

**ANALISIS KUANTITATIF KAPSUL TETRASIKLIN HIDROKLORIDA
YANG BEREDAR DI UJUNG PANDANG DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI ULTRA VIOLET**

OLBB

PASSIMA

84 03 086



PUSKAPUSKANTAN PERSTASI UNIV. HASANUDDIN	
Tgl. terima	21 - 02 - 95
Asal dari	-
Penyokonya	1 EXP
Harga	H
No. Inventaris	9513 03 64
No. Klas	

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

1992

SKRIPSI



Oleh

PASSIMA

8403086



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1992

**ANALISIS KUANTITATIF KAPSUL TETRASIKLIN HIDROKLORIDA
YANG BEREDAR DI UJUNG PANDANG DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI ULTRA VIOLET**



Oleh
PASSIMA
84 03 086

Skripsi untuk melengkapi tugas dan
memenuhi syarat untuk memperoleh
gelar sarjana

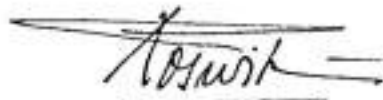
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN**

1992

ANALISIS KUANTITATIF KAPSUL TETRASIKLIN HIDROKLORIDA
YANG BEREDAR DI UJUNG PANDANG DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI ULTRA VIOLET

Disetujui oleh

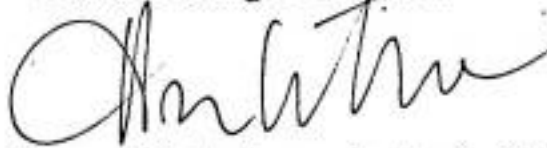
Pembimbing Utama



(Dra. Roswita Abbas)

Pembimbing Pertama

Pembimbing Kedua



(Dra. Christiana Lethe) (Drs. Alimin Bado, MS)

Pada tanggal, 7 Agustus, 1992

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur kami panjatkan ke hadirat Allah Rabbul Alamin, atas limpahan rahmat serta karunianya sehingga skripsi ini dapat diselesaikan.

Pada kesempatan ini perkenankanlah kami untuk menyampaikan ucapan terima kasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada Ibu Dra. Roswita Abbas, selaku pembimbing utama sekaligus sebagai penasehat akademik, yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran dalam membimbing kami sejak masuk Universitas Hasanuddin sampai selesainya penyusunan skripsi ini, demikian pula kepada Ibu Dra. Christiana Lethe, selaku pembimbing pertama yang dengan tekun membimbing dan mengarahkan kami sejak awal rencana penelitian sampai selesainya penyusunan skripsi ini, demikian pula kepada Bapak Drs. Alimin Bado, MS. Selaku pembimbing kedua yang dengan tekun membimbing dan mengarahkan kami sejak awal rencana penelitian sampai selesainya penyusunan skripsi ini.

Juga pada kesempatan ini tak lupa kami ucapkan terima kasih dan penghargaan kepada :

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
2. Ketua dan sekretaris Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
3. Kepala Laboratorium Kimia Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.



4. Staf dosen Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
5. Staf Administrasi dan Karyawan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Demikian pula kami ucapkan terima kasih kepada rekan-rekan mahasiswa yang telah memberikan bantuannya baik moril maupun spirituil kepada kami, selama menuntut pendidikan.

Akhirnya kami haturkan terima kasih yang tak terhingga kepada Ibunda dan Ayahanda tercinta, demikian pula kepada seluruh keluarga, atas bantuan dan doanya yang tidak mungkin dapat diukur dengan materi. Semoga Allah memberikan lindungan dan Rahmatnya.

Harapan kami, semoga hasil penelitian yang sangat sederhana ini dapat bermanfaat bagi nusa dan Bangsa.

Wassalam

P a s s i m a

ABSTRAK

Telah dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif beberapa sediaan kapsul tetrasiklin hidroklorida yang beredar di Ujung Pandang dengan menggunakan reaksi kimia dan spektrofotometer UV-VIS Dioda Array HP 8452 A.

Penelitian ini dilakukan terhadap 6 merek kapsul tetrasiklin dan diberi kode A, B, C, D, E dan F. Tetrasiklin hidroklorida dianalisis secara kualitatif yaitu dengan reaksi kimia dan reaksi kristal, sedangkan analisis kuantitatif dilakukan dengan metode membandingkan serapan larutan tetrasiklin hidroklorida sampel, terhadap larutan baku pada panjang gelombang 380 nm. Dengan tujuan untuk mengetahui apakah kadarnya sesuai dengan persyaratan yang tertera di dalam Farmakope Indonesia Edisi III.

Semua merek yang diuji memberikan reaksi positif terhadap reaksi-reaksi kimia dan reaksi-reaksi kristal. Hasil analisis tetrasiklin hidroklorida dengan metode spektrofotometri ultra violet diperoleh kadar untuk sampel: A 107,46 %, B 104,83 %, C 106,57 %, D 88,92 %, E 99,76 % dan F 92,91 %.

Hasil analisis kuantitatif yang diperoleh, diuji secara statistik menggunakan rancangan acak lengkap, secara keseluruhan berbeda nyata pada tingkat kepercayaan 99 %, setelah dilanjutkan dengan uji beda nyata terkecil (BNT), menunjukkan tidak berbeda nyata untuk sampel A,B; A,C dan B,C pada tingkat kepercayaan 99 %

ABSTRACT

Qualitative and quantitative analysis of some tetracycline hydrochloride capsules dosage forms marketed in Ujung Pandang had been carried out by chemical reactions and spectrophotometry using UV-VIS spectrophotometer Dioda Array HP 8452 A.

Six brands of tetracycline hydrochloride capsules in codes A, B, C, D, E and F, were tested for their qualitative by chemical and crystal reactions, while for the quantitative analysis, the sample absorbance were compared with the standard solution at wavelength 380 nm. The results of the assay were evaluated by its requirement specified in the Farmakope Indonesia III.

All of the brands evaluated gave positive reaction to the chemical and crystal reactions. The result of quantitative determination for each brand from A to F were 107.46 %; 104.83 %; 106.57 %; 88.92 %; 99.76 % and 92.91 % respectively.

The result of the quantitative determination were analyzed statistically using completely randomized design and it was concluded that there were significantly different between brands at significance level of 99 %, subsequent analysis using least significance different (LSD) showed that there are not significances between brands A and B, A and C and B and C, at 99 % of significance level.

DAFTAR ISI

	Halaman
UCAPAN TERIMA KASIH	iv
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I. PENDAHULUAN	1
BAB II. POLA PENELITIAN	3
BAB III. TINJAUAN PUSTAKA	4
III. 1. Uraian Umum Antibiotika	4
III. 2. Uraian Umum Tetrasiklin	5
III. 3. Spektrofotometri Ultra Violet ...	10
BAB IV. PELAKSANAAN PENELITIAN	14
IV. 1. Alat-alat yang Digunakan	14
IV. 2. Bahan-bahan yang digunakan	14
IV. 3. Pembuatan Pereaksi	15
IV. 4. Pengambilan Sampel	15
IV. 5. Analisis Kualitatif Tetrasiklin Hidroklorida	15
IV. 6. Analisis Kuantitatif Tetrasiklin Hidroklorida dengan Menggunakan Spektrofotometer Dioda Array HP 8452 A	17

BAB	V. HASIL DAN PEMBAHASAN	19
	V. 1. Hasil	19
	V. 2. Pembahasan	19
BAB	VI. KESIMPULAN DAN SARAN	21
	VI. 1. Kesimpulan	21
	VI. 2. Saran	21
	DAFTAR PUSTAKA	22

DAFTAR TABEL

TABEL

Halaman

I. Hasil Analisis Kualitatif Tetrasiklin	
Hidroklorida Dalam Sediaan Kapsul	24
II. Hasil Analisis Kadar Sediaan Kapsul	
Tetrasiklin Hidroklorida Secara	
Spektrofotometri Ultra Violet	25

DAFTAR GAMBAR

GAMBAR I	Halaman
1. Mikrokrystal Dari Tetrasiklin Hidroklorida Dalam berbagai Campuran Pelarut	26
GAMBAR II	
1. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin std 1	27
2. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin std 2	28
3. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin std 3	29
4. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl A 1	30
5. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl A 2	31
6. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl A 3	32
7. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl B 1	33
8. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl B 2	34
9. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl B 3	35
10. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl C 1	36
11. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl C 2	37

12. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl C 3	38
13. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl D 1	39
14. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl D 2	40
15. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl D 3	41
16. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl E 1.....	42
17. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl E 2	43
18. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl E 3	44
19. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl F 1	45
20. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl F 2	46
21. Spektrum Serapan Tetrasiklin Hidroklorida Tetrasiklin HCl F 3	47

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

A. PERHITUNGAN HASIL PENETAPAN KADAR TETRASIKLIN HIDROKLORIDA DALAM ppm SECARA SPEKTROFOMETRI ULTRA VIOLET	48
B. ANALISIS DATA KADAR TETRASIKLIN HIDROKLORIDA SECARA RANCANGAN ACAK LENGKAP	54
C. TABEL UJI BEDA NYATA TERKECIL (BNT)	58



BAB I PENDAHULUAN

Benedict dan Langlyke mendefinisikan bahwa, antibiotika ialah suatu senyawa kimia yang diturunkan dari atau diproduksi oleh organisme hidup, yang dalam konsentrasi kecil mempunyai kemampuan untuk menghambat proses kehidupan mikroorganisme (1)

Antibiotika mempunyai peranan yang sangat penting di dalam pengobatan, salah **satu** antibiotika yang sering digunakan adalah golongan tetrasiklin yang berasal dari Streptomyces aureofaciens. Antibiotika ini sangat aktif terhadap bakteri gram positif dan **negatif** (1, 2)

Tetrasiklin umumnya digunakan terhadap infeksi usus, saluran pencernaan, batuk, meningitis dan sifilis. Pemakaian tetrasiklin dalam pengobatan biasanya diberikan secara oral dalam sediaan kapsul, sedangkan untuk infeksi mata, telinga dan kulit digunakan sediaan salepnya (3)

Diantara sediaan tetrasiklin yang paling umum digunakan pada pemberian oral adalah garam hidrokloridanya karena mudah larut dalam air dan cepat diserap melalui saluran pencernaan.

Karena banyaknya pabrik Farmasi yang memproduksi sediaan-sediaan kapsul tetrasiklin dengan berbagai merek, yang pada saat ini banyak beredar di Pasaran, maka timbul keinginan kami, untuk menganalisis kadar tetrasiklin

hidroklorida ~~dalam~~ sediaan tersebut. Penelitian ini menggunakan metode spektrofotometri ultra violet, dengan alat spektrofotometer Dioda Array HP 8452 A, pada panjang gelombang 380 nm.

Tujuan penelitian ini ialah untuk mengontrol kualitas kapsul tetrasiklin yang beredar di Ujung Pandang, apakah memenuhi persyaratan yang ditentukan oleh Farmakope Indonesia edisi III.

BAB II
POLA PENELITIAN

II.1 Pengambilan sampel

Sampel diambil di Apotik yang ada di Ujung Pandang secara acak dengan memperhatikan nama dagang obat.

II.2 Penyediaan alat dan bahan

Alat dan bahan disediakan sesuai dengan kebutuhan penelitian.

II.3 Analisis kualitatif sediaan

II.3.1 Reaksi warna dengan asam sulfat pekat

II.3.2 Reaksi warna dengan asam sulfat encer ditambah besi (III) klorida

II.3.3 Reaksi warna dengan amonium molibdat

II.3.4 Reaksi warna dengan perak nitrat ditambah amonium

II.3.5 Reaksi kristal

II.3.5.1 Bentuk kristal dalam aseton - air

II.3.5.2 Bentuk kristal dalam etanol - air

II.3.5.3 Bentuk kristal dalam natrium fosfat 10 %

II.4 Analisis kuantitatif sediaan

II.5 Pengumpulan data

II.6 Pembahasan hasil

II.7 Pengambilan kesimpulan

BAB III

TINJAUAN PUSTAKA

III.1 Uraian umum antibiotika (4, 5).

Antibiotika berasal dari kata anti artinya lawan dan bios artinya hidup. Jadi secara harafiah antibiotika berarti melawan hidup.

Ada beberapa pengertian antibiotika adalah sebagai berikut:

Waksman memberikan defenisi, antibiotika adalah suatu substansi yang dihasilkan oleh mikroorganisme yang mempunyai kemampuan menghibisi pertumbuhan dan bahkan membunuh mikroorganisme lain. Sedangkan Benedict dan Langlyke memberikan defenisi, bahwa antibiotika adalah suatu senyawa kimia yang dihasilkan oleh organisme hidup, yang dalam konsentrasi kecil mempunyai kemampuan untuk menghibisi proses kehidupan mikroorganisme.

Penemuan penesilina secara kebetulan oleh Sir Alexander Fleming pada tahun 1929 merupakan permulaan dari semua kegiatan riset yang sangat menarik dan besar manfaatnya dan dapat menghasilkan suatu bahan anti infeksi yang disebut antibiotika, meskipun baru pada tahun 1940 Florey dan Chin menjadi pelopor penggunaan antibiotika ini sebagai bahan terapi.

Antibiotika dapat digolongkan menjadi 6 golongan besar adalah sebagai berikut:

1. Penisilin dan Sepalosporin
2. Aminoglikosida
3. Tetrasiklin-tetrasiklin
4. Kloramfenikol
5. Makrolida dan lingkomisin
6. Polipeptida

Sifat-sifat umum antibiotika adalah sebagai berikut:

1. Merupakan produk metabolisme
2. Merupakan produk sintetik yang dihasilkan sebagai analog struktur suatu antibiotika yang terdapat dalam
3. Dapat mengantagonis pertumbuhan dan keselamatan species mikroorganisme
4. Efektif dalam konsentrasi rendah

III.2 Uraian umum tetrasiklin (4, 5, 6, 7, 8, 9)

Antibiotika kelompok ini yang pertama ditemukan adalah klortetrasiklin pada tahun 1948 yang berasal dari Streptomyces aureofaciens yang segera disusul oleh oksitetrasiklin pada tahun 1949 dari Streptomyces rimosus.

Dengan jalan hidrogenase dibentuk tetrasiklin dari klortetrasiklin pada tahun 1953 dan sejak tahun 1960 zat induk dibuat seluruhnya secara sintetik.

