

ANALISIS CAMPURAN PARASETAMOL, PROPIFENAZON DAN KOFEIN SECARA SPEKTROFOTOMETRI ULTRAVIOLET REGRESI KOMPONEN UTAMA

Fitria¹, Ainil Fithri Pulungan²

Program Studi S1 Farmasi STIKes Imelda Medan

Article Info

Keywords:

Paracetamol
Propifenazone
Kofein
Chemometrics
UV Spectrophotometry
Component Regression Main

ABSTRACT

Chemometrics is a part of chemical analysis that is used for qualitative and quantitative analysis to identify multivariate data. In this study, chemometrics is a part of UV spectrophotometry which was developed on a mixture of three medicinal compounds, namely paracetamol, propifenazone and kofein. In this study, the chemometric method used for multivariate analysis was Principle Component Regression (PCR) using a solvent mixture of phosphate buffer pH 7.2 and methanol (7: 3). The paracetamol, propifenazone and kofein spectra were recorded at 200-400 nm wavelength with 2 nm wavelength intervals, with a linearity of 3.0 - 10.5 µg / ml for paracetamol, 5.0 - 17.5 µg / ml for propifenazone and 4. , 5 - 13.0 µg / ml for kofein. The method was validated according to the provisions of the international conference on harmonization Q2 (R1) (ICH) guidelines. This method was successfully used for the determination of three drug mixtures in tablet formulations.

This is an open access article under the [CC BY-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/) license.



Corresponding Author:

Ainil Fithri Pulungan,
Program Studi S1 Farmasi,
STIKes Imelda Medan,
Jl. Bilal No. 52 Kelurahan Pulo Brayan Darat I Kecamatan Medan Timur, Medan - Sumatera Utara.
Email: ainilfithri240@gmail.com

1. INTRODUCTION

Parasetamol memiliki rumus molekul $C_8H_9NO_2$ dengan berat molekulnya adalah 151,169 g/mol, propifenazon memiliki rumus molekul $C_{14}H_{18}N_2O$ dan berat molekul 194,19 g/mol, Kofein memiliki rumus molekul $C_8H_{10}N_4O_2$ dan berat molekul 194,19 g/mol. Parasetamol dan propifenazon merupakan obat yang secara luas digunakan dalam penanganan rasa nyeri (analgetika) dan demam (antipiretika). Kofein sering dikombinasikan dengan parasetamol dan propifenazon untuk memperkuat efek analgetiknya melalui mekanisme vasokonstriktif guna untuk mengobati nyeri kepala.

2. RESEARCH METHOD

Experimental

Material and Method

Spektrum serapan diukur menggunakan spektrofotometri UV-Vis 1800 (shimadzu) dengan tebal kuvet 1 cm. Pengolahan data dilakukan dengan perangkat lunak UV-probe. Spektrum UV campuran direkam

pada panjang gelombang 200-400 nm dengan interval 2 nm. Analisis data regresi komponen utama dikalkulasikan menggunakan Minitab for windows (versi 2017).

Prosedur

Larutan Standar

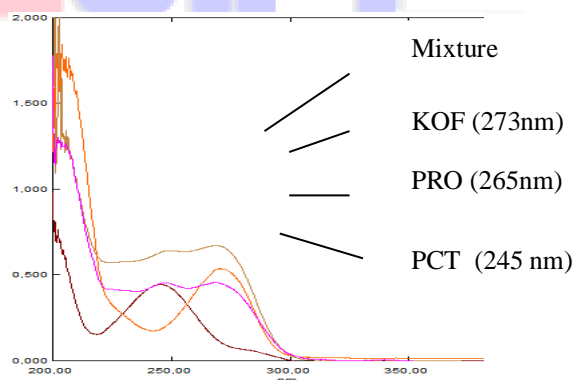
Larutan standar parasetamol, propifenazon dan kofein 50 mg disiapkan ke dalam labu tentukur 100 ml dengan menggunakan pelarut campuran dapar phosfat pH 7,2 dan metanol (7:3). Disiapkan konsentrasi larutan 3-10,5 µg/ml untuk parasetamol, 5-17,5 µg/ml untuk propifenazon dan 4,5-13 µg/ml untuk kofein. Larutan disiapkan dengan mengencerkan larutan standar. Dibuat sebanyak 10 campuran larutan kalibrasi dari masing-masing baku dengan 6 kali pengulangan, dan 5 campuran baku untuk validasi dari masing-masing baku dengan 6 kali pengulangan. Masing-masing larutan diencerkan menggunakan labu tentukur 10 ml kemudian diukur pada panjang gelombang 220-350 nm dengan interval 2 nm.

