



PENETAPAN KADAR CHLORPHENAMINE MALEATE DENGAN METODE TITRASI NITRIMETRI

DETERMINATION OF CHLORPHENAMINE MALEATE CONTENTS USING THE NITRIMETRY TITRATION METHOD

Yuyun Sri Wahdania¹, Masyhuri muhaimin², Wira ratu mutia³, Nurafiah Idhan⁴, Fitrah Aulia⁵,
Nurul Ilal Hikmah⁶, Wina Prisca dewi⁷, Elis Elpita Sari⁸, Jilan Annisa⁹ Alda¹⁰

Program Studi Farmasi, Fakultas Kedokteran & Ilmu Kesehatan, Universitas Muhammadiyah Makassar
Email Corespondention: haryanto@unismuh.ac.id, ratumutia92@gmail.com

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar chlorphenamine maleate menggunakan metode titrasi nitrimetri. Nitrimetri merupakan metode penetapan kadar secara kuantitatif dengan menggunakan larutan baku natrium nitrit. Metode ini didasarkan pada reaksi diazotasi yakni reaksi antara amin aromatik primer dengan asam nitrit dalam suasana asam membentuk garam diazonium. Berdasarkan syarat yang telah ditetapkan oleh Farmakope Indonesia, kadar tablet CTM tidak kurang dari 90.0% dan tidak lebih dari 110,0% dari jumlah yang tertera pada etiket. Sedangkan sampel CTM yang memenuhi persyaratan yaitu pada replikasi 2 dengan persentase 92,5%. dan replikasi 3 dengan persentase 102,5%.

Kata kunci: Nitrimetri, kuantitatif, chlorphenamine maleate.

ABSTRACT

This study aims to determine chlorphenamine maleate levels using the nitrimetric titration method. Nitrimetry is a quantitative method of determining levels using a standard sodium nitrite solution. This method is based on the diazotation reaction, namely the reaction between primary aromatic amines and nitric acid in an acidic environment to form diazonium salts. Based on the conditions set by the Indonesian Pharmacopoeia, the content of CTM tablets is not less than 90.0% and not more than 110.0% of the amount stated on the label. Meanwhile, the CTM sample that meets the requirements is in replication 2 with a percentage of 92.5%. and replication 3 with a percentage of 102.5%.

Key Words: Nitrimetry, quantitative, chlorphenamine maleate.

PENDAHULUAN

Kimia analisis memainkan peranan krusial dalam ilmu farmasi dengan berbagai aplikasinya yang penting untuk pengembangan, produksi, dan pengujian produk farmasi. Perkembangan obat-obatan membawa revolusi dalam kesehatan manusia. Obat-obatan ini akan memenuhi syarat jika bebas dari pengotor dan diberikan dalam jumlah yang sesuai (Amin *et al.*, 2023)

Dalam ilmu kimia terdapat dua jenis analisis yaitu, analisis kualitatif dan kuantitatif. Berdasarkan dua jenis analisis

secara kuantitatif tersebut, ada dua metode, yaitu volumetri (titrimetri) dan gravimetri. Metode volumetri secara umum masih digunakan secara luas karena metode ini merupakan metode yang sangat mudah digunakan, akurat dan juga murah. Volumetri merupakan metode analisis kimia kuantitatif di mana untuk menentukan banyaknya suatu zat dalam volume tertentu dilakukan dengan mengukur banyaknya volume larutan standar (titran) yang bereaksi secara kuantitatif dengan zat yang akan

ditentukan kadarnya (analit) (Ningrum, 2023)

Analisis kuantitatif adalah analisis untuk menentukan jumlah atau kadar dari suatu elemen atau spesies yang ada didalam suatu sampel. Analisis dalam kimia farmasi secara spesifik bertujuan untuk mengetahui kadar suatu senyawa obat dalam sampel, seperti dalam obat sediaan tablet, kemurnian suatu senyawa zat aktif tersebut (Ningrum., 2023).

Tujuan utama analisis kuantitatif adalah untuk mengetahui kuantitas dari setiap komponen yang menyusun analit. Analisis kuantitatif menghasilkan data numerik yang memiliki satuan tertentu. Data hasil analisis kuantitatif umumnya dinyatakan dalam satuan volume, satuan berat maupun satuan konsentrasi dengan menggunakan metode analisis tertentu (Lukum., 2022).

Nitrimetri adalah metode titrasi menggunakan NaNO_2 sebagai pentiter dalam suasana asam. Pada suasana asam, NaNO_2 berubah menjadi HNO_2 (asam nitrit) yang akan bereaksi dengan sampel yang dititrasi membentuk garam diazonium. Pembentukan garam diazonium berjalan lambat, oleh karena itu, mempercepatnya dapat ditambahkan KBr sebagai katalis (Maritha, 2024)

Titrasi nitrimetri merupakan titrasi yang dipergunakan dalam analisa senyawa-senyawa organik, khususnya untuk persenyawaan amina primer. Penetapan kuantitas zat didasari oleh reaksi antara fenil amina primer (aromatic) dengan natrium nitrit dalam suasana asam membentuk garam diazonium (Maritha, 2024).