Tetrasiklin ini merupakan suatu senyawa hidrokarbon yang terdiri dari 4 lingkaran benzena

(tetrasena) sebagai kerangkanya, dan dari sinilah nama tetrasiklin diturunkan.

III.2.1 Pemakaian dan aksi farmakologinya (3, 5)

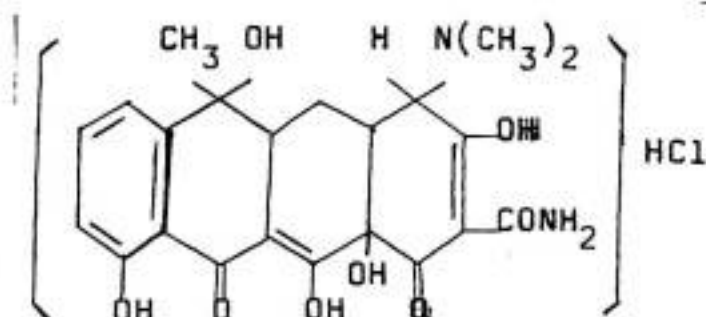
Tetrasiklin umumnya diberikan secara oral yaitu dalam bentuk kapsul dan suspensi. Absorpsi berlangsung cepat walaupun tidak sempurna. Sekitar 60 - 80 % tetrasiklin diserap dalam saluran cerna. Absorpsi ini sebagian besar berlangsung di lambung dan usus halus bagian atas.

Pemakaian tetrasiklin pada anak-anak baik jangka panjang maupun jangka pendek akan menderita kerusakan pada gigi yaitu berwarna coklat kehitaman. Pigmentasi permanen gigi terjadi jika obat diberikan antara usia 2 bulan sampai 5 tahun.

Takaran pemakaian:

Secara oral: Untuk orang dewasa 4 kali sehari 250 mg, sedangkan untuk anak-anak 20 - 40 mg/kg bobot badan.

III.2.2 Rumus bangun



III.2.3 Nama Kimia (10, 11)

4-(dimetil amino)-1,4,4a,5,5a,6,11,12a-okta-
hidro-3,6,10,12,12a-pentahidroksi-6-metil-1,
11-diokso-2-naftasenekarboksamide.

III.2.4 Nama resmi sediaan dagang

Conmycin	(conmed)
Erlacycline	(Erela)
Tetradex	(Dexa Medica)
Tetrasiklin generik	(Kimia Farma)
Tetra sanbe	(Sanbe Farma)
Pharocycline	(Pharos Indonesia)
Arocycleline	(Aroindo)
Combicycline	(Combiphar)

III.2.5 Rumus molekul : $C_{22}H_{24}N_2O_8HCl$

III.2.6 Sifat fisis

III.2.6.1 Bobot molekul : 480,91

III.2.6.2 Pemerian

Serbuk hablur warna kuning, rasa pahit, bersifat amfoter.

III.2.6.3 Kelarutan

Larut dalam 10 bagian air dan 100 bagian etanol 95 %, praktis tidak larut dalam kloroform, eter dan aseton, larut dalam larutan alkali karbonat

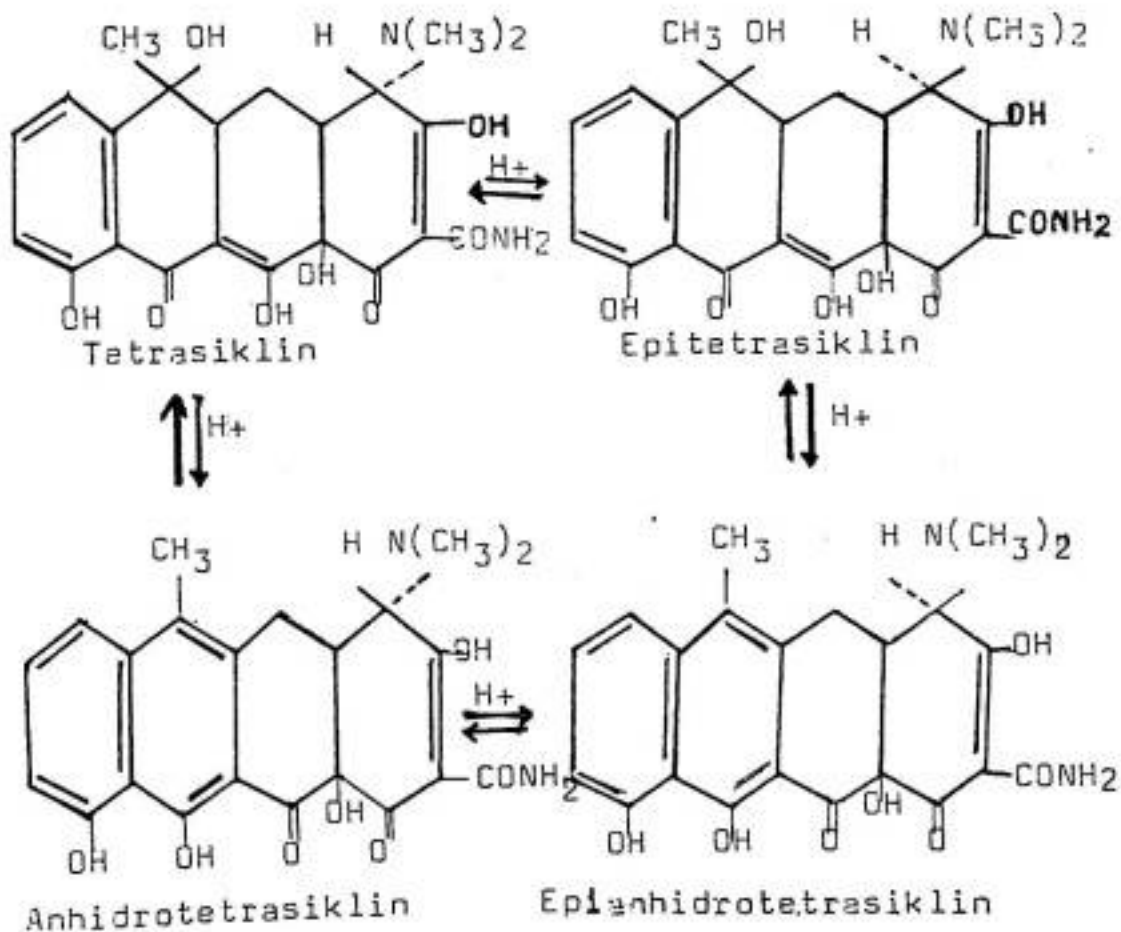
III.2.6.4 Stabilitas

Stabil di udara, tetapi oleh sinar matahari dalam suasana lembab warnanya menjadi gelap.

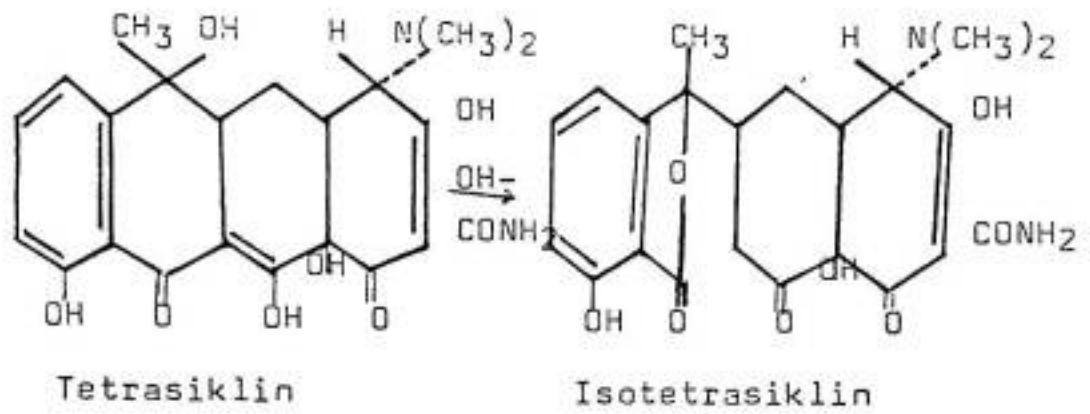
III.2.6.5 Titik lebur: 214°C

III.2.7 Sifat kimia

III.2.7.1 Dalam suasana asam, yaitu pada PH 2 - 6 tetrasiklin dapat mengadakan epimerisasi pada atom C₄ membentuk epitetrasiklin yang tidak aktif dan epianhidrotetrasiklin yang bersifat toksik.



III.2.7.2 Dalam suasana basa, tetrasiklin dapat dihidrolisa membentuk isotetrasiklin yang tidak aktif.



III.3 Spektrofotometri ultra violet (12, 13, 14, 15, 16).

Spektrofotometri merupakan salah satu metode yang lazim digunakan dalam analisis kimia mekanisme kerja metode ini didasarkan atas proses interaksi antara energi elektromagnetik dengan suatu materi atau zat, pada panjang gelombang tertentu. Spektrum ultra violet disebut juga spektrum elektronik karena terjadi sebagai hasil interaksi radiasi ultra violet terhadap molekul tersebut mengalami transisi elektronik, ini terjadi karena adanya gugus berikatan rangkap atau terkonyugasi yang mengabsorpsi radiasi elektromagnetik di daerah ultra violet dengan melibatkan radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang 185 nm - 380 nm.

Analisa dengan cara ini pemakaian lebih dititikberatkan pada analisa kuantitatif yaitu penentuan kadar suatu zat dalam jumlah relatif kecil dan dapat dilakukan dalam waktu relatif singkat.

Radiasi elektromagnetik adalah suatu bentuk energi pancaran yang memperlihatkan sifat-sifat gelombang dan partikel. Radiasi elektromagnetik sebagai gelombang, dapat ditunjukkan dari sifat-sifat cahaya dalam peristiwa pemantulan dan pembiasan. Spektrum radiasi elektromagnetik batas-batasnya ditentukan berdasarkan pendekatan-pendekatan secara percobaan dari produk dan hasil pengamatan radiasi tersebut. Misalnya daerah sinar ultra violet

200 nm - 380 nm dan daerah sinar tampak antara 380 nm - 780 nm.

Bila suatu berkas elektromagnetik mengenai suatu materi, maka bila energi yang dikandung oleh radiasi itu sama dengan perbedaan energi antara tiap-tiap tingkat elektronik dari materi itu, maka radiasi itu akan diserap oleh materi tersebut. Energi suatu atom atau molekul terdiri dari energi translasi, energi rotasi, energi vibrasi dan energi elektronik.

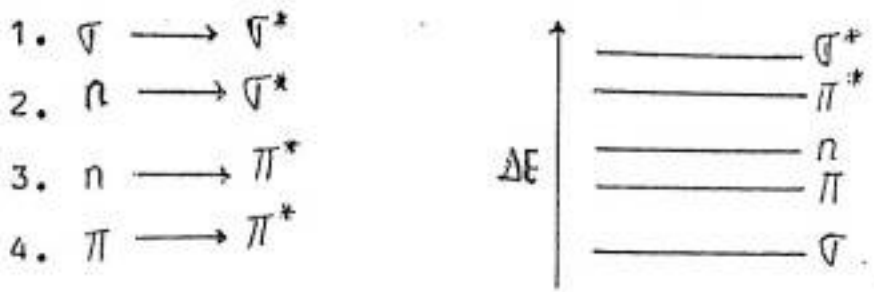
Energi elektronik adalah energi atom atau energi molekul yang terdiri dari energi kinetik dan energi potensial, tingkat energi molekul ini disebut tingkat energi orbital molekular.

Orbital molekul yang lebih rendah disebut bonding orbital (σ), orbital molekul yang lebih tinggi disebut anti bonding orbital (σ^*), orbital molekul yang tidak ikut beresonansi disebut non bonding (n), orbital (σ) terbentuk bila terjadi saling lingkup dari ujung keujung suatu orbital atom. Orbital π terbentuk bila terjadi overlap dari dua orbital atomik yang sejajar.

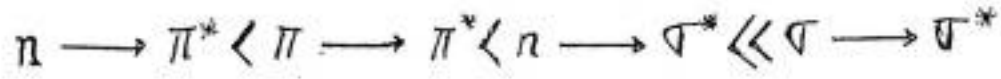
Transisi elektron yang terjadi karena penyerapan radiasi ultra violet atau radiasi sinar tampak.



Beberapa tipe transisi antara lain:



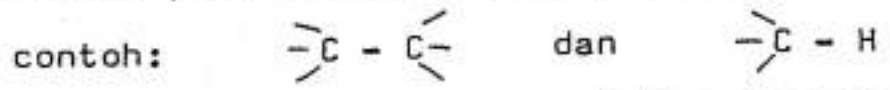
Berdasarkan ΔE yang dapat diserap dalam transisi elektronik tersebut maka diketahui bahwa energi ikatan ini berbeda-beda besarnya.



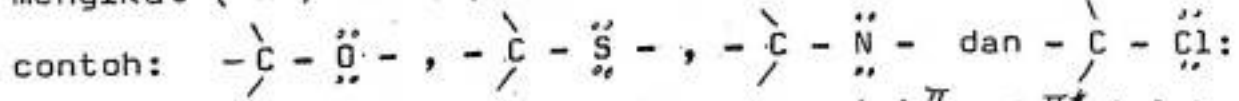
Faktor-faktor yang mempengaruhi terjadinya pergeseran panjang gelombang adalah:

1. Gugus kromofor
2. Lingkungan elektronik
3. Sistem terkonyugasi
4. Kepolaran pelarut
5. Gugus auksokrom

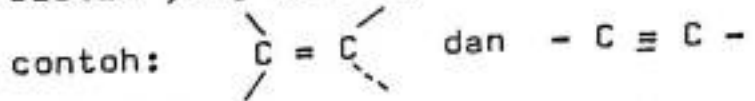
Kromofor yang menyebabkan transisi $\sigma \longrightarrow \sigma^*$ ialah sistem yang mempunyai elektron pada orbital molekul σ



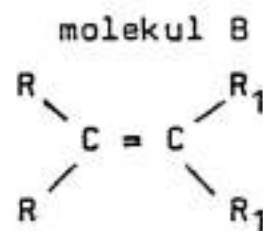
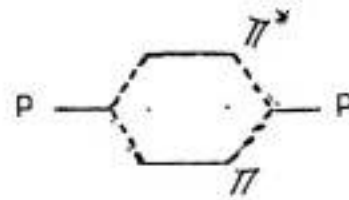
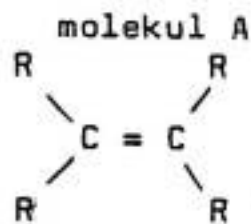
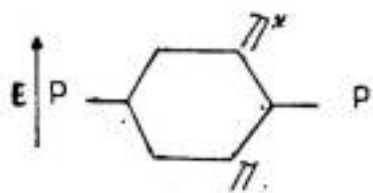
Kromofor yang menyebabkan transisi $n \longrightarrow \sigma^*$ ialah sistem yang mempunyai elektron pada orbital molekul tidak mengikat (n) dan (σ).



