



**Ikatan Sarjana Farmasi Indonesia**

# *Sertifikat*

Diberikan kepada :

*Broto Santoso*

Atas partisipasinya sebagai :

**PESERTA**  
pada

**Kongres Nasional XVIII & Kongres Ilmiah XVII**  
**IKATAN SARJANA FARMASI INDONESIA (ISFI)**

**Jakarta, 7 - 9 Desember 2009**

Dengan SKP (Satuan Kredit Partisipasi) sebagai Pembicara : 10 SKP, Pemakalah/Peserta/Panitia : 8 SKP, Moderator : 6 SKP  
(SK No.: 402/PP.ISFI/XI/2009)

Ketua ISFI

Prof. Dr. Haryanto Dhanutirto, DEA, Apt.

Ketua Umum Pelaksana Kongres

Drs. Anung B. Mahatma, MSc, Apt



**Ikatan Sarjana Farmasi Indonesia**

# *Sertifikat*

Diberikan kepada :

*Broto Santoso*

Atas partisipasinya sebagai :

**PEMAKALAH**

pada

**Kongres Nasional XVIII & Kongres Ilmiah XVII  
IKATAN SARJANA FARMASI INDONESIA (ISFI)**

**Jakarta, 7 - 9 Desember 2009**

Dengan SKP (Satuan Kredit Partisipasi) sebagai Pembicara : 10 SKP, Pemakalah/Peserta/Panitia : 8 SKP, Moderator : 6 SKP  
(SK No.: 402/PP.ISFI/XI/2009)

Ketua ISFI

Prof. Dr. Haryanto Dhanutirto, DEA, Apt.

Ketua Umum Pelaksana Kongres

Drs. Anung B. Mahatma, MSc, Apt

-  
Pro  
K-XVIII &  
XVII  
2011  
c.1

ISBN 978-979-18514-4-2

prosiding  
kongres nasional XVIII  
& kongres ilmiah XVII

**KINI SAATNYA  
KEFARMASIAN  
MAJU LEBIH BAIK**

Hotel Bumi Karsa  
Jakarta 07-09 Desember 2009



IKATAN  
APOTEKER  
INDONESIA

**BUKU PROSIDING  
KONGRES ILMIAH XVII  
& KONRES NASIONAL XVIII  
TAHUN 2009**

**Kini Saatnya Kefarmasian  
Maju Lebih Baik**

MILIK PERPUSTAKAAN  
FAK. FARMASI UMS

Hotel Binakarsa, 07-09 Desember 2009



**IKATAN APOTEKER INDONESIA  
TAHUN 2011**

## KATA PENGANTAR EDITOR

Assalamu'alaikum Wr Wb

Alhamdulillah segala puji bagi Allah SWT, akhirnya kami dapat menyelesaikan pembuatan Prosiding Kongres Ilmiah XVII ISFI 2009. Prosiding ini terdaftar dalam Katalog Dalam Terbitan (KDT) dengan nomor ISBN 978-979-18514-4-2 dari Perpustakaan Nasional Republik Indonesia. Prosiding ini sudah lama ditunggu penerbitannya oleh para pemakalah, namun karena berbagai kendala teknis dan non teknis, akhirnya baru sekaranglah kami berhasil menyelesaikannya. Untuk itu kami mohon maaf sebesar-besarnya.

Dalam Prosiding Kongres Ilmiah XVII ISFI 2009 ini dipaparkan hasil penelitian para pakar farmasi dari kelompok Bidang Ilmu Kimia Farmasi, Kimia Medisinal dan Analisis Kimia; Fitokimia, Farmakognosi; Mikrobiologi, Biologi Molekuler, Bioteknologi; Teknologi Farmasetika, Biofarmasetika; Farmasi Rumahsakit, Farmasi Klinik; Farmasi Komunitas dan Pendidikan; Farmakologi dan Toksikologi dari berbagai institusi pendidikan, penelitian, pelayanan kefarmasian, dan industri farmasi.

Pada kesempatan ini kami menyampaikan terima kasih kepada tim prosiding - Dr Arry Yanuar dkk -yang telah bekerja keras menyusun prosiding ini, kepada para pemakalah yang sudah memenuhi segala ketentuan penulisan artikel yang ditetapkan seperti tata cara penulisan, batas waktu penyampaian artikel dan lain-lain. Berdasarkan catatan kami tidak lebih dari 60% pemakalah yang dapat memenuhi ketentuan tersebut di atas. Tak lupa kami memohon maaf kepada pemakalah yang artikelnya tidak dapat ditampilkan dalam prosiding ini karena berbagai keterbatasan dan kami juga mohon maaf atas keterlambatan penerbitan prosiding ini.