Penyiapan Larutan Sampel

Dua puluh tablet yang mengandung parasetamol 250 mg ditimbang dan diserbukkan, propi-fenazon 150 mg dan kofein 50 mg. Timbang seksama sejumlah serbuk setara 50 mg parasetamol, masukkan kedalam labu tentukur 50 mL, dilarutkan dengan pelarut kurang lebih 25 ml, disonikasi selama 10 menit, kemudian ditambahkan dengan pelarut sampai garis tanda. Saring larutan dengan kertas saring Whatman® No.42, selanjutnya diencerkan dengan pelarut untuk mendapatkan larutan sampel.

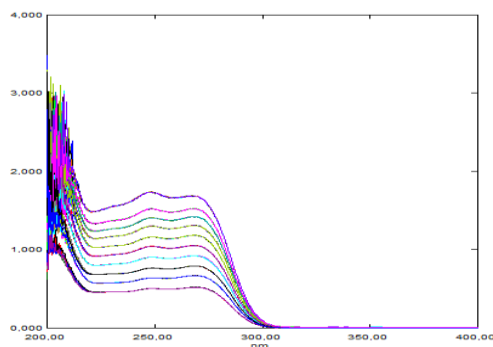
3. RESULTS AND ANALYSIS

Spektrum serapan parasetamol, propifenazon dan kofein dalam LDF pH 7,2 dan metanol (7:3) direkam pada panjang gelombang 220-350 nm. Ketiga obat menunjukkan saling tumpang tindih dalam penyerapannya ditunjukkan pada gambar 1.

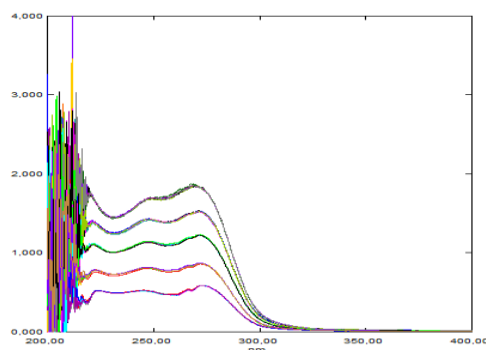


Gambar 1. Tumpang Tindih Spektrum Parasetamol, Propifenazon Dan Kofein

Spektrum kalibrasi diukur dengan 10 campuran baku standar dengan 6 kali pengulangan dan spektrum validasi diukur dengan 5 campuran baku standar dengan 6 kali pengulangan. Spektrum kalibrasi ditunjukkan pada gambar 2.



