

Studi Degradasi Paksa Terhadap Kadar Parasetamol Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

M.A. Hanny Ferry Fernanda^{1*}, Maulidia Ningsih¹

¹Program Studi Diploma Tiga Farmasi, Akademi Farmasi Surabaya, Surabaya, Indonesia

^{*}E-mail: ma.hanny.ff@akfarsurabaya.ac.id

Diterima : November 2022

Disetujui : Desember 2022

ABSTRAK

Parasetamol atau asetaminofen adalah golongan obat bebas yang banyak digunakan oleh masyarakat umum untuk mengobati demam dan nyeri ringan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh degradasi paksa dengan hidrolisis terhadap kadar parasetamol menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. Jenis penelitian ini adalah eksperimental dengan metode yang digunakan adalah Spektrofotometri UV-Vis yang dilakukan pada panjang gelombang 200-400 nm. Hasil yang diperoleh dari penelitian berupa persamaan regresi linier $y=0,0652x + 0,0269$ dengan nilai $R^2 = 0,9938$. Presentase rekoveri dari parasetamol tanpa degradasi adalah 90,40% sedangkan parasetamol dengan degradasi adalah 87,98%. Disimpulkan terjadi penurunan kadar parasetamol yang diberi perlakuan degradasi sehingga dinyatakan ada indikasi pengaruh degradasi paksa dengan hidrolisis parasetamol. Saran yang diberikan peneliti adalah mengembangkan penelitian lebih lanjut terkait metode validasi dan studi degradasi dalam penentuan kadar tablet parasetamol.

Kata kunci: Parasetamol, Degradasi, Spektrofotometri UV-Vis.

Forced Degradation Study Of Paracetamol Levels Using Uv-Vis Spechtrphotometry

ABSTRACT

Paracetamol or acetaminophen is a class of over-the-counter drugs widely used by the general public to treat fever and mild pain. The study aimed to determine the effect of forced degradation by hydrolysis on paracetamol levels using Uv-Vis Spectrophotometry. This type of research is experimental with the method used is Uv-Vis Spectrophotometry which is carried out at a wavelength of 200-400 nm. The results obtained from the study in the form of a linear regression equation $y=0,0652x + 0,0269$ with a value of $R^2 = 0,9938$. Furthermore, paracetamol without degradation was 90,40%, while paracetamol with degradation was 87,98%. It was concluded that there was a decrease in the levels of paracetamol treated with degradation, so it was stated that there was an indication of the effect of forced degradation by hydrolysis of paracetamol. The advice given by the researcher is to develop further research related to validation methods and degradation studies in determining the levels of paracetamol tablets.

Keywords: Paracetamol, Degradation, Spectrophotometry Uv-vis.

1. PENDAHULUAN

Acetaminofen atau parasetamol adalah suatu obat yang termasuk ke dalam golongan obat bebas yang digunakan sebagai terapi analgetik (peredam nyeri) dan antipiretik (penurunan panas). Parasetamol juga dapat digunakan dalam manajemen nyeri yang lebih parah seperti nyeri pasca operasi [1]. Pemilihan tablet parasetamol dalam penelitian ini karena mudah untuk didapatkan, harga sangat terjangkau dan merupakan obat yang sangat familiar dikalangan masyarakat umum sebagai terapi demam dan nyeri.

Sehingga perlu dilakukan pengawasan dalam penggunaan parasetamol.

Penyimpanan merupakan salah satu hal yang penting dalam menjamin mutu sediaan farmasi, karena penyimpanan yang tidak sesuai dengan karakteristik obat dapat mempengaruhi mutu sediaan yang mengakibatkan kadar obat tidak sesuai dengan persyaratan. Kadar yang tidak sesuai akan mempengaruhi efek terapi yang diinginkan dan munculnya efek toksisitas membahayakan bagi pasien yang mengkonsumsi obat tersebut. Dalam

hal ini, maka perlu dilakukan penetapan kadar paracetamol dalam tablet yang menurut persyaratan Farmakope Indonesia (FI) Edisi IV tahun 1995 yaitu paracetamol tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 110,0% [2].

