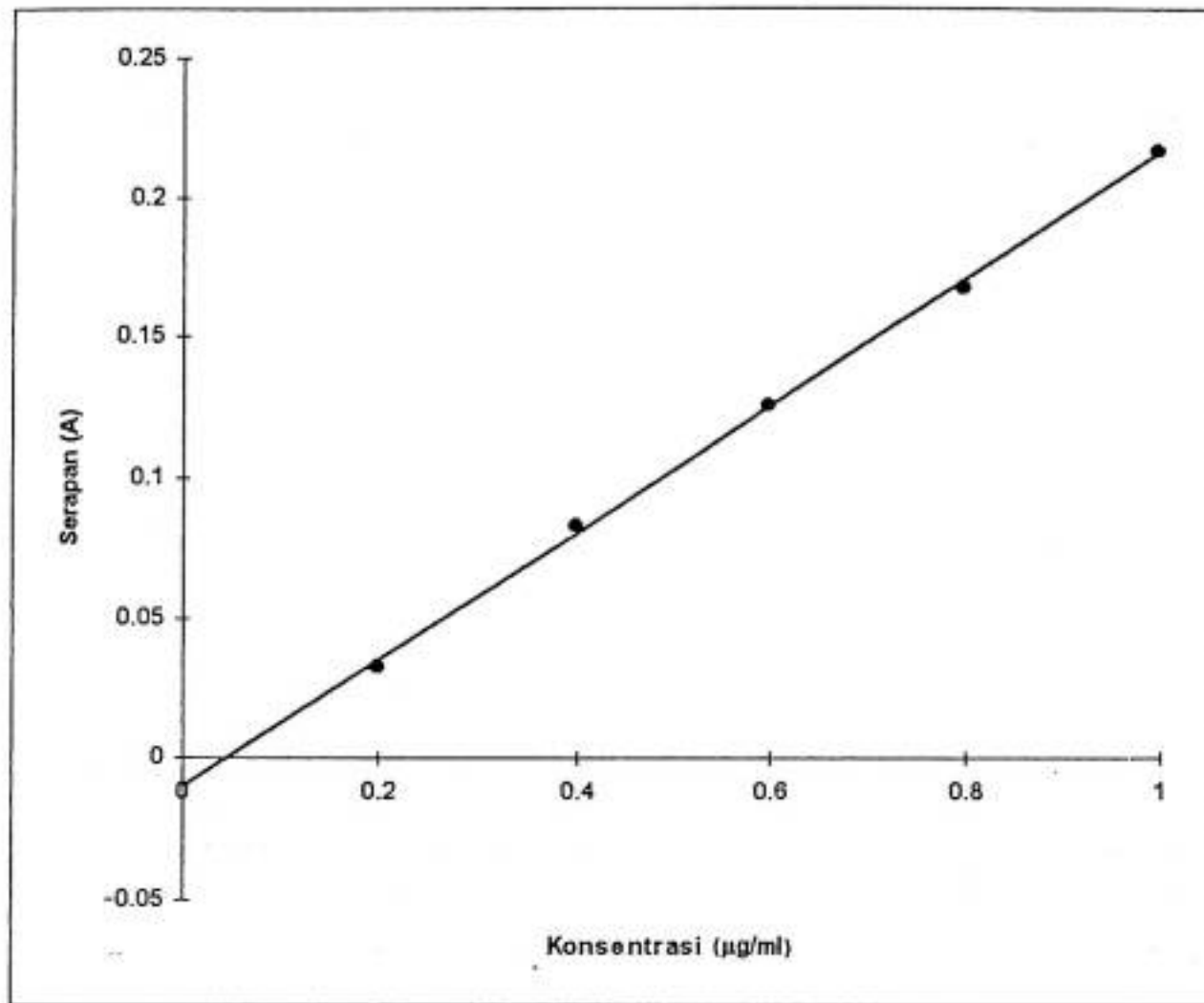
Jambar I. Kurva serapan maksimum prokain hidroklorida dengan pengkopel  $\beta$ -naptol pada konsentrasi 1 bpj



Gambar II. Kurva serapan maksimum prokain hidroklorida dengan pengkopel N(1-naptil)etilendiamin pada konsentrasi 1 bpj