Chlorpheniramine maleate (CTM) merupakan suatu antihistamin yang berfungsi untuk mengurangi gejala hipersensitivitas. CTM dengan bobot molekul 390.86 g/mol memiliki rumus senyawa $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClN}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ dan termasuk ke dalam golongan senyawa piridin dengan nama senyawa 2-[p-Kloro- α -[2-(dimetilamino)etil]benzil] piridin maleat. CTM berbentuk padatan kristal

putih tak berbau dan memiliki pH antara 4–5 (Santoso *et al.*, 2024).

METODE

Alat dan Bahan

Adapun alat yang digunakan pada percobaan ini yaitu alu, buret, batang pengaduk, erlenmeyer, gelas kimia, gelas ukur, klem, lumpang, pipet tetes, sendok tanduk, statif, dan timbangan. Bahan yang digunakan pada percobaan ini yaitu, aquadest, amilum, aluminium foil, asam klorida, chlorphenamine maleate, kalium iodide, kertas perkamen, natrium nitrit, serbuk zink.

Prosedur Kerja

Pembuatan Pereaksi NaNO_2 0,05 M

1. Ditimbang NaNO_2 sebanyak 3,45 g
2. Dilarutkan dalam 1000 ml aquadest.

Pembuatan Indikator (Pasta KI-amilum)

1. Ditimbang KI 0,75 g dan dilarutkan dalam 5 ml aquadest
2. Ditambahkan 100 ml aquadest dan dipanaskan hingga mendidih
3. Disuspensikan 5 g amilum dalam 30 ml aquadest dan dilarutkan dalam larutan KI kemudian dididihkan selama 2 menit.

Penetapan Kadar Chlorphenamine Maleate

1. Ditimbang sampel CTM sebanyak 0,17 gram
2. Dilarutkan sampel dalam 10 ml HCl pekat dan ditambahkan sedikit demi sedikit 0,02 g serbuk Zn hingga larut
3. Ditambahkan 5 ml HCl pekat, lalu diamkan selama 1 jam, dan disaring kedalam Erlenmeyer melalui kapas dan dicuci dengan H_2O sebanyak 3 kali tiap 1 kali 5 ml

Analisis Data

Perhitungan kadar chlorphenamine maleate dalam sampel :

$$\text{Mg} = N \times V_t \times \text{BE}$$

BE: Berat ekivalen

Keterangan:
Mg: Berat Sampel
Vt : Volume Titrasi

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

HASIL

Tabel 1. Penetapan Kadar Chlorphenamine Maleate

Sampel	R	Perubahan Warna		VT	% Kadar
		Sebelum	Sesudah		
CTM	1	Kuning	Biru	0,1	48,85 %
	2	Kuning	Biru	0,19	92,5 %
	3	Kuning	Biru	0,21	102,5 %
	4	Kuning	Biru	0,7	342 %

Pembahasan

Nitrimetri adalah metode titrasi menggunakan NaNO_2 sebagai peniter dalam suasana asam. Pada suasana asam NaNO_2 berubah menjadi HNO_2 (asam nitrit) yang bereaksi dengan sampel yang dititrasi membentuk garam diazonium (Maritha, 2024).

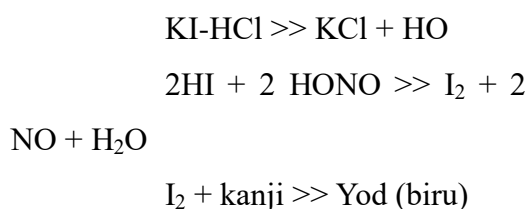
Prinsip yang digunakan pada titrasi nitrimetri adalah reaksi diazotasi yang merupakan reaksi pada amina aromatic primer dengan asam nitrit dan menghasilkan garam diazonium (Fauzi, 2020).

Adapun langkah pengerjaan dimulai dengan pembuatan pentitrasi yaitu larutan NaNO_2 0,05 M dengan menimbang 3,45 g lalu dilarutkan dengan 1 L aquadest.

