



PROSIDING

SEMINAR NASIONAL KIMIA 2011

**“ Penerapan Ilmu Kimia Dalam Menjawab
Tantangan Pembangunan Nasional “**



**Program Studi Pendidikan Kimia
Universitas Pattimura
Ambon, 28 Nopember 2011**

UJI PENETAPAN KADAR PARACETAMOL DAN DEXTROMETHORPHAN DALAM CAMPURAN SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

¹Untung Eka Putra, ²Lasmaryana Sirumapea

ABSTRAK

Telah dilakukan evaluasi penetapan kadar sediaan edar campuran paracetamol dan dextromethropan HBr menggunakan metode spektrofotometri uv-vis. Pelarut yang digunakan adalah aquabides. Pengamatan gugus fungsi dilakukan dengan spektrofotometri IR. Faktor ekstingsi parasetamol dan dextromethropan HBr didapat secara berturut-turut adalah 59919 dan 5471. Angka perolehan kembali baku parasetamol dan dextromethropan HBr adalah 120% dan 132% sedangkan angka perolehan kembali pada sediaan campuran adalah 90% dan 118%.

Kata kunci : spektrofotometri uv, koefisien ekstingsi, *recovery*

PENDAHULUAN

Kebanyakan sediaan farmasi mengandung lebih dari satu jenis bahan aktif dalam satu bentuk sediaan. Parasetamol dan dextromethorphan HBr yang terdapat dalam satu kemasan dapat ditentukan kadarnya dengan berbagai cara. Penentuan kadar campuran keduanya dapat dilakukan dengan metode HPLC dan spektrofotometri UV. Secara spektrometris, parasetamol dan dextrometropan HBr memiliki panjang gelombang yang berdekatan. Pengukuran dengan metode HPLC lebih akurat dan sensitif namun memerlukan alat dan metode yang lebih sulit dan mahal. Sementara metode UV-Vis relatif lebih mudah, murah dan sederhana. Untuk pengukuran dengan menggunakan UV pada senyawa yang memiliki panjang gelombang berdekatan dilakukan dengan pendekatan suatu metode yang sudah valid. Menurut Lambert-Beer.

TINJAUAN PUSTAKA

Spektrofotometri UV merupakan salah satu metoda yang digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif suatu senyawa obat karena mempunyai keuntungan yaitu sensitive, selektif, akurat, teliti, dan cepat bila dibandingkan metoda konvensional lainnya seperti titrimetri dan

gravimetri (Skoog, et. Al.,1994). Spektrofotometri serap adalah pengukuran serapan
Prosiding Seminar Nasional Kimia 2011
ISBN : 978-602-19755-0-3

radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang tertentu. Pengukuran serapan dapat dilakukan pada daerah ultraviolet (panjang gelombang 190 nm – 380 nm) atau pada daerah cahaya tampak yaitu pada panjang gelombang 380 nm – 780 nm. Apabila molekul disinari dengan cahaya yang mempunyai banyak panjang gelombang, molekul akan menyerap cahaya dengan panjang gelombang tertentu yang sesuai dengan pemindahan energi molekuler yang diperkenankan, sedangkan panjang gelombang lain akan dipancarkan atau dilewatkan (Depkes. RI, 1979).

Secara spektrofotometri senyawa murni parasetamol dan dextromethorpan HBr memiliki panjang gelombang yang berdekatan sehingga memungkinkan melakukan pengukuran dengan metode UV. Untuk pengukuran dengan menggunakan UV pada senyawa yang memiliki panjang gelombang berdekatan dilakukan dengan pendekatan suatu metode yang sudah valid. Menurut Lambert-Beer, pengukuran dua buah senyawa secara bersama-sama dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan (Ibnu, 2009) :

$$A_{\lambda_1} = (a_1c_1)\lambda_1 + (a_2c_2)\lambda_1 \dots \dots \dots (\text{pers 1.1})$$

$$A_{\lambda_2} = (a_1c_1)\lambda_2 + (a_2c_2)\lambda_2 \dots \dots \dots (\text{pers 1.2})$$