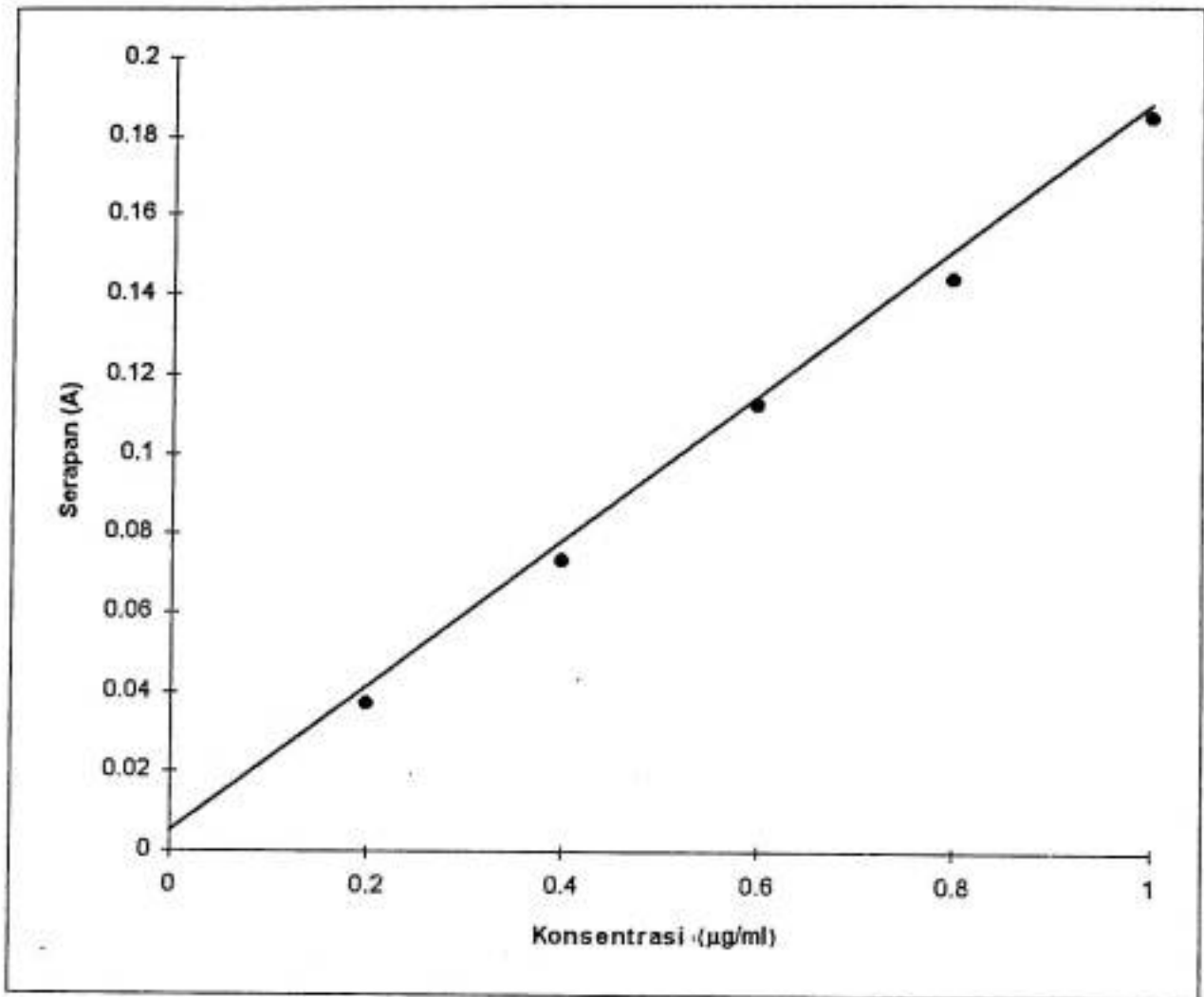
Gambar III. Kurva serapan maksimum prokain hidroklorida dengan pengkoppel fenol pada konsentrasi 1 bpj



