

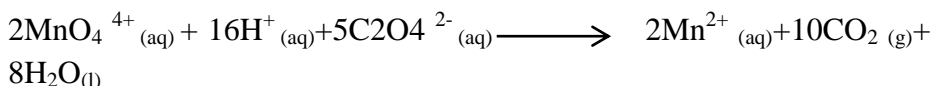
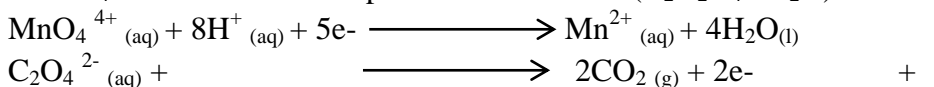
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Standarisasi Larutan Sekunder KMnO₄

Standarisasi larutan sekunder KMnO₄ bertujuan untuk menstandarisasi larutan dengan larutan standar primer asam oksalat karena KMnO₄ tidak murni dan banyak mengandung oksida MnO dan Mn₂O₃. Standarisasi larutan sekunder sebagai berikut:

1. Standarisasi larutan sekunder KMnO₄ 0,1 N dengan larutan standar primer C₂H₂O₄.2H₂O 0,1 N

Standarisasi KMnO₄ dan asam oksalat tidak menggunakan indikator tambahan, karena KMnO₄ bersifat autoindikator, sehingga titik akhir titrasi dapat berubah warna dengan sendirinya tanpa indikator tambahan. Berikut reaksi antara standarisasi larutan sekunder KMnO₄ dan larutan standar primer asam oksalat (C₂H₂O₄.2H₂O):



Hasil standarisasi larutan sekunder KMnO₄ 0,1 N dengan larutan standar primer C₂H₂O₄.2H₂O 0,1 N dapat dilihat pada lampiran 2.

Hasil standarisasi larutan sekunder kalium permanganat (KMnO₄) dilakukan replikasi sebanyak lima kali menggunakan larutan standar primer asam oksalat dihidrat (C₂H₂O₄.2H₂O) 0,1 N dengan koreksi kadar larutan asam oksalat sebesar 0,0997 N dan didapatkan volume rata-rata KMnO₄ sebesar 14,96 mL dengan normalitas KMnO₄ sebesar 0,0999 N.

B. Validasi Metode Analisis Kadar Besi (II) Sulfat Heptahidrat (FeSO₄.7H₂O)

Analisis kadar besi (II) sulfat heptahidrat (FeSO₄.7H₂O) dilakukan sebagai validasi metode permanganometri untuk analisis kadar besi (II) sampel tablet tambah darah dengan terlebih dahulu menganalisis menggunakan besi (II) sulfat heptahidrat (FeSO₄.7H₂O) murni atau tanpa pengganggu ion dengan beberapa parameter uji.

1. Linieritas

Hasil validasi metode uji linieritas pada besi (II) sulfat heptahidrat (FeSO₄.7H₂O) murni tidak memenuhi persyaratan karena

nilai r tidak mendekati 1. Hasil uji linieritas dapat dilihat pada lampiran 4.

2. Akurasi

Hasil validasi metode uji akurasi pada besi (II) sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) murni tidak memenuhi persyaratan karena hasil akurasi melebihi persen syarat akurasi yaitu 98%-102%. Hasil uji akurasi dapat dilihat pada lampiran 7.

3. Presisi

Hasil validasi metode uji presisi pada besi (II) sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) murni tidak memenuhi persyaratan karena hasil RSD lebih dari 2%. Hasil uji presisi dapat dilihat pada lampiran 6.

4. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Hasil validasi metode uji batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) pada besi (II) sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) murni memenuhi persyaratan dengan hasil perhitungan v_{x0} yaitu kurang dari 2%. Hasil uji LOD & LOQ dapat dilihat pada lampiran 5.

5. Selektivitas

Hasil validasi metode uji selektivitas dilakukan pada besi (II) sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) murni dengan sampel yang memiliki analit atau bahan tambahan. Titrasi permanganometri memiliki selektivitas yang kurang dan mudah terpengaruh terhadap analit.