Dimana :

- c_1 : konsentrasi senyawa 1
- c_2 : konsentrasi senyawa 2
- $(a_1)\lambda_1$: absorptivitas senyawa 1 pada panjang gelombang pertama
- $(a_1)\lambda_2$: absorptivitas senyawa 1 pada panjang gelombang kedua
- $(a_2)\lambda_1$: absorptivitas senyawa 2 pada panjang gelombang pertama
- $(a_2)\lambda_2$: absorptivitas senyawa 2 pada panjang gelombang kedua
- A_{λ_1} : absorptivitas senyawa campuran pada panjang gelombang pertama
- A_{λ_2} : absorptivitas senyawa campuran pada panjang gelombang kedua

Farmakope mensyaratkan kandungan bahan utama obat adalah parasetamol tidak kurang dari 98,0% dan tidak lebih dari 101,0% $C_8H_9NO_2$ sedangkan dextromethorphan HBr tidak kurang dari 98,0% dan tidak lebih dari 102,0% $C_{16}H_{25}NO \cdot HBr$. Untuk menguji kandungan ini diperlukan pengukuran yang akurat. Pengukuran dengan metode spektroskopi UV adalah cukup baik untuk memenuhi persyaratan keakuratan (Depkes RI, 1979).

Sebagai acuan, dilakukan penetapan nilai recovery yang nantinya dicobakan pada sediaan. Dari hasil perhitungan recovery dapat diketahui apakah metode UV yang digunakan untuk penetapan kadar selanjutnya dapat digunakan untuk pemeriksaan rutin kadar sediaan.

METODE PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan adalah : parasetamol baku, dextromethorphan hidrobromidum baku, parasetamol tablet, dextromethorphan hidrobromidum tablet, aquadest.

Metode pengamatan yang dilakukan adalah :

A. Pengambilan sampel

Sampel parasetamol dan dextromethorphan HBr dalam sediaan baku diperoleh dari pabrik obat di kota Bandung (Jawa Barat). Tablet merek dagang yang mengandung parasetamol dan dextromethorphan HBr dari beberapa merek sebanyak 2 macam yang diperoleh dari toko obat di kota Palembang.

B. Pemeriksaan bahan baku parasetamol dan dextromethorphan HBr

Pemeriksaan bahan baku parasetamol dan dextromethorphan hydrobromidum dilakukan menurut persyaratan yang terdapat pada Farmakope Indonesia edisi IV meliputi : pemeriaan, kelarutan, identifikasi dan lain-lain sesuai dengan tercantum pada monografi masing-masing.

C. Pembuatan larutan induk dan penentuan panjang gelombang serapan maksimum

1. Membuat larutan induk parasetamol

Di timbang 100 mg parasetamol, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, dan dilarutkan dengan air (aquadest) sampai tanda batas, dan dikocok hingga homogen. Diperoleh larutan dengan konsentrasi 1000 ppm untuk larutan induk. Dipipet 1 ml diencerkan dengan air suling dalam labu ukur 100 ml sampai tanda batas, diperoleh larutan dengan konsentrasi 10 ppm untuk larutan standar. Diukur serapan larutan dengan spektrofotometer UV pada panjang gelombang antara 250– 300 nm, menggunakan blangko etanol, lalu dibuat spectrum serapannya.

2. Membuat larutan induk dextromethorphan HBr

Di timbang 100 mg dextromethorphan hydrobromidum, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, dan dilarutkan dengan air (aquadest) sampai tanda batas, dan dikocok hingga homogen. Diperoleh larutan dengan konsentrasi 1000 ppm untuk larutan induk. Dipipet 10 ml diencerkan dengan air suling dalam labu ukur 100 ml sampai tanda batas, di peroleh larutan dengan konsentrasi 100 ppm untuk larutan standar. Diukur serapan larutan dengan spektrofotometer UV pada panjang gelombang antara 250 – 300 nm, menggunakan blangko etanol, lalu dibuat spektrum serapannya.