Gambar 2. Spektrum Kalibrasi Parasetamol, Propifenazon Dan Kofein



Gambar 3. Spektrum Validasi Parasetamol, Propifenazon Dan Kofein

Tabel 1. Komposisi Kalibrasi dari Metode RKU

No	Parasetamol		Propifenazon		Kofein	
	Kalkulasi	Sebenarnya	Kalkulasi	Sebenarnya	Kalkulasi	Sebenarnya
1	2,9592	3,00	4,9320	5,00	4,6519	4,50
2	2,9831	3,00	4,9718	5,00	4,4773	4,50
3	2,9721	3,00	5,0146	5,00	4,4095	4,50
4	3,0263	3,00	5,0438	5,00	4,4677	4,50
5	3,0324	3,00	5,0540	5,00	4,4693	4,50
6	3,0321	3,00	5,0534	5,00	4,5603	4,50
7	3,6776	3,75	6,1293	6,25	5,5534	5,50
8	3,6840	3,75	6,1401	6,25	5,4622	5,50
9	3,7154	3,75	6,1923	6,25	5,4802	5,50
10	3,7338	3,75	6,2230	6,25	5,5260	5,50
11	3,6981	3,75	6,1635	6,25	5,4971	5,50
12	3,6743	3,75	6,1239	6,25	5,5142	5,50
13	4,4840	4,50	7,4733	7,50	6,5239	6,50
14	4,4450	4,50	7,4038	7,50	6,4090	6,50
15	4,5394	4,50	7,5107	7,50	6,4453	6,50
16	4,4910	4,50	7,4500	7,50	6,4908	6,50
17	4,5144	4,50	7,5240	7,50	6,5722	6,50
18	4,5529	4,50	7,5881	7,50	6,4898	6,50
19	5,3330	5,25	8,8884	8,75	7,5192	7,50
20	5,2896	5,25	8,8161	8,75	7,4391	7,50
21	5,2718	5,25	8,7864	8,75	7,3107	7,50
22	5,2693	5,25	8,7821	8,75	7,4954	7,50
23	5,2743	5,25	8,7905	8,75	7,5790	7,50
24	5,2819	5,25	8,8031	8,75	7,4870	7,50
25	5,9840	6,00	9,9733	10,00	8,5353	8,50
26	6,0128	6,00	10,0213	10,00	8,3731	8,50
27	6,0535	6,00	10,0891	10,00	8,5299	8,50
28	6,0523	6,00	10,0601	10,00	8,4201	8,50
29	6,0310	6,00	10,0516	10,00	8,4928	8,50
30	6,0679	6,00	10,1132	10,00	8,5172	8,50
31	6,7791	6,75	11,2985	11,25	9,4340	9,50
32	6,7088	6,75	11,1813	11,25	9,5624	9,50
33	6,6879	6,75	11,1465	11,25	9,6250	9,50
34	6,7300	6,75	11,2167	11,25	9,6009	9,50
35	6,7722	6,75	11,2870	11,25	9,5981	9,50
36	6,7684	6,75	11,2807	11,25	9,5091	9,50
37	7,5184	7,50	12,5307	12,50	10,5895	10,50
38	7,5415	7,50	12,5692	12,50	10,4625	10,50
39	7,4801	7,50	12,4668	12,50	10,4085	10,50
40	7,4675	7,50	12,4458	12,50	10,5793	10,50
41	7,4971	7,50	12,4952	12,50	10,7180	10,50

42	7,5567	7,50	12,5944	12,50	10,4934	10,50
43	8,2415	8,25	13,7358	13,75	11,4880	11,50
44	8,2241	8,25	13,7354	13,75	11,5648	11,50
45	8,2671	8,25	13,7785	13,75	11,5296	11,50
46	8,2354	8,25	13,7321	13,75	11,4451	11,50
47	8,2234	8,25	13,7057	13,75	11,4800	11,50
48	8,2596	8,25	13,7660	13,75	11,3797	11,50
49	9,0010	9,00	15,0017	15,00	12,3501	12,50
50	8,9305	9,00	14,8841	15,00	12,4577	12,50
51	8,8201	9,00	14,9810	15,00	12,4442	12,50
52	9,0655	9,00	14,9792	15,00	12,2759	12,50
53	9,0150	9,00	5,0249	15,00	12,3808	12,50
54	9,0264	9,00	15,0440	15,00	12,4806	12,50
55	10,4889	10,50	17,4815	17,50	13,1526	13,00
56	10,5056	10,50	17,5094	17,50	13,1503	13,00
57	10,5023	10,50	17,4921	17,50	13,8865	13,00
58	10,4413	10,50	17,4021	17,50	13,9897	13,00
59	10,4593	10,50	17,4322	17,50	13,0595	13,00
60	10,4800	10,50	17,4667	17,50	13,0630	13,00

Tabel 2. Komposisi Validasi dari Metode RKU

No	Parasetamol		Propifenazon		Kofein	
	Predicted µg/ml	Refrence µg/ml	Predicted µg/ml	Refrence µg/ml	Predicted	Sebenarnya
1	3,4893	3,5	5,0453	5,0	2,0362	2,0
2	3,5117	3,5	4,9924	5,0	1,9941	2,0
3	3,5208	3,5	4,9723	5,0	1,9779	2,0
4	3,4891	3,5	4,9993	5,0	2,0271	2,0
5	3,4777	3,5	4,9809	5,0	1,9847	2,0
6	3,5406	3,5	4,9868	5,0	1,9938	2,0
7	5,5310	5,5	7,5134	7,5	4,0107	4,0
8	5,4489	5,5	7,4405	7,5	3,9976	4,0
9	5,4770	5,5	7,5021	7,5	3,9524	4,0
10	5,5212	5,5	7,4901	7,5	3,9867	4,0
11	5,5047	5,5	7,4834	7,5	3,9820	4,0
12	5,4824	5,5	7,5537	7,5	4,0430	4,0
13	7,4921	7,5	9,9527	10,0	5,9622	6,0
14	7,5484	7,5	10,0749	10,0	6,0600	6,0
15	7,5324	7,5	9,9823	10,0	5,9859	6,0
16	7,5021	7,5	9,9801	10,0	6,1011	6,0
17	7,5103	7,5	10,0354	10,0	6,0170	6,0
18	7,4685	7,5	10,0212	10,0	6,0283	6,0
19	9,4859	9,5	12,5127	12,5	8,0102	8,0
20	9,4538	9,5	12,5012	12,5	7,9812	8,0
21	9,5755	9,5	12,0124	12,5	8,0202	8,0
22	9,4698	9,5	15,5551	12,5	8,0441	8,0
23	9,4804	9,5	12,4816	12,5	7,9852	8,0
24	9,5063	9,5	12,4717	12,5	7,9774	8,0
25	10,5212	10,5	15,0505	15,0	10,0404	10,0
26	10,4847	10,5	14,9864	15,0	9,9891	10,0
27	10,4569	10,5	15,0372	15,0	9,9914	10,0
28	10,5614	10,5	15,0298	15,0	10,0239	10,0
29	10,5025	10,5	14,9506	15,0	9,9602	10,0
30	10,4924	10,5	14,9586	15,0	9,9669	10,0