Analisis pada besi (II) sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) murni hasil persen kadar memenuhi persyaratan sesuai dengan Farmakope Indonesia edisi VI, sedangkan pada sampel yang memiliki analit hasil persen kadar tidak memenuhi persyaratan sesuai dengan Farmakope Indonesia edisi VI. Hasil uji selektivitas dapat dilihat pada lampiran 8.

6. Kekuatan (robustness)

Hasil validasi metode uji kekuatan dilakukan pada besi (II) sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) murni dengan sampel yang memiliki analit atau bahan tambahan. Titrasi permanganometri memiliki kekuatan yang kurang dan mudah terpengaruh oleh adanya variasi penambahan pada sampel, sehingga hasil analisis kadar terhadap sampel yang memiliki ion pengganggu harus dilakukan terlebih dahulu metode penghilangan ion pengganggu.

Analisis pada besi (II) sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) murni hasil persen kadar memenuhi persyaratan sesuai dengan Farmakope Indonesia edisi VI, sedangkan pada sampel yang memiliki analit hasil persen kadar tidak memenuhi persyaratan sesuai dengan

Farmakope Indonesia edisi VI. Hasil uji kekuatan dapat dilihat pada lampiran 9.

7. Kisaran

Hasil validasi metode uji kisaran dilakukan pada besi (II) sulfat heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) murni dengan konsentrasi terendah dan tertinggi dengan menunjukkan hasil linieritas, akurasi, dan presisi yang tidak memenuhi syarat. Hasil uji kisaran dapat dilihat pada lampiran 4, 6 dan 7.

C. Analisis Kadar Besi (II) Tablet Tambah Darah

Analisis kadar besi (II) menggunakan tablet tambah darah generik pada sampel A dan B dan menggunakan tablet tambah darah merk dagang pada sampel C dan D. Hasil analisis kadar besi (II) tablet tambah darah dapat dilihat pada tabel 1 dan lampiran 9,10,11,dan 12.

Tabel 1. Hasil analisis kadar besi (II) tablet tambah darah

Sampel	Rata-rata Berat (g) \pm SD	Rata-rata Volume KMnO_4 (mL) \pm SD	Rata-rata Kadar % \pm SD
A	0,1831 \pm 0,00	10,85 \pm 0,05	100,53 \pm 0,48
B	0,1822 \pm 0,00	10,98 \pm 0,05	102,25 \pm 0,44
C	0,0240 \pm 0,00	14,68 \pm 0,05	1034,54 \pm 1,46
D	0,0634 \pm 0,00	10,03 \pm 0,05	762,85 \pm 2,41

Tabel 1 menunjukkan hasil analisis kadar besi (II) tablet tambah darah sampel A didapatkan rata-rata volume KMnO_4 sebesar 10,85 mL dengan kadar besi (II) fumarat yang didapat sebesar 100,53% dan pada sampel B didapatkan rata-rata volume KMnO_4 sebesar 10,98 mL dengan kadar besi (II) fumarat yang didapat sebesar 102,25%.

Hasil analisis kadar besi (II) fumarat tablet tambah darah generik sampel A dan B metode titrasi permanganometri sudah memenuhi persyaratan sesuai dengan Farmakope Indonesia edisi VI yaitu mengandung besi (II) fumarat ($\text{C}_4\text{H}_2\text{FeO}_4$) tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 105,0% dari jumlah yang tertera pada etiket dan mengandung asam folat tidak kurang dari 90,0% dan tidak lebih dari 115,0% dari jumlah yang tertera pada etiket.

Analisis kadar besi (II) fumarat tablet tambah darah generik sampel A dan B memenuhi persyaratan karena tablet tambah darah generik hanya mengandung komposisi ferro fumarat dan asam folat sebanyak 0,4 mg saja sehingga proses titrasi tidak banyak mengandung ion pengganggu selain ferro fumarat. Titrasi permanganometri merupakan analisis kuantitatif konvensional sehingga pada sampel

yang tidak banyak mempunyai ion pengganggu lebih mudah dititrasi karena proses titrasi ini dilakukan langsung tanpa perlakuan awal penghilangan ion pengganggu. Kesulitan pada saat titrasi tablet tambah darah generik sampel A dan B yaitu larutan awalnya sudah berwarna merah bata sehingga sulit untuk membedakan apakah larutan sudah mencapai titik akhir titrasi permanganometri atau belum.