Kromofor yang menyebabkan transisi $\pi \longrightarrow \pi^*$ ialah sistem yang mempunyai elektron pada orbital molekul π

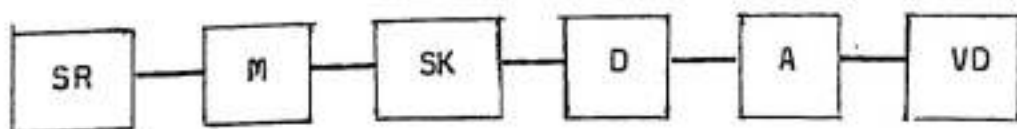


Pelarut dalam lingkungan elektronik yang berbeda dalam molekul sehingga mempengaruhi derajat antraksi antara orbital akibatnya ada perbedaan energi diantara tingkat elektron.



Pada sistim terkonyugasi $\text{C} - \text{C} - \text{C} - \text{C} -$ orbital dari masing-masing ikatan rangkap, berinteraksi membentuk perangkat baru orbital ikatan dan orbital anti ikatan. Konyugasi panjang (banyaknya atom berikatan) transisi $\pi \longrightarrow \pi^*$ menjadi kecil dan absorpsi pada panjang gelombang yang besar. Gugus auksokrom adalah gugus yang sepenuhnya jenuh yang bila ditempelkan pada gugus kromofor akan menimbulkan perubahan spektrum serapan. Gugus auksokrom contohnya sebagai berikut: $-\text{OH}$, $-\text{NH}_2$ dan $-\text{Cl}$

Secara umum skema spektrofotometer dan susunan peralatan optiknya sebagai berikut:



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

BAB IV
PELAKSANAAN PENELITIAN

IV.1 Alat-alat yang digunakan

1. Gelas piala 100 ml
2. Gelas ukur 25 ml, 100 ml
3. Kuvet (Bausch & Lomb)
4. Labu takar 100 ml, 250 ml, 500 ml (Brand & Din)
5. Lampu ultra violet (Maspion)
6. Oven (Memmert)
7. Pipet volum 15 ml
8. Neraca analitik listrik (Sartorius)
9. Mikroskop (Biomickroscope)
10. Spektrofotometer "Dioda Array
HP 8452 A" (Hewlett Packard)

IV.2 Bahan-bahan yang digunakan

1. Kapsul tetrasiklin hidroklorida 250 mg dari beberapa merek
2. Serbuk tetrasiklin murni
3. Asam sulfat P.a. (E. Merck)
4. Aseton P.a. (Fluka A.G.)
5. Etanol P.a. (E. Merck)
6. Amonia (Riedel-da Haen)
7. Amonium molibdat (E. Merck)
8. Besi (III) (E. Merck)
9. Natrium fosfat (E. Merck)

10. Perak nitrat (E. Merck)
 11. Natrium hidroksida (E. Merck)

IV.3 Pembuatan Pereaksi (17)

1. Larutan asam sulfat encer (2 N)

Campur 11 ml asam sulfat pekat dengan air hingga 100 ml

2. Larutan amonium molibdat

Larutan amonium molibdat P. 10 %

3. Larutan besi (III) klorida (0,5 N)

Larutan besi klorida 4,5 % b/v

4. Larutan perak nitrat

Dilarutkan 17,5 gram perak nitrat dalam air hingga 100 ml

5. Larutan natrium fosfat 10 %

IV.4 Pengambilan Sampel

Sampel dalam bentuk sediaan kapsul tetrasiklin 250 mg diambil di Ujung Pandang secara acak dengan memperhatikan merek dagang. Dari hasil penelitian pendahuluan pada apotik yang ada di Ujung Pandang ternyata ada 13 macam merek dagang kapsul tetrasiklin hidroklorida, kemudian dari sinilah diacak 6 merek, dan sediaan kapsul yang diambil diberi kode A, B, C, D, E, F.

IV.5 Analisis Kualitatif Tetrasiklin Hidroklorida (4, 9).

IV.5.1 Reaksi Kimia

5.1.1 Kira-kira 10 mg sampel ditambahkan 2 ml

asam sulfat pekat, terjadi warna merah

keunguan, ditambahkan 1 ml air warnanya

berubah menjadi kuning tua.

- 5.1.2 Sampel dilarutkan dalam asam sulfat encer, kemudian ditambahkan besi (III) klorida akan menjadi warna coklat.
- 5.1.3 Sampel dilarutkan dalam amonium molibdat akan **terjadi** warna ungu hitam.
- 5.1.4 Kedalam larutan sampel, ditambahkan beberapa tetes larutan perak nitrat akan terbentuk endapan putih, kemudian ditambahkan amonium berlebih endapan akan larut kembali.

IV.5.2 Reaksi Kristal

- 5.2.1 Beberapa mg sampel diletakkan di atas kaca obyek, ditambahkan 3 tetes aseton (70 %) dan satu tetes air, dibiarkan beberapa menit sampai terbentuk mikro-kristal kemudian dilihat dibawah mikroskop. Bentuk kristal yang terjadi seperti rambutan (lihat Gbr.1).
- 5.2.2 Beberapa mg sampel diletakkan diatas kaca obyek, ditambahkan 3 tetes etanol dan 1 tetes air dibiarkan beberapa menit sampai terbentuk ~~mikro~~kristal, kemudian dilihat dibawah mikroskop. Bentuk kristal yang terjadi seperti belah ketupat (lihat Gbr,1).

5.2.3 Beberapa mg sampel diletakkan diatas kaca obyek, ditambahkan beberapa tetes natrium fosfat 10 %, dibiarkan beberapa menit sampai terbentuk mikrokristal, kemudian dilihat dibawah mikroskop. Bentuk kristal yang terjadi seperti batang (lihat Gbr.1)

IV.6 Analisis kuantitatif tetrasiklin hidroklorida dengan menggunakan spektrofotometri ultra violet "Dioda Array HP 8452 A"

IV.6.1 Cara kerja untuk bahan baku (18)

Ditimbang 50 mg tetrasiklin hidroklorida, dimasukkan kedalam labu takar 500 ml ditambahkan 50 ml air untuk melarutkannya. Setelah larut dicukupkan volumenya dengan air sampai tanda kemudian dipipet 15,0 ml larutan tersebut, lalu dimasukkan di dalam labu takar 100 ml, ditambahkan 70 ml air dan 5 ml larutan natrium hidroksida (5 N) kemudian dicukupkan volumenya dengan air sampai tanda. Didiamkan 20 menit, diukur pada panjang gelombang 380 nm (lihat Gbr.2)

IV.6.2 Cara kerja untuk sampel

Ditimbang sampel 50 mg yang setara dengan 50 mg tetrasiklin hidroklorida, dimasukkan dalam labu takar 500 ml ditambahkan 50 ml air untuk melarutkannya. Setelah larut dicukupkan volumenya dengan air sampai tanda,

kemudian dipipet 15,0 ml larutan tersebut, lalu dimasukkan kedalam labu takar 100 ml, ditambahkan 70 ml air dan 5 ml larutan natrium hidroksida (5 N) kemudian dicukupkan volumenya dengan air sampai tanda. Didiamkan 20 menit, diukur pada panjang gelombang 380 nm (lihat Gbr.2)

BAB V
HASIL DAN PEMBAHASAN

V.1 Hasil

Hasil analisis kadar sediaan kapsul tetrasiklin hidroklorida secara spektrofotometri ultra violet diperoleh sebagai berikut:

Sediaan kapsul	Kadar	
	mg	%
Tetrasiklin HCl A	268,71	107,46
Tetrasiklin HCl B	262,07	104,83
Tetrasiklin HCl C	266,39	106,57
Tetrasiklin HCl D	222,31	88,92
Tetrasiklin HCl E	249,39	99,76
Tetrasiklin HCl F	232,30	92,91

V.2 Pembahasan

Analisis kualitatif sediaan kapsul yang dilakukan baik secara reaksi kimia maupun reaksi kristal memberikan hasil yang sama antara sampel dengan bahan baku.

Analisis kuantitatif sediaan kapsul yang diperiksa dengan metode spektrofotometri ultra violet menunjukkan panjang gelombang yang sama dengan yang tercantum dalam pustaka yaitu 380 nm.

Cara kerja yang ada di dalam pustaka mencantumkan setelah penambahan NaOH 5 N, didiamkan 6 menit kemudian diukur, ternyata pada pengukuran dengan interval waktu selama 6 menit berikutnya menunjukkan panjang gelombang yang berubah dari 388 nm menjadi 386 nm. Pada penelitian yang dilakukan setelah penambahan NaOH 5 N, didiamkan selama 20 menit dilakukan pengukuran, menunjukkan panjang gelombang 380 nm, selanjutnya diukur setelah 20 menit kemudian, panjang gelombangnya tetap.

Dari sini bisa dilihat bahwa setelah penambahan NaOH 5N didiamkan 6 menit selanjutnya diukur terjadi perubahan panjang gelombang, hal ini mungkin belum terjadi reaksi. Setelah didiamkan 20 menit, kemudian diukur ternyata panjang gelombangnya sudah tetap 380 nm, maka dianggap sudah stabil.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

VI.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Berdasarkan hasil analisis statistik bahwa sampel tetrasiklin hidroklorida secara keseluruhan berbeda nyata pada tingkat kepercayaan 99 %.
2. Sediaan kapsul tetrasiklin hidroklorida pada produk sampel A, B, C, E dan F dari hasil analisis spektrofotometri ultra violet mengandung tetrasiklin hidroklorida antara kadar 92,91 % - 107,46 % berarti sesuai yang disyaratkan oleh Farmakope Indonesia, sedangkan untuk kapsul D hanya mengandung tetrasiklin hidroklorida 88,92 % berarti kadarnya tidak memenuhi syarat yang ditentukan oleh Farmakope Indonesia Edisi III, yaitu kapsul tetrasiklin hidroklorida mengandung kadar antara 90 % - 120 %.

VI.2 Saran

Hendaknya dilakukan penelitian lebih lanjut untuk analisis kuantitatif sediaan kapsul tetrasiklin hidroklorida pada sampel D serta analisis potensi hayatinya.



DAFTAR PUSTAKA

- 1) Ibrahim, S. Kisman, S. dan Yuliana, E. (1990), "Analisis Antibiotika" Pusat antar Universitas Bioteknologi Insititut Teknologi Bandung, 2, 88-92, 102.
- 2) Wilson, and Gisvold's. (1971), "Text Book of Organic Medicinal and Pharmaceutical Chemistry", sixth edition, J.B. Lippincott, Philadelphia, Toronto, 79, 284-285.
- 3) Gan, S. (1987), "Farmakologi dan Terapi", Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia, Edisi III, 588-589.
- 4) Surasa, T. Wunas, Y. dan Abbas, R. (1975), "Antibiotik" Lembaga penerbitan Universitas Hasanuddin, Ujung pandang, 1, 2, 67-69.
- 5) Tjay, H. T. dan Rahardja, K. (1978), "Obat-obat Penting Khasiat dan penggunaanya", Edisi III, 63,73, 77-78.
- 6) Wattimena, J.R. Sugiarto, N.C. Widiarto, M.B. Sukandar, E.Y. Soemardji, A.A. dan Setiadi, A.R. (1991), "Farmakodinamika dan Terapi Antibiotika", Gadjah Mada University Press, Yogyakarta, 195, 204-207, 212.
- 7) Clarke, E.G.C. (1978), "Isolation and Identification of Drugs", The Pharmaceutical Press, London 562.
- 8) Martindale, (1972), "The Extra Pharmacopoeia, Edisi XXVII, the Pharmaceutical Press, London 1343.
- 9) Departemen Kesehatan Republik Indonesia, (1979), "Farmakope Indonesia", Edisi III, Jakarta 529.

- 10) Kelly, R.G. (1964), "Determination of Anhidro Tetracycline", Mixture Journal of Pharmaceutical Sciences, 53, 1551.
- 11) Hardjo, B. (1972), "Percobaan Penentuan Waktu Kadaluarsa Larutan Tetrasiklin Hidroklorida Dengan Menaikkan Suhu", Bulletin ISFI Jatim tahun V, nomor VI, 168.
- 12) Permadi, W. (1989), "Perkembangan Instrumentasi dan Metode Analisis Spektrofotometri UV-VIS, Spektrofotometri Infra Merah dan Spektrofotometri Resapan Atom Serta Beberapa Aspek Penting yang Berkaitan dengan Metode Tersebut", 1-2.
- 13) Said, S. dan Wunas, Y. "Analisis Kimia Farmasi Kuantitatif", Lembaga Penerbitan Universitas Hasanuddin, Ujung Pandang, 182, 184.
- 14) Roth, J.H. dan Blaschke, G. (1988), "Analisis Farmasi" 367-371.
- 15) Sastroamijoyo, H. (1985), "Spektroskopi", Penerbit Liberty, Yogyakarta, 12-15.
- 16) Fiesher, R.B. (1964), "Quantitative Chemical Analysis", W.B. Saunders Company, Philadelphia and London, 407-410.
- 17) Departemen Kesehatan Republik Indonesia (1974), "Ekstra Farmakope Indonesia", 906, 929, 1001, 1054.
- 18) Higuchi, T. and Hassen, E.B. (1961), "Pharmaceutical Analysis", Inter sciences Publicers, New York, London, 624, 625, 639.