Gambar IV. Kurva baku prokain hidroklorida dengan pengkopel  $\beta$ -naptol

Persamaan linear  $\Rightarrow Y = -0,0101 + 0,2255$

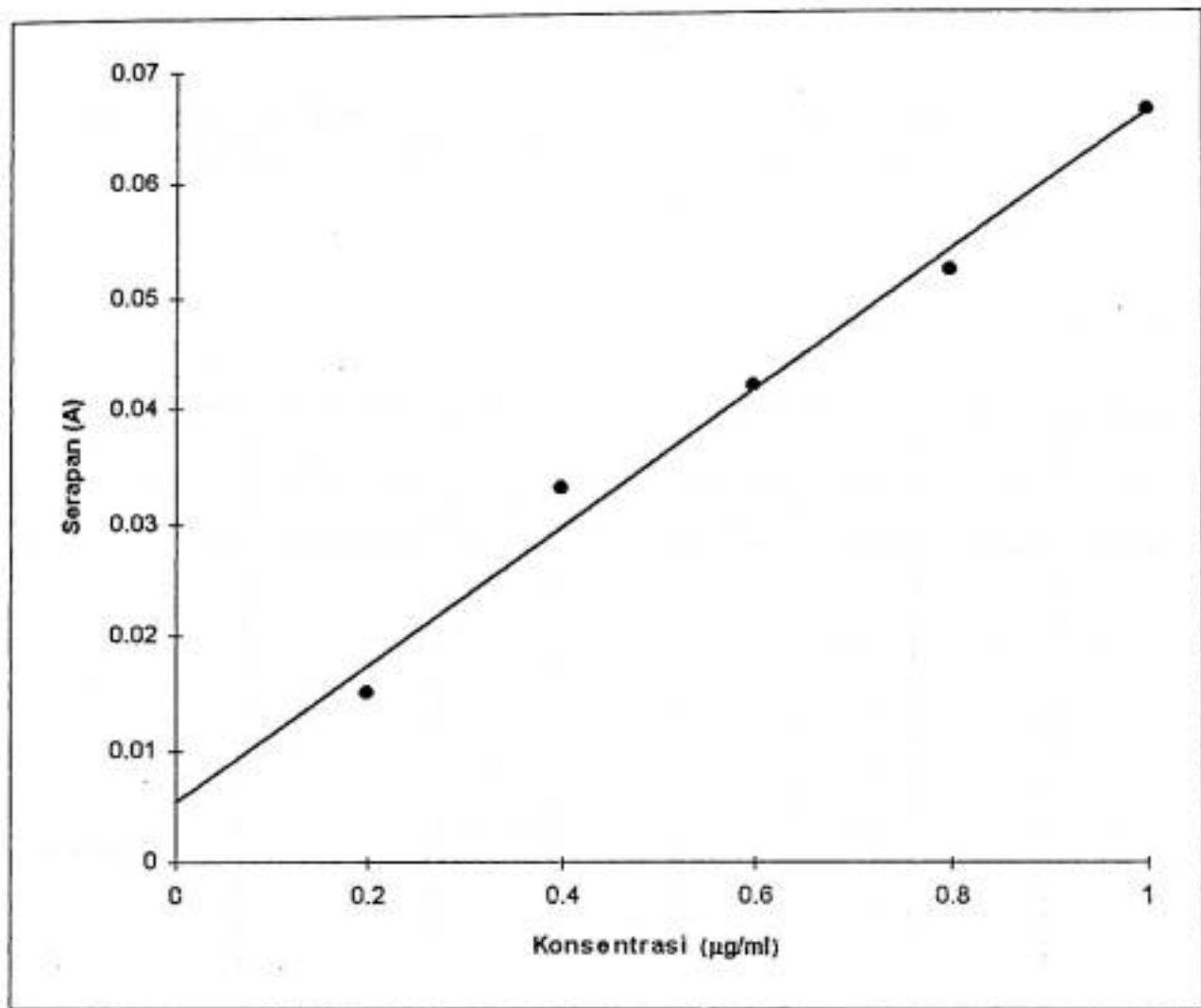
$r = 0,9995$



Gambar V. Kurva baku prokain hidroklorida dengan pengkopel N(-naptil)etilendiamin