Akhir kata kami sampaikan terimakasih kepada tim penerbitan - pak Danny dkk, yang sudah melaksanakan penerbitan prosiding ini. Semoga hasil kerja kami semua bermanfaat bagi semua pihak.

Wabillaahi Taufik wal hidayah  
Wassalamu'alaikum Wr Wb

Jakarta, Oktober 2011  
Pharm.DR. Joshita Djajadisastra, MS, PhD, Apt.  
*Ketua Panitia Kongres Ilmiah XVII ISFI 2009/Editor*

**Editor Prosiding**  
**KONGRES ILMIAH XVII & KONGRES NASIONAL XVIII**  
**IKATAN SARJANA FARMASI INDONESIA**  
**TAHUN 2009**

**Ketua** : Dr. Joshita Djajadisastra, Apt.  
**Wakil Ketua** : Prof. Dr. Ernawati Sinaga, Apt  
**Sekretaris** : Dr. Ary Yanuar, apt  
**Setting Layout** : Dani Rachadian

## **SAMBUTAN KETUA UMUM PENGURUS PUSAT IKATAN APOTEKER INDONESIA**

Puji dan syukur kita panjatkan atas kehadiran Allah SWT karena atas karunia-Nya, di tahun 2011 ini Ikatan Apoteker Indonesia (IAI) bisa kembali menghadirkan sebuah prosiding yang berisi kumpulan makalah-makalah ilmiah, yang telah disajikan di Kongres Ilmiah XVII tahun 2009 yang lalu.

Kami mohon maaf seharusnya Prosiding ini sudah diterbitkan sejak dulu, namun karena banyaknya kendala maka baru bisa diterbitkan pada saat ini. Prosiding ini merupakan hasil kumpulan naskah penelitian pada Kongres Ilmiah XVII dan Kongres Nasional ISFI XVIII. Jadi sebelumnya Ikatan Apoteker Indonesia (IAI) bernama Ikatan Sarjana farmasi Indonesia (ISFI). Perubahan nama organisasi didasarkan hasil keputusan Kongres Nasional ISFI ke-XVIII yang diselenggarakan di Hotel Binakarsa, Jakarta pada tanggal 07 s/d 09 Desember 2009.

Kemajuan dunia kesehatan yang semakin pesat, mendorong minat Apoteker untuk terus melakukan penelitian. Jika sebelumnya, penelitian ilmiah lebih terfokus pada Teknologi farmasi, Farmakoterapi, Bioteknologi dan Fitokimia, saat ini banyak mengalami perkembangan. Apotekerpun mulai sering melakukan penelitian dengan mengangkat tema farmasi komunitas seperti farmasi sosial dan farmasi ekonomi. Tentunya hal ini menambah keragaman aspek penelitian ilmiah kefarmasian Indonesia. Selain menambah nilai manfaat baru bagi kita semua.

Antusiasme dan semangat yang sangat besar dari Sejawat Apoteker Indonesia tentu menjadi hal yang membanggakan, yang harus terus didukung dan dikembangkan. Tak hanya itu, sebagai Ketua IAI, saya berharap Apoteker Indonesia selalu melibatkan diri dalam banyak pertemuan ilmiah baik dalam dan luar negeri.

Saya ucapkan selamat dan sukses atas terbitnya Prosiding Ilmiah Kongres Ilmiah XVII tahun 2009. Terimakasih kepada semua peneliti yang telah meluangkan waktunya untuk melakukan banyak penelitian dalam rangka mengembangkan dunia kefarmasian Indonesia. Dan, tak lupa terimakasih kepada seluruh panitia Kongres Ilmiah XVIII tahun 2009, yang telah bekerja keras untuk mengapresiasi karya-karya peneliti Apoteker Indonesia dalam bentuk prosiding ini. Insya Allah kontribusi sejawat menjadi manfaat bagi Apoteker dan masyarakat Indonesia.

Jakarta, 25 Juli 2011  
Ketua Umum  
Ikatan Apoteker Indonesia (IAI)  
Drs. M. Dani Pratomo., MM., Apt.

# DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR EDITOR.....	iii
SAMBUTAN KETUA UMUM PENGURUS PUSAT ISFI.....	iv
SUSUNAN TIM EDITOR PROSIDING KONGRES ILMIAH ISFI KE XVII .....	v
DAFTAR ISI.....	vi
ANALISIS KUANTITATIF BEBERAPA FORMULASI TINTA UNTUK PEMILU..... Harmita, Hayun, dan Giovanni Fileas	1
ANALISIS KUANTITATIF THIAMIN HIDROKLORIDA DAN RIBOFLAVIN DALAM SUSU KENTAL MANIS SECARA KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI..... Harmita, Hayun, dan Isabela Suryanti	9
PENGARUH PENAMBAHAN ASETAT ANHIDRIDA PADA PEMBENTUKAN AMILOSA ASETAT DENGAN METODE PEMANASAN MENGGUNAKAN MICROWAVE .....	21
Harmita, Hayun, dan Shelly Nathassha	
PENETAPAN KADAR ASAM BENZOAT DAN ASAM SALISILAT DALAM SEDIAAN TINGTUR/LARUTAN TOPIKAL MENDUNG IODUM/POVIDON IODUM SECARA SPEKTROFOTOMETRI DERIVATIF .....	31
Hayun dan Nova Trisnawaty	
SINTESIS DAN UJI AKTIVITAS ANTI-INFLAMASI 2,6-BIS(4-SULFONAMIDABENZILIDENA) SIKLOHEKSANON .....	39
Hayun, Juheini Amin, dan Arry Yanuar	
SINTESIS N-2-KLOROBENZOILAMOKSISILIN DAN UJI AKTIVITAS ANTIBAKTERINYA TERHADAP <i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923.....	47
Ika T. D. Kusumowati, Siswandono, Marcellino Rudyanto	
SINTESIS DAN UJI AKTIVITAS ANTIBAKTERI SENYAWA 2,6-BIS-(2'-FURILIDIN)-SIKLOHEKSANON.....	53
Ismi Rahmawati, Sardjiman, Kuswandi	
STABILITAS AMOKSISILIN DALAM PLASMA PADA BEBERAPA PH DAN SUHU PENYIMPANAN .....	62
Jessie Sofia Pamudji, Lucy Dewi Nurwati Sasongko, Eka Pratiwi	
OPTIMASI PENETAPAN KADAR SISPLATIN DALAM LARUTAN INFUS NaCl 0,9% MENGGUNAKAN PEREAKSI DIETILDITIOKARBAMAT SECARA KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI.....	67
Armon Fernando, Yahdiana Harahap, Rizka Andalusia	
VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR TABLET FERRO-SULFAT MEMANFAATKAN SINAR REFLEKTAN TLC SCANNER.....	77
Broto Santoso	
PENGEMBANGAN DAN VALIDASI METODE DEFINITIF GCMS UNTUK PEMERIKSAAN KOLESTEROL DALAM SERUM MANUSIA.....	83
Tutus Gusdinar dan Surya Ridwanna	
PENGEMBANGAN DAN VALIDASI METODE ANALISIS CEMARAN FE DAN PB PADA DAGING SAPI KALENGAN DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM.....	92
M. Hatta Prabowo, Tatang Shabur, J. Ari Nugroho	
PENGARUH CARA PERENDAMAN DALAM AIR TERHADAP PENURUNAN KADAR FORMALIN PADA TAHU .....	101
Juriana, Purwati, Nelson Marbun	
PENETAPAN KADAR LEVOFLOKSASIN DALAM SEDIAAN TABLET DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS.....	110
Pri Iswati Utami, Sahara	
ANALISIS AKRILAMIDA DALAM KOPI <i>INSTANT</i> SECARA KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI .....	115
Yahdiana H, Sabarijah WE, Ajeng Y	