Tabel 1. Hasil analisis kualitatif tetrasiklin hidroklorida dalam sediaan Kapsul

Kode Sampel	A, B, C, D, E dan F			Standar
	H a s i l			
Pereaksi	Pengamatan	Pustaka	Pengamatan	
1	Merah keunguan + H ₂ O kuning tua	Merah keunguan + H ₂ O kuning tua	Merah keunguan + H ₂ O kuning tua	
2	Coklat	Coklat	Coklat	
3	Ungu hitam	Ungu hitam	Ungu hitam	
4	Endapan putih + amonia endapan larut kembali	Endapan putih + amonia endapan larut kembali	Endapan Putih + amonia endapan larut kembali	
5	Mikrokristal berupa rambut	Mikrokristal berupa rambut	Mikrokristal berupa rambut	
6	Mikrokristal berupa belah ketupat	Mikrokristal berupa belah ketupat	Mikrokristal berupa belah ketupat	
7	Mikrokristal berupa batang	Mikrokristal berupa batang	Mikrokristal berupa batang	

Keterangan :

1. Asam sulfat pekat
2. Asam sulfat dan besi (III) klorida
3. Amonium molibdat
4. Perak nitrat
5. Aseton : air (3 ; 1)
6. Etanol : air (3 : 1)
7. Larutan natrium fosfat 10 %

Tabel 2. Hasil analisis kadar sediaan kapsul tetrasiklin hidroklorida secara spektrofotometri ultra violet

Kode sampel	Bobot rata-rata isi (mg)	Penimbangan (mg)	Serapan rata-rata	Kadar rata-rata (ppm)	Kadar rata-rata (%)
A	0,3587	70,54	0,6003	15,85	107,46
B	0,4385	86,50	0,5873	15,51	104,83
C	0,2673	52,26	0,5917	15,63	106,57
D	0,2729	53,38	0,4940	13,05	88,92
E	0,3212	63,04	0,5560	14,69	99,76
F	0,4315	85,10	0,5210	13,76	92,91
Tetra-siklin HCl murni	—	50,00	0,5677	15,00	100,00

Keterangan:

1. Tetrasiklin HCl A
2. Tetrasiklin HCl B
3. Tetrasiklin HCl C
4. Tetrasiklin HCl D
5. Tetrasiklin HCl E
6. Tetrasiklin HCl F

Dalam aseton air (3 : 1)

Pembesaran 100 X .



Dalam etanol air (3 : 1)

Pembesaran 100 X



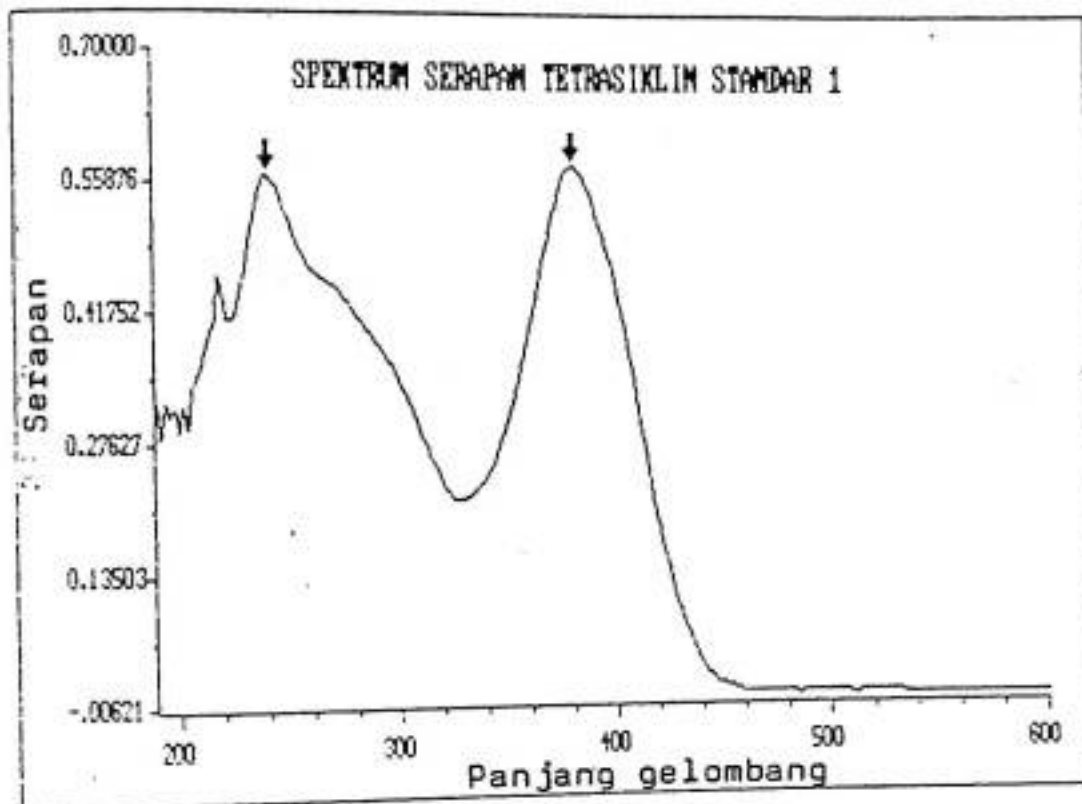
Dalam larutan natrium fosfat 10 %

Pembesaran 100 X



Gambar I. Mikrokrystal dari tetrasiklin hidroklorida dalam berbagai campuran pelarut .

Nama sampel : Tetrasiklin std₁ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 15,00
Satuan : ppm

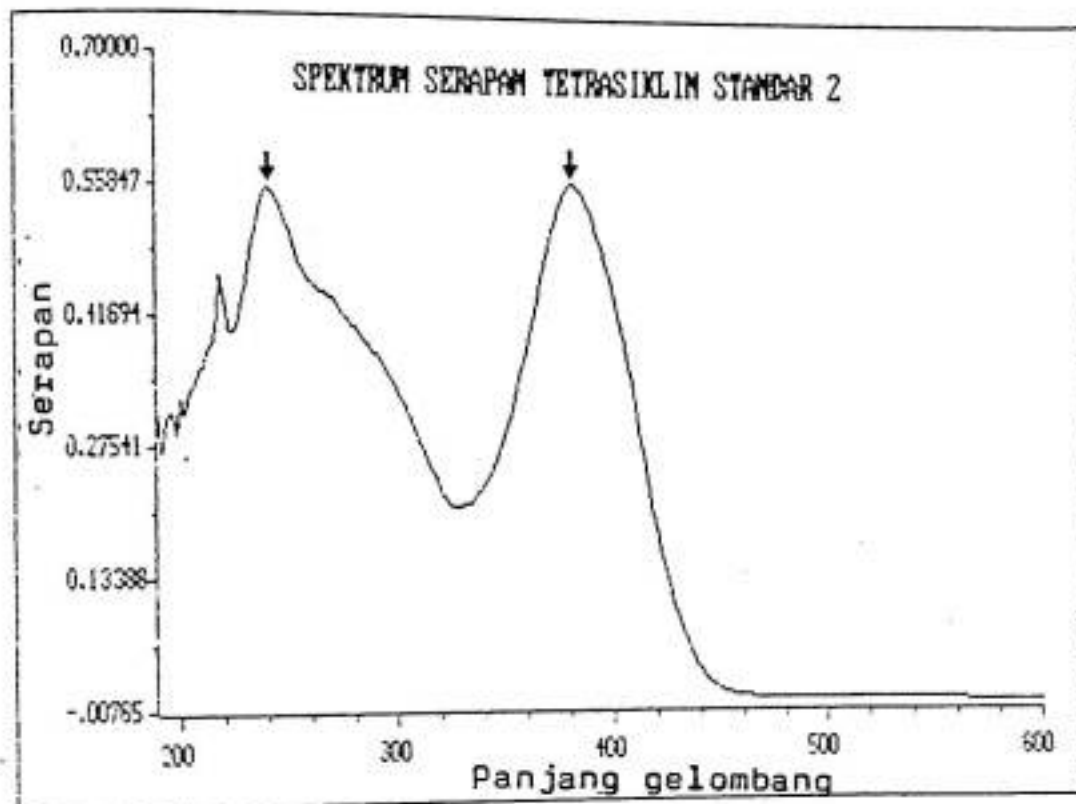


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5647

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5762

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin std₂ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 15,00
Satuan : ppm

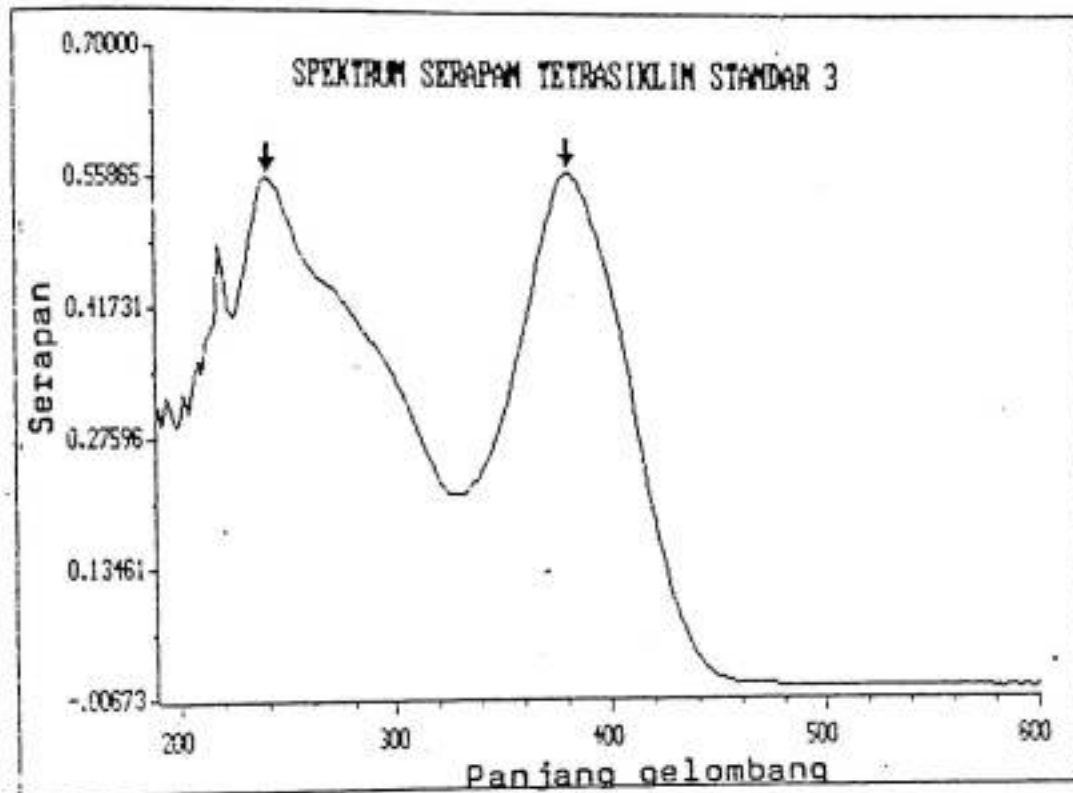


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5537

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5616

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin std₃ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 15,00
Satuan : ppm

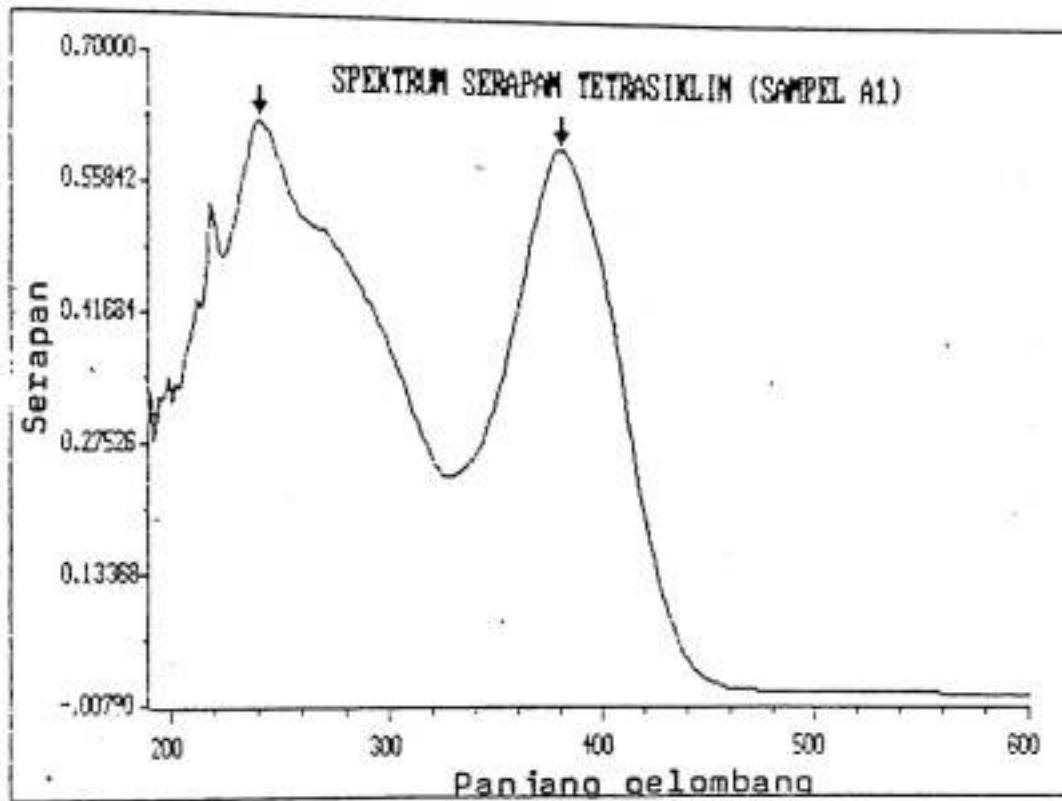


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5591

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5655

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl A₁ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air std.deviasi : -
Konsentrasi : 15,62
Satuan : ppm