Selanjutnya pembuatan indikator pasta KI-Amilum dengan cara dilarutkan 0,75 g KI dalam 5 ml air suling, larutkan lalu tambahkan lagi 100 ml aquadest. Ditimbang 5 g amilum dalam 30 ml aquadest, panaskan hingga mendidih lalu tambahkan larutan KI sebelumnya sedikit demi sedikit sambil diaduk hingga larut. Selanjutnya yaitu penetapan kadar CTM yaitu 0,175 g yang merupakan BST lalu dilarutkan dalam 10 ml HCl pekat. Hal ini bertujuan untuk menurunkan pH nya agar garam diazonium dapat terbentuk pada reaksi ini. Selanjutnya larutan tersebut ditambahkan zinc sebanyak 0,02 gram lalu tambahkan lagi 5 ml HCl pekat aduk ad larut. Kemudian didiamkan selama 1 jam, setelah 1 jam dilakukan penyaringan guna

mendapat kadar murninya dengan cara penyaringan menggunakan aquadest 5 ml tiap 3x lalu dinginkan sampai suhu 10°C, diturunkan suhu karena garam diazonium tidak stabil dan jika suhunya lebih tinggi bias terurai menjadi fenol dan natrium. Selanjutnya yaitu dilakukan titrasi dengan larutan NaNO₂ 0,05 M dengan pemberian indicator pasta KI-Amilum, hingga diperoleh warna biru violet.

Titik akhir titrasi ditunjukkan oleh perubahan warna dari pasta kanji iodide sebagai indicator luar. Kelebihan asam nitrit terjadi karena senyawa fenil sudah bereaksi sebelumnya, kelebihan ini dapat bereaksi dengan iodide yang ada dalam pasta kanji. Reaksi ini akan mengubah iodide menjadi iodine diikuti dengan perubahan warna menjadi biru. Kejadian ini dapat ditunjukkan setelah larutan didiamkan selama beberapa menit. Reaksi perubahan warna yang dijadikan indicator dalam titrasi ini adalah:



Adapun hasil pengamatan pada replikasi 1 terjadi perubahan warna dari kuning terang menjadi biru violet dengan vol.titrasi sebanyak 0,1 ml dengan % kadar 48,85%. Pada replikasi 2 vol.titras diperoleh 0,19 ml dengan kadar 92,5%. Pada replikasi 3 diperoleh % kadar

sebanyak 102,5% dengan vt 0,21 ml . Selanjutnya pada replikasi 4 diperoleh hasil vol.titras 0,7 ml dengan kadar 342%.

Adapun penetapan kadar tablet CTM berdasarkan farmakope Indonesia Edisi VI (2020) menyatakan bahwa kadar CTM tablet tidak kurang dari 90.0% dan tidak lebih dari 110,0% dari jumlah yang tertera pada etiket. Berdasarkan pernyataan tersebut sampel CTM yang memenuhi persyaratan kadar adalah pada replikasi 2 dengan persentase 92,5%. dan replikasi 3 dengan persentase 102,5%.

Adapun faktor kesalahan yang menyebabkan diperoleh berbeda dengan ketentuan atau syarat berdasarkan farmakope. Hal tersebut terjadi kemungkinan dikarenakan oleh beberapa faktor misalnya pada saat proses titrasi yang dilakukan kran pada buret dibuka terlalu cepat sehingga terjadi kelebihan titran.

KESIMPULAN

Titrasi nitrimetri merupakan titrasi yang dipergunakan dalam Analisa senyawa-senyawa organic. Berdasarkan hasil uji nitrimetri khususnya untuk persenyawaan amilum persen hasil yang diperoleh % kadar kemurnian dengan berturut-turut yaitu 48,85% : 92,5% : 102,5% : dan 342% dan % kadar rata-rata keseluruhan adalah 146,642%. Berdasarkan pernyataan tersebut sampel

CTM yang memenuhi persyaratan kadar adalah pada replikasi 2 dengan persentase 92,5%. dan replikasi 3 dengan persentase 102,5%. Hasil yang diperoleh dapat dikatakan belum sempurna karena masih terdapat hasil yang berbeda dengan persyaratan farmakope.

DAFTAR PUSTAKA

- Amin, A., Harizal, Asjur, A. V., Husain, F., Artati, Masta, N., Supriyanta, B., Aliah, A. I., Mubarak, F., Ahmad, F. F., Wahyuni, H. S., Shalihat, A., & Sari, E. K. (2023). *Kimia Farmasi Analisis*.
- Dirjen POM, 2020. *Farmakope Indonesia Edisi VI*. Jakarta: Departemen Kesehatan RI
- Fauzi, C. L. (2020). Analisis Kuantitatif Bahan Baku Paracetamol Dengan Metode Titrasi Nitrimetri. *Jurnal Analisis Farmasi*.
- Maritha, V. (2024). *PANDUAN ANALISIS FARMASI*. Uwais Inspirasi Indonesia.
- Ningrum, D. M. (2023). *Buku Ajar Kimia Farmasi*. Penerbit Samudra Biru.
- Santoso, G. A., Raiza, A., Laksana, A., Tenti, A. M., & Hidayah, A. B. (2024). *Analisis Kandungan CTM dalam Tablet dengan Metode Spektrofotometri UV- Vis Analisis Kandungan CTM dalam Tablet dengan Metode Spektrofotometri UV- Vis. May*.