

UNIVERSITAS INDONESIA

**PENETAPAN KADAR *HYDROXYETHYL STARCH*
SECARA SPEKTROFOTOMETRI INFRAMERAH**

SKRIPSI

**SITI AISYAH
0606041112**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI EKSTENSI FARMASI
DEPOK
JULI 2010**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENETAPAN KADAR *HYDROXYETHYL STARCH*
SECARA SPEKTROFOTOMETRI INFRAMERAH**

SKRIPSI

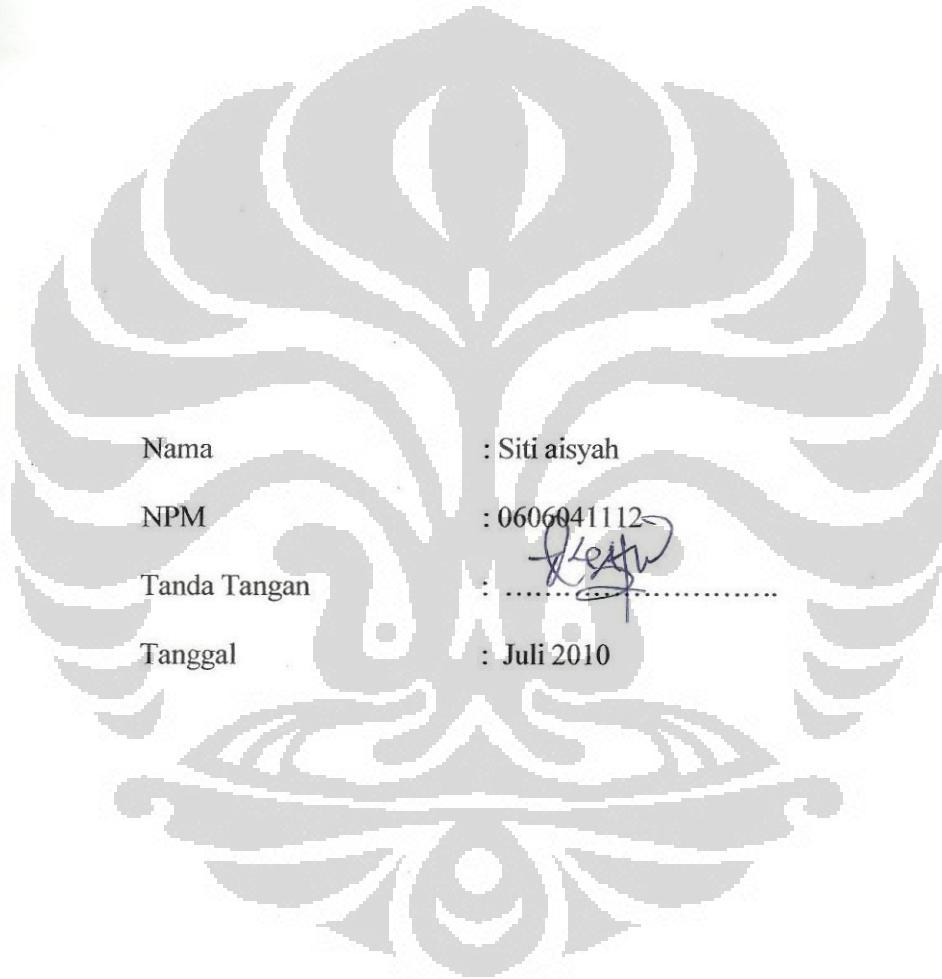
**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
sarjana farmasi**

**SITI AISYAH
0606041112**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI EKSTENSI FARMASI
DEPOK**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.



HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Siti Aisyah
NPM : 0606041112
Program Studi : Ekstensi Farmasi
Judul Skripsi : Penetapan Kadar *Hydroxyethyl Starch* secara Spektrofotometri Inframerah

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Pengaji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada Program Studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I	: Dr. Harmita, Apt	(.....)
Pembimbing II	: Dr. Herman Suryadi, MSi, Apt	(.....)
Pengaji I	: Dra. Azizahwati, MS	(.....)
Pengaji II	: Dr. Iskandarsyah, Msi	(.....)
Pengaji III	: Dra. Maryati K, Msi	(.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal :

KATA PENGANTAR

Segala puji dan rasa syukur hanyalah untuk Allah SWT atas kuasa dan pertolongan-Nya dalam proses penyusunan skripsi ini. Sholawat dan salam semoga senantiasa tercurah kepada Rasulullah SAW, sang teladan. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. Penulis mengucapkan rasa terima kasih dan rasa hormat kepada:

- (1) Bapak Dr. Harmita, Apt selaku dosen pembimbing I atas bimbingan, saran, dan dukungan yang begitu besar selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
- (2) Bapak Dr. Herman Suryadi, MSi, Apt selaku dosen pembimbing II atas bimbingan, saran, dan dukungan yang diberikan selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
- (3) Bapak Drs. Umar Mansur, MSc selaku Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan dan saran selama penulis menempuh pendidikan di Departemen Farmasi FMIPA UI.
- (4) Ibu Dr. Yahdiana Harahap, MS selaku Ketua Departemen Farmasi FMIPA UI.
- (5) Seluruh dosen dan staf pengajar Departemen Farmasi FMIPA UI atas ilmu pengetahuan, didikan, nasihat dan bantuan selama ini.
- (6) Saudara ijul, Departemen Kimia FMIPA UI atas bantuan alatnya selama penulis melakukan penelitian.
- (7) Keluargaku tercinta, Mama, bapak, ba ina, ido, yang tak henti-hentinya memberikan doa, dukungan dan semangatnya selama ini baik moril atau materil. Alfianade terima kasih untuk semua kebaikan yang sering terlupakan.
- (8) Seluruh teman-teman extensi 06 dan sahabat seperjuangan dalam menyelesaikan penelitian ini, terima kasih atas kesabaran, dukungan dan

bantuan kepada penulis selama masa penelitian dan penyusunan skripsi ini.

- (9) Seluruh pegawai dan laboran Departemen Farmasi, atas begitu banyak bantuan selama penulis melakukan penelitian dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu, yang telah memberikan bantuan selama masa penelitian dan penyusunan skripsi.

Akhir kata, saya berharap Allah berkenan membala segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.



Penulis

2010

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama	:	Siti Aisyah
NPM	:	0606041112
Program Studi	:	Ekstensi Farmasi
Departemen	:	Farmasi
Fakultas	:	Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya	:	Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (Non-exclusive Royalty Free Right)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Penetapan kadar hydroxyethyl starch secara spektrofotometri inframerah

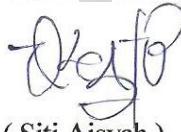
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Juli 2010

Yang menyatakan



(Siti Aisyah)

ABSTRAK

Nama : Siti Aisyah

Program Studi : Ekstensi Farmasi

Judul : Penetapan Kadar *Hydroxyethyl Stach* secara Spektrofotometri Inframerah

Pati jagung waxy dan pati termodifikasi banyak dimanfaatkan karena sifat-sifatnya yang khas. Salah satu hasil modifikasi pati jagung yang dijadikan produk farmasi yaitu senyawa *hydroxyethyl starch* (HES) suatu koloid sintetik yang merupakan polimer modifikasi dari amilopektin. Secara klinis, sering digunakan untuk pengganti volume intravaskuler dalam usaha mempertahankan atau memperbaiki perfusi jaringan pada pasien yang mengalami, trauma, syok dan stres pembedahan. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh kadar *hydroxyethyl starch* dalam sampel infus yaitu sampel a dan b secara spektrofotometri inframerah, dimana sebelum dilakukan pengukuran, sampel dikeringkan terlebih dahulu pada suhu $\pm 80^{\circ}\text{C}$ selanjutnya dibuat tablet dengan campuran KBr, menggunakan alat *handpress* dengan tekanan 450 kgf/cm^2 selama dua menit. Tablet yang terbentuk dibuat spektrumnya pada bilangan gelombang 1653 cm^{-1} dan 1157 cm^{-1} . Hasil kurva kalibrasi pada 1653 cm^{-1} diperoleh persamaan garis $y = -0,11938 + 0,2674x$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,98374, dan persamaan garis pada bilangan gelombang 1157 cm^{-1} adalah $y = 0,28314 + 0,0982x$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,99609. Hasil penetapan kadar dalam sampel a dan b pada bilangan gelombang 1653 cm^{-1} dan 1157cm^{-1} adalah $99,6 \% \pm 0,15$ dan $99,5 \% \pm 0,93$. Kadar sampel b adalah $99,8\% \pm 0,35$ dan $99 \% \pm 0,58$.

Kata kunci : Pati, *hydroxyethyl starch*, spektrofotometer inframerah

xii + 48 hlm.; 17gbr ;7tab ;2lamp

Daftar acuan : 20 (1985-2009)

ABSTRACT

Name : Siti aisyah

Study Program : Pharmacy Extension

Title : Determination of Hydroxyethyl Starch by Spectrophotometry Infra red

Waxy maize starch and modified starch is used for many typical traits one result the modification of corn starch which are compounds used as pharmaceutical products hydroxyethyl starch (HES), a synthetic colloid that formed modification polymer from amylopectin often used clinically to replacement volume in an action to defend or fixed a perfusion in patients who experience, trauma, shock and stress of surgery. These experience things have a purpose to obtain a value in infuse sample a and b using a spectrophotometry infrared, before doing a measurement, first of all we have to dried the sample and the temperature is about 80°C, then making tablets with a mixture of KBr, using a tool with pressure handpress 450 kgf / cm² for two minutes. The formed tablets are made spectrum on the area around 1653 cm⁻¹ and 1157 cm⁻¹. Obtained from curve calibration 1653 cm⁻¹ is $y = -0,11938 + 0,2674x$ with a correlation coefficient (r) = 0,98374, while the curve calibration 1157 cm⁻¹ is $y = 0,28314 + 0,0982x$ with a correlation coefficient (r) = 0,99609. Concentration measurement results obtained samples a and b are 99,6% ± 0,15, and 99,5 % ± 0,93 and samples b are 99,8 % ± 0,35 and 99 % ± 0,58.

Key words: Starch, hydroxyethyl starch, infrared spectrophotometer

xii + 48 pages; 17 pic; 7 tab ; 2 attach.

Bibliography : 20 (1985-2009)

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH.....	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB 1. PENDAHULUAN	
1.1 LATAR BELAKANG.....	1
1.2 TUJUAN PENELITIAN.....	2
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 PATI.....	3
2.2 HYDROXYETHYL STARCH	6
2.3 SPEKTORSKOPI	8
BAB 3. BAHAN, ALAT DAN CARA KERJA	
3.1 BAHAN.....	12
3.2 ALAT.....	12
3.3 CARA KERJA.....	12
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 HASIL PERCOBAAN.....	15
4.2 PEMBAHASAN.....	16
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 KESIMPULAN.....	20
5.2 SARAN.....	20
DAFTAR ACUAN.....	21

DAFTAR GAMBAR

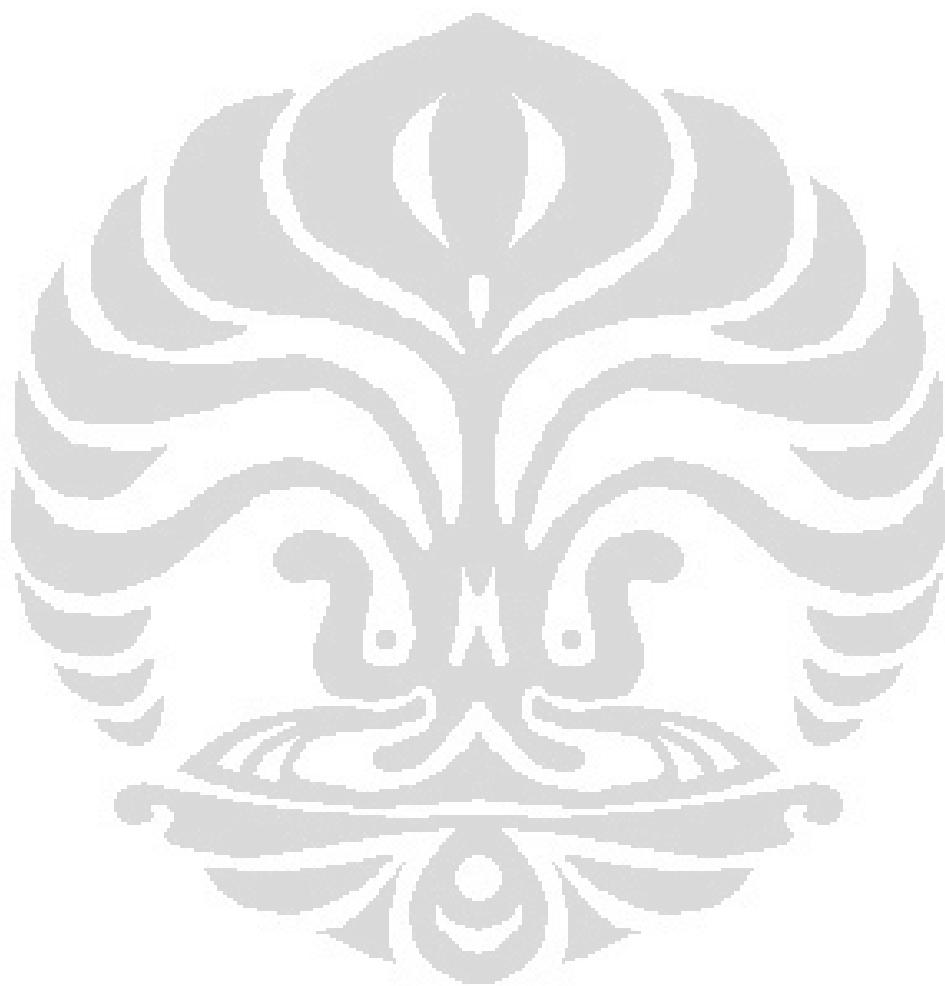
	Halaman
Gambar 2.1 Struktur amilosa.....	4
Gambar 2.2 Struktur amilopektin.....	5
Gambar 2.3 Struktur kimia Hydroxyethyl starch.....	7
Gambar 3.1 Spektrofotometer inframerah FTIR shimadzu 8400S	25
Gambar 4.1 Spektrum serapan inframerah KBr.....	26
Gambar 4.2 Spektrum serapan inframerah amilum 1,5 % dalam tablet KBr.....	27
Gambar 4.3 Spektrum serapan inframerah amilum soluble 1,5 % dalam tablet KBr.....	28
Gambar 4.4 Spektrum serapan inframerah avicel 1,5 % dalam tablet KBr.....	29
Gambar 4.5 Spektrum serapan inframerah hydroxyethyl starch 1,4 % dalam tablet KBr.....	30
Gambar 4.6 Spektrum serapan inframerah sampel 1,5 % dalam tablet KBr	31
Gambar 4.7 Spektrum serapan inframerah kurva kalibrasi dengan 5 seri kadar.....	32
Gambar 4.8 Kurva kalibrasi hydroxyethyl starch pada 1653 cm^{-1}	33
Gambar 4.9 Kurva kalibrasi hydroxyethyl starch pada 1157 cm^{-1}	33
Gambar 4.10 Spektrum serapan inframerah uji perolehan kembali dengan konsentrasi 1,8695 % daerah bilangan gelombang 1653 cm^{-1} dalam tablet KBr.....	34
Gambar 4.11 Spektrum serapan inframerah uji perolehan kembali dengan konsentrasi 1,9293 % daerah bilangan gelombang 1157 cm^{-1} dalam tablet KBr.....	35
Gambar 4.12 Spektrum serapan inframerah sampel A 1,1630 % dalam tablet KBr.....	36
Gambar 4.13 Spektrum serapan inframerah sampel B 1,2548 % dalam tablet KBr.....	37

DAFTAR TABEL

	Halaman	
Tabel 1.1	Kandungan amilosa dan amilopektin pada berbagai jenis pati	4
Tabel 4.1	Kurva kalibrasi hydroxyethyl starch dengan 5 seri kadar	
	Serapan dihitung pada daerah bilangan gelombang 1653	
	cm^{-1} dengan menggunakan tablet KBr.....	39
Tabel 4.2	Kurva kalibrasi hydroxyethyl starch dengan 5 seri kadar	
	Serapan dihitung pada daerah bilangan gelombang 1157	
	cm^{-1} dengan menggunakan tablet KBr.....	40
Tabel 4.3	Penentuan kadar hydroxyethyl starch dari uji perolehan kembali	
	Serapan untuk hydroxyethyl starch dihitung pada daerah	
	bilangan gelombang 1653 cm^{-1} menggunakan tablet KBr	
	dengan konsentrasi 1,4 % serapan 0,2676.....	41
Tabel 4.4	Penentuan kadar hydroxyethyl starch dari uji perolehan kembali	
	Serapan untuk hydroxyethyl starch dihitung pada daerah	
	bilangan gelombang 1157 cm^{-1} menggunakan tablet KBr	
	dengan konsentrasi 1,4 % serapan 0,4202.....	42
Tabel 4.5	Penentuan kadar hydroxyethyl starch pada sampel A.....	43
Tabel 4.6	Penentuan kadar hydroxyethyl starch pada sampel B.....	44

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Sertifikat analisis hydroxyethyl starch.....	46
Lampiran 2. Cara menghitung sampel hydroxyethyl starch pada sampel A dan B.....	47



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 LATAR BELAKANG

Pati merupakan salah satu sumber karbohidrat dari tumbuhan yang terdiri dari dua senyawa polimer dengan berat molekul tinggi, yaitu amilosa dan amilopektin. Sumber pati dapat berasal dari berbagai jenis tanaman salah satunya pati yang didapat dari jagung. Selain untuk pengadaan pangan dan pakan, jagung juga banyak digunakan industri makanan, minuman, kimia, dan farmasi. Berdasarkan komposisi kimia dan kandungan nutrisi, jagung mempunyai prospek sebagai pangan dan bahan baku industri (ITB.central.com 2008). Biji jagung mengandung pati 54,1-71,7%, sedangkan kandungan gulanya 2,6-12,0%. Karbohidrat pada jagung sebagian besar merupakan komponen pati, sedangkan komponen lainnya adalah pentosan, serat kasar, dekstrin, sukrosa, dan gula pereduksi. Jagung dapat digolongkan menjadi empat jenis berdasarkan sifat patinya, yaitu jenis normal, waxy, amilomaize dan jagung manis mengandung sejumlah sukrosa di samping pati. Pati jagung waxy dan pati termodifikasi banyak dimanfaatkan karena sifat-sifatnya yang khas (viskositas, stabilitas panas, dan pH) (Richana nur, suarni, 2005).

Salah satu hasil modifikasi pati jagung yang dijadikan produk farmasi yaitu senyawa *hydroxyethyl starch* (HES) suatu koloid sintetik yang merupakan polimer modifikasi dari amilopektin, pati yang berasal dari sejenis jagung. *Hydroxyethyl starch* merupakan polidisperse yang menyerupai glikogen secara struktural. *Hydroxyethyl starch* dibuat dari amilopektin, suatu kanji berlilin turunan dari maizena. Amilopektin adalah polimer glukosa D dengan struktur barcabang. Kebanyakan substitusi terjadi pada atom C2 dalam lingkaran glukosa sedang sisanya terjadi pada atom C3 dan C6 (Ramli, M, 2005).

Secara klinis, *hydroxyethyl starch* sering digunakan untuk pengganti volume intravaskuler dalam usaha mempertahankan atau memperbaiki perfusi jaringan pada pasien yang mengalami sepsis, trauma, syok dan stres pembedahan,

sebagai tambahan terhadap efek pada pemeliharaan stabilitas variabel hemodinamik, beberapa studi menunjukkan bahwa *hydroxyethyl starch* mempunyai efek antiinflamasi (kalbefarma.com 2008).

Analisis terhadap *hydroxyethyl starch* dapat dilakukan dengan kromatografi gas, tetapi penentuan *hydroxyethyl starch* dengan metode tersebut dilakukan hidrolisis terlebih dahulu yang membutuhkan waktu, pelarut yang banyak dan peralatan yang khusus, karena *hydroxyethyl starch* tidak memiliki gugus kromofor dan merupakan suatu polimer sehingga memerlukan suatu metode spesifik yang dapat mengetahui berapa jumlah ikatan eter yang terdapat dalam molekul *hydroxyethyl starch* tersebut, ada beberapa cara yang dapat dilakukan untuk mengetahui banyaknya ikatan eter tersebut, dimana salah satunya adalah dengan ^{13}C -NMR. Selain itu dapat juga digunakan spektrofotometri inframerah untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam *hydroxyethyl starch*, dari gugus fungsi yang ditentukan maka dapat digunakan untuk penentuan kadar *hydroxyethyl starch* dalam sampel.

1.2 TUJUAN PENELITIAN

Tujuan dari penelitian ini untuk memperoleh kadar *hydroxyethyl starch* dalam sampel infus secara spektrofotometri inframerah.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 PATI

Pati merupakan homopolimer glukosa dengan ikatan α glikosidik. Pati terdiri dari dua fraksi, yaitu amilosa dan amilopektin. Amilosa mempunyai struktur lurus dengan ikatan $\alpha(1\rightarrow4)$ -D-glukosa, sedangkan amilopektin mempunyai cabang dengan ikatan $\alpha(1\rightarrow6)$ -D-glukosa. Pati merupakan sumber karbohidrat paling penting dan dijumpai dalam padi-padian, kentang, kacang-kacangan dan sayuran lain. Pati alam tidak larut dalam air dan memberi warna biru dengan yodium. Bentuk mikroskopik dari butir-butir adalah khas untuk pati.

Dua unsur utama dari pati adalah amilosa (15-20 %) yang berbentuk heliks tanpa cabang dan bertanggung jawab untuk warna biru dengan yodium dan amilopektin (80-85 %), yang mengandung rantai-rantai yang sangat bercabang yang hanya memberi warna merah dengan yodium sebab mereka tidak membentuk dengan baik. Masing-masing rantai terdiri dari 24-30 residu glukosa. Residu glukosa dihubungkan oleh ikatan 1-4 dalam rantai dan ikatan 1-6 pada tempat percabangan .

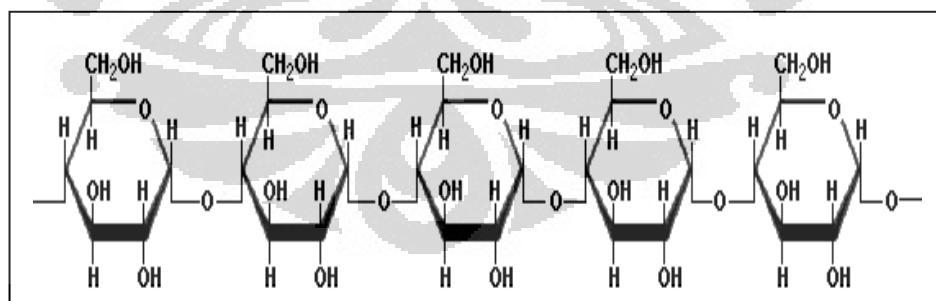
Tiap gugus OH pada amilosa dan amilopektin yang terdapat pada satuan unit D- glukopiranosa dapat disubstitusi dengan gugus lain. Ada empat gugus OH yaitu gugus OH yang terdapat pada C-2, C-3, C-4 (merupakan gugus OH sekunder) dan C-6 yang merupakan gugus OH primer. Dimana tiap gugus tersebut memiliki reaktifitas yang berbeda. OH primer C-6 lebih reaktif dan cepat terasilasi untuk beberapa gugus seperti aromatik phenilamin, alkil, dan phospat. Posisi C6 ini lebih reaktif karena keuntungan lokasi sterik. Sedangkan posisi C2 dan C3 kurang reaktif karena terletak dibagian dalam konformasi pati, sehingga memungkinkan terjadi ikatan hidrogen antar molekul glukosa tetangganya. Adanya ikatan hidrogen bertanggung jawab ataskekakuan rantai linear (Swinkles, JJM, 1985)

Tabel 2.1 kandungan amilosa dan amilopektin pada berbagai jenis pati

Sumber Pati	% amilosa (w/w)	% amilopektin (w/w)
Jagung	28	72
Kentang	21	79
Gandum	28	72
Singkong	17	83
Sorgum	28	72
Beras	17	83
Sagu	27	73

2.1.1 AMILOSA

Amilosa adalah suatu polimer linier dari 1500-6000 unit glukosa dengan ikatan α 1-4 yang larut dalam air hangat (Hustiany, Chen, Ben et al 2006, 2003, 2007). Umumnya, pati terdiri dari 15-20 % amilosa dengan berat molekul 105-106 g/mol (M.G. Sajilata 2006)



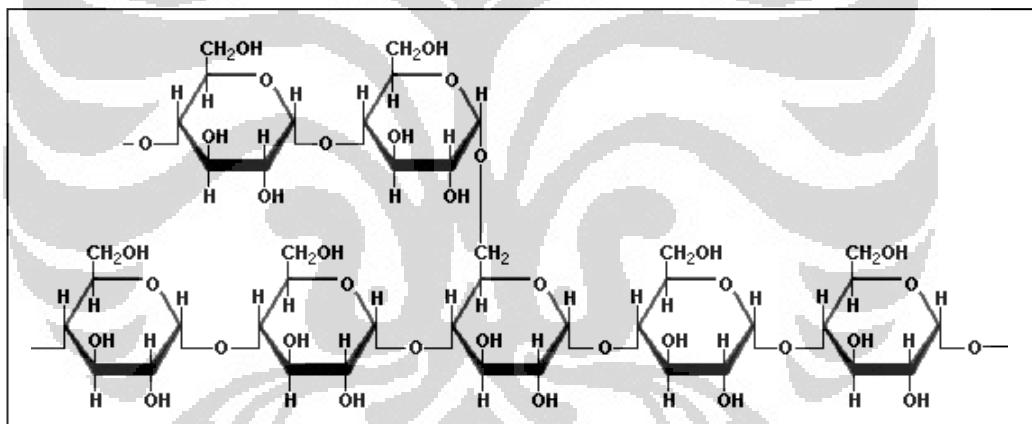
Gambar 2. 1 Struktur amilosa (Copeland 2008)

Granul pati tidak larut dalam air pada suhu dibawah 50° C. Amilosa dapat dengan mudah dikeluarkan dari granulnya dibawah suhu gelatinisasi (Chen, Zhenghong. 2003). Amilosa merupakan bagian rantai lurus yang dapat memutar dan membentuk daerah sulur ganda. Pada permukaan luar amilosa terdapat

hidrogen yang berikatan dengan atom O-2 dan O-6 (Hustiany, R, 2006). Substitusi gugus OH pada bagian amilosa lebih tinggi 1,6-1,9 kali dibandingkan amilopektin. Amilosa ini berada pada bagian amorf, gugus OH pada bagian amorf dua kali lebih mudah disubstitusi dengan gugus lain per unit anhidroglukosa. Maka pada proses asilasi amilosa akan lebih berperan untuk mensubstitusi dibandingkan gugus amilopektin (Hustiany R, Chen zhenghon 200).

2.1.2 AMILOPEKTIN

Amilopektin adalah suatu polimer bercabang yang memiliki ikatan α 1-4 secara linier dan α 1-6 setiap 20-25 residu glukopiranosa (Swinkles, JJM, Copeland 1985, 2008).



Gambar 2.2 Struktur amilopektin (Copeland 2008)

Jumlah amilopektin dalam pati sekitar 80-85% dan memiliki berat molekul 107-109 g/mol dan memiliki derajat polimerisasi lebih dari 2.000.000 unit glukosa (Sajilata M.G. et al 2006).

Perbedaan dasar antara rasio amilosa dan amilopektin yang terkandung dalam berbagai jenis pati menyebabkan tekstur dan karakteristik pati berbeda. Amilosa berperan dalam membentuk sifat keras, berpengaruh pada kemampuan untuk membentuk gel dalam keadaan dingin karena adanya ikatan hidrogen antara rantai lurus sedangkan amilopektin berperan dalam membentuk sifat lembut dan dalam keadaan dingin,

amilopektin mengental, namun tidak membentuk gel dikarenakan strukturnya yang bercabang (Swinkles, JMM, 1985)

2.2 HYDROXYETHYL STARCH (HES)

2.2.1. Sumber

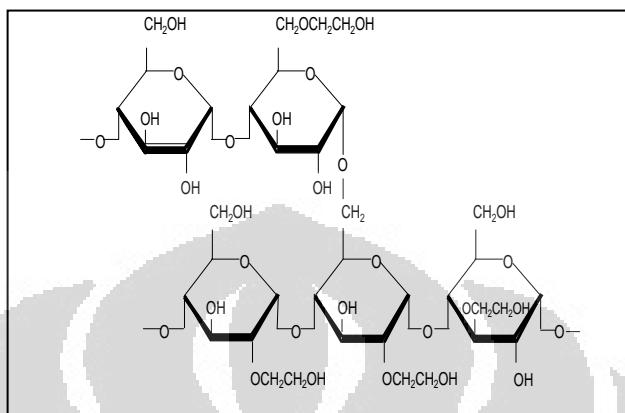
Senyawa *hydroxyethyl starch* merupakan suatu kelompok koloid sintetik polidisperse yang menyerupai glikogen secara struktural. *Hydroxyethyl starch* dibuat dari amilopektin, suatu kanji berlilin turunan dari maizena. Amilopektin adalah polimer glukosa D dengan struktur bercabang. Kebanyakan substitusi terjadi pada atom C2 dalam lingkaran glukosa sedang sisanya terjadi pada atom C3 dan C6. Rasio subsitusi C2 atau C6 yang meninggi berakibat degradasi enzimatik yang lambat.

Pati yang tidak disubtitusikan mengalami hidrolisis dengan cepat dalam plasma dan substitusi dengan kelompok hidroksietil secara substansial melambatkan proses ini. Derajat substitusi menunjukkan proporsi bagian glukosa yang telah mengalami substitusi dan dapat dinyatakan dengan angka 0 – 1 Pati dengan derajat substitusi mendekati 1 lebih resisten terhadap hidrolisis dari pada pati dengan derajat substitusi rendah.

Di Indonesia beredar kanji heta dengan berat molekul (BM) 200.000 (Fima HES, Kalbe Farma) dan BM 40.000 (Expafusin, Kalbe Farma). Preparat HES berat molekul tinggi (BM 450 kD) dengan derajat substitusi (DS = 0,7) (kanji heta atau preparat HES dengan DS tinggi (DS= 0,62). Kanji penta dengan BM 200.000 (Haes steril 6% / 10% Fresenius Kabi, Hemotes 6% /10% B.Braun). Kanji tetra (voluven 6% Fresenius Kabi) *hydroxyethyl starch* dengan berat molekul tinggi yang dimodifikasi (Hextend, Fimahes) dan HES generasi ketiga dengan berat molekul rendah, DS rendah, (BM 130, DS = 0,4). Modifikasi berat molekul tinggi (BM 550 kD), dengan derajat substitusi tinggi (DS=0,7). *Hydroxyethyl starch* Disamping berat molekulnya, karakterisasi juga ditandai dengan derajat hydroxyethylasi, dimana diukur oleh rasio molar substitusi. Rasio molar substitusi adalah yang digambarkan sebagai rata-rata jumlah kelompok

hydroxyethyl per residu glukosa pada molekul *Hydroxyethyl starch* (Ramli M, 2005).

2.2.2. Karakteristik Kimia



gambar 2.3. Struktur kimia *Hydroxyethyl starch* (fao.org 2008)

Nama Kimia	: <i>Hydroxyethyl starch</i>
Simonim	: <i>starch 2-hydroxyethyl ether; hetastarch; HES; 6HES; Hespan; Hespander; Hestar; Hestat; Hestsol; plasmasteril; Volex.</i>
Bobot Molekul	: 300.000 g/mol
PH	: 4 - 6
Pengujian	: Tidak kurang 7% dan tidak lebih 19% ethoxyl group (-OC ₂ H ₅) dan tidak kurang 10% dan tidak lebih 38% oxyethylene groups (-OCH ₂ CH ₂), dikeringkan dan basis salt-free
Pemerian	: Putih atau hampir putih serbuk kristal/ jernih putih, tidak berbau

Kelarutan	: Sedikit larut dalam air, larut dalam alkohol, tidak larut dalam kloroform dan eter. Perombakan dengan larutan alkali hidroksida
-----------	---

2.2.3. Farmakologi

Hydroxyethyl starch (hes) diindikasikan untuk pengganti volume intravaskuler dalam usaha mempertahankan atau memperbaiki perfusi jaringan pada pasien yang mengalami sepsis, trauma, syok dan stres pembedahan, sebagai tambahan terhadap efek pada pemeliharaan stabilitas variabel hemodinamik, beberapa studi menunjukkan bahwa *hydroxyethyl starch* mempunyai efek antiinflamasi, sedangkan kontra indikasinya dapat menyebabkan gagal jantung kongestif berat, gagal ginjal (kreatinin serum >2mg/dL dan >177 mikromol/L), gangguan koagulasi berat (Ramli M, 2005).

2.3. SPEKTROSKOPI

Spektroskopi adalah ilmu yang mempelajari interaksi gelombang magnetik dengan benda (Harmita, 2006). Teknik analisis spektroskopi termasuk salah satu teknik analisis instrumental disamping teknik kromatografi dan elektroanalisis kimia. Teknik tersebut memanfaatkan fenomena interaksi materi dengan gelombang elektromagnetik seperti sinar-x, ultraviolet, cahaya tampak dan inframerah. Fenomena interaksi bersifat spesifik baik absorpsi maupun emisi. Interaksi tersebut menghasilkan signal-signal yang disadap sebagai alat analisis kualitatif dan kuantitatif. Contoh teknik spektroskopi absorpsi adalah UV/VIS, inframerah (FT-IR) dan absorpsi atom (AAS) (Giwangkara S, EG, 2006).

2.3.1. Spektroskopi Inframerah

Daerah IR dibagi menjadi tiga sub daerah, yaitu : sub daerah ir dekat ($\lambda = 780 \text{ nm}$ - $2,5 \text{ } \mu\text{m}$ atau bilangan gelombang $14290\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$), sub daerah ir

sedang ($\lambda = 2,5 \text{ } \mu\text{m}$ - $15 \text{ } \mu\text{m}$ atau bilangan gelombang 4000 - 666 cm^{-1}) dan sub ir jauh ($\lambda = 15 \text{ } \mu\text{m}$ - $50 \text{ } \mu\text{m}$ atau bilangan gelombang 666 - 200 cm^{-1}) (Harmita, 2006).

Ada beberapa hal yang harus diperhatikan sehubungan dengan penerapan spektrofotometri infra merah dalam analisis kualitatif, dimana setiap molekul pasti akan memberikan spektrum yang berbeda. Hal ini dapat dibantu dengan adanya analisis gugus fungsi. Karbohidrat adalah senyawa yang memiliki banyak ikatan C-C dan C-O, serta O-H, dan jika pati tersebut sudah mengalami esterifikasi maka akan muncul gugus C=O. Umumnya gugus fungsional tersebut memberikan absorpsi yang kuat pada frekuensi yang berbeda sehingga akan mempermudah dalam analisis.

2.3.2 Analisis Spektrofotometri Inframerah

Sinar inframerah yang dilewatkan melalui cuplikan suatu senyawa organik, maka sejumlah frekuensi akan diserap, sedang frekuensi yang lain diteruskan atau ditransmisikan tanpa diserap. Jika menggambarkan persen absorbansi atau persen transmitansi lawan frekuensi maka akan menghasilkan suatu spektrum inframerah.

Pada spektroskopi inframerah menggunakan daerah bilangan gelombang dari 650 cm^{-1} – 4000 cm^{-1} ($15,4$ – $2,5 \text{ } \mu\text{m}$) daerah dengan frekuensi lebih rendah 650 cm^{-1} disebut inframerah jauh, dan daerah dengan frekuensi lebih tinggi dari 4000 cm^{-1} disebut inframerah dekat. Masing - masing daerah tersebut lebih jauh dan lebih dekat dengan spektrum tampak. Inframerah jauh mengandung sedikit serapan yang bermanfaat bagi kimia organik dan serapan tersebut dikaitkan dengan perubahan rotasi dalam molekul. Inframerah dekat terutama menunjukkan serapan harmoni overtones dari vibrasi pokok yang terdapat dalam daerah normal (Sastrohamidjojo H, 1991)

Pada suhu biasa molekul-molekul organik dan keadaan vibrasi yang tetap, setiap ikatan mempunyai rentangan atau *stretching* dan frekuensi tekukan atau *bending* yang karakteristik dan dapat menyerap sinar pada frekuensi tersebut. Vibrasi dua atom yang dihubungkan secara ikatan kimia dapat disamakan dengan vibrasi dari bola yang dihubungkan dengan pegas, dengan menggunakan analogi

ini, dapat menerangkan sejumlah gambar dan spektra inframerah, sebagai contoh, untuk merentangkan pegas membutuhkan tenaga yang lebih besar daripada untuk menekuknya, hingga tenaga dengan rentangan ikatan lebih besar daripada tenaga untuk menekuk, dan serapan rentangan dari suatu ikatan muncul pada frekuensi yang lebih tinggi dalam spektrum inframerah daripada serapan *bending* dan ikatan yang sama.(Giwangkara S, EG, 2006)

Pergeseran frekuensi dapat pula terjadi sebagai akibat terjadinya konjugasi, mesomeri, atau resonansi dan induksi.selain itu frekuensi vibrasi dapat pula bergeser bila sudut ikatan berbeda atau oleh pengaruh gugus lain melalui interaksi ruang atau pengaruh ruang (Tjahjandarie Ts, 1991)

Untuk penanganan cuplikan dapat dilakukan dengan beberapa cara tergantung pada sifat cuplikan yang dianalisis. Untuk cuplikan gas atau cairan yang mudah menguap, cuplikan dipompakan ke dalam sel yang telah dikosongkan. Sampel cair dapat diperiksa dalam bentuk murni atau dalam larutannya.

Cairan murni dapat diletakkan diantara lempeng NaCl tanpa antara (*space*), yaitu dengan meneteskan cairan pada salah satu lempeng kemudian ditutup dengan lempeng yang lain, sehingga terbentuk suatu lapis tipis yang tebalnya 0,01 mm atau kurang. Bila cairan dapat melarutkan garam NaCl maka digunakan lempeng perak klorida atau lempeng KRS-5. untuk larutan dapat digunakan suatu sel yang tebalnya 0,01-1 mm. pelarut yang sering digunakan antara lain karbon tetra klorida atau karbon disulfida.

Sampel padat biasanya diperiksa dalam bentuk bubur, lapisan transparan, atau cakram terkempa (tablet KBr). Penyiapan sampel padat sebagai mull dapat dilakukan setelah zat ditumbuk halus dalam mortar agat (batu merlin). Penumbukan dilanjutkan setelah ditambahkan 1 atau 2 tetes *mulling oil*. *Mull* ini dapat diperiksa sebagai lapis tipis yang diletakkan diantara dua lempeng garam. Sebagai *mulling oil* biasanya digunakan *nujol*, *heksaklorobutadiene* atau *fluoroluble*

Persiapan sampel dalam bentuk cakram terkempa tablet KBr dilakukan dengan mencampurkan cuplikan (kadar 1-2%) dengan serbuk kering kalium

bromida. Pencampuran diakukan dengan mortar agat atau dapat menggunakan sebuah bola gelinding yang bergetar, campuran dikempa dalam cetakan khusus dengan ditekan. Pada pemeriksaan sampel dengan teknik tablet KBr ini dituntut pembuatan tablet yang dikempa, transparan, rata dan mempunyai ketebaan cukup, sehingga dihasilkan spektrum yang mudah dianalisa. (Tjahjandarie Ts, 1991).

Metode spektrofotometri inframerah untuk penggunaan analisa kuantitatif berhubungan dengan hukum lambert-beer yang dinyatakan sebagai berikut (Koenig JL, 1992) :

$$A = abc = \log (I_0/I)$$

A = Absorban

a = daya serap

b = ketebalan

c = konsentrasi

I_0/I = Perbandingan intansitas radiasi yang datang dengan sinar yang diteruskan

Pada penentuan harga A pada spectra inframerah dikenal 2 cara, yaitu (Ewing G, 1985 dan Agustinawati NM, 1991) :

a. “cell in –cell out method”

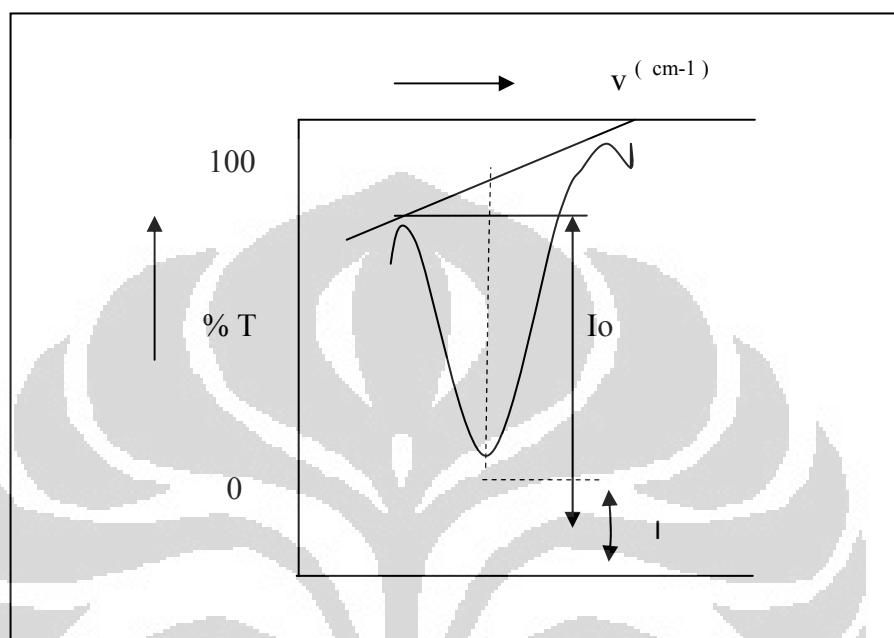
Metode ini memiliki prinsip yang sama seperti pada penentuan serapan dengan spektrofotometri uv-vis. Harga A cuplikan ditentukan pada suatu panjang gelombang. Kemudian dengan sel yang sama harga A pelarut ditentukan. Harga A cuplikan dihitung sebagai selisih antara A larutan dan A pelarut.

b. Teknik garis dasar (baseline method)

Yaitu membuat garis dasar pada pita serapan kunci yang dianalisis. Harga A ditentukan dari titik tengah garis dasar sampai puncak pita serapan kunci. Penggambaran garis dasar dapat dimodifikasi tergantung jenis interferensinya. Dalam teknik ini diasumsikan bahwa serapan dari pelarut (komponen lain)

konstan atau berubah-ubah secara linier dengan frekuensi diatas daerah pita serapan. Keuntungan dari cara ini cepat, sederhana, dan cukup teliti

Contoh :



BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 ALAT

1. Spektrofotometri inframerah FTIR 8400S (Shimadzu),
2. Handpress pencetak tablet KBr
3. Cetakan tablet KBr (Shimadzu)
4. Vakum
5. Timbangan analitik (Shimadzu EB-330, Jepang)
6. Mortir dan alu
7. Oven
8. Waterbath
9. Eksikator
10. Alat gelas

3.2 BAHAN

1. Kalium bromida pro spektrofotometri yang telah dikeringkan selama 105°C selama 2 jam.
2. Standar hydroxyethyl starch (Ws H-31 hes 200/0.5)
3. Sampel infus hydroxyethyl starch A (Widahes steril)
4. Sampel infus hydroxyethyl stach B (Voluven-HES)

3.3 CARA KERJA

3.3.1 Pembuatan serbuk dari sampel infus *hydroxyethyl starch* :

Sampel infuse dengan komposisi *hydroxyethyl starch* 6% dan Nacl 0.9% dimasukkan ke dalam cawan penguap sebanyak 100 ml, diuapkan di waterbath pada suhu 80°C selama 5 jam, sampai cairan infus menjadi serbuk kering.

Kemudian ditimbang bobot kering yang dihasilkan. Tempatkan serbuk kering pada wadah bersih dan tutup.

3.3.2 Pembuatan spektrum tablet KBr (Blanko) :

Serbuk KBr yang telah kering ditimbang 150,0 mg, lalu masukkan ke dalam alat pencetak tablet.

selanjutnya bagian-bagian pencetak yang lain dipasang. Cetakan tablet diletakkan pada alat penekan, kemudian divakumkan, setelah itu alat pencetak ditekan dengan tekanan 450 kgf/cm^2 selama 2 menit dan tablet KBr yang terbentuk dibuat spektrumnya (Harmita 2006, tjahjandarie ts, 1991).

3.3.3 Pembuatan spektrum serapan Amilum :

Serbuk KBr ditimbang seksama pada jumlah tertentu ($\pm 147,75 \text{ mg}$) ditambahkan amilum sebanyak 2,25 mg, maka berat keseluruhan menjadi 150,0 mg. selanjutnya dilakukan pentabletan seperti prosedur Pembuatan Spektrum Tablet KBr, dibuat spektra dengan kondisi alat seperti di atas.

3.3.4 Pembuatan spektrum standar *hydroxyethyl starch* :

Serbuk KBr ditimbang seksama pada jumlah tertentu ($\pm 148,35 \text{ mg}$) ditambahkan standar *hydroxyethyl starch* sebanyak 1,65 mg, maka berat keseluruhan menjadi 150,0 mg. selanjutnya dilakukan pentabletan seperti prosedur umum diatas, dibuat spektra dengan kondisi alat tetap dan serapannya dihitung pada daerah sekitar 1653 cm^{-1} , 1157 cm^{-1} , 1080 cm^{-1} , 1020 cm^{-1} .

3.3.5 Pembuatan kurva kalibrasi standar *hydroxyethyl starch* :

Serbuk KBr ditimbang seksama pada jumlah tertentu ($\pm 148,35 \text{ mg}$), ditambahkan standar sebanyak 1,65 mg, maka berat keseluruhan menjadi 150,0 mg. Penimbangan dilakukan kembali dengan variasi jumlah dari standard masing-masing 1,8 mg ; 1,95 mg ; 2,1 mg ; dan 2,25 mg. Selanjutnya dilakukan pentabletan seperti prosedur umum diatas, dibuat spektra dengan kondisi alat tetap dan serapannya dihitung pada daerah sekitar 1653 cm^{-1} , 1157 cm^{-1} , 1080 cm^{-1} , 1020 cm^{-1} .

3.3.6 Uji perolehan kembali :

Sampel *hydroxyethyl starch* ditimbang secara seksama, ditambahkan standar sebanyak 80%, 100%, dan 120 % dari hasil rata-rata keseluruhan kadar yang diperoleh pada penentuan sampel.

Serbuk KBr ditimbang seksama pada jumlah tertentu ($\pm 149,99$), ditambahkan serbuk campuran sampel dan standar sebanyak 2,8 mg, dimana serbuk standar yang ditambahkan kedalam sampel tersebut adalah 0,700 mg, maka berat keseluruhan menjadi lebih kurang 150,0 mg selanjutnya dilakukan pentabletan seperti prosedur umum di atas, dibuat spektra dengan kondisi alat tetap dan serapannya dihitung pada daerah sekitar 1653 cm^{-1} , 1157 cm^{-1} , 1080 cm^{-1} , 1020 cm^{-1} . Percobaan ini dilakukan sebanyak tiga kali.

3.3.7 Penentuan kadar sampel *hydroxyethyl starch* :

Sampel infus yang telah dikeringkan, ditimbang dan digerus, kemudian serbuk KBr yang telah ditimbang seksama pada jumlah tertentu ($\pm 148,25\text{mg}$), ditambahkan serbuk sampel lebih kurang sebanyak 1,7 mg, maka berat keseluruhan menjadi lebih kurang 150,0 mg. selanjutnya dilakukan pentabletan seperti prosedur umum di atas, dibuat spektra dengan kondisi alat tetap dan serapannya dihitung pada daerah sekitar 1653 cm^{-1} , 1157 cm^{-1} , 1080 cm^{-1} , 1020 cm^{-1} . kadar dihitung dengan menggunakan satu titik dari kurva kalibrasi yang diperoleh dari 5 titik yaitu pada kadar *hydroxyethyl starch* sebesar lebih kurang 1,65 mg. maka didapat kadar dari masing-masing komponen setelah dibagi dengan berat sampel yang ditimbang. Percobaan ini dilakukan sebanyak tiga kali.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. HASIL PERCOBAAN

4.1.1 Pembuatan serbuk kering dari sampel infus *hydroxyethyl starch* :

Pembuatan serbuk kering dari sample infus pada penelitian ini menggunakan *waterbath* pada suhu 80°C dengan menguapkan 100 ml infus yang diletakkan di cawan penguap, selama kurang lebih 5 jam, serbuk kering yang dihasilkan berwarna putih dengan hasil serbuk kering sebanyak 6,1556 gr.

4.1.2 Pembuatan spektrum tablet KBr (blanko) :

Spektrum tablet KBr tidak memberikan serapan yang spesifik. Hasil lengkap dapat dilihat pada gambar.

4.1.3 Pembuatan spektrum serapan amilum :

Spektrum inframerah dari amilum dan amilum soluble dengan kadar 1,5 % dalam KBr memberikan serapan pada daerah bilangan gelombang 3396, 2926, 1646, 1456, 1417, 1369, 1155, 1082, 1022, 937, 860, 761, 576 cm^{-1} . Hasil lengkap dapat dilihat pada tabel dan gambar.

4.1.4 Pembuatan spektrum serapan standard dan sampel *hydroxyethyl starch* :

Spektrum inframerah dari standard *hydroxyethyl starch* dengan kadar 1,4 % dalam KBr memberikan serapan pada daerah bilangan gelombang 3398, 2926, 1653, 1458, 1413, 1369, 1147, 1080, 1020, 935, 891, 868, 763, 576 cm^{-1} . Hasil lengkap dapat dilihat pada tabel dan gambar.

4.1.5 Pembuatan kurva kalibrasi *hydroxyethyl starch* :

Spektrum inframerah *hydroxyethyl starch* yang dibuat dengan 5 variasi kadar masing-masing ditentukan pada daerah bilangan gelombang 1653 dan 1157 cm^{-1} didapat persamaan garis terhadap *hydroxyethyl starch* adalah $y = -0,11938 + 0,2674x$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,98374, sedangkan persamaan garis yang

didapat pada daerah bilangan gelombang 1157 cm^{-1} adalah $y = 0,28314 + 0,0982x$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,99609. Hasil lengkap dapat dilihat pada tabel dan gambar.

4.1.6 Uji perolehan kembali *hydroxyethyl starch* :

Hasil rata – rata yang dihitung pada daerah bilangan gelombang 1653 cm^{-1} dari tiga kali percobaan adalah $99,6\% \pm 0,32$. Pada daerah bilangan gelombang 1157 cm^{-1} adalah $99,7\% \pm 0,26$. Hasil lengkap dapat dilihat pada tabel dan gambar.

4.1.7 Penentuan kadar sampel *hydroxyethyl starch* :

Hasil rata-rata yang dihitung pada daerah bilangan gelombang 1653 cm^{-1} untuk penentuan kadar hydroxyethyl starch dari sampel A adalah $99,6\% \pm 0,15$, dan untuk daerah bilangan gelombang 1157 cm^{-1} adalah $99,5\% \pm 0,93$.

Penentuan kadar *hydroxyethyl starch* dari sampel B adalah $99,8\% \pm 0,35$ dan $99\% \pm 0,58$. Hasil lengkap pada penentuan kadar kedua sampel data dilihat pada tabel dan gambar.

4.2. PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar yang terdapat pada sampel infus *hydroxyethyl starch* dimana untuk memudahkan dalam analisis maka dibuat serbuk kering dari sampel infus dengan cara diuapkan di *waterbath* pada suhu 80°C selama kurang lebih 5 jam sebanyak 100 ml dan diperoleh hasil serbuk kering seanyak 6,1556 gr dari proses penguapan, selanjutnya digunakan untuk analisis, dimana analisis penentuan kadar yang dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri inframerah, sebelum pengukuran spektrum, terlebih dahulu dilakukan pencetakan tablet dengan menggunakan alat *handpress* untuk membuat tablet dari seluruh bahan yang dianalisis. Digunakan alat *handpress* tersebut dikarenakan penelitian ini ditujukan untuk analisa kuantitatif.

Banyak faktor yang mempengaruhi pengukuran spektrum dengan metode pencetakan tablet, yaitu ketipisan tablet, tekanan pengempaan, lama pengempaan, tekanan vakum dalam alat pengempa, kadar zat aktif dalam KBr, transparansi

tablet, kelembaban dan homogenitas zat aktif dalam KBr. Faktor-faktor tersebut hendaknya diperhitungkan dengan cara memilih pita serapan gugus yang kuat dan spesifik untuk zat aktif tertentu sehingga terjadinya overlapping dengan pita serapan yang lain kecil kemungkinan terjadi, selain itu pengrajaan pengempaan tablet KBr diakukan secara konsisten, sehingga tebal tablet yang terbentuk diharapkan sama. Ketipisan tablet dari hasil pencetakan juga penting karena jika tablet yang dibuat terlalu tebal maka didapatkan spektrum dengan banyak *noise*, ketipisan dari tablet dipengaruhi oleh tekanan dimana idealnya tekanan yang digunakan adalah 650-700 kgf/cm² selama 5 menit. Tetapi pada penelitian ini hanya dilakukan tekanan pada 450 kgf/cm² selama 2 menit, hal ini dikarenakan alat yang digunakan kondisinya sudah kurang baik, sehingga jika dilakukan penekanan lebih dari itu maka akan menyebabkan kebocoran alat vakum, sehingga proses pencetakan tablet yang dilakukan kurang maksimum, dan dibutuhkan percobaan pengempaan berkali-kali sampai diperoleh tablet yang baik. Dari pemeriksaan spektrum amilum, standard maupun sampel *hydroxyethyl starch* dimana masing-masing memberikan serapan radiasi inframerah pada daerah sekitar 3396, 2926, 1646, 1456, 1417, 1369, 1155, 1082, 1022, 937, 860, 761, 576 cm⁻¹ untuk amilum dan didapatkan hasil 3398, 2926, 1653, 1458, 1413, 1369, 1147, 1080, 1020, 935, 891, 868, 763, 576 cm⁻¹ untuk standard dan sampel *hydroxyethyl starch*, dimana dari hasil spektrum tersebut menunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan adanya pergeseran bilangan gelombang antara amilum saja, dan amilum yang telah termodifikasi yaitu *hydroxyethyl starch* baik pada standard maupun sampel, untuk perbedaan spektrum daerah bilangan gelombang yang ditunjukkan antara amilum dan *hydroxyethyl starch* hanya ada pada perbedaan peak pada bilangan gelombang 891 cm⁻¹, peak tersebut hanya muncul pada spektrum standard dan sampel *hydroxyethyl starch*, hanya saja peak tersebut tidak spesifik dan kuat. Selain itu juga terdapat perbedaan persen transmisi dan intensitas pada masing-masing peak yang muncul baik pada amilum, maupun amilum termodifikasi yaitu *hydroxyethyl starch*.

Adanya perbedaan persen transmisi dan intensitas tersebut maka dapat dilakukan pengujian kuantitatif, meskipun pada daerah tersebut juga dimiliki oleh amilum, tetapi karena tidak semua bilangan gelombang dalam spektrum

inframerah dapat digunakan dalam analisa kuantitatif, maka pengujian kuantitatif dilakukan pada daerah bilangan gelombang yang spesifik dan memiliki pita resapan yang kuat serta relatif bebas dari pengaruh pita resapan dari gugus fungsi yang lain, dari hasil pengukuran dipilih pita resapan paling spesifik dan kuat yang muncul pada bilangan gelombang, 1653, 1157, 1080, dan 1020 cm⁻¹.

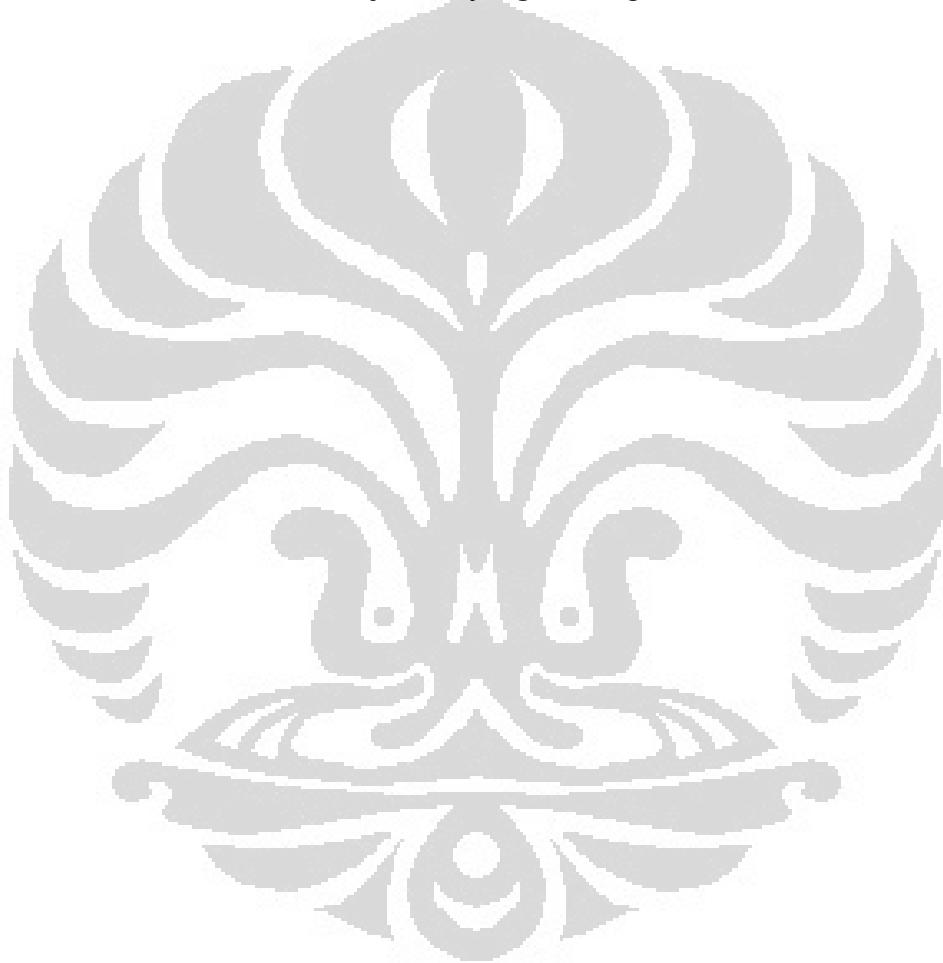
Penentuan kurva kalibrasi dibuat dengan 5 variasi kadar *hydroxyethyl starch* dan menghasilkan 2 kurva kalibrasi yang dihitung pada daerah 1653 cm⁻¹ dan 1157 cm⁻¹. Persamaan garis yang didapat pada daerah bilangan gelombang 1653 cm⁻¹ adalah $y = -0,11938 + 0,2674x$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,98374, sedangkan persamaan garis yang didapat pada daerah bilangan gelombang 1157 cm⁻¹ adalah $y = 0,28314 + 0,0982x$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,99609. Kurva kalibrasi yang diperoleh pada daerah bilangan gelombang 1080 dan 1020 cm⁻¹ tidak digunakan karena pada daerah tersebut merupakan gugus fungsi yang sama yaitu C-O, sehingga kurva kalibrasi yang digunakan hanya pada daerah 1157 cm⁻¹.

Kurva kalibrasi yang dihasilkan tidak digunakan untuk perhitungan kadar *hydroxyethyl starch* pada sampel maupun uji perolehan kembali melainkan berdasarkan pada satu titik dari standard dengan konsentrasi sebesar 2,1 mg yaitu pada kadar 1,4 % dalam tablet KBr yang memberikan serapan sebesar 0,2676 untuk daerah 1653 cm⁻¹ dan serapan sebesar 0,4202 untuk daerah bilangan gelombang 1157 cm⁻¹. Hal ini disebabkan hasil yang diperoleh berbeda bila dibandingkan dengan perbandingan dengan 1 titik tersebut, dimana hasil yang diperoleh dengan menggunakan persamaan garis dari 5 titik tersebut banyak dipengaruhi faktor pada proses pembuatan tablet, sehingga persamaan garis yang digunakan kurang linier dan tidak digunakan untuk penentuan kadar.

Serbuk kering hasil penguapan yang telah ditimbang dibuat untuk uji perolehan kembali dimana pengujian ini dilakukan dengan cara adisi. Hasil yang didapat cukup baik dan memenuhi persyaratan yaitu sebesar sebesar 99,6 % ± 0,32 pada daerah 1653cm⁻¹ dan 99,7 % ± 0,26 pada 1157cm⁻¹.

Penentuan kadar diperoleh dari sampel infus hes, dimana sampel yang dipilih disesuaikan dengan MS dan DS dari standar yang digunakan yaitu memiliki MS sebesar 200 dan DS 0,5 dengan melakukan percobaan terhadap dua

sampel dengan kriteria yang sama dari kedua percobaan tersebut diperoleh hasil pada sampel A 99,6 % dengan simpangan baku 0,15 untuk 1653 cm^{-1} dan untuk daerah bilangan gelombang 1157 cm^{-1} adalah 99,5 % dengan simpangan baku 0,93. Penentuan kadar hydroxyethyl starch dari sampel B adalah 99,8% dengan simangan baku 0,35 dan 99 % dengan simpangan baku 0,58. Hasil percobaan ini merupakan rata-rata dari 3 percobaan untuk masing – masing daerah bilangan gelombang. Kadar ini masing – masing telah memenuhi syarat yaitu tidak kurang dari 98,0 % dan 100,4 % dari jumlah yang tertera pada sertifikat analisis.



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 KESIMPULAN

Penentuan kadar *hydroxyethyl starch* dari sampel infus dapat dilakukan dengan metode spektrofotometri inframerah menggunakan tablet KBr dengan memilih daerah bilangan gelombang 1653 dan 1157 cm^{-1} .

Kadar *hydroxyethyl starch* dalam sampel A berturut – turut adalah sampel A $99,6\% \pm 0,15$ dan $99,5\% \pm 0,93$.

Kadar *hydroxyethyl starch* dalam sampel B berturut – turut adalah $99,8\% \pm 0,35$ dan $99\% \pm 0,58$.

Kadar tersebut memenuhi persyaratan yang tertera pada sertifikat analisis ($98,0 - 100,4\%$).

5.2 SARAN

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mencari metode lain untuk penentuan kadar *hydroxyethyl starch*.

DAFTAR ACUAN

1. Anonim. Hidrolisis pati.
<http://www.ITB.central.com/library.htm>, 1 des 2008 Pukul 14.25
2. Richana nur, Suarni. 2005. Teknologi Pengolahan Jagung. Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pascapanen, Bogor dan Balai Penelitian Tanaman Serealia, Maros. 386-388.
3. Ramli, M. 2005. Penggunaan Cairan Koloid Untuk Resusitasi Pada Kasus Perdarahan Akut. Bagian anestesiologi Terapi intensif Fakultas Kedokteran Universitas Hasanuddin Makassar. J Med Nus.26 No.1 1-6.
4. Anonim. Efek anti inflamasi HES.
<http://www.kalbefarma.com>, 22 Nov 2008 pukul 16:45.
5. Swinkles, JJM. 1985. Source of Starch, its Chemistry and physics. *dalam* Starch conversion technology Ed. By G.M.A Van eynum and J.A. Joles. New York & Bassel, Marcel Dekker. 14-46.
6. Hustiany, R. 2006. Modifikasi asilasi dan suksinilasi pati tapioka sebagai bahan enkapsulasi komponen flavor. Tesis program pasca sarjana. *Institut Pertanian Bogor*. Bogor.
7. M.G. Sajilata, Rekha S. Singhal, and Pushpa R. Kulkarni. 2006. Resistant starch. Comprehensive Reviews In Food Science And Food Safety. *Institute of Food Technologists*. Mumbai, India. 5: 1-17.
8. Chen, zhenghong. 2003. Physicochemical properties of sweet potato starches and their application in noodle products. Ph.D. Thesis Wageningen University. The Netherlands.

9. Copeland, L., J. Blazek, H. Salman, & M.C.Tang. 2008. Form and Functionality of Starch *dalam* Food Hydrocolloids. *Elsevier*. xxx:1-8
10. Van de Burgt, Y.E.M., Bergsma, I.P.Bleeker, P.J.H.C.Mijland, J.P.Kamerling, & J.F.G.Vliegenthart. 2000. Structural studies on methylated starch granul. *Carbohydrate research*. 325, 183-191.
11. Ben, E.S., Zulianis, A.Halim. 2007. *Studi awal pemisahan amilosa dan amilopektin pati singkong dengan fraksinasi butanol-air*. Jurusan Farmasi Fakultas MIPA Universitas Andalas, Padang.
12. Standl T , Burmeister M A, Schroeder F, Currline E . 2003. Hydroxy ethyl starch (HES) 130/ 0,4 provider larger and faster increases in tissue oxygen tension in comparison with prehemodilution values than HES 70/0,5 or HES 200/0,5 in volunteers undergoing acute normovoumne hemodilution. *Anesth Analg* 96: 9. 36 – 43.
13. Anonim. EthylHydroxyethylCellulosa
<http://www.fao.org/docrep/W6355E/w6355e0e.htm>. 5 Des 2008
Pukul 15.35
14. Harmita. 2006. *Buku Ajar Analisis Fisikokimia*. Departemen Farmasi FMIPA Universitas Indonesia. 205-211.
15. Giwangkara S, EG., 2006, “Aplikasi Logika Syaraf Fuzzy Pada Analisis Sidik Jari Minyak Bumi Menggunakan Spetrofotometer Infra Merah – Transformasi Fourier (FT-IR)”.
16. Sastrohamidjojo H. 1991. Spektoskopi. Liberty. Yogyakarta, 45. 47-48.
17. Tjahjandarie Ts. 1991. Optimasi Preparasi Sampel dan Pembuatan Pelet KBr untuk Analisis Beberapa Senyawa Organik dengan Spektrofotometer

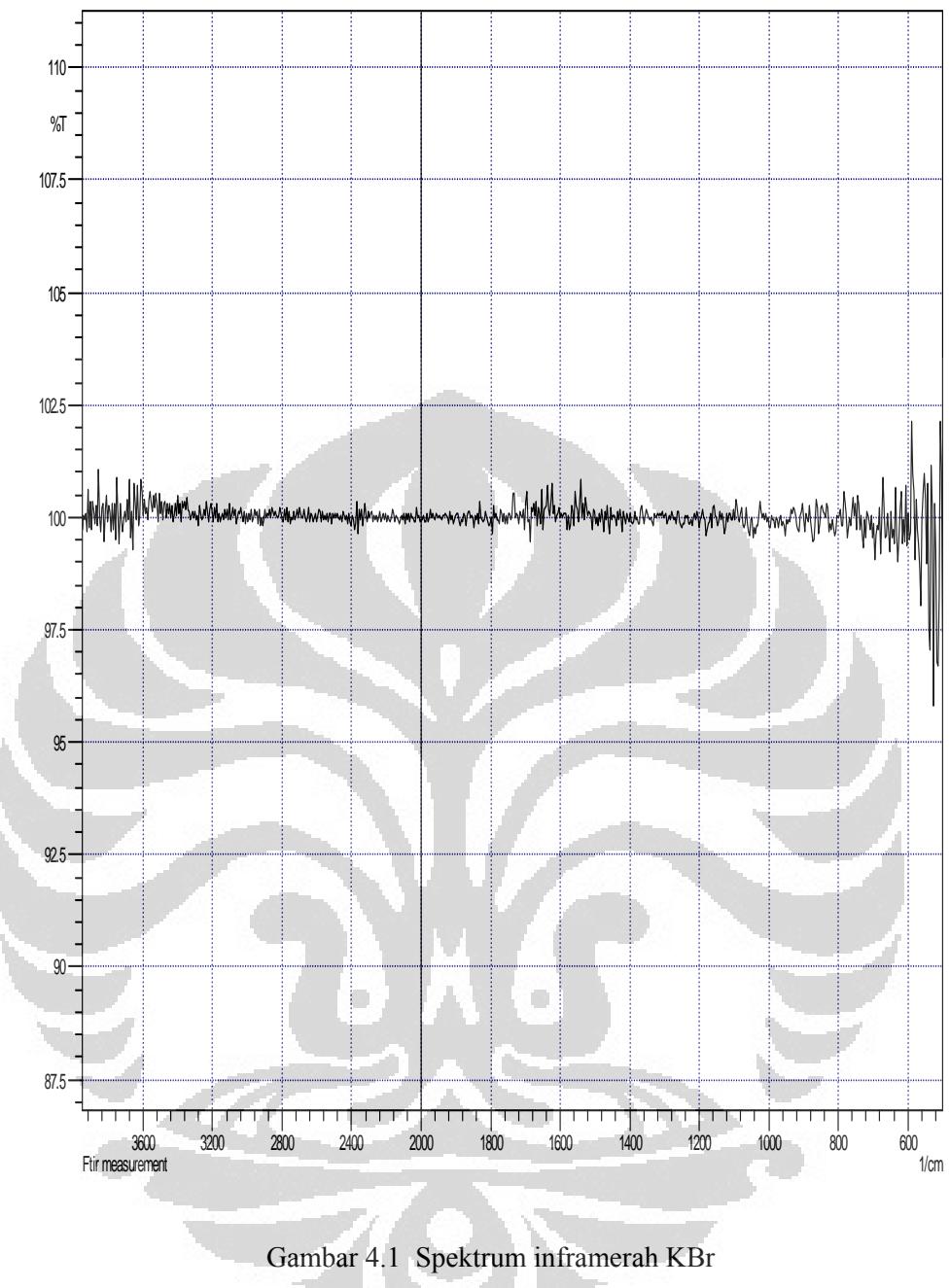
- inframerah. Lembaga Penelitian Universitas Airlangga. Surabaya , 12-13.
18. Koenig JL. 1992. Spectroscopy of polymers. American chemical society. Washington, D,C., 64-65.
19. Agustinawati NM. 1991. Pengaruh Suhu dan Lamanya Pemanasan terhadap Kadar dan Potensi amoksisilina. Skripsi, Jurusan Farmasi FMIPA-UI. Depok. 11-12
20. Ewing G, 1985. Instrumental Methods of Chemical Analysis. 5th ed. McGraw-Hill Bok Company, New York. 100-101

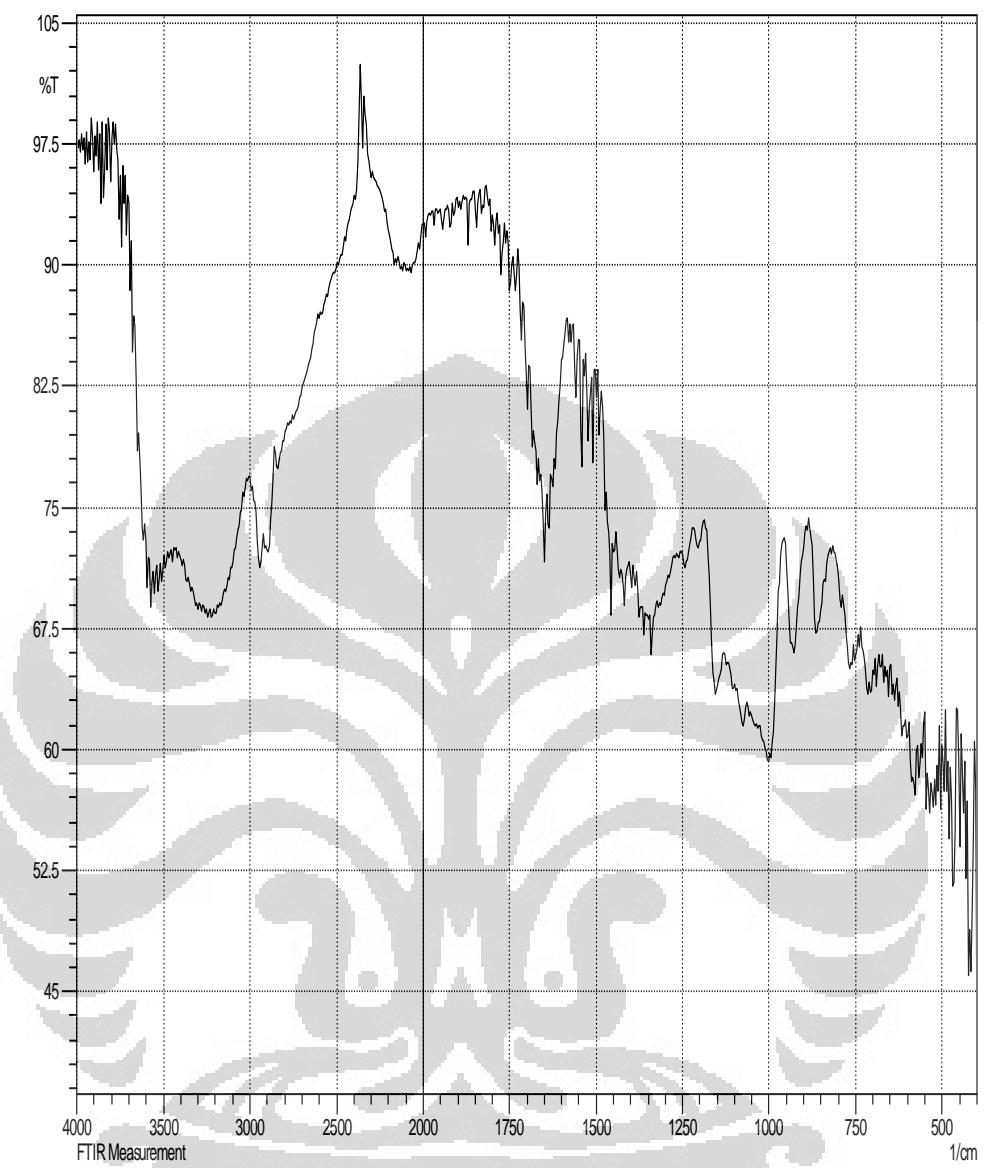


GAMBAR