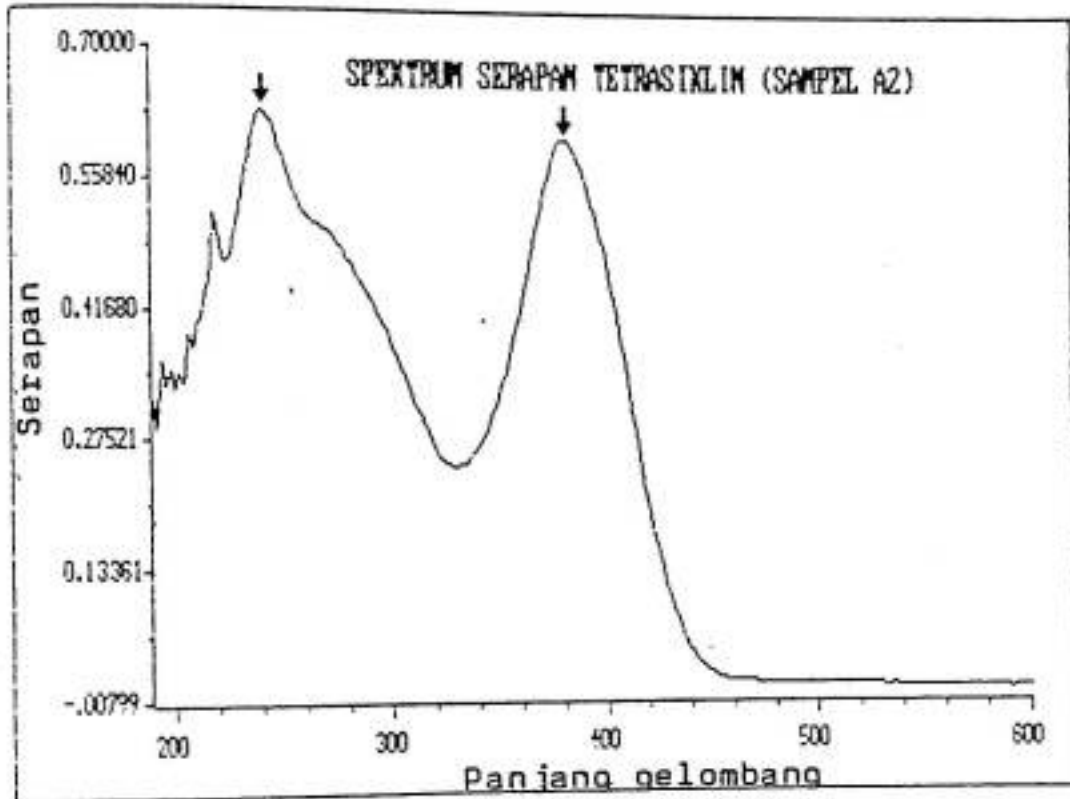


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,6246 -

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,6004

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl A₂ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 16,12
Satuan : ppm

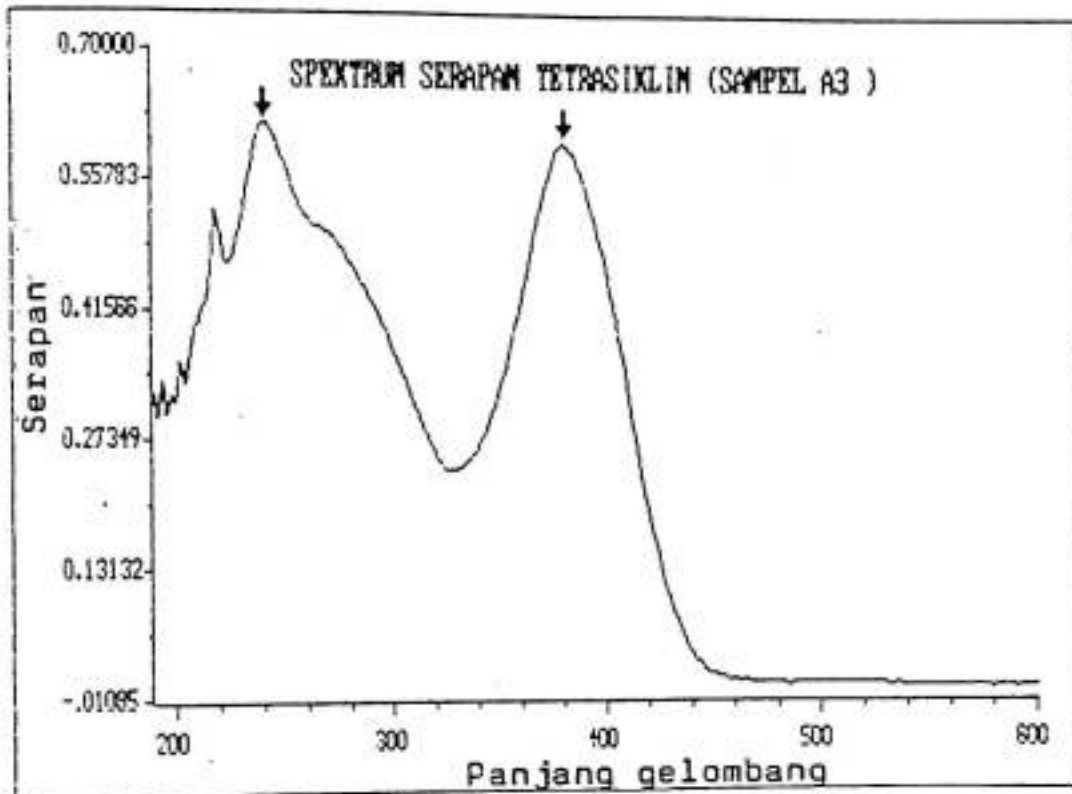


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,6326

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,6037

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl A₃ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 15,83
Satuan : ppm

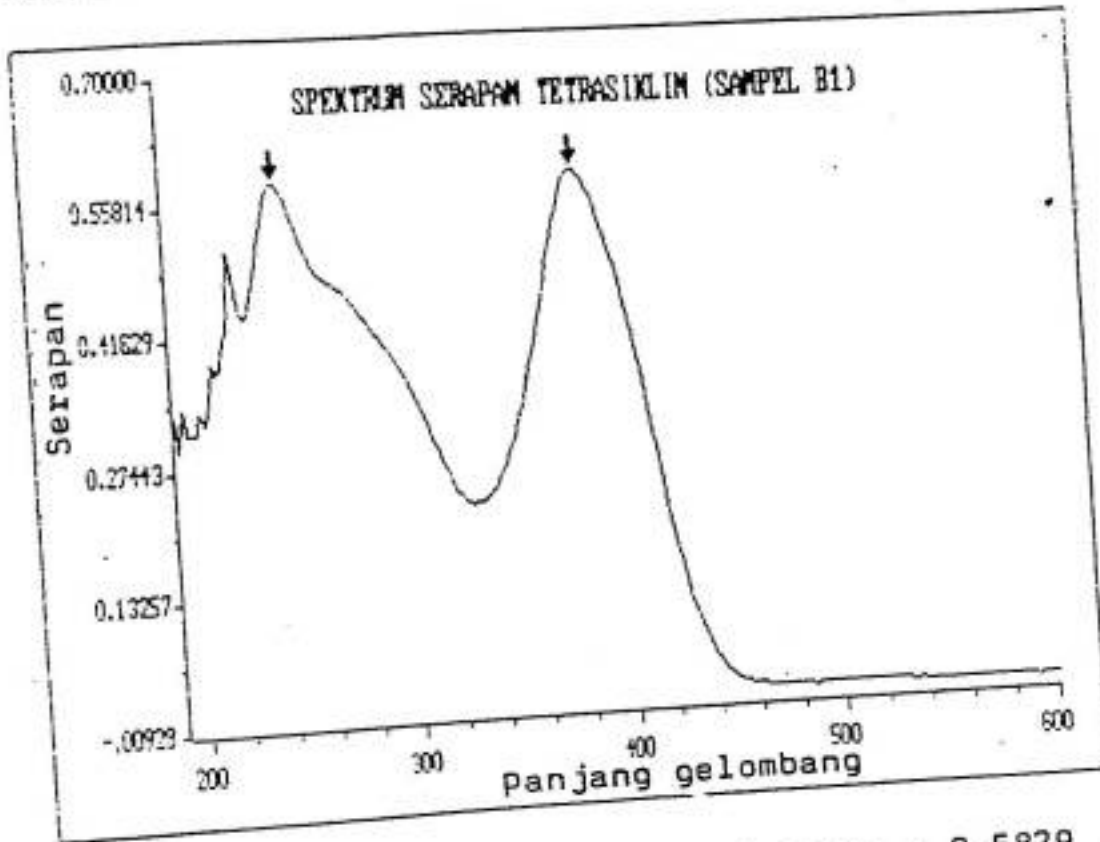


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,6196

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5970

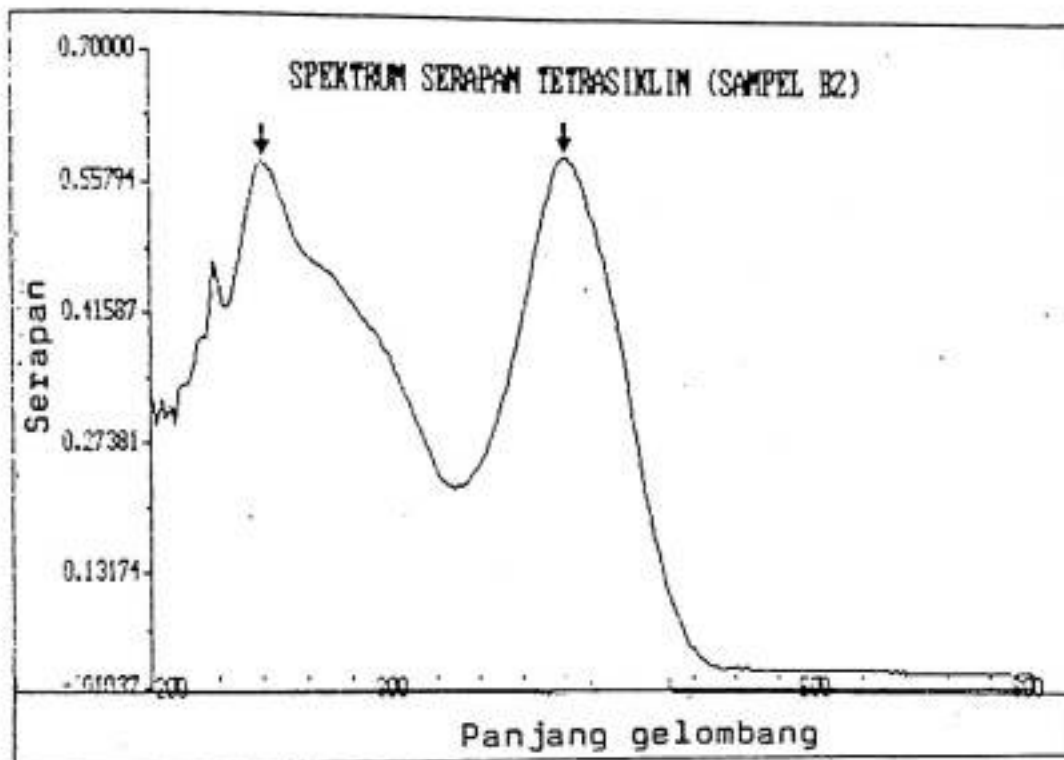
Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl B₁ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 15,52
Satuan : ppm



Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5829
Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5861
Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl B₂ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 15,57
Satuan : ppm

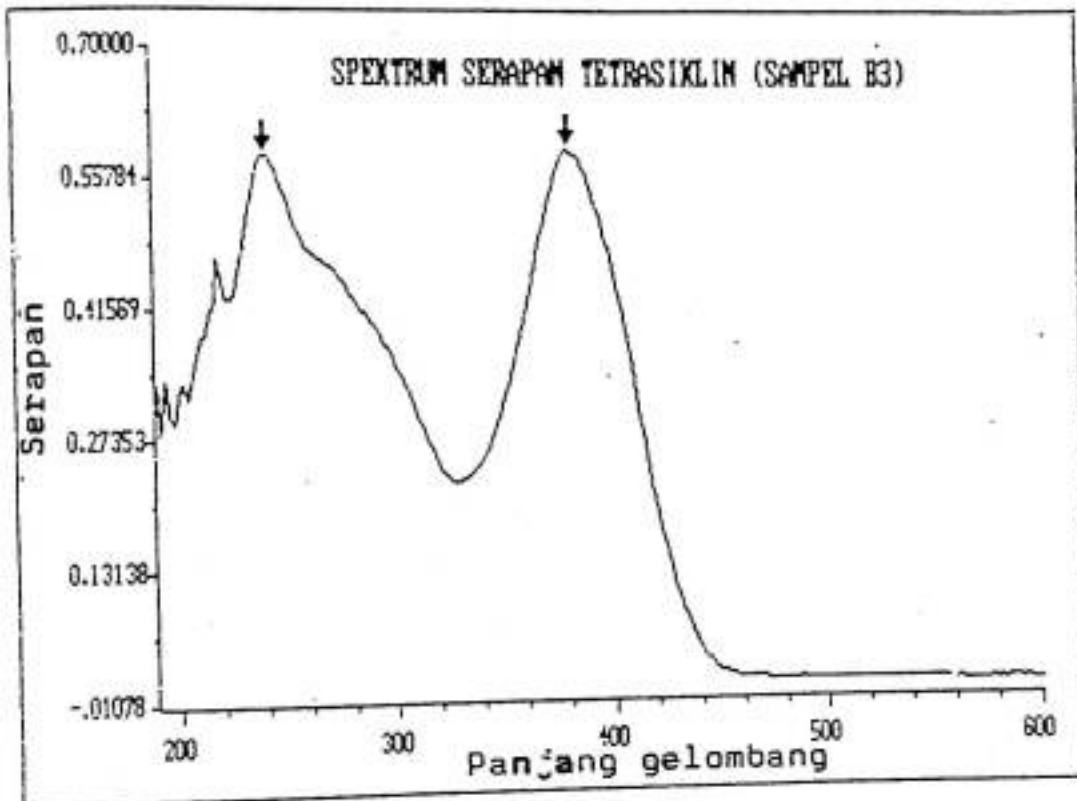


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5802

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5883

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

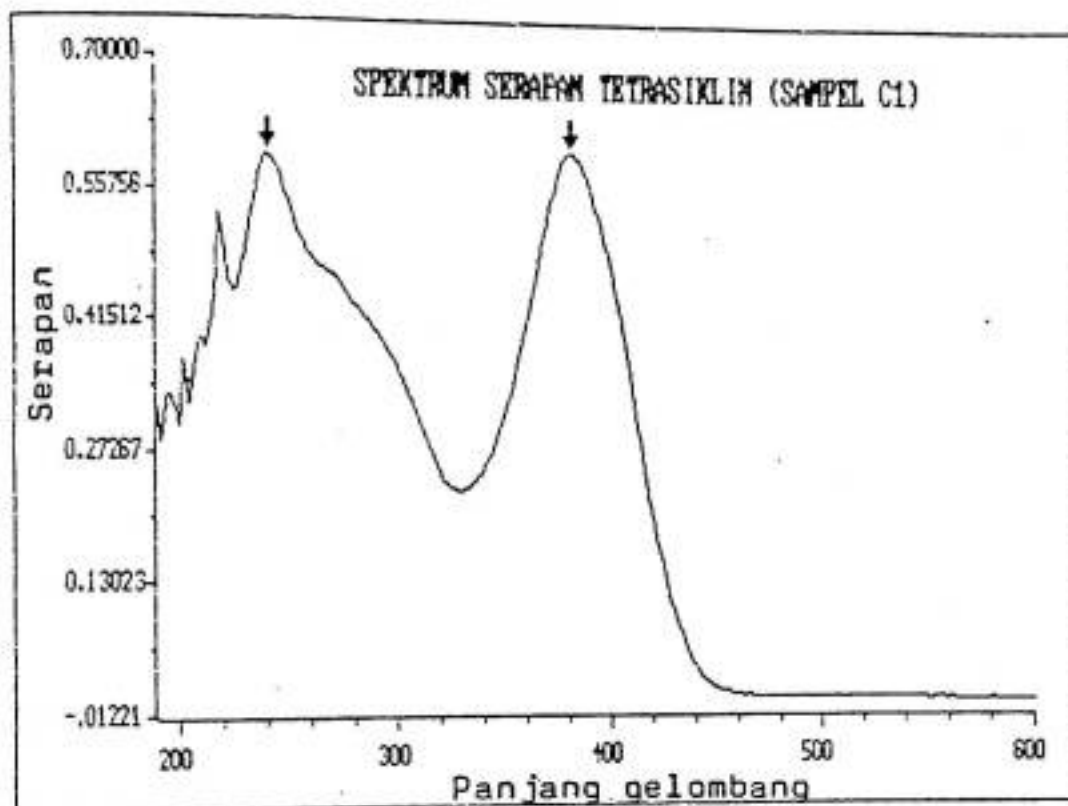
Nama sampel : Tetrasiklin HCl B₃ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 15,58
Satuan : ppm



Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5830
Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5876

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl C₁ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 15,61
Satuan : ppm

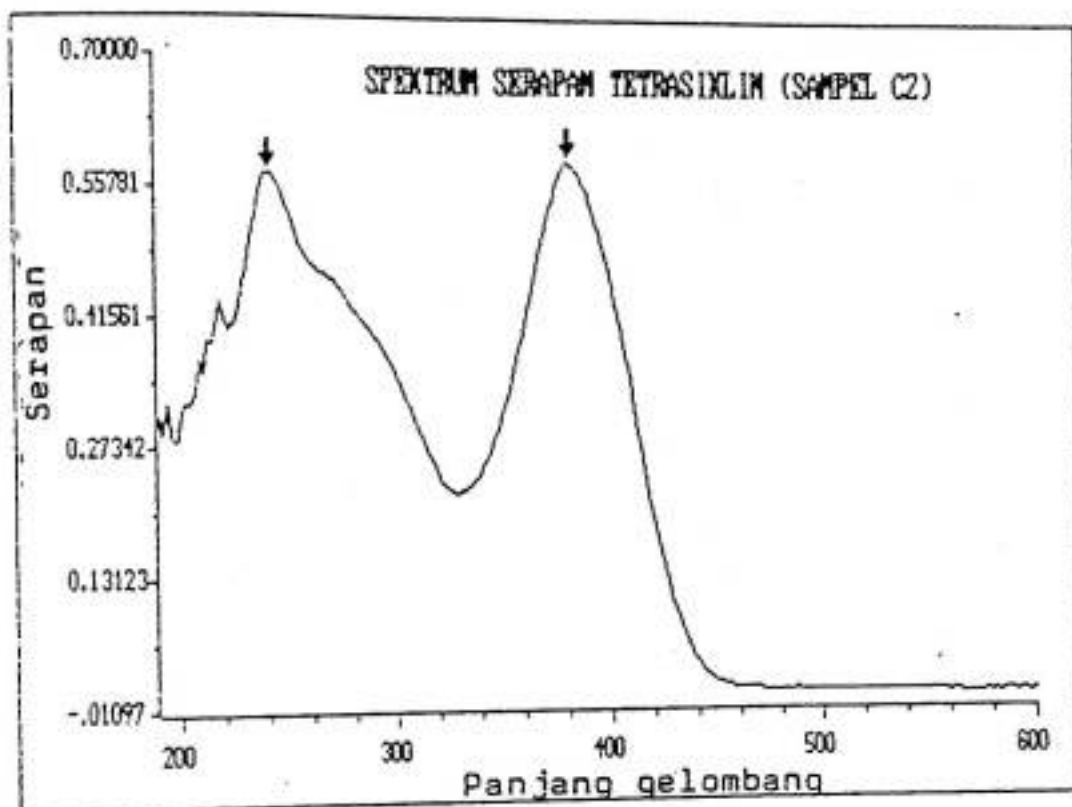


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5936

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5998

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl C₂ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 15,58
Satuan : ppm

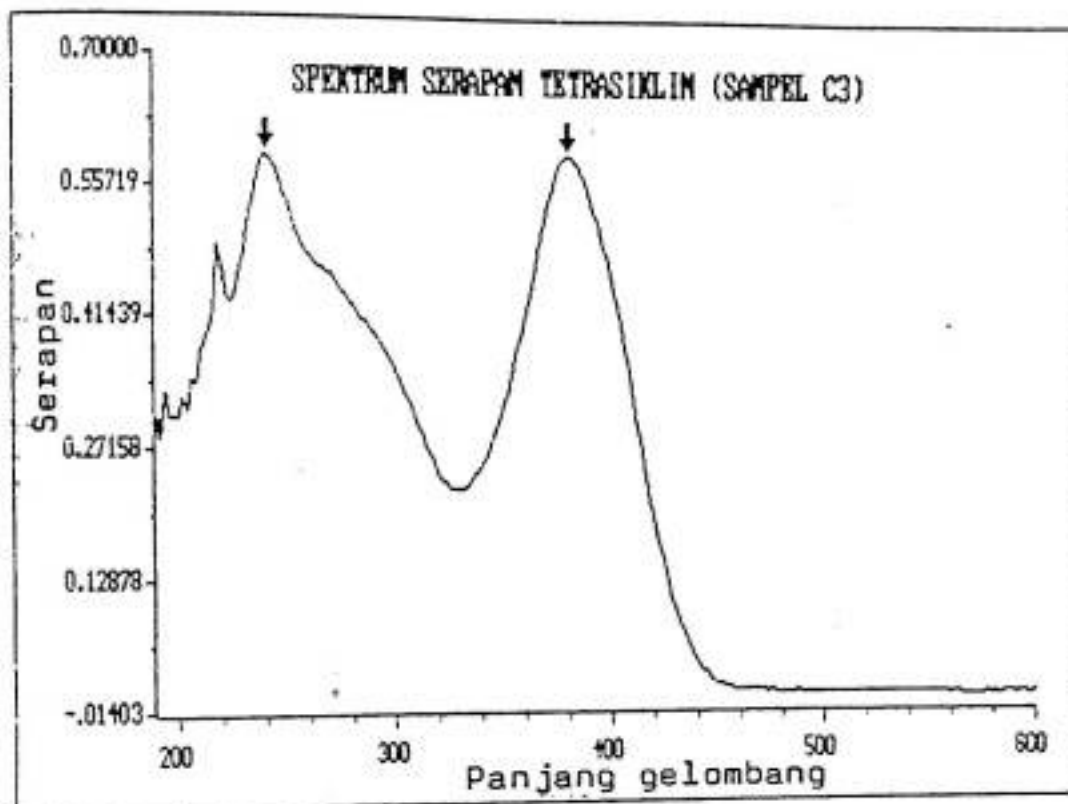


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5719

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5834

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl C₃ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 15,70
Satuan : ppm

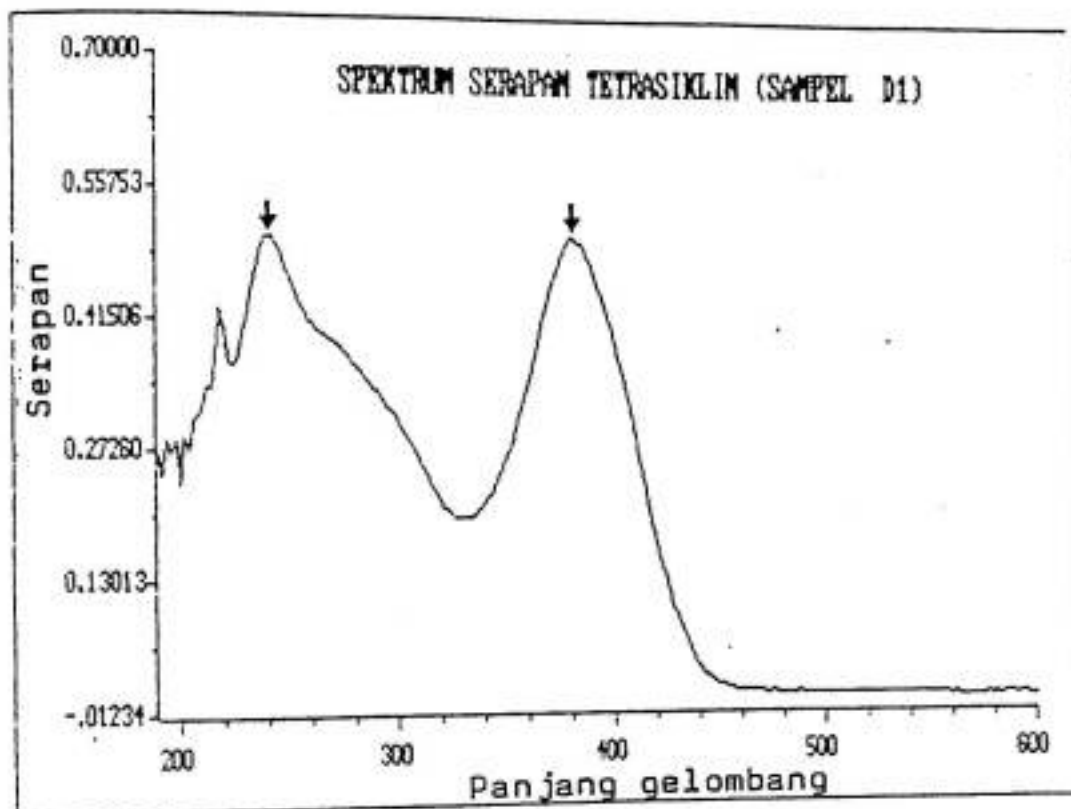


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5897

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5921

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl D₁ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 13,05
Satuan : ppm

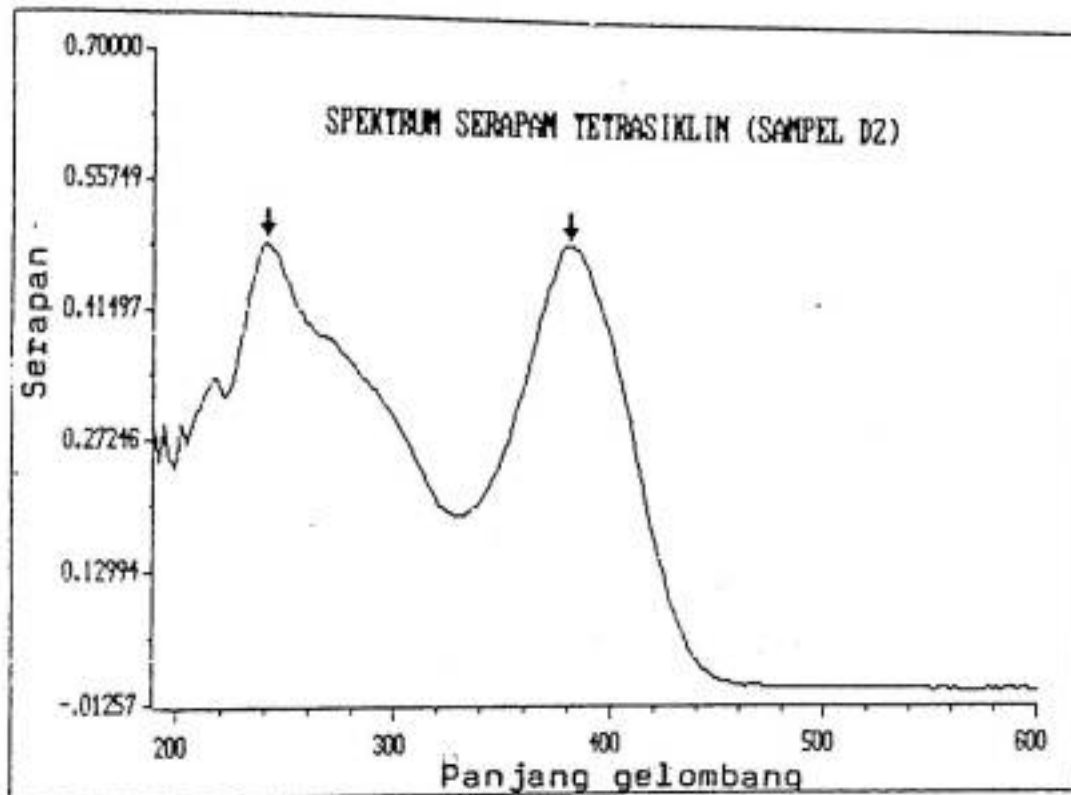


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5048

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5016

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl D₂ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 13,11
Satuan : ppm