Data yang digunakan dibagi menjadi dua kelompok yaitu set kalibrasi dan set validasi, untuk data kalibrasi dihitung kesalahan kuadrat rata-rata kalibrasi dan validasi, RMSEC- root mean square error of calibration dan RMSECV- root mean square error of cross validation.

$$RMSECV = \sqrt{\frac{\sum_{i=y}^N (y_{ipred} - y_{iref})^2}{N}}$$

$$RMSEC = \sqrt{\frac{(y - y_{pred})^2}{m-1}}$$

Tabel 3. Ringkasan Statistik Dalam Metode PCR

Parameter	PCT	PRO	KOF
RMSECV	0,0151	0,4048	0,1158
RMSEC	0,0387	0,4970	0,0200
RMSEP	0,00005	0,00682	0,00059
R	0,9998	0,9988	0,9995
a	0,9985	0,9894	0,9991
b	-0,0068	-0,0774	-0,0057

Tabel 4. Analisis untuk formulasi tablet

Formulasi	Label	PCR mg/tab
Tablet P	PCT 250 mg	234,20
	PRO 150 mg	150,80
	KOF 50 mg	43,02

Tabel 5. Data Presisi

Parameter	Metode Presisi		
	PCT (%)	PRO (%)	KOF (%)
Mean	100,47	101,86	100,22
SD	0,3207	1,9916	0,5146
%RSD	0,3192	1,9550	0,5134

Studi recovery dilakukan dengan menambahkan baku standar dari masing-masing baku untuk dilakukan analisis formulasi pada sediaan tablet.

Tabel 6. Studi Recovery Dengan Metode RKU

No	Kons	PCT (%)	PRO (%)	KOF (%)
1	80%	103,4	101,6	102,0
2		101,4	101,1	101,2
3		99,0	100,0	100,0
4	100%	101,1	100,3	101,3
5		100,7	100,0	100,6
6		100,2	99,7	100,0
7	120%	101,8	101,6	102,0
8		100,9	100,8	101,1
9		100,1	99,5	100,5

4. CONCLUSION

Metode yang digunakan sederhana, akurat dan cocok untuk analisis parasetamol, propifenazon dan kofein, metode kemometrik PCR merupakan metode yang lebih murah dan tidak memerlukan instrumentasi yang canggih. Selain itu metode ini dapat diterapkan untuk analisis obat kontrol kualitas di laboratorium untuk proses pengendalian kualitas. Disarankan untuk melakukan penelitian terhadap sediaan tablet yang mengandung lebih dari tiga campuran zat dengan menggunakan metode RKU.

REFERENCES

- A. Sunilkumar, A. Sravankumar, S. Haribabu and V.K Srikanth. (2014). *Journal of Pharmacy Research*. 08 (03) 331.
- A.Y Sianipar. (2017). *Thesis*. Medan: Department of Pharmacy, University of Sumatera Utara, Medan, Indonesia.
- Muchlisyam and T.R Pardede. *Spektrofotometri dan Analisis Multikomponen Obat*. Medan. pp 35.
- R. Abdul. (2014). *Statistika dan Kemometrika Dasar dalam Analisis Farmasi*. Jogjakarta. pp 245-249.

R.P Parixit, N.R Deepika and S.M Vishalkumar. (2016). *International Journal of Pharmaceutical Chemistry and Anlysis*, 03(01) 43.

V.G Santosh, H.H Vrushpriya and R.T Shreeyash. (2016). *ARC Journal of Pharmaceutical Science*. 02 (03) 04.