D. Penentuan Parameter Hitung

Metoda yang digunakan dalam penetapan kadar secara spektrofotometri UV-Vis. Dimana data serapan yang diperoleh digunakan untuk menghitung kadar dengan menggunakan pembuatan kurva kalibrasi standar. Dengan mengetahui koefisien ekstingsi spesifik masing-masing senyawa, menggunakan hukum Lambert Beer, yaitu:

$$A = E_{1\text{ cm}}^{1\%} \cdot b \cdot C$$

Dimana :	A	: Absorban (serapan)
	$E_{1\text{ cm}}^{1\%}$: Koefisien ekstingsi spesifik ($\text{ml g}^{-1} \text{cm}^{-1}$)
	b	: Tebal kuvet (cm)
	C	: Konsentrasi ($\frac{g}{100\text{ml}}$)

Maka dapat ditentukan konsentrasi masing-masing cuplikan dengan metode regresi linear.

E. Penetapan Kadar Sediaan Secara Spektrofotometri

Penetapan kadar sediaan dilakukan dengan cara sebagai berikut:

Timbang tablet merek dagang A dan B sebanyak 10 tablet yang mengandung Parasetamol dan Dextromethorphan HBr, ditentukan berat rata-rata 1 tablet, lalu dihaluskan dalam lumpang hingga berbentuk serbuk. Kemudian ditimbang serbuk tablet A dan B setara dengan berat 1 tablet. Dilarutkan dengan air suling dalam erlemeyer 50 ml, larutan disaring dengan kertas saring ke dalam labu ukur 100 ml, dicuci sisanya dengan air suling, dicukupkan dengan air suling sampai tanda batas. Diukur serapan dengan spektrofotometri UV pada panjang gelombang serapan maksimum, menggunakan blangko air suling. Pengukuran masing-masing sampel dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

F. Penetapan Perolehan Kembali Campur Parasetamol dan Dextromethorphan HBr (Recovery)

1. Parasetamol

Penetapan perolehan kembali (recovery) parasetamol dilakukan sebagai berikut: ditimbang 100 mg bahan baku parasetamol lalu dilarutkan dalam labu ukur 100 ml dengan air suling sampai tanda batas diperoleh larutan dengan konsentrasi 1000 ppm untuk larutan induk. Larutan diatas kemudian diencerkan dengan konsentrasi 1 ppm, 2 ppm, 5 ppm, 8 ppm,

dan 10 ppm untuk larutan standard. Lalu diukur serapan larutan pada panjang gelombang serapan maksimum menggunakan blangko air suling. Setiap konsentrasi dilakukan dengan tiga kali pengulangan.

2. Dextromethorphan HBr

Penetapan perolehan kembali (recovery) dextromethorphan HBr dilakukan sebagai berikut: ditimbang 100 mg bahan baku dextromethorphan HBr lalu dilarutkan dalam labu ukur 100 ml dengan air suling sampai tanda batas diperoleh larutan dengan konsentrasi 1000 ppm untuk larutan induk. Dipipet 10 ml diencerkan dengan air suling dalam erlemeyer 50 ml, lalu larutan tersebut disaring dengan kertas saring kedalam labu ukur 100 ml, dicuci sisanya dengan air suling, lalu dicukupkan dengan air suling sampai tanda batas diperoleh larutan dengan konsentrasi 100 ppm, untuk larutan standar. Lalu diukur serapan larutan pada panjang gelombang serapan maksimum menggunakan blangko air suling. Lakukan tiga kali pengulangan.

Penetapan perolehan kembali (recovery) diatas dilakukan 2 tahap dengan konsentrasi yang berbeda seperti dibawah ini :

Tahap 1 :

Parasetamol (ppm)	Dextromethorphan HBr(ppm)
1	100
2	100
4	100
5	100
6	100
8	100
10	100

Tahap 2:

Parasetamol (ppm)	Dextromethorphan HBr(ppm)
10	50
10	60
10	75
10	80
10	100
10	120
10	125

Hitung recoverynya dari masing- masing tahap diatas.