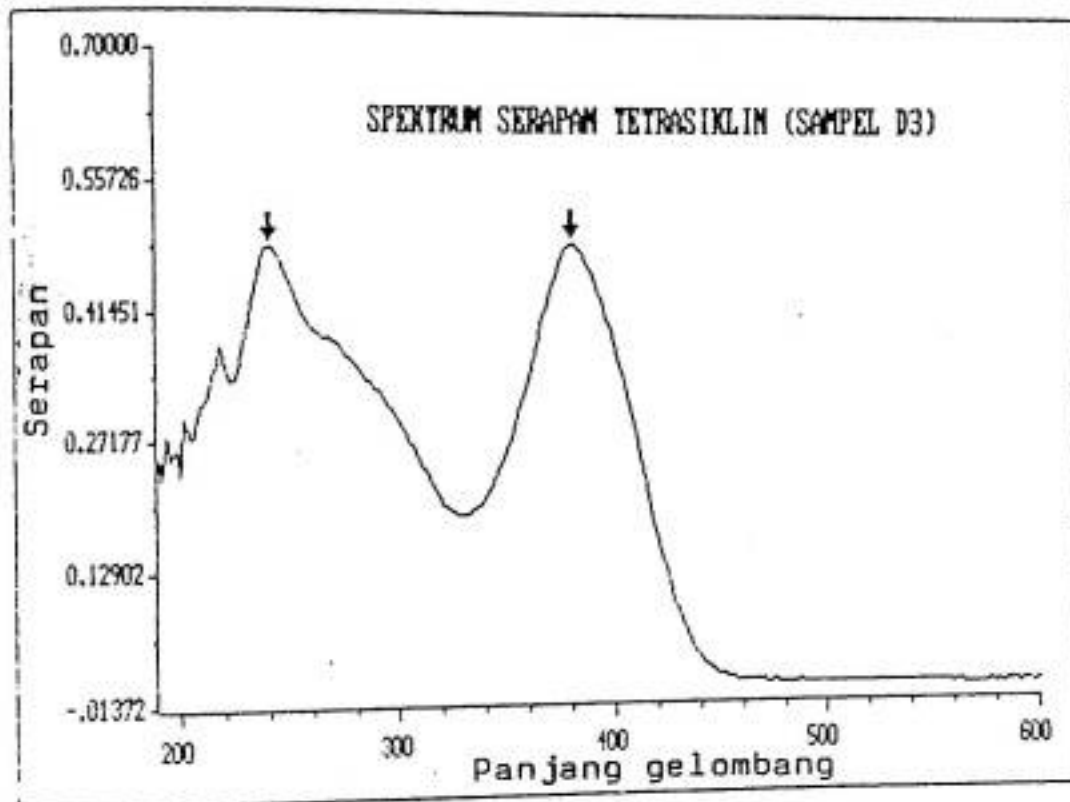


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,4883

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,4911

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl D₃ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 12,98
Satuan : ppm

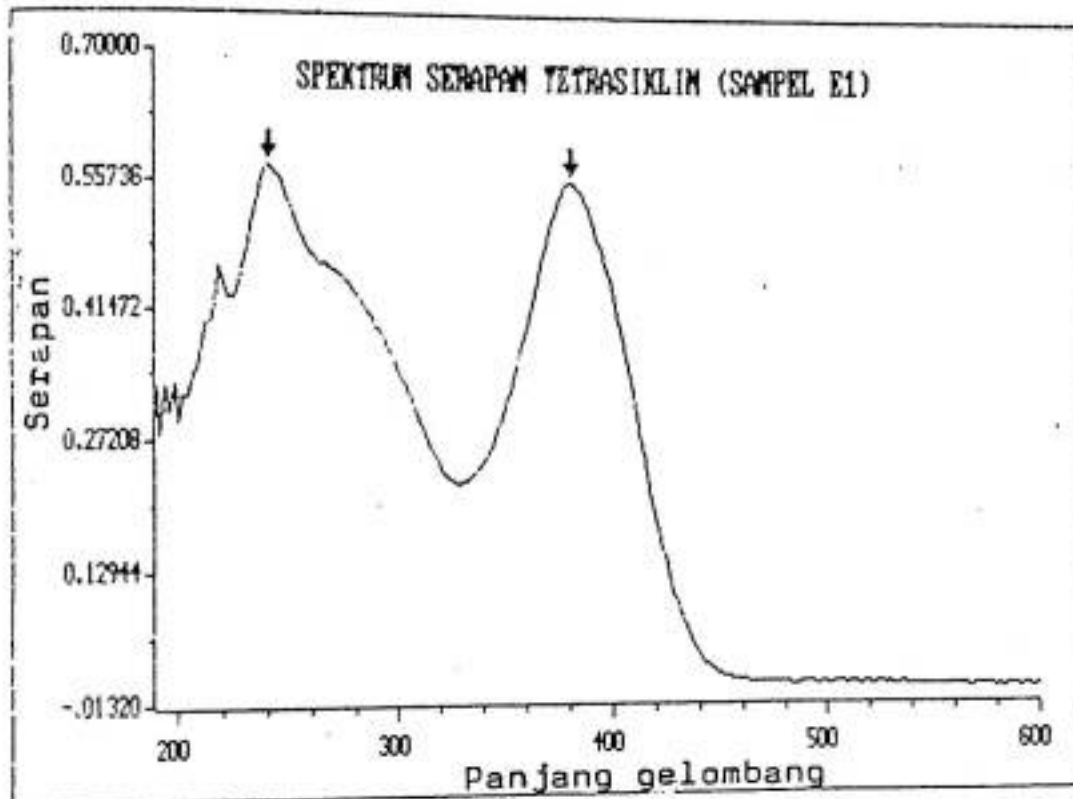


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,4869

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,4894

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl E₁ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 14,46
Satuan : ppm

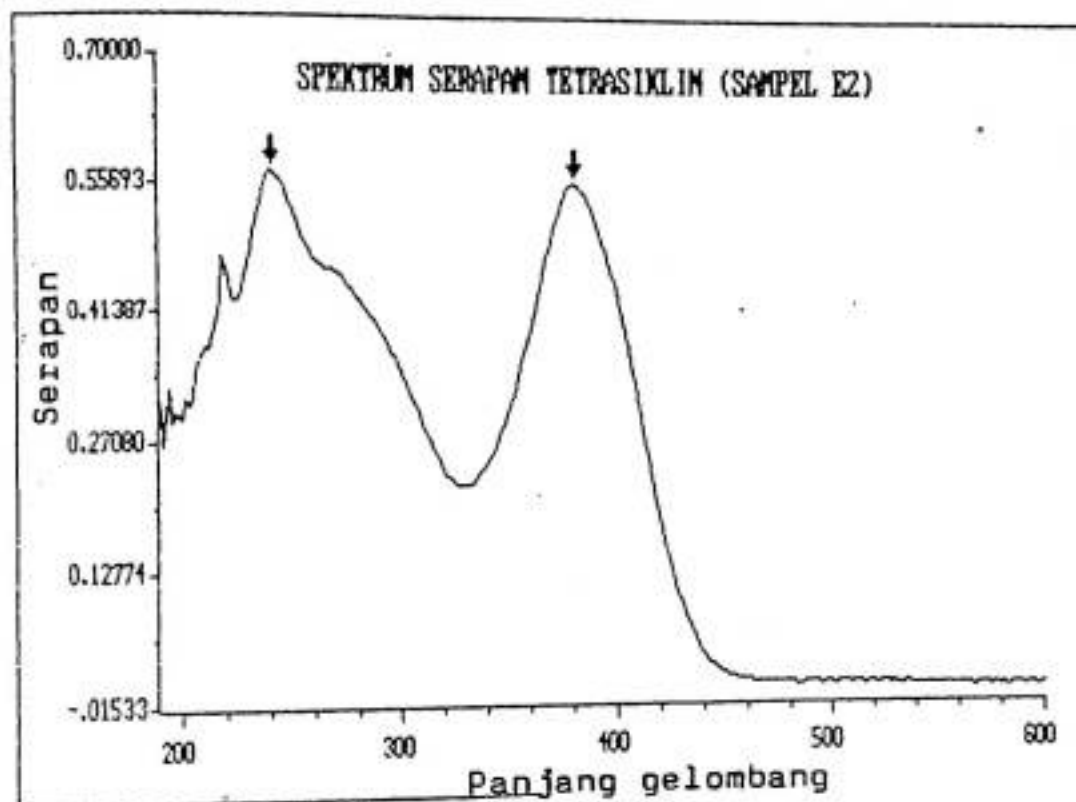


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5738

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5557

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl E₂ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 14,84
Satuan : ppm

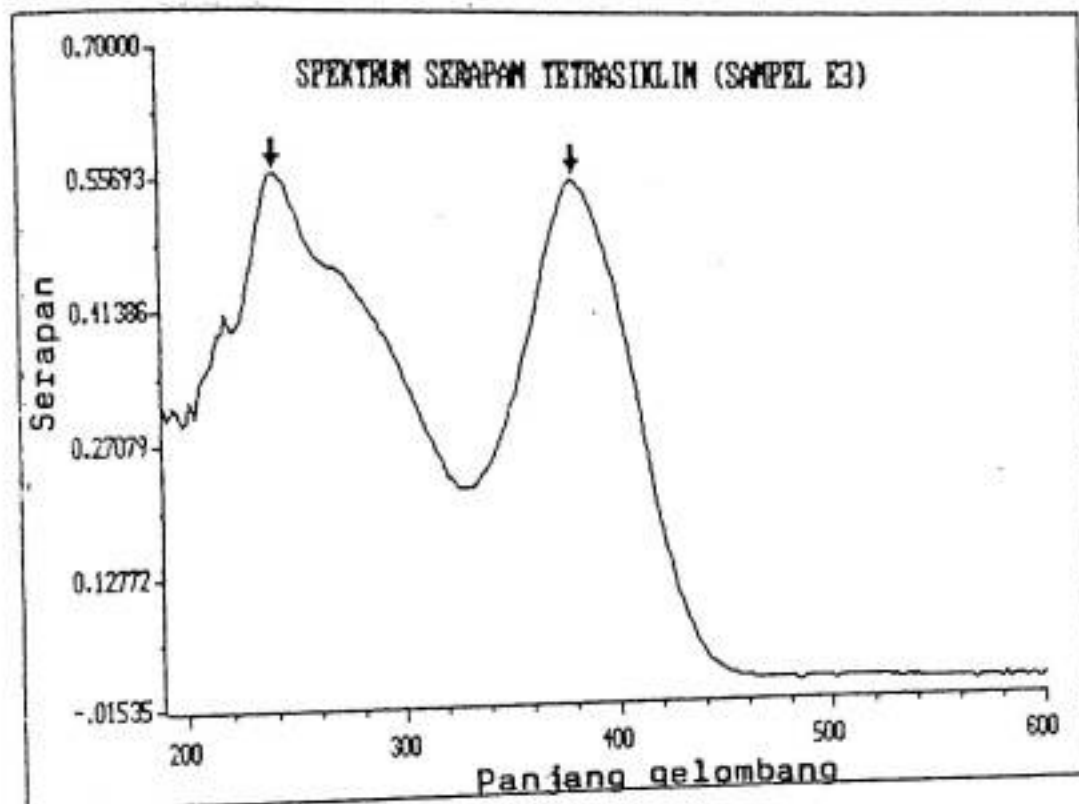


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5698

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5558

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl E₃ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 14,78
Satuan : ppm

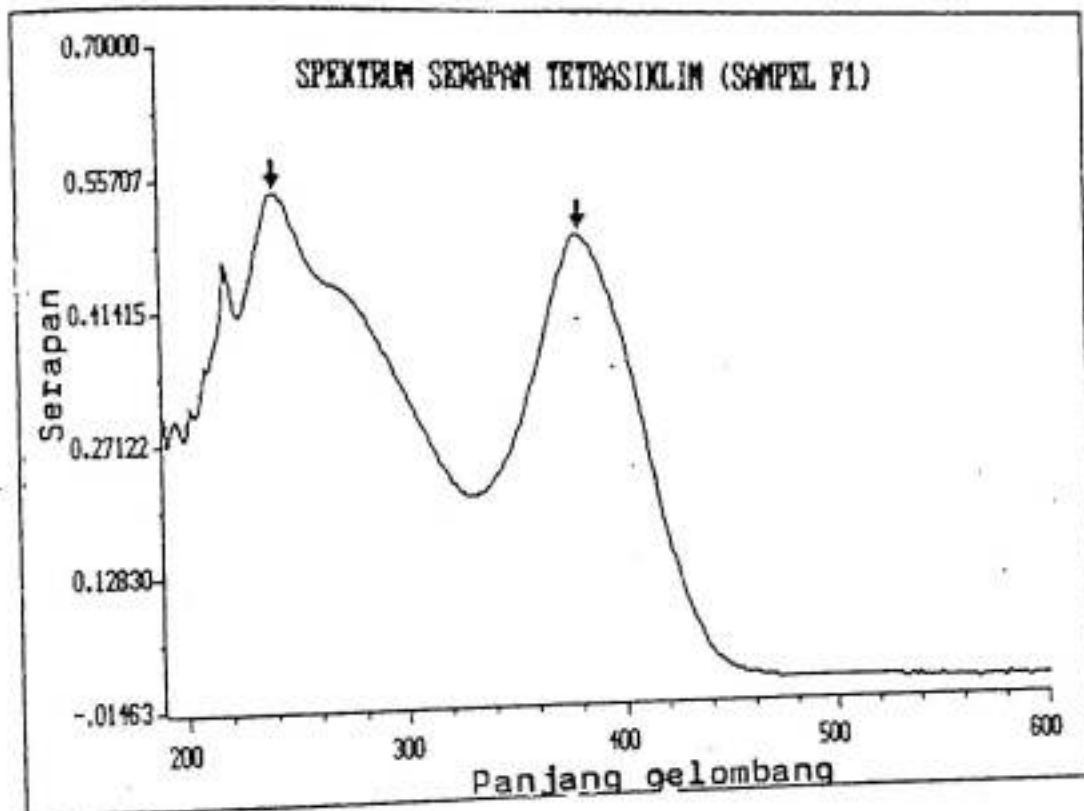


Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5654

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5566

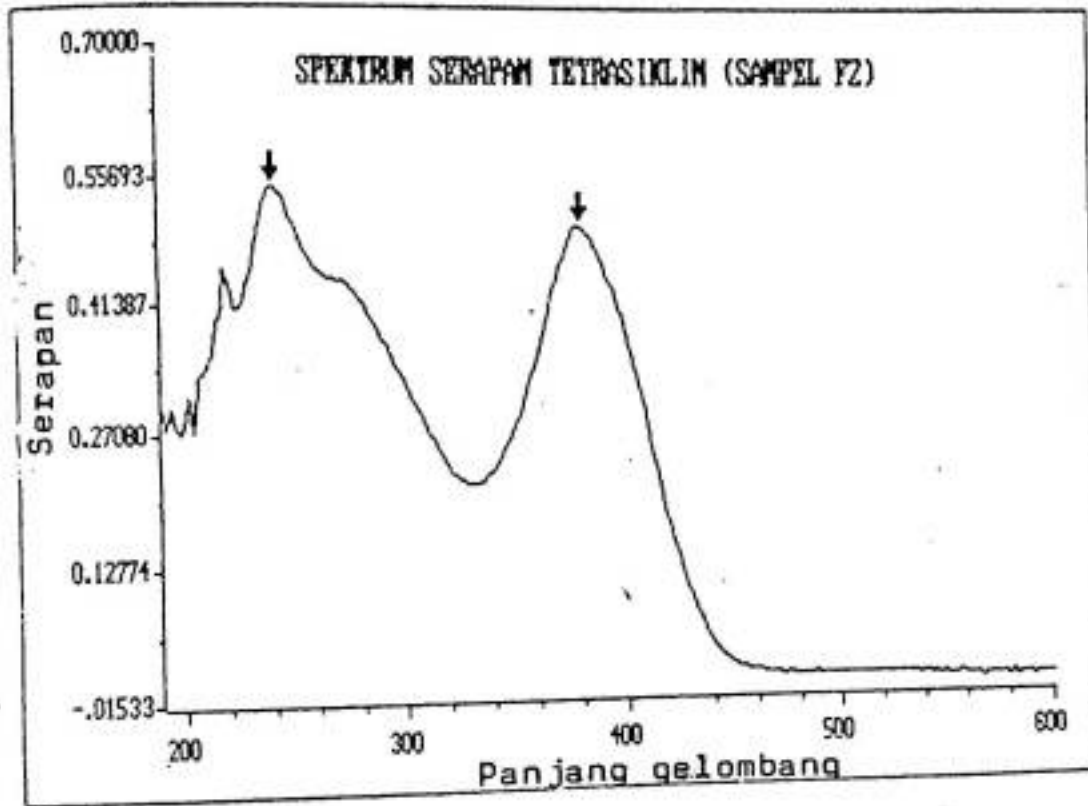
Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl F₁ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 12,99
Satuan : ppm