Hasil analisis kadar besi (II) pada sampel C didapatkan rata-rata volume KMnO_4 sebesar 14,68 mL dengan kadar besi (II) fumarat yang didapat sebesar 1034,54%. Hasil analisis kadar besi (II) fumarat tablet tambah darah sampel C metode titrasi permanganometri tidak memenuhi persyaratan, hal ini terjadi karena hasil persen kadar besi (II) fumarat melebihi jumlah besi (II) fumarat yang tertera pada Farmakope Indonesia edisi VI yaitu mengandung besi (II) fumarat ($\text{C}_4\text{H}_2\text{FeO}_4$) tidak kurang dari 95,0% dan tidak lebih dari 11,0% dari jumlah yang tertera pada etiket.

Hasil analisis kadar besi (II) glukonat sampel D didapatkan rata-rata volume KMnO_4 sebesar 10,03 mL dengan kadar besi (II) glukonat yang didapat sebesar 762,85%. Hasil analisis kadar besi (II) glukonat tablet tambah darah sampel D dengan metode titrasi permanganometri tidak memenuhi persyaratan, hal ini terjadi karena hasil persen kadar besi (II) glukonat melebihi jumlah besi (II) glukonat yang tertera pada Farmakope Indonesia edisi IV yaitu mengandung besi (II) glukonat dihidrat ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{FeO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) tidak kurang dari 93,0% dan tidak lebih dari 107,0% dari jumlah yang tertera pada etiket.

Faktor-faktor yang mempengaruhi analisis kadar besi (II) tablet tambah darah sampel C dan D tidak memenuhi persyaratan, hal ini terjadi karena pada sampel C dan D mengandung vitamin dan mineral ion yang kompleks selain besi (II) tidak dilakukan terlebih dahulu penghilangan gangguan ion-ion logam lainnya sehingga dapat mengganggu analisis kadar besi (II) dengan metode titrasi permanganometri, oleh sebab itu hasil analisis kadar melebihi jumlah besi (II) yang tertera pada etiket.

Analisis dengan metode titrasi jika menggunakan sampel yang mengandung komposisi yang kompleks dibutuhkan proses pemisahan zat-zat pengganggu ion terlebih dahulu agar terpisah dari zat aktif yang akan dianalisis. Titrasi permanganometri merupakan salah satu metode analisis kuantitatif konvensional yang memiliki sensitivitas yang kurang dibandingkan menggunakan analisis instrumental seperti pada

spektrofotometri yang memiliki sensitivitas yang lebih tinggi, sehingga dalam analisis kadar zat sampel tidak murni atau memiliki pengganggu ion-ion selain zat aktif sulit untuk menganalisis kadar zat aktif suatu sampel (Ahda *et al*, 2023).

Metode titrasi permanganometri sendiri merupakan metode titrasi yang tidak membutuhkan indikator tambahan, praktis, harga bahannya terjangkau, dan mudah didapatkan, namun metode permanganometri ini sendiri memiliki kekurangan diantaranya tidak stabil dalam kondisi ruangan yang tidak mendukung, seperti harus dalam ruangan minim cahaya karena cahaya dapat menyebabkan kerusakan atau dekomposisi pada larutan KMnO_4 .

Analisis titrasi permanganometri ini juga mengandalkan mata untuk melihat titik akhir titrasi sehingga dapat sesuai dengan perspektif penglihatan mata masing-masing individu, dan dari faktor alat yang digunakan didalam laboratorium adalah alat bersama sehingga tidak dapat menjamin kesterilan alat apakah alat tersebut benar-benar steril atau masih tercampur dengan bahan pengotor lain.