G. Penetapan Kadar Sediaan Tunggal Parasetamol Dan Dextromethorphan HBr

1. Timbang 10 tablet parasetamol dan dextromethorphan HBr dengan berat masing-masing 500 mg dan 12 mg
2. Larutkan dalam 100 ml
3. Diukur serapan masing-masing

HASIL DAN PEMBAHASAN

HASIL

Pemeriksaan Bahan Baku

Hasil pemeriksaan bahan baku parasetamol dan dextromethorphan HBr dalam penelitian ini sesuai dengan persyaratan yang ditentukan Farmakope Indonesia IV

Penentuan Panjang Gelombang Serapan Masing-Masing Parasetamol dan Dextromethorphan HBr

Hasil penentuan panjang gelombang serapan maksimum parasetamol pada panjang gelombang 242,60 nm mempunyai serapan 0,584 dan dextromethorphan HBr pada panjang gelombang 277,80 nm mempunyai serapan 0,555.

Kurva Kalibrasi

a. Untuk Parasetamol

Kurva kalibrasi parasetamol dari hasil pengukuran serapan pada panjang gelombang 242,60 nm dengan berbagai konsentrasi didapatkan persamaan regresi $Y = 0,058x + 0,007$, dan nilai korelasinya $(r) = 0,998$,

Pengukuran Kandungan Bahan Aktif Sediaan Parasetamol

No	Sampel	Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi pada label	%R
1	Pct-1	412	500	82,4
2	Pct-2	427	500	85,4
3	Pct-3	445	500	89,0

b. Untuk Dextromethorphan HBr

Kurva kalibrasi dextromethorphan HBr dari hasil pengukuran serapan pada panjang gelombang 277,80 nm dengan berbagai konsentrasi didapatkan persamaan regresi : $Y = 0,005x - 0,011$, dan nilai korelasinya $(r) = 0,998$.

❖ Pengukuran Kandungan Bahan Aktif Sediaan Dekstromethorphan HBr

No	Sampel	Absorban	Konsentrasi (ppm)	%R
1	Dec-1	0,629	128,0	106,6
2	Dec-2	0,629	128,0	106,6
3	Dec-3	0,630	128,2	106,8

❖ Pengukuran Kandungan Bahan Aktif Sediaan Dekstromethorphan HBr

No	Sampel	Konsentrasi pada etiket (ppm)	Konsentrasi (ppm)	%R
1	Dec-1	12	12,80	106,6
2	Dec-2	12	12,80	106,6
3	Dec-3	12	12,82	106,8

Perhitungan Koefisien Ekstingsi Spesifik Parasetamol dan Dextromethorphan HBr

Dari hasil pengukuran serapan pada masing-masing panjang gelombang maka akan didapatkan koefisien ekstingsi spesifik.

Tabel 1.3. Hasil pengukuran Koefisien Ekstingsi

No	Zat	Nilai E	
		Baku	Tablet
1	Parasetamol	59.919	60.600
2	Dextromethorphan HBr	5.471	6.760

Perhitungan Perolehan kembali Zat Campuran Antara Parasetamol dan Dextromethorphan HBr

Pengujian 1 :

Campuran	Komposisi		Absorban		%R	
	PCT (ppm)	DEX (ppm)	242,6	277,8	PCT (%)	Dex (%)
1	1	100	0,122	0,685	110	123
2	2	100	0,175	0,684	101	120
3	4	100	0,288	0,683	97,5	120
4	5	100	0,310	0,683	86	110
5	6	100	0,395	0,685	95,8	113
6	8	100	0,511	0,684	96,25	112,6
7	10	100	0,778	0,684	120	132

Pengujian 2 :

Campuran	Komposisi		Absorban		%R	
	PCT (ppm)	DEX (ppm)	242,6	277,8	PCT (%)	Dex (%)
1	10	50	0,774	0,415	125	112
2	10	60	0,773	0,483	124	111,6
3	10	75	0,776	0,574	123	116
4	10	80	0,775	0,598	123	106,25
5	10	100	0,778	0,684	120	132
6	10	120	0,778	0,783	121	98,3
7	10	125	0,777	0,823	120	103,92