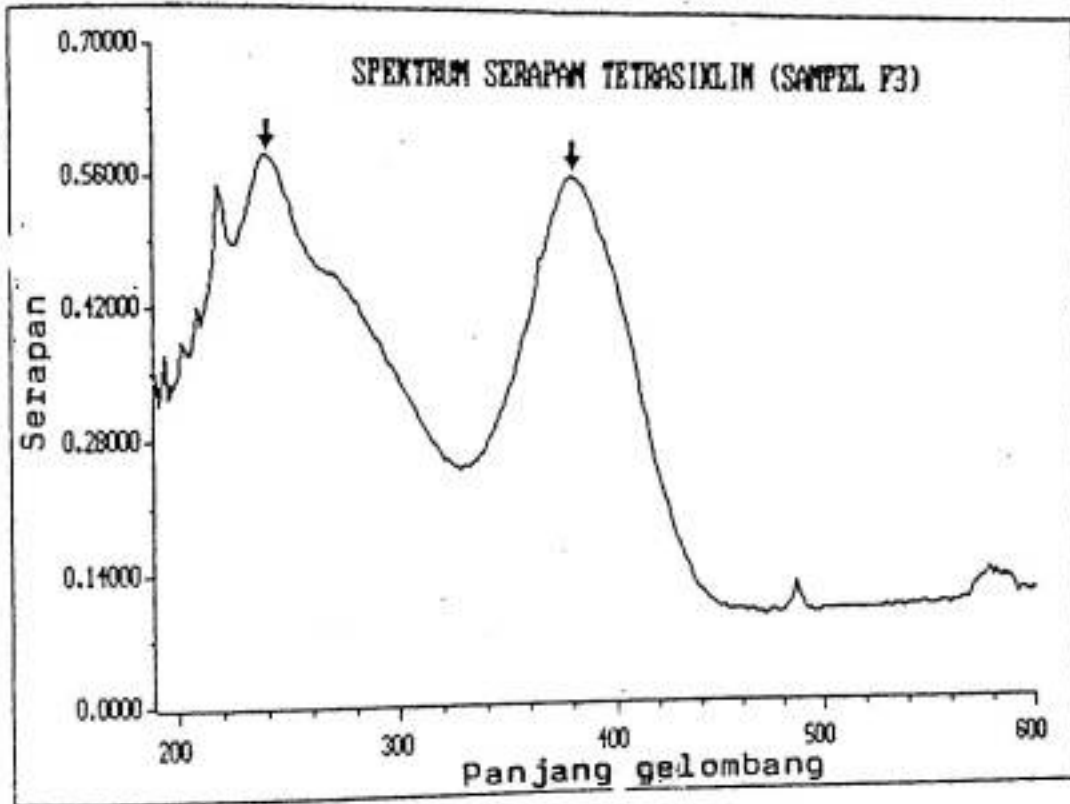
Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5443
Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,4991
Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl F₂ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 13,41
Satuan : ppm



Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5464
Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5023
Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Nama sampel : Tetrasiklin HCl F₃ Fungsi : Serapan
Nama pelarut : Air Std. deviasi : -
Konsentrasi : 14,89
Satuan : ppm



Panjang gelombang = 240 nm Serapan = 0,5849

Panjang gelombang = 380 nm Serapan = 0,5617

Gambar II. Spektrum serapan tetrasiklin hidroklorida

Lampiran A. Perhitungan hasil analisis kadar tetrasiklin hidroklorida dalam ppm secara spektrofotometri ultra violet

$$C_x = \frac{A_x}{A_{st}} \times C_{st}$$

Keterangan :

C_x = Kadar zat x

A_x = Serapan zat x

A_{st} = Serapan zat murni

Sediaan kapsul

1. Tetrasiklin HCl A

a. Pada 380 nm

$$A_x = 0,6004$$

$$A_{st} = 0,5762$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

C_x = Kadar tetrasiklin HCl A₁

$$C_x = \frac{0,6004}{0,5762} \times 15 = 15,62 \text{ ppm}$$

b. Pada 380 nm

$$A_x = 0,6037$$

$$A_{st} = 0,5616$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

C_x = Kadar tetrasiklin HCl A₂

$$C_x = \frac{0,6037}{0,5616} \times 15 = 16,12 \text{ ppm}$$



c. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5970$$

$$A_{st} = 0,5655$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl } A_3$$

$$C_x = \frac{0,5970}{0,5655} \times 15 = 15,83 \text{ ppm}$$

2. Tetrasiklin HCl B

a. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5861$$

$$A_{st} = 0,5762$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl } B_1$$

$$C_x = \frac{0,5861}{0,5762} \times 15 = 15,25 \text{ ppm}$$

b. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5883$$

$$A_{st} = 0,5616$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl } B_2$$

$$C_x = \frac{0,5883}{0,5616} \times 15 = 15,71 \text{ ppm}$$

c. Pada 380 nm

$$A = 0,5876$$

$$A = 0,5655$$

$$C = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl } B_3$$

$$C_x = \frac{0,5876}{0,5655} \times 15 = 15,58 \text{ ppm}$$

3. Tetrasiklin HCl C

a. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5998$$

$$A_{st} = 0,5762$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl } C_1$$

$$C_x = \frac{0,5998}{0,5762} \times 15 = 15,61 \text{ ppm}$$

b. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5883$$

$$A_{st} = 0,5616$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl } C_2$$

$$C_x = \frac{0,5883}{0,5616} \times 15 = 15,58 \text{ ppm}$$

c. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5921$$

$$A_{st} = 0,5655$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl } C_3$$

$$C_x = \frac{0,5921}{0,5655} \times 15 = 15,70 \text{ ppm}$$

4. Tetrasiklin HCl D

a. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5016$$

$$A_{st} = 0,5762$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl D}_1$$

$$C_x = \frac{0,5016}{0,5762} \times 15 = 13,05 \text{ ppm}$$

b. Pada 380 nm

$$A_x = 0,4911$$

$$A_{st} = 0,5616$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl D}_2$$

$$C_x = \frac{0,4911}{0,5616} \times 15 = 13,11 \text{ ppm}$$

c. Pada 380 nm

$$A_x = 0,4894$$

$$A_{st} = 0,5655$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl D}_3$$

$$C_x = \frac{0,4894}{0,5616} \times 15 = 12,98 \text{ ppm}$$

5. Tetrasiklin HCl E

a. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5557$$

$$A_{st} = 0,5762$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl } E_1$$

$$C_x = \frac{0,5557}{0,5762} \times 15 = 14,46 \text{ ppm}$$

b. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5558$$

$$A_{st} = 0,5616$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl } E_2$$

$$C_x = \frac{0,5558}{0,5616} \times 15 = 14,84 \text{ ppm}$$

c. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5566$$

$$A_{st} = 0,5655$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl } E_3$$

$$C_x = \frac{0,5566}{0,5655} \times 15 = 14,76 \text{ ppm}$$

6. Tetrasiklin HCl F

a. Pada 380 nm

$$A_x = 0,4991$$

$$A_{st} = 0,5762$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl F}_1$$

$$C_x = \frac{0,4991}{0,5762} \times 15 = 12,99 \text{ ppm}$$

b. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5023$$

$$A_{st} = 0,5616$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl F}_2$$

$$C_x = \frac{0,5023}{0,5616} \times 15 = 13,41 \text{ ppm}$$

c. Pada 380 nm

$$A_x = 0,5617$$

$$A_{st} = 0,5655$$

$$C_{st} = 15 \text{ ppm}$$

$$C_x = \text{Kadar tetrasiklin HCl F}_3$$

$$C_x = \frac{0,5617}{0,5655} \times 15 = 14,89 \text{ ppm}$$

Lampiran B. Analisis data kadar tetrasiklin hidroklorida secara rancangan acak lengkap

Pengulangan	Perlakuan						Jumlah
	A	B	C	D	E	F	
1	15,62	15,25	15,61	13,05	14,46	12,99	86,98
2	16,12	15,71	15,58	13,11	14,84	13,41	88,77
3	15,83	15,58	15,70	12,98	14,76	14,89	89,74
Jumlah	47,57	46,54	46,89	39,14	44,06	41,29	265,49
Rata-rata	15,856	15,513	15,630	13,046	14,686	13,763	

$$JK \text{ rata-rata} = \frac{(265,49)^2}{18} = \frac{70484,9401}{18} = 3915,83$$

$$JK \text{ perlakuan} = \frac{(47,57)^2}{3} + \frac{(46,54)^2}{3} + \frac{(46,89)^2}{3} + \frac{(39,14)^2}{3} + \frac{(44,06)^2}{3} + \frac{(41,29)^2}{3} - 3915,83 = 19,3819$$

$$JK \text{ total} = (15,62)^2 + (16,12)^2 + (15,83)^2 + (15,25)^2 + (15,71)^2 + (15,58)^2 + (15,61)^2 + (15,58)^2 + (15,70)^2 + (13,05)^2 + (13,11)^2 + (12,98)^2 + (14,46)^2 + (14,84)^2 + (14,76)^2 + (12,99)^2 + (13,41)^2 + (14,89)^2 - 3915,83 = 21,7093$$

$$JK \text{ sisa} = 21,7093 - 19,3819 = 2,3274$$

TABEL ANAVA

SK	DB	JK	KR	FH	Ft	
					5%	1%
Perlakuan	5	19,3819	3,87638	19,9865**	3,11	5,06
Sisa	12	2,3274	0,19395			
Total	17	21,7093				

Keterangan :

SK = Sumber keseragaman

DB = Derajat bebas

JK = Jumlah kuadrat total

KR = Kuadrat tengah

FH = Faktor hitung

Ft = Faktor tabel

Ft (5, 12) 5% = 2,179

1% = 3,055

FH > Ft berarti signifikan, kesimpulan : H_0 ditolak
 H_1 diterima

Rumus ; BNT = $t_{DB} \sqrt{2E/n}$

DB sisa = 12

Dari daftar distribusi t, dengan DB sisa = 12 diperoleh

untuk $t_{0,05} = 2,170$

untuk $t_{0,01} = 3,055$

sehingga :

$$BNT = t_{0,05} \sqrt{2 E/n} = 2,170 \sqrt{\frac{2 \times 0,19395}{6}} = 0,5518$$

$$\text{BNT} = t_{0,01} \sqrt{2 E/n} = 3,055 \sqrt{\frac{2 \times 0,19395}{6}} = 0,7768$$

$$\text{BNT A dengan B} = 15,856 - 15,513 = 0,3433^0$$

$$\text{BNT A dengan C} = 15,856 - 15,630 = 0,2267^0$$

$$\text{BNT A dengan D} = 15,856 - 13,046 = 2,8100^{**}$$

$$\text{BNT A dengan E} = 15,856 - 14,686 = 1,1700^{**}$$

$$\text{BNT A dengan F} = 15,856 - 13,763 = 2,0934^{**}$$

$$\text{BNT B dengan C} = 15,513 - 15,630 = 0,1167^0$$

$$\text{BNT B dengan D} = 15,513 - 13,046 = 2,4446^{**}$$

$$\text{BNT B dengan E} = 15,513 - 14,686 = 0,8266^{**}$$

$$\text{BNT B dengan F} = 15,513 - 13,763 = 1,7500^{**}$$

$$\text{BNT C dengan D} = 15,630 - 13,046 = 2,5833^{**}$$

$$\text{BNT C dengan E} = 15,630 - 14,686 = 0,9433^{**}$$

$$\text{BNT C dengan F} = 15,630 - 13,763 = 1,8667^{**}$$

$$\text{BNT D dengan E} = 13,046 - 14,686 = 1,6400^*$$

$$\text{BNT D dengan F} = 13,046 - 13,763 = 0,7166^{**}$$

$$\text{BNT E dengan F} = 14,686 - 13,763 = 0,9234^{**}$$

Lampiran C. Tabel uji beda nyata terkecil (BNT)

	A	B	C	D	E	F
A		0,3433 ^o	0,2267 ^o	2,8100 ^{**}	1,1700 ^{**}	2,0934 ^{**}
B			0,1167 ^o	2,4666 ^{**}	0,8266 ^{**}	1,7500 ^{**}
C				2,5833 ^{**}	0,9433 ^{**}	1,8677 ^{**}
D					1,6400 ^{**}	0,7166 [*]
E						0,9234 ^{**}
F						

Keterangan :

$BNT_{0,05} = 0,5518$

$BNT_{0,01} = 0,7768$

* = Signifikan (berbeda nyata)

** = Sangat signifikan (sangat berbeda nyata)

o = Non signifikan (tidak berbeda nyata)