Studi degradasi merupakan studi yang dilakukan dengan memberi perlakuan khusus terhadap bahan obat dalam kondisi tertentu yang mengakibatkan bahan obat terurai atau terdegradasi sehingga akan mempengaruhi stabilitas kadar obat. Proses degradasi dapat terjadi dalam beberapa kondisi seperti, asam, basa, oksidasi, suhu dan fotolisis. Studi degradasi paksa pada sediaan farmasi yang mengandung parasetamol dilakukan dengan menggunakan metode KLT dan KCKT, terutama pada sediaan yang multikomponen. Diantaranya adalah sediaan campuran parasetamol dan tramadol yang dianalisis dengan metode KCKT serta campuran parasetamol dan chlorzoxazone yang dianalisis dengan metode KLT [3,4].

Selain menggunakan metode KCKT dan KLT, studi degradasi paksa pada sediaan farmasi yang mengandung parasetamol juga dapat dilakukan dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis. Metode Spektrofotometri UV telah dikembangkan untuk pengujian Parasetamol dalam formulasi tabletnya. Metode tersebut dikembangkan dan divalidasi untuk pengujian paracetamol menggunakan metanol dan air sebagai pengencer. Semua parameter analisis dipilih menurut pedoman ICH [Q2(R1)] dan divalidasi secara statistik menggunakan RSD dan %RSD [1]. Pada penelitian lain, Metode spektrofotometri UV juga dikembangkan dan divalidasi untuk kuantifikasi simultan aspirin dan parasetamol dalam larutan standar dan tablet. Metode ini menggunakan penyelesaian persamaan simultan berdasarkan pengukuran absorbansi pada dua panjang gelombang, 265 dan 257 nm masing-masing untuk aspirin dan parasetamol. Dari penelitian tersebut menunjukkan hasil bahwa metode tersebut spesifik, cepat dan sederhana dengan sensitivitas yang baik [5].

Metode yang digunakan dalam penelitian kali ini adalah Spektrofotometri UV-Vis. Metode ini dipilih karena mudah untuk digunakan dalam menentukan kadar dari suatu bahan atau senyawa pada panjang gelombang tertentu [1]. Selain itu, metode ini relative terjangkau dari segi biaya, namun selektif dan sensitif sehingga dapat

menghasilkan nilai akurasi yang tinggi [6]. Analisis studi degradasi terhadap kadar paracetamol secara hidrolisis dalam hal ini dilakukan penetapan kadarnya menggunakan Spektrofotometri UV-Vis.

2. METODE PENELITIAN

Penelitian yang dilakukan merupakan penelitian eksperimental terhadap paracetamol yang didegradasi paksa secara hidrolisis dan ditetapkan kadarnya menggunakan Spektrofotometri UV-Vis.

2.1. Alat dan Bahan

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, mortir, stamper, Beaker glass, batang pengaduk, pipet tetes, pipet volume, corong, labu ukur, gelas ukur, kuvet dan Spektrofotometer UV-Vis.

Bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah paracetamol serbuk, sampel tablet paracetamol, HCl 0,1N, HCl 1N dan Aquadest.

2.2. Prosedur Kerja

a. Pembuatan Larutan Standar 100 ppm

Standar paracetamol ditimbang sebanyak 100mg masukkan ke dalam labu ukur 100 mL Kemudian dilarutkan dengan HCl 0,1 N. Dipipet larutan induk 1033 ppm sebanyak 10,0 mL masukkan kedalam labu ukur 100,0 mL dan larutkan dengan HCl 0,1 N sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 103,3 ppm.

b. Pembuatan HCl 1N

HCl 1 N sebagai pendegradasi dibuat dengan memipet HCl pekat 12,06 N sebanyak 8,3 mL kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100,0 mL dan larutkan dengan aquadest [7,8].

c. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Dari larutan standar 103,3 ppm diambil 3,0 mL kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 50,0 mL kemudian ditambahkan dengan aquadest diperoleh konsentrasi 6,19 ppm. Larutan standar dan blanko dimasukkan ke dalam kuvet kemudian dipindai dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 200-400 nm [2]. Selanjutnya diukur absorbansinya dan dicatat hasil yang diperoleh.

d. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Dari larutan standar 103,3 ppm kemudian

larutan dipipet menjadi 5 konsentrasi ppm yaitu sebanyak 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; dan 5,0 mL. Masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 50,0 mL dan ditambahkan aquadest hingga tanda batas. Konsentrasi larutan baku kerja yang diperoleh yaitu 2,06 ppm ; 4,13 ppm ; 6,19 ppm ; 8,26 ppm dan 10,33 ppm. Selanjutnya diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

e. Degradasi Paracetamol secara hidrolisis

Ditimbang satu per satu tablet paracetamol sebanyak 20 tablet kemudian digerus hingga halus. Kemudian ditimbang sebanyak 100 mg dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL lalu ditambahkan dengan HCl 0,1N sampai tanda batas. Saring larutan tersebut kemudian dipipet sebanyak 1,0 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100,0 mL tambahkan dengan HCl 0,1N. Selanjutnya tambahkan larutan dengan HCl 1 N sebanyak 5,0 mL dan lakukan degradasi selama 30 menit [7,8].

Larutan sampel yang telah didegradasi kemudian di masukkan kedalam kuvet dan diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh. Data yang diperoleh kemudian dicatat dan dimasukkan kedalam persamaan regresi.

f. Analisis Data

Pengolahan data pada penelitian ini adalah mengetahui perbedaan stabilitas dari paracetamol yang didegradasi paksa secara hidrolisis dengan

paracetamol yang tidak didegradasi menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. Perbedaan stabilitas pada paracetamol ditunjukkan dengan berkurang atau tidaknya kadar dari paracetamol. Analisis dilakukan dengan menghitung % *recovery* atau % perolehan kembali pada kandungan paracetamol.

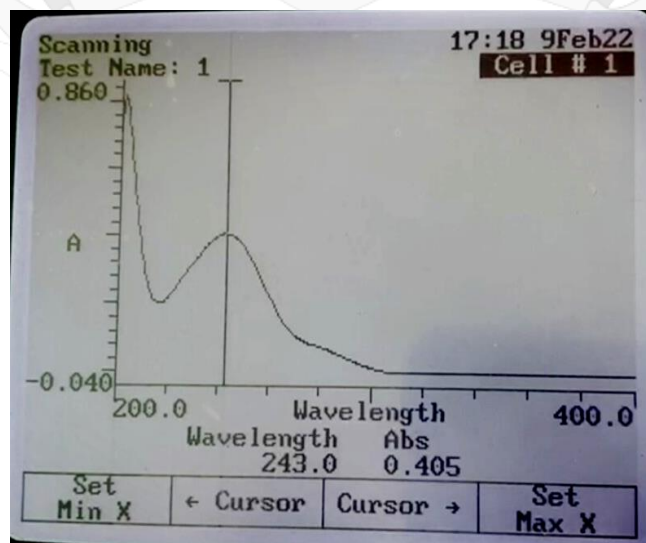
Data yang diperoleh kemudian diolah menggunakan Uji Statistik *Paired t-Test* untuk mengetahui perbedaan signifikan antara sampel tablet paracetamol tanpa degradasi dengan tablet paracetamol yang didegradasi.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Paracetamol

Sebelum melakukan analisis penetapan kadar suatu senyawa menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis, terlebih dahulu diperlukan penentuan panjang gelombang maksimum (λ maksimum) dari senyawa yang akan diuji. Tujuan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang maksimum adalah untuk mendapatkan nilai perubahan absorbansi dari setiap satuan konsentrasi larutan yang paling besar, sehingga diperoleh kepekaan analisis yang maksimal [2].

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan baku kerja paracetamol dengan konsentrasi 6,19 ppm pada rentang panjang gelombang 200 nm - 400 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis.



Gambar 1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum paracetamol yang diperoleh adalah 243,0

nm. Sedangkan secara teoritis, serapan maksimum paracetamol berada pada panjang gelombang

maksimum 244 nm [2]. Sehingga dapat disimpulkan bahwa hasil penajang gelombang maksimum yang diperoleh sesuai dengan teoritis dan dapat digunakan dalam penelitian.