---

# VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR TABLET FERRO-SULFAT MEMANFAATKAN SINAR REFLEKTAN TLC SCANNER

Broto Santoso

Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Surakarta

Email korespondensi : broto.santoso@gmail.com

## ABSTRAK

Ion Ferro diketahui dapat dioksidasi menjadi ion Ferri yang dapat bereaksi secara kuantitatif dengan asam salisilat membentuk senyawa kompleks berwarna ungu. Tablet Ferro-Sulfat mengandung ion Ferro sehingga kadar zat aktif dalam sediaan ini dapat ditentukan dengan memanfaatkan reaksi kompleks warna Ferri - salisilat. Metode ini merupakan reaksi bercak warna spesifik suatu senyawa dan ternyata telah diteliti bahwa warna yang dihasilkan dapat diukur konsentrasinya melalui intensitas sinar yang direfleksikan kembali oleh bercak. Penelitian ini ditujukan untuk memenuhi validasi suatu metode penetapan kadar yang akan diajukan dan sebagai pembandingan digunakan metode serimetri (Farmakope Indonesia IV). Tablet Ferro-Sulfat yang telah memenuhi keseragaman bobot diserbukkan, ditimbang, kemudian dioksidasi dan ditambahkan pereaksi salisilat dan didiamkan selama *operating time* (35 menit). Setelahnya ditotolkan pada kertas saring dan diukur intensitas sinar reflektannya menggunakan *TLC Scanner* ( $\lambda = 529 \text{ nm}$ ;  $y = 468,3 x + 278,92$ ;  $r = 0,968$ ). Serimetri, serbuk Ferro-Sulfat dititrasi dengan larutan baku *Serium (IV) Sulfat 0,0808 N* (indikator ortofenantrolin hingga warna biru muda). Kedua metode divalidasi meliputi akurasi, rpitabilitas dan linieritas, kemudian hasil dari validasi kedua metode dibandingkan. Hasil validasi dalam penelitian ini diperoleh bahwa kedua metode tidak memenuhi syarat keberterimaan, yaitu secara berurutan persen perolehan kembali serimetri dan reflektan *TLC Scanner* pada 80%, 100%, 120% adalah 87,92%; 85,97% 85,01% (RSD: 5,3%; 6,0%; 0,8%); 132,62%; 178,59%; 97,07% (RSD: 11,1%; 6,7%; 8,9%), nilai RSD rpitabilitas adalah 3,72%; 15,79% (keduanya tidak memenuhi syarat), dan nilai  $r$  yang diperoleh adalah 0,9989; 0,9806 (keduanya memenuhi syarat), LOD dan LOQ (mg/mL) yang didapatkan adalah 0,10570; 0,35233 dan 0,29914; 0,99715.

**Keywords:** *Ferro-Sulfat, asam salisilat, sinar reflektan, validasi, TLC Scanner*

## PENDAHULUAN

Uji warna telah lama dikenal sebagai uji kualitatif suatu senyawa tertentu yang sudah diketahui reaksi pembentukan warnanya dengan pereaksi tertentu. Reaksi kompleks warna ini terjadi secara proporsional antara konsentrasi analit dengan intensitas warna yang terbentuk (Winslow dan Liebafsky, 1949; Feigl, 1955; Zimmer, dan Spies, 1981). Banyak senyawa obat memiliki karakteristik yang sama, beberapa diantaranya dijual bebas tanpa resep. Salah satunya adalah sediaan suplemen yang mengandung persenyawaan besi (Fe). Ion ferro dalam sediaan tablet ferro sulfat diketahui dapat dioksidasi menjadi ion Ferri yang dapat bereaksi secara kuantitatif dengan asam salisilat membentuk senyawa kompleks berwarna ungu stabil sehingga kadar zat aktif dalam sediaan ini dapat ditentukan dengan memanfaatkan reaksi pembentukan kompleks warna Ferri - salisilat (Rao, dan Rao, 1958; Heaney, dan Davison, 1977; Ghauch *et al.*, 2000; Zarreh *et al.*, 2002; Harris, 2007).

Berbagai metode penetapan kadar Fe (baik bentuk ferro/ferri) telah banyak dikembangkan dan dilakukan namun mengingat faktor waktu, keekonomian dan kesulitan dalam pengerjaannya menjadikan alasan masih diperlukannya pengembangan suatu metode yang sederhana, valid, ekonomis, dan *portable* (tidak terbentur faktor ruang). Hasil reaksi kompleks warna dalam uji bercak ferri-salisilat dapat diukur dengan memanfaatkan sinar yang dipantulkan kembali (reflektan) oleh bercak hasil penotolan.

Metode ini telah banyak diteliti terutama untuk penetapan kadar salisilat dan turunannya namun tidak untuk kebalikannya. Suatu metode analisis harus dapat memenuhi validitas metode sehingga penelitian ini bertujuan untuk memenuhi validasi suatu metode penetapan kadar yang diajukan dan sebagai metode pembandingan digunakan metode serimetri yang merupakan metode baku dalam Farmakope Indonesia.

## BAHAN DAN METODE

### Bahan

Semua bahan kimia yang digunakan mempunyai kualitas *pro analysis* (p.a. Merck®) kecuali disebutkan lain diantaranya adalah tablet ferrous sulfat generik (PT. Kimia Farma), serum (IV) sulfat tetrahidrat, aquademin (Bratachem®), ortofenatrolin, asam sulfat, kalium iodida, kanji, natrium tiosulfat, besi (II) sulfat heptahidrat, kalium permanganat, asam salisilat, asam asetat, natrium asetat dan bahan habis pakai lainnya adalah kertas Whatman.