Hasil Analisa IR dari Parasetamol dan Dextromethorphan HBr

Hasil pemeriksaan bahan baku parasetamol dan dextromethorphan HBr dalam penelitian ini sesuai dengan persyaratan yang ditentukan oleh spektrofotometer IR, dan sesuai dengan gugus utama yang terkandung dalam paracetamol dan dextrometrophan HBr

PEMBAHASAN

Pada penelitian ini menggunakan parasetamol dan dextromethorphan HBr karena pada umumnya kombinasi obat ini sering digunakan untuk menyembuhkan penyakit yang umum terjadi pada masyarakat dan zat ini mempunyai panjang gelombang yang berdekatan.

Panjang gelombang serapan maksimum ditentukan terlebih dahulu dengan menggunakan parasetamol dan dextromethorphan HBr baku, hasil yang diperoleh 242,60 nm dan 277,80 nm dengan serapan 0,584 untuk parasetamol dan 0,555 untuk dextromethorphan HBr. Kurva kalibrasi didapatkan untuk parasetamol $Y = 0,058X + 0,007$ dan untuk dextromethorphan HBr $Y = 0,005X - 0,011$.

Selanjutnya diukur serapan parasetamol dan dextromethorphan HBr pada kedua panjang gelombang (242,60 nm dan 277,80 nm). Pengukuran ini dilakukan untuk parasetamol pada kedua panjang gelombang, dan dextromethorphan HBr pada kedua panjang gelombang. Tujuannya adalah untuk menentukan nilai koefisien ekstingsi spesifik dari dua zat tersebut pada kedua panjang gelombang, yang nantinya akan digunakan untuk menetapkan kadar campuran kedua zat tersebut dengan persamaan 1.1 dan 1.2. koefisien ekstingsi spesifik yang digunakan adalah nilai koefisien ekstingsi spesifik rata-rata dari berbagai konsentrasi. Pengukuran serapan pada kedua panjang gelombang ini menunjukkan kecenderungan peningkatan dengan naiknya konsentrasi. Dilanjutkan lagi dengan menggunakan parasetamol tablet dan dextromethorphan HBr tablet yang dicampur kemudian diukur abbsorbannya

dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Dari absorban yang diperoleh pada pengukuran maka dapat dihitung zat yang dicampuran antara parasetamol tablet dan dextromethorphan HBr tablet dengan menggunakan rumus analisa campuran dua variabel. Perhitungan perolehan kembali campuran parasetamol dan dextromethorphan HBr menunjukkan angka untuk bahan baku parasetamol 10 ppm nilai perolehan kembali 120% dan untuk bahan dalam tablet parasetamol 10 ppm nilai perolehan kembali 90%. Sedangkan untuk bahan baku dextromethorphan HBr 100 ppm recoverynya 132 % dan untuk bahan dalam tablet 50 ppm 118 %.

Nilai perolehan kembali tidak 100 % untuk bahan baku disebabkan karena kurangnya ketelitian kerja dan kurangnya kemahiran dalam pelaksanaan. Sementara, untuk perolehan kembali sediaan yang tidak mencapai 100 % karena kemungkinan kurangnya sensitivitas dari timbangan kimia analitik dan kemungkinan bisa juga dipengaruhi oleh sampel tersebut. Adanya bahan pengikat, bahan tambahan, dan lain-lain yang tidak diketahui komposisinya sehingga mungkin saja menyerap sinar pada panjang gelombang yang dekat dengan parasetamol dan dextromethorphan HBr.