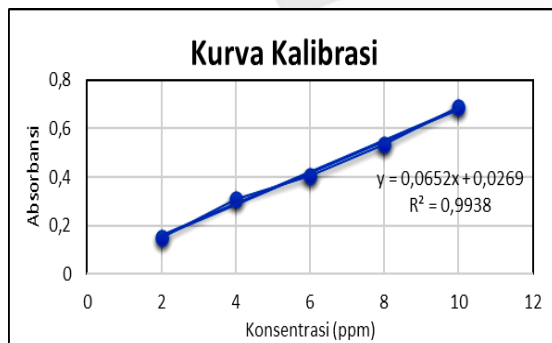
3.2 Kurva Kalibrasi Paracetamol

Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan baku kerja yang dibuat dengan beberapa konsentrasi dari larutan standar paracetamol 103,3 ppm yaitu 2,06 ppm; 4,13 ppm; 6,19 ppm; 8,26 ppm dan 10,33 ppm. Pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang maksimum paracetamol yang telah diperoleh yaitu 243,0 nm. Hasil pengukuran sebagai berikut :

Tabel 1. Absorbansi Standar Paracetamol

No	Standar Paracetamol (ppm)	Absorbansi
1	2,06	0,150
2	4,13	0,310
3	6,19	0,406
4	8,26	0,533
5	10,33	0,690

Dari nilai absorbansi standar paracetamol kemudian diolah untuk mendapatkan kurva kalibrasi yang dapat menentukan kesesuaian hasil penelitian dengan hukum Lambert-Beer berupa garis lurus. Dari kurva kalibrasi diperoleh persamaan garis $y = 0,0652x + 0,0269$ dan nilai korelasi (r) = 0,9968 dengan nilai (R^2) yang diperoleh sebesar 0,9938.



Gambar 2. Kurva Kalibrasi Paracetamol

Dapat dilihat linearitas antara konsentrasi standar paracetamol dan absorbansi berupa garis lurus dan dapat menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi larutan standar maka semakin besar absorbansi yang diperoleh.

3.3 Penetapan Kadar Tablet Paracetamol

Sampel paracetamol tablet yang sudah digerus halus kemudian ditimbang sebanyak 100 mg dan direplikasi sebanyak 3 kali. Pengukuran absorbansi pada sampel dilakukan dengan 2 kondisi yang berbeda, yaitu sampel paracetamol yang tidak didegradasi dan sampel paracetamol yang didegradasi menggunakan larutan HCl 1 N selama 30 menit. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 243 nm. Hasil pengukuran absorbansi sebagai berikut :

Tabel 2. Absorbansi Sampel Paracetamol

Bahan	Replikasi	Sebelum Hidrolisis	Sesudah Hidrolisis
Paracetamol	1	0,583	0,584
	2	0,579	0,566
	3	0,560	0,578
Rata-rata		0,574	0,576

Nilai absorbansi yang diperoleh kemudian diolah dengan nilai persamaan garis $y = 0,0652x + 0,0269$ dan didapat konsentrasi paracetamol (ppm).

Tabel 3. Konsentrasi Sampel Paracetamol

Bahan	Replikasi	Konsentrasi (ppm)	
		Sebelum Hidrolisis	Sesudah Hidrolisis
Paracetamol	1	8,9417	8,5444
	2	8,4677	8,2684
	3	8,1763	8,4524
Rata-Rata		8,5285	8,4217

Penentuan kadar paracetamol diperoleh dengan menghitung nilai %recovery sampel tablet paracetamol yang kemudian hasil penelitian dibandingkan dengan teori. Kriteria penerimaan pada hasil perolehan kembali (%recovery) paracetamol adalah tidak kurang dari 90% dan tidak lebih dari 110% [2].

Tabel 4. Kadar Sampel Paracetamol

Bahan	Replikasi	Kadar Paracetamol		%Recovery	
		Sebelum Hidrolisis	Sesudah Hidrolisis	Sebelum Hidrolisis	Sesudah Hidrolisis
Paracetamol	1	472,26	449,94	94,45	89,98
	2	449,86	437,97	89,97	87,59
	3	434,02	446,90	86,80	89,38
Rata-Rata				90,40	87,98

Dari hasil yang diperoleh, dapat dikatakan bahwa kadar sampel parasetamol tanpa degradasi berada dalam rentang kriteria penerimaan sedangkan untuk kadar sampel parasetamol yang didegradasi kurang dari kadar yang telah ditentukan. Dalam hal ini, terdapat indikasi penurunan kadar pada parasetamol yang diberi perlakuan degradasi.