Persamaan linear  $\Rightarrow Y = 0,0005 + 0,1825X$

$r = 0,9996$



Gambar VI. Kurva baku prokain hidroklorida dengan pengkopel fenol

Persamaan linear  $\Rightarrow Y = 0,00531 + 0,0605X$

$r = 0,9929$

LAMPIRAN C

PERHITUNGAN AKURASI, PRESISI, BATAS DETEKSI DAN BATAS KUANTITAS METODE DIAZOTASI DENGAN SPEKTROFOTOMETER VISIBEL

Tabel 5. Hasil pengukuran serapan larutan contoh dengan pengkopel pada panjang gelombang maksimum

Pengkopel	Konsentrasi	Replikasi				Jumlah	Rerata
		1	2	3	4		
<i>β</i> -naptol	0,2	0,0370	0,0371	0,0373	0,0367	0,1481	0,0370
	0,4	0,0808	0,0801	0,0802	0,0809	0,3220	0,0805
	0,6	0,1260	0,1265	0,1263	0,1255	0,5044	0,1261
	0,8	0,1675	0,1669	0,1678	0,1694	0,5716	0,1679
	1,0	0,2154	0,2155	0,2149	0,2150	0,8688	0,2152
N(1-naptil) etilendiamin	0,2	0,0370	0,0369	0,0367	0,0370	0,1476	0,0369
	0,4	0,0723	0,0719	0,0730	0,0720	0,2892	0,0723
	0,6	0,1109	0,1105	0,1097	0,1098	0,4409	0,1102
	0,8	0,1445	0,1459	0,1468	0,1460	0,5844	0,1465
	1,0	0,1826	0,1833	0,1829	0,1828	0,7316	0,1829
Fenol	0,2	0,0172	0,0170	0,0175	0,0171	0,0688	0,0172
	0,4	0,0290	0,0291	0,0295	0,0292	0,1168	0,0292
	0,6	0,0409	0,0405	0,0402	0,0405	0,1621	0,0405
	0,8	0,0535	0,0529	0,0536	0,0539	0,2139	0,0535
	1,0	0,0652	0,0660	0,0657	0,0659	0,2628	0,0657

a. Perhitungan konsentrasi prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi

Dari persamaan linear  $Y = a + bX$

Keterangan :  $X \Rightarrow$  konsentrasi

$Y \Rightarrow$  Serapan

$A \Rightarrow$  Perpotongan grafik dengan sumbu  $Y$

$B \Rightarrow$  Kemiringan kurva baku

Bila  $Y = 0,0805$ , maka

$$0,0805 = -0,0101 + 0,2255X$$

$$X = \frac{0,0370 + 0,0101}{0,2255}$$

$$= 0,2089 \text{ bpj}$$

b. Perhitungan akurasi metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel pada penetapan kadar prokain hidroklorida dalam sediaan injeksi

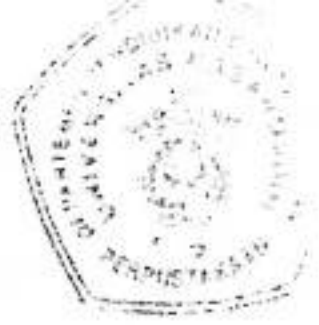
Dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Akurasi} = \frac{C_{(H)}}{C_{(st)}} \times 100\%$$

Keterangan :  $C_{(H)} \Rightarrow$  konsentrasi yang terukur oleh spektrofotometer

$C_{(st)} \Rightarrow$  konsentrasi menurut etiket





$$\begin{aligned} \text{Akurasi} &= \frac{0,2089}{0,2} \times 100\% \\ &= 104,43\% \end{aligned}$$

c. Perhitungan presisi metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel

Dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\text{KV} = \frac{\text{Simpangan baku}}{\text{Rata-rata}} \times 100\%$$

$$\text{Simpangan baku} = \sqrt{\frac{\Sigma X^2 - (\Sigma X)^2/n}{n - 1}}$$

Keterangan: KV  $\Rightarrow$  koefisien variansi  
X  $\Rightarrow$  absorban larutan contoh  
N  $\Rightarrow$  jumlah data

$$\begin{aligned} \text{Simpangan baku} &= \sqrt{\frac{0,0055 - 0,0219/4}{4 - 1}} \\ &= 0,00025 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{KV} &= \frac{0,0003}{0,0370} \times 100\% \\ &= 0,68\% \end{aligned}$$