Hasil penetapan kadar sampel parasetamol yang beredar dipasaran menunjukkan angka rata-rata perolehan kembali yang relatif bagus (85,6%). Hasil penetapan kadar sampel dextromethorphan HBr yang beredar dipasaran menunjukkan angka rata-rata perolehan kembali sebesar 106%. Pada parasetamol, kecilnya angka perolehan kembali kemungkinan disebabkan adanya komposisi zat tambahan (pengikat, pengisi, pewarna dan lain-lain) yang tidak diketahui komposisinya. Hasil analisa IR untuk parasetamol dan dextromethorphan HBr menunjukkan gugus – gugus utama yang terkandung pada kedua senyawa tersebut. Parasetamol pada serapan 3324,68 menunjukkan gugus O-H (alkohol, aldehyd, as karbok), pada 3165 menunjukkan gugus =C-H (aromatik dan alkena), pada 2362,37 menunjukkan gugus C=N

(nitril), pada 1651,73 menunjukkan gugus C=O (turunan karbonil), pada 1615,09 dan 1563,02 menunjukkan gugus C=C, C=N, N-H (alifatik, aromatik, amina, amida, as amino), pada 1508,06 sampai pada 1323,89 menunjukkan gugus N=O dan -CH₂-, -CH₃ (alifatik), 1250,61 sampai 1017,27 menunjukkan gugus C-O-C, C-OH (eter, alkohol, gula).

Dextromethorphan HBr pada serapan 3302,5 menunjukkan gugus O-H (alkohol), pada 2927,41 menunjukkan gugus C-H (alifatik), pada 2663,21 dan 2584,15 menunjukkan gugus P-H (senyawa turunan fosfor, pospfin) dan S-H (tiol), pada 1615,09 menunjukkan gugus C=C, C=N, N-H (alifatik, aromatik, amina, amida, as amino), pada 1500,35 dan 1454,06 menunjukkan gugus N=O, -CH₂-, -CH₃ (alifatik), pada 1293,04 sampai pada 1037,52 menunjukkan gugus C-O-C, C-OH (eter, alkohol, gula).

Analisa dua komponen pada sediaan obat belum berhasil dilakukan, kemungkinan karena banyaknya zat lain yang berfungsi sebagai pengikat, pengisi dan zat tambahan lainnya yang mempengaruhi senyawa sehingga perlu dilakukan ekstraksi zat aktif terlebih dahulu.

DAFTAR PUSTAKA

- Autherhoff, H., Kovar, A (1987). *Identifikasi Obat*, Edisi IV. Bandung : Innstitut Teknologi Bandung.
- Dachriyanus, Dr. (2004). *Analisa Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Andalas University Press, Padang.
- Departemen Kesehatan RI, 1979, *Farmakope Indonesia*, Edisi III, Dirjen POM, RI, Jakarta.
- Departemen Kesehatan RI, 1995, *Farmakope Indonesia*, ed. IV, Jakarta
- Departemen Kesehatan RI, 2000, *Informatorium Obat Nasional Indonesia*. CV. Sagung Seto, Jakarta.
- Ganiswara, S.G., 1995, *Farmakologi dan Terapi*, ed. 4, UI press, Jakarta.
- GG., Ibnu, Apt.,DEA. DR. Prof. 2009, *Kimia Farmasi Analisa*, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Harkness, Richard. 1989, *Interaksi Obat*, diterjemahkan oleh Goeswin Agoes dan Mathilda B. Widiyanto. ITB, Bandung.

- Palvia, D. L. , Lampman, G. M, 1986, “ *Introduction to Organik Laboratory Technique,*” Third Edition Western Washington University, Washington, Ritasas K.
- Skoog, Douglas A., et. Al., 1994, *Analytical Chemistry an Indroduction,* ed IV, Internasional Edition, Harcrount Brace College Publishers, Philadelphia.
- Soewandhi, S. N., 2005, *Kristalografi Farmasi 2,* Penerbit Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Wenas, 1999, *Kelainan Hati Akibat Obat,* Buku Ajar Penyakit Dalam, jilid 1, edisi 3, 363-369, Gaya Baru, Jakarta
- William, D.Hand I. Fleming, 1986, “*Spectroscopic Methods in Organik Chemistry*” 4th. , Mc Graw-Hill Book Company (UK) Limited.