3.4 Uji Statistik Paired t-Test

Data yang diperoleh kemudian diolah

		Paired Differences				t	df	Sig. (2-tailed)
		Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference			
					Lower	Upper		
Pair 1	SEBELUM HIDROLISIS - SESUDAH HIDROLISIS	-.012667	.012503	.007219	-.043727	.018393	-1,755	.221

Gambar 3. Hasil Uji Statistik Paired t-Test

Dari hasil yang diperoleh diketahui nilai signifikansi (p) pada sampel parasetamol sebesar 0,221 menunjukkan nilai $p > 0,05$ yang dapat disimpulkan bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan terhadap parasetamol yang didegradasi. Dalam hal ini, dapat diketahui bahwa sampel tablet parasetamol yang diberi perlakuan khusus mengalami degradasi secara hidrolisis dengan ditunjukkan hasil kadar yang kurang dari kriteria penerimaan kadar sesuai literatur teori. Namun, tidak ada perbedaan yang signifikan pada sampel tablet parasetamol yang terdegradasi sehingga tidak mempengaruhi mutu dari parasetamol.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil pengujian secara statistik diperoleh nilai sig 0,221 yang menunjukkan nilai $p > 0,05$ sehingga dapat disimpulkan tidak adanya perbedaan yang signifikan antara sampel tablet parasetamol yang didegradasi paksa secara hidrolisis dan tablet parasetamol yang tidak didegradasi.

5. UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada seluruh pihak Akademi Farmasi Surabaya yang telah mendukung penulisan artikel ini.

6. PENDANAAN

Penelitian ini tidak didanai oleh sumber hibah manapun.

menggunakan uji parameter statistik *Paired t-Test* untuk menentukan ada atau tidaknya perbedaan yang signifikan terhadap sampel parasetamol yang didegradasi. Kesimpulan hasil dengan paired t-test jika nilai sig $> 0,05$ maka tidak ada perbedaan yang signifikan, namun jika $< 0,05$ maka terdapat perbedaan yang signifikan pada sampel. Hasil pengujian secara statistik dapat dilihat pada Gambar 3.

7. KONFLIK KEPENTINGAN

Seluruh penulis menyatakan tidak terdapat potensi konflik kepentingan dengan penelitian, kepenulisan (*authorship*), dan atau publikasi artikel ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. Behera S. UV-Visible Spectrophotometric Method Development and Validation of Assay of Paracetamol Tablet Formulation. *J Anal Bioanal Tech.* 2012;03(06).
2. Grace Pricilia, Sudewi S, Lolo WA. Validasi Metode Analisis Untuk Penetapan Kadar Parasetamol dalam Sediaan Tablet. *Pharmacon.* 2015;4(4):168–78.
3. Mostafa NM. Stability indicating method for the determination of paracetamol in its pharmaceutical preparations by TLC densitometric method. *J Saudi Chem Soc.* 2010 Oct 1;14(4):341–4.
4. Kamble RM, Singh SG. Stability-indicating RP-HPLC method for analysis of paracetamol and tramadol in a pharmaceutical dosage form. *E-Journal Chem.* 2012;9(3):1347–56.
5. Murtaza G, Hussain I, Khan SA, Shabbir A, Mahmood A, Asad MHH Bin, et al. Development of a UV-spectrophotometric method for the simultaneous determination of aspirin and paracetamol in tablets. *Sci Res Essays.* 2011;6(2):417–21.
6. Maritha V, Waskita KN. Pengaruh Metode Analisis Tablet Parasetamol Terhadap Nilai Akurasi. *Edu Masda J.* 2017;1(1):82.
7. Naveed S, Ishaq H, Urooj S. Degradation study of different brands of paracetamol by UV spectroscopy. *J Coast Life Med.* 2016;4(5):377–9.

8. Blessy M, Patel RD, Prajapati PN, Agrawal YK.
Development of forced degradation and
stability indicating studies of drugs - A review.
J Pharm Anal. 2014;4(3):159–65.