Tabel 6. Hasil perhitungan akurasi dan presisi

Pengujian	Pengkopel	Konsentrasi (bpj)					Rerata
		0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	
Akurasi (%)	A	104,43	100,44	100,67	98,67	99,91	100,82
	B	99,73	98,36	100,18	99,73	99,95	99,59
	C	98,35	98,76	96,97	99,56	99,84	98,70
Presisi (%)	A	0,68	0,51	0,31	0,64	0,24	0,48
	B	0,39	0,69	0,52	0,33	0,16	0,42
	C	1,25	0,74	0,71	0,78	0,54	0,80

Keterangan :    A =  $\beta$ -naptol  
                       B = N(1-naptil)etilendiamin  
                       C = Fenol

Tabel 7. Hasil pengukuran serapan sampel blanko

Blanko	Replikasi				Rerata
	1	2	3	4	
$\beta$ -naptol	0,0012	0,0003	0,0002	0,0015	0,0008
N(1-naptol)etilendiamin	0,0005	0,0001	0,0002	0,0012	0,0005
Fenol	0,0049	0,0055	0,0047	0,0052	0,0051

Berdasarkan serapan sampel blanko diperoleh standar deviasi ( $S_B$ )

$$S^2 = \frac{n \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2}{n (n - 1)}$$

$\Rightarrow$  untuk  $\beta$ -naptol

$$S^2 = \frac{4(3,82 \times 10^{-6}) - (4,84 \times 10^{-6})}{4(4 - 1)}$$

$$S_B = 6,48 \times 10^{-4}$$

⇒ untuk N(1-naptil)etilendiamin

$$S^2 = \frac{4(1,74 \times 10^{-6}) - (4,00 \times 10^{-6})}{4(4 - 1)}$$

$$S_B = 4,97 \times 10^{-4}$$

⇒ untuk Fenol

$$S^2 = \frac{4(1,03 \times 10^{-4}) - (9,19 \times 10^{-8})}{4(4 - 1)}$$

$$S_B = 6,48 \times 10^{-4}$$

d. Perhitungan batas deteksi metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel

Batas deteksi dapat dihitung dengan rumus :

$$C_{BD} = \frac{K \times S_B}{S}$$

Keterangan :  $C_{BD}$  = konsentrasi pada batas deteksi

$K$  = konstanta batas deteksi (=3)

$S_B$  = Simpangan baku

$S$  = Kemiringan (slope)

⇒ untuk  $\beta$ -naptol

$$\begin{aligned} C_{BD} &= \frac{3 \times 6,48 \times 10^{-4}}{0,2158} \\ &= 0,0090 \text{ bpj} \end{aligned}$$

⇒ untuk N(1-naptol)etilendiamin

$$\begin{aligned}C_{BD} &= \frac{3 \times 4,97 \times 10^{-4}}{0,1827} \\ &= 0,0082 \text{ bpj}\end{aligned}$$

⇒ untuk Fenol

$$\begin{aligned}C_{BD} &= \frac{3 \times 3,50 \times 10^{-4}}{0,0538} \\ &= 0,0195 \text{ bpj}\end{aligned}$$

e. Perhitungan batas kuantitasi metode diazotasi dengan spektrofotometer visibel

Batas kuantitasi dapat dihitung dengan rumus :

$$C_{BK} = \frac{K \times S_B}{S}$$

Keterangan :  $C_{BK}$  = konsentrasi pada batas kuantitasi

$K$  = konstanta batas kuantitasi (=10)

$S_B$  = Simpangan baku

$S$  = Kemiringan (slope)

⇒ untuk  $\beta$ -naptol

$$\begin{aligned}C_{BD} &= \frac{10 \times 6,48 \times 10^{-4}}{0,2158} \\ &= 0,0300 \text{ bpj}\end{aligned}$$

⇒ untuk N(1-naptol)etilendiamin

$$\begin{aligned}C_{BD} &= \frac{10 \times 4,97 \times 10^{-4}}{0,1827} \\ &= 0,0272 \text{ bpj}\end{aligned}$$

⇒ untuk Fenol

$$\begin{aligned}C_{BD} &= \frac{10 \times 3,50 \times 10^{-4}}{0,0538} \\ &= 0,0651 \text{ bpj}\end{aligned}$$