### Metode

#### Prosedur keseragaman bobot tablet

Dua puluh tablet ditimbang satu per satu pada neraca analitik kemudian dihitung harga purata ( $X_{rata-rata}$ ) dan koefisien variasi (CV), dibandingkan dengan parameter kebolehan keseragaman bobot menurut Farmakope Indonesia IV. Kemudian diserbuk menurut kebutuhan analisis.

#### Pembuatan pereaksi

Larutan asam sulfat 2 N, pada wadah labu takar ditambahkan secara hati-hati 53 mL asam sulfat P ke dalam lebih kurang 100 mL aquademin, didinginkan hingga suhu kamar dan ditambahkan dengan aquademin hingga 1000,0 mL.

Larutan ortofenantrolin, seperti yang tertera dalam Farmakope Indonesia IV halaman 1190.

Larutan serum (IV) sulfat 0,1 N, seperti yang tertera dalam Farmakope Indonesia IV halaman 1218.

Indikator kanji 1%, ditimbang dengan seksama 1 g kanji P dilarutkan dalam aquademin sampai 100,0 mL dan dipanaskan sampai mendidih.

Larutan natrium tiosulfat 0,01 N, ditimbang dengan seksama 2,482 g natrium tiosulfat, dilarutkan dalam aquademin secukupnya hingga 1000,0 mL. Gunakan air yang telah dididihkan jika akan digunakan beberapa hari, ditambahkan 3 tetes kloroform atau 0,1 g natrium karbonat untuk tiap 1 liter.

Larutan dapar asetat 0,01 M pH 5,5; dicampur sejumlah 0,2311 g asam asetat yang dilarutkan dalam sedikit aquademin dengan sejumlah 0,3627 g natrium asetat. Setelah itu diukur pH-nya dengan menggunakan alat pH meter, hingga pH 5,5. Dilarutkan dengan aquademin sampai 500,0 mL.

Larutan asam salisilat 1%, ditimbang seksama 1,0 g asam salisilat dilarutkan dengan 10 mL etanol, dimasukkan ke dalam labu takar 100,0 mL ditambahkan aquademin sampai tanda.

Larutan kalium permanganat 0,01 N, modifikasi dari yang tertera dalam Farmakope Indonesia IV halaman 1216.

Kertas salisilat, kertas whatman yang telah dibentuk sedemikian direndam dalam larutan asam salisilat 1% selama semalam dan dibiarkan kering dengan didiamkan, disimpan dan siap digunakan untuk analisis.

Larutan stok  $FeSO_4$  1%, ditimbang dengan seksama 1,0 g  $FeSO_4$  heptahidrat murni, dilarutkan aquademin sampai 100,0 mL.

### **Pembakuan larutan volumetrik serium (IV) sulfat 0,1 N**

Ditimbang seksama 1 g kalium iodida dimasukkan erlenmeyer, ditambahkan 10 mL asam sulfat 2 N dan 10 mL serium (IV) sulfat 0,1 N, digoyang-goyangkan hingga larut, didiamkan 5-10 menit ditempat gelap kemudian dititrasi dengan natrium tiosulfat 0,01 N sampai warna kuning pucat, ditambahkan 2 tetes indikator kanji dilanjutkan titrasi dengan natrium tiosulfat sampai tidak berwarna.

### **Prosedur metode serimetri**

Ditimbang seksama lebih kurang 1 g serbuk Ferro-sulfat dilarutkan dalam campuran 25 mL asam sulfat 2 N dan 25 mL aquademin, ditambahkan dengan indikator ortofenantrolin LP. Titrasi segera dengan serium (IV) sulfat 0,1 N. Lakukan penetapan blanko.

### **Prosedur metode sinar reflektan bercak Ferri-Salisilat**

Penentuan *operating time*, didasarkan pada hasil yang diperoleh Santoso *et al.* (2009<sup>a</sup>) yaitu 35 menit.

Pembentukan bercak, larutan yang telah memenuhi *operating time* ditotolkan tegak lurus pada kertas whatman dengan diameter kurang dari 1 cm.

Penentuan panjang gelombang serapan maksimal, diambil 1,0 mL larutan stok 1% ditambahkan asam sulfat 2 N, ditambahkan 600  $\mu$ L kalium permanganat 0,01 N sedikit demi sedikit sampai warna merah jambu muda. Kemudian ditambahkan 3 mL buffer asetat, ditambahkan 2,0 mL pereaksi salisilat. Dimasukkan dalam labu takar 10,0 mL ditambahkan aquademin sampai tanda. Larutan didiamkan selama 45 menit. Dibentuk bercak yang diukur luas area sinar reflektannya pada panjang gelombang 500–550 nm dengan TLC *Scanner*. Panjang gelombang dengan luas area terbesar menunjukkan panjang gelombang maksimum.

Penentuan kurva baku, larutan stok dengan kadar 1,5; 3,0 dan 6,0 mg/mL dalam asam sulfat 2 N, ditambahkan 600  $\mu$ L kalium permanganat 0,01 N sedikit demi sedikit sampai warna merah jambu muda. Kemudian ditambahkan 3 mL buffer asetat, ditambahkan 2,0 mL pereaksi salisilat. Dimasukkan dalam labu takar 10,0 mL ditambahkan aquademin sampai tanda. Larutan didiamkan selama 35 menit. Kemudian luas area diukur pada  $\lambda_{maks}$ . Kertas saring Whatman digunakan sebagai blanko. Pengukuran dilakukan masing-masing tiga kali, dan dilakukan perhitungan nilai rata-rata. Data seri kadar dengan luas area yang diperoleh dibuat persamaan kurva baku.

Penetapan kadar, ditimbang dengan seksama 200 mg serbuk sampel, dilarutkan aquademin sampai 100,0 mL, dari larutan tersebut diambil 1,0 mL. Dimasukkan dalam labu takar 10,0 mL, ditambahkan 100  $\mu$ L asam sulfat 2 N, ditambahkan 600  $\mu$ L kalium permanganat 0,01 N sedikit demi sedikit sampai warna merah jambu muda. Kemudian ditambahkan 3 mL buffer asetat, ditambahkan 2,0 mL pereaksi salisilat, ditambahkan aquademin sampai tanda. Larutan didiamkan selama 35 menit. Kemudian luas area diukur pada  $\lambda_{maks}$ . Kadar dihitung dengan memplotkan luas area yang diperoleh pada persamaan kurva baku.

### **Validasi metode**

Akurasi, sejumlah serbuk sampel ditimbang dan ditetapkan kadarnya sesuai dengan prosedur penetapan kadar. Semua penimbangan minimal replikasi 3 kali. Penimbangan dibagi menjadi 4 kelompok yaitu kelompok dengan penambahan zat aktif 80%, 100%, 120% dan tanpa penambahan zat aktif. Kemudian dicari persen perolehan kembali dari 3 kelompok (kelompok dengan penambahan zat aktif 80%, 100% dan 120%). Hasil yang diperoleh digunakan untuk mencari nilai persen perolehan kembali dan RSD.

Ripitabilitas, sejumlah serbuk sampel ditimbang seksama dengan replikasi sebanyak tujuh kali. Semua sampel ditetapkan kadarnya sesuai dengan prosedur penetapan kadar.

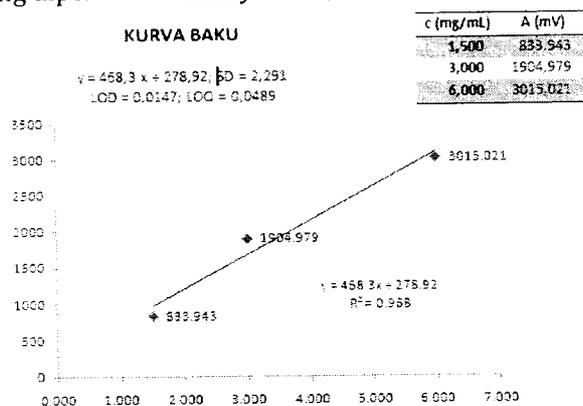
Linieritas, serbuk sampel sejumlah tertentu dan seksama ditimbang dengan batasan perhitungan kadarnya antara 70% - 130%. Batasan perhitungan kadar diperoleh dengan cara mengkalikan % kadar dengan berat kandungan zat aktif dalam tablet. Setelah diperoleh hasil penimbangan, masing-masing diukur mengikuti prosedur penetapan kadar yang ada.

## HASIL DAN DISKUSI

Pengembangan metode analisis yang sederhana, cepat, akurat dengan nilai keekonomian dan mobilitas yang tinggi untuk penentuan kadar sampel rutin akan mengurangi preparasi sampel yang tidak perlu dan membosankan serta biaya bahan baku dan tenaga kerja. Metode penetapan kadar ferro-sulfat melalui reaksi kompleks warna yang diukur dengan memanfaatkan sinar reflektan bercak menggunakan TLC Scanner dengan modifikasi lebih lanjut akan mendekati hasil yang diharapkan dan dimungkinkan akan dapat memenuhi validasi yang dipersyaratkan.

Beberapa kondisi ketika validasi metode analisis perlu dilakukan yaitu, sebelum metode dipakai dalam analisis rutin, jika terjadi perubahan instrumen yang digunakan, jika terjadi perubahan lingkup analisis diluar dari aslinya, dan untuk membandingkan equivalensi antar dua metode. Alasan utama penelitian ini adalah pengembangan metode analisis yang lebih cepat, murah dan mengarahkan pada mobilitas yang tinggi dibanding metode lainnya. Penelitian ini diharapkan dapat menjadi langkah awal pengembangan metode penetapan kadar senyawa obat yang tidak terbatas dengan ruang dengan melakukan penetapan parameter validasi.

Ferro-Sulfat tidak dapat ditetapkan kadarnya dengan cara mengukur intensitas sinar reflektan bercak yang dihasilkan sebelum dilakukan oksidasi terlebih dahulu karena ion ferro dapat bereaksi dengan salisilat tetapi tidak dapat membentuk kompleks warna yang khas seperti halnya ion ferri dengan salisilat. Persamaan kurva baku antara konsentrasi dan luas area (**Gambar 1**) yang diperoleh adalah  $y = 468,3x + 278,92$ .



**Gambar 1** Kurva baku antara konsentrasi ferro-sulfat (mg/mL, sumbu x) dengan luas area (mV, sumbu y)

### Akurasi

Tabel 1 menyajikan hasil dari penetapan parameter akurasi yang diperoleh dalam penetapan kadar ferro-sulfat memanfaatkan sinar reflektan dari TLC Scanner pada spot yang dibuat dari larutan sampel. Kedua metode masih belum memenuhi persyaratan minimal persen perolehan kembali dikatakan baik, hal ini dikarenakan perlu dilakukan re-optimalisasi metode baik dari tahapan pengerjaan atau pun kondisi laboratorium. Hasil berbeda ditunjukkan pada penetapan kadar asetosal dengan metode yang sama dengan melalui pembentukan reaksi warna memanfaatkan sinar reflektan TLC Scanner pada spot. Persen perolehan kembali pada penelitian tersebut lebih baik dan mendekati nilai 100% (sekitar 120%) dengan RSD mendekati 1% (1,5%) (Santoso *et al.*, 2009<sup>b</sup>).

## Ripitabilitas

Penelitian validasi metode penetapan kadar dengan pemanfaatan bercak hasil reaksi warna merupakan langkah pendahuluan dalam pengembangan metode sederhana yang akurat yang ditampakkan pada hasil ripitabilitas yang diperoleh. Tabel 1 diperlihatkan ternyata metode ajuan ini memiliki faktor keterulangan yang masih jauh dari yang diinginkan dan syarat keberterimaannya. Nilai RSD yang diperoleh adalah 15,79%. Namun hal yang bertolak belakang ditunjukkan oleh penelitian Santoso *et al.* (2009<sup>b</sup>) terhadap asetosal dimana nilai RSD ripitabilitas yang diperoleh sekitar 3%. Re-optimisasi reaksi pendahuluan, yaitu oksidasi Fe (II) menjadi Fe (III) sebelum reaksi pembentukan warna Ferri-salisilat diperlukan baik ketika pemilihan pereaksi pengoksidasi dan lamanya reaksi tersebut berlangsung.

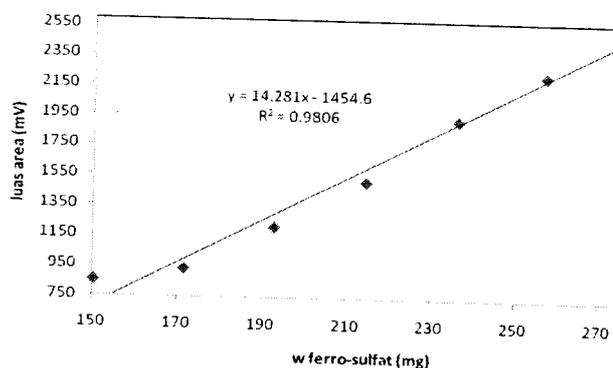
**Tabel 1** Data akurasi, linearitas, dan ripitabilitas metode penetapan kadar ferro-sulfat

Parameter	Ferro-Sulfat	
	Reflektan	Serimetri
$\lambda_{maks}$	529 nm	-
Batas linearitas, mg/mL	1,2-4,9	2,1-3,9
Slope	14,281	40,119
Intersept	-1454,6	-0,286
Koefisien korelasi (r)	0,9806	0,9989
LOD, mg/mL	0,29914	0,10570
LOQ, mg/mL	0,99715	0,35233
Berat tertera, mg	300 mg	300 mg
Berat ditemukan, mg*	331 mg	267 mg
RSD %	15,79	3,72
Yang ditambahkan, %	80; 100; 120	
Ditemukan, %**	132,62; 178,59; 97,07	87,92; 85,97; 85,01
Recovery, %	136,09	85,46
RSD, % recovery	8,89	4,33

\*rerata tujuh kali penetapan; \*\*tiga kali replikasi

## Ripitabilitas

Nilai regresi linear yang diperoleh adalah 0,980 dan ini telah memenuhi syarat keberterimaan yang diperbolehkan (nilai r harus lebih dari 0,98). Nilai regresi linear menunjukkan trend data yang bersifat linearitas yaitu konsentrasi semakin besar maka respon (luas area) yang diperoleh juga meningkat. Namun perolehan ini masih belum memuaskan, hal ini dapat disebabkan karena pada waktu pemipetan, posisi mikropipet tidak selalu mendekati tegak lurus sehingga hasil bercak yang diperoleh kurang lebih belum menyerupai satu dengan lainnya.



**Gambar 2** Linearitas antara berat ferro-sulfat dengan luas area TLC Scanner

## KESIMPULAN

Metode penetapan kadar Ferro-Sulfat memanfaatkan sinar reflektan TLC *Scanner* masih dapat digunakan sebagai alternatif metode penetapan Tablet Ferro-Sulfat

## UCAPAN TERIMA KASIH

Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Surakarta atas prasarana yang disediakan

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 1995, **Farmakope Indonesia**, Edisi IV, Depkes RI, Jakarta.
- Feigl, F, 1955, Organic Spot Test Analysis, *Analytical Chem.*, **27** (8): 1315-1318.
- Ghauch, A., Turnar, C., Fachinger, C., Rima, J., Charef, A., Suptil, J., dan Bouyer, M.M., 2000, **Use of Diffuse Reflectance Spectrometry in Spot Test Reactions for Quantitative Determinations of Cations in Water**, *Chemosphere*, **40**: 1327-1333.
- Harris, D.C., 2007, **Quantitative Chemical Analysis**, 7<sup>th</sup> Edition, W.H. Freeman and Company, New York.
- Heaney, S.I., and Davison, W, 1977, **The Determination of Ferrous Iron in Natural Waters with 2,2' Bipyridyl**, *Limnology and Oceanography*, **22** (4):753-760
- Rao, G.G., dan Rao, V.N., 1958, **Analytical applications of cacotheline—I: Colorimetric detection and determination of iron<sup>II</sup> and iron<sup>III</sup>**, *Talanta*, **1** (1-2): 169-176
- Santoso, B, Da'i, M, dan Setiyowati, 2009<sup>a</sup>, **Pengembangan dan Validasi Penetapan Kadar Tablet Besi (II) Sulfat dengan Kalium Permanganat-Salisilat secara Spektrofotometri Visibel**, disajikan dalam Kongres Ilmiah ISFI XVII, Jakarta, 7-8 Desember 2009.
- Santoso, B, Suhendi, A, Da'i, M, dan Septianita, 2009<sup>b</sup>, **Penetapan Kadar Asam Asetilsalisilat dalam Sediaan Obat Memanfaatkan Sinar Reflektan Terukur dari Bercak yang Dihasilkan dengan TLC *Scanner***, dalam proses publikasi.
- Winslow, E.H. dan Liebhafsky, H.A., 1949, **Spectrometric Study of Spot Tests**, *Analytical Chem.*, **21** (11): 1338-1342.
- Zareh, M.K., Mansourian, M., dan Ravaee, F., 2002, **Simple Method for Colorimetric Spot-test Quantitative Analysis of Fe(III) using a Computer Controlled Hand-Scanner**, *Analytica Chimica Acta*, **471**: 97-104.
- Zimmer, A.M., dan Spies, S.M., 1981, **The Paper Spot test: A Rapid Method for Quantitating Stannous Concentrations in Radiopharmaceutical Kits**, *The Journal of Nuclear Medicine*, **22** (5): 465-467.