



PENETAPAN KADAR METAMPIRON DAN ASAM ASCORBAT DENGAN MENGGUNAKAN METODE TITRASI IODIMETRI DAN IODOMETRI

DETERMINATION OF METAMPYRON AND ASCORBIC ACID LEVELS USING IODIMETRIC AND IODOMETRIC TITRATION METHODS

Syafuruddin¹, Yulfina Wahdania², Iis Rusnawati³, Sindi Natalia⁴, Dian Eka Reska⁵, Selfi Ade Fitriani⁶,
Nurfadilah Bismayanti⁷, Resti Norma Julita⁸, Fatimah Azzahrah⁹, Altifa Auliah¹⁰, Andi Asnawi^{11*}
^{1,2,3,4,5,6,7,8,9,10,11} Program Studi Farmasi, Fakultas Kedokteran & Ilmu Kesehatan, Universitas Muhammadiyah
Makassar

Email Correspondence: yulfianawahdania1906@gmail.com, iisrusnawatianwar@gmail.com

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar metampiron dan asam ascorbate menggunakan metode titrasi iodimetri dan iodometri. Prinsip metode titrasi iodimetri dan iodometri yaitu adalah sampel yang dititrasi dengan larutan baku iodium. Berdasarkan syarat yang ditetapkan oleh Farmakope Indonesia, sampel metampiron yang memenuhi persyaratan kadar adalah spasminal dengan persentase kadar 95,44 % dengan volume titrasi 22 ml. Sedangkan sampel asam ascorbat yang memenuhi persyaratan kadar adalah vitacimin dengan persentase kadar 102 % dengan volume titrasi 58 ml. Faktor kesalahan yang teridentifikasi meliputi pengamatan titik akhir titrasi yang kurang teliti dan ketidakstabilan titran. Penelitian ini menunjukkan bahwa metode titrasi iodimetri dan iodometri efektif dalam penetapan kadar metampiron dan asam ascorbat dengan akurasi yang baik, asalkan dilakukan dengan prosedur yang tepat dan kontrol yang ketat terhadap kondisi analisis.

Kata kunci: metampiron, asam askorbat, titrasi iodimetri dan iodometri

ABSTRACT

This study aims to determine the levels of methampyrone and ascorbic acid using iodometric and iodometric titration methods. The principle of the iodometric and iodometric titration methods is that the sample is titrated with a standard solution of iodine. Based on the requirements set by the Indonesian Pharmacopoeia, the metampiron sample that meets the concentration requirements is spasminal with a concentration percentage of 95.44% with a titration volume of 22 ml. Meanwhile, the ascorbic acid sample that meets the content requirements is vitaminin with a percentage content of 102% with a titration volume of 58 ml. Identified error factors include inaccurate observation of the titration end point and titrant instability. This research shows that the iodometric and iodometric titration methods are effective in determining methampyrone and ascorbic acid levels with good accuracy, as long as they are carried out with appropriate procedures and strict control of the analytical conditions.

Key words: methampirone, ascorbic acid, iodimetric titration and iodometry

PENDAHULUAN

Dalam dunia kimia analitik, volumetri merupakan metode yang sangat penting untuk menentukan konsentrasi analit dalam sampel. Dengan menggunakan teknik titrasi, yang melibatkan penambahan larutan standar ke dalam larutan sampel sampai mencapai titik akhir reaksi, kita dapat mengukur konsentrasi zat yang diinginkan dengan akurat. Titrasi dapat dilakukan dengan berbagai jenis reagen dan indikator, bergantung pada sifat analit dan tujuan analisis. Misalnya, dalam titrasi asam-basa, larutan asam dan basa bereaksi untuk membentuk air dan garam, dengan titik akhir sering ditunjukkan oleh perubahan warna indikator. Di sisi lain, dalam titrasi redoks, perubahan dalam keadaan oksidasi-reduksi antara dua reaktan memungkinkan penentuan konsentrasi analit (Sari, 2024).

Titrasi merupakan Teknik analisis yang memungkinkan penentuan kuantitatif zat terlarut. Teknik ini membutuhkan reaksi kimia yang lengkap antara analit (titrat) dan reagen (titran). Titran yang dikerahui konsentrasinya akan direaksikan dengan titrat untuk ditentukan konsentrasinya (Indrajaya, 2021).

Titrasi iodimetri dan iodometri merupakan titrasi redoks yang melibatkan larutan baku iodium (I_2) dan iodide (I^-) (Sulistiyarti dan mulyasurnani, 2021). Titrasi redoks adalah titrasi yang melibatkan proses oksidasi dan reduksi. Proses oksidasi dan reduksi selalu terjadi secara bersamaan. Titrasi redoks menggunakan potensiometri untuk mendeteksi titik akhir dalam suatu proses titrasi suatu senyawa (Ariani dan muhsin, 2023).

Titrasi iodimetri (titrasi langsung) yaitu titrasi yang menggunakan iodium sebagai larutan standar dalam suasana sedikit asam ataupun netral (Jumi, 2021). Sedangkan titrasi iodometri (titrasi tidak langsung) merupakan titasi redoks secara tidak langsung menggunakan larutan baku iodida secara berlebih, kemudian iodium yang dihasilkan dititrasi dengan titran

natrium tiosulfat (Sulistiyarti dan mulyasurnani, 2021).

METODE

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam percobaan ini adalah alu, batang pengaduk, buret, erlenmeyer, gelas kimia, gelas ukur, klem, lumpang, pipet tetes, sendok tanduk, statif, dan timbangan. Bahan yang digunakan dalam percobaan ini adalah aquadest, amilum, aluminium foil, HCl, iodium, kalium iodat, kalium iodida, kertas perkamen, natrium tiosulfat, natrium karbonat, metampiron (antalgin, spasminal, neuralgin, ginifar) dan asam ascorbat (vitacimin, vitamin C, cipi, hevit C).

Penetapan kadar metampiron dan asam ascorbat dapat dilakukan dengan menggunakan metode titrasi iodimetri dan iodometri. Titrasi iodimetri dan iodometri merupakan titrasi redoks yang melibatkan larutan baku iodium (I_2) dan iodide (I^-). Titrasi iodometri merupakan metode titrasi tidak langsung yang melibatkan iod, ion iodida berlebih, dan larutan natrium tiosulfat. Prinsipnya adalah sampel yang bersifat oksidator direduksi dengan kalium iodida berlebih, lalu iodium yang dihasilkan dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat. Titrasi iodimetri merupakan metode titrasi langsung yang menggunakan larutan iodin standar. Prinsipnya adalah reaksi redoks $I_2 + 2e \rightarrow 2I^-$. Iodin digunakan sebagai agen pengoksidasi. Titik akhir titrasi ditunjukkan pada penetapan kadar metampiron pada suasana netral ditandai dengan perubahan warna kuning menetap dan pada suasana asam berwarna biru. Sedangkan pada penetapan kadar asam askorbat ditandai dengan perubahan warna biru.

Prosedur kerja

Pembuatan larutan pereaksi iodium

1. Ditimbang 12,691 g I_2 dan dilarutkan dalam 20 g KI dalam 20 ml aquadest sampai larut
2. Dicukupkan dengan aquadest hingga tanda batas kedalam labu

ukur 1000 ml

Pembuatan indikator amilum

1. Ditimbang 0,5 g amilum, ditambahkan 5 ml aquadest dan homogenkan
2. Ditambahkan sedikit demi sedikit kedalam 95 ml aquadest mendidih sambil diaduk

Analisis Data

Perhitungan kadar metampiron dan asam askorbat dalam sampel:

$Mg = BE \times N \times Vt$ Keterangan:

Mg : Berat sampel

BE : Berat ekivalen sampel N : Normalitas titran

Vt : Volume Titrasi

% kadar kemurnian =

$\frac{\text{Berat yang diperoleh (mg)} \times 100\%}{\text{Dosis (mg)}}$

Dosis (mg)

3. Dipanaskan hingga larutan menjadi bening

Penetapan kadar merampiron

a. Dalam suasana netral

1. Ditimbang sampel sebanyak 0,584 g
2. Dilarutkan dengan 6 ml aquadest
3. Dititrasi dengan I2 0,1 N hingga larutan berwarna kuning menetap

b. Dalam suasana asam

1. Ditimbang sampel sebanyak 0,584 g
2. Dilarutkan dengan 5 ml aquadest dan HCl 0,1 N sebanyak 5 ml
3. Ditambahkan 2 ml amilum 0,5%
4. Dititrasi dengan I2 0,1 N

hingga larutan berwarna biru

Penetapan kadar asam ascorbat

1. Ditimbang sampel asam ascorbat sebanyak 0,5 g
2. Dilarutkan dengan 25 ml aquadest bebas CO2
3. Ditambahkan 2 ml amilum 0,5 %
4. Dititrasi dengan I2 0,1 N hingga larutan berwarna biru.

HASIL

Penetapan kadar metampiron suasana netral

Sampel	R	Volume Titrasi (ml)	Perubahan Warna		% Kadar
			Sebelum	Sesudah	
Antalgin	1	15,3 ml	Putih	Kuning	89,90 %
Spasminal	2	22 ml	Putih	Kuning	95,44 %
Neuralgin	3	14 ml	Merah muda	Kuning	75,67 %
Ginifar	4	10,2 ml	Putih	Kuning	61,31 %

Penetapan kadar metampiron suasana asam

Sampel	R	Volume Titrasi (ml)	Perubahan Warna		% Kadar
			Sebelum	Sesudah	
Antalgin	1	12,3 ml	Putih	Biru	72,27 %
Spasminal	2	22 ml	Putih	Biru	95,44 %
Neuralgin	3	12,7 ml	Merah muda	Biru	68,65 %
Ginifar	4	9 ml	Putih	Biru	54,11 %

Penetapan kadar asam ascorbat

Sampel	R	Volume Titrasi (ml)	Perubahan Warna		% Kadar
			Sebelum	Sesudah	
Vitacimin	1	58 ml	Kuning	Biru	228,9 %
Vitamin C	2	13 ml	Kuning	Biru	128,56 %
Cipi	3	7,3 ml	Kuning	Biru	99,16 %
Hevit C	4	56,3 ml	Kuning	Biru	102,9 %

PEMBAHASAN

Titration iodimetry and iodometry are redox titrations that involve iodine solution (I₂) and iodide (I⁻) (Sulistiyarti and Mulyasurnani, 2021).

Iodimetry titration is a direct titration using iodine solution.

iodin (I₂) dan digunakan untuk analisis kuantitatif senyawa-senyawa yang mempunyai potensial oksidasi lebih kecil daripada sistem iodium-iodida yang digunakan untuk senyawa-senyawa yang bersifat reduktor yang cukup kuat seperti vitamin C (sari, 2024).

Prinsip metode titrasi iodometri adalah sampel yang bersifat oksidator direduksi dengan kalium iodida berlebih, lalu iodium yang dihasilkan dititrasi dengan larutan baku natrium tiosulfat. Sedangkan prinsip metode titrasi iodimetri adalah reaksi redoks $I_2 + 2e + 2I^-$. Iodin digunakan sebagai agen pengoksidasi.

Prosedur kerja pada penetapan kadar metamipron dilakukan dengan dua pengujian yaitu pada suasana netral dan suasana asam. Pada suasana netral sampel ditimbang kemudian ditambahkan 6 ml aquadest kemudian dititrasi dengan I₂ 0,1 N hingga berwarna kuning menetap. Sedangkan pada suasana asam, sampel ditimbang kemudian ditambahkan 5 ml aquadest kemudian ditambahkan HCl 0,1 N bertujuan untuk membuat lingkungan yang asam kemudian ditambahkan 2 ml amilum 0,5 % dan dititrasi dengan I₂ 0,1 N hingga berwarna biru.

Reaksi yang terjadi yaitu metamizol (metamipron) dioksidasi oleh yodium untuk membuat produk teroksidasi:

$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S + I_2 \rightarrow$ produk metamizole teroksidasi + $2HI$

HI yang terbentuk dinetralkan dengan penambahan HCl

$HI + HCl \rightarrow H_2O + Cl^-$

Prosedur kerja pada penetapan kadar asam ascorbat dilakukan dengan sampel ditimbang kemudian ditambahkan 25 ml aquadest bebas CO₂ bertujuan untuk menghilangkan gangguan dari karbondioksida (CO₂) terlarut dalam sampel, CO₂ dapat bereaksi dengan

vitamin C sehingga meningkatkan hasil yang tidak akurat kemudian ditambahkan 2 ml indikator amilum 0,5% dan dititrasi dengan I₂ 0,1 N hingga berwarna biru.

Reaksi yang terjadi antara asam ascorbat dan I₂ yaitu asam ascorbat dioksidasi oleh yodium untuk membentuk asam dehidro ascorbate:

$\text{Asam ascorbate} + I_2 \rightarrow \text{asam dehidro ascorbate} + 2HI$

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada pengujian penetapan kadar metamipron dalam suasana netral dan asam dengan sampel antalgin, spasmingal, neuralgin, dan ginifar. Dalam suasana netral sampel antalgin dengan vt 15,3 ml dan % kadar 89,90 %, spasmingal dengan vt 1,5 ml dan % kadar 95,44%, neuralgin dengan vt 14 ml dan % kadar 75,68%, dan ginifar dengan vt 10,2 ml dan % kadar 61,33%. Dalam suasana asam diperoleh pada antalgin dengan vt 12,3 ml dan % kadar 72,27%, spasmingal dengan vt 1 ml dan % kadar 95,44%, neuralgin dengan vt 2,7 ml dan % kadar 68,65%, dan ginifar dengan vt 9 ml dan % kadar 54,11%.

Menurut farmakope III (1979) metamipron mengandung tidak kurang dari 99,0 % dan tidak lebih dari 101,1 %. Menurut farmakope VI (2020) tablet metamizol

(metamipron) mengandung tidak kurang dari 95,0 % dan tidak lebih dari 105,0 % dari jumlah yang tertera pada etiket. Berdasarkan syarat yang ditetapkan oleh Farmakope Indonesia, sampel metamipron yang memenuhi persyaratan kadar adalah spasmingal dengan persentase kadar 95,44 % dengan volume titrasi 22 ml.

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada penetapan kadar asam askorbat pada keempat sampel mengalami

perubahan warna biru atau biru tua. Pada vitacimin dengan vt 58 ml dan % kadar 102%, vitamin 50 mg dengan vt 13 ml dan % kadar 228,9%, cipi dengan vt 7,3 ml dengan

% kadar 128,56%, dan hevit dengan vt 56,4 ml dan % kadar 99,16%.

Menurut farmakope VI(1979) asam ascorbat mengandung tidak kurang dari 99,0 % dan tidak lebih dari 100,5 %.

Menurut farmakope IV (1995) tablet vitamin C mengandung tidak kurang dari 90 % dan tidak lebih dari 110,0 % dari jumlah yang tertera

pada etiket. Berdasarkan syarat yang ditetapkan oleh Farmakope Indonesia, sampel asam ascorbat yang memenuhi persyaratan kadar adalah vitacimin dengan persentase kadar 102 % dengan volume titrasi 58 ml.

Menurut Danang Erwanto (2018), pengujian kadar asam askorbat pada buah jeruk nipis dengan menggunakan metode titrasi iodimetri menghasilkan perubahan warna biru tua pada larutan yang dititrasi.

Adapun faktor kesalahan yang terjadi adalah pada saat melakukan titrasi, titik akhir titrasi tidak diperhatikan dan sampel/titran yang digunakan bermalam sehingga kestabilan titran dapat mempengaruhi hasil titrasi.

KESIMPULAN

Berdasarkan syarat yang ditetapkan oleh Farmakope Indonesia, sampel metampiron yang memenuhi persyaratan kadar adalah spasminal dengan persentase kadar 95,44 % dengan volume titrasi 22 ml. Sedangkan sampel asam ascorbat yang memenuhi persyaratan kadar adalah vitacimin dengan persentase kadar 102 % dengan volume titrasi 58 ml.

DAFTAR RUJUKAN

- Ariani dan Muhsin, 2023. *Analisis Kadar Vitamin C Pada Buah Jeruk Nipis (Citrus aurantifolia swing.) Dan Jeruk Manis (Citrus Sinensis) Menggunakan Titrasi Iodometri*. Biocity: Journal Of Pharmacy Bioscience And Clinical Community. Vol 1 (2)
- Danang Erwanto, dkk. 2018. *Pengolahan citra digital untuk menentukan kadar asam askorbat pada buah dengan metode titrasi iodimetri*. Multitek indonesia: jurnal ilmiah
- Dirjen POM, 1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*. Depkes RI. Jakarta.
- Dirjen POM, 1995. *Farmakope Indonesia Edisi IV*. Depkes RI. Jakarta.
- Dirjen POM, 2020. *Farmakope Indonesia Edisi VI*. Depkes RI. Jakarta
- Indrajaya, 2021. *Titrator Otomatis Untuk Mengukur Kadar Kalsium Karbonat (CaCO₃) Pada Batu Kapur*. Jurnal Teknik. ITS. Vol 10 (2)
- Jumi, 2023. *Uji Kadar Vitamin C Bawang Dayak Dan Bawang Merah Menggunakan Titrasi Iodimetri*. Jurnal Sains Dan Kesehatan. Vol 2 (1)
- Sulistiyarti dan Mulyasurnani, 2021. *Kimia Analisis Kuantitatif Dasar*. UB Press
- Sari, 2024. *Kimia Analitik*. UMSU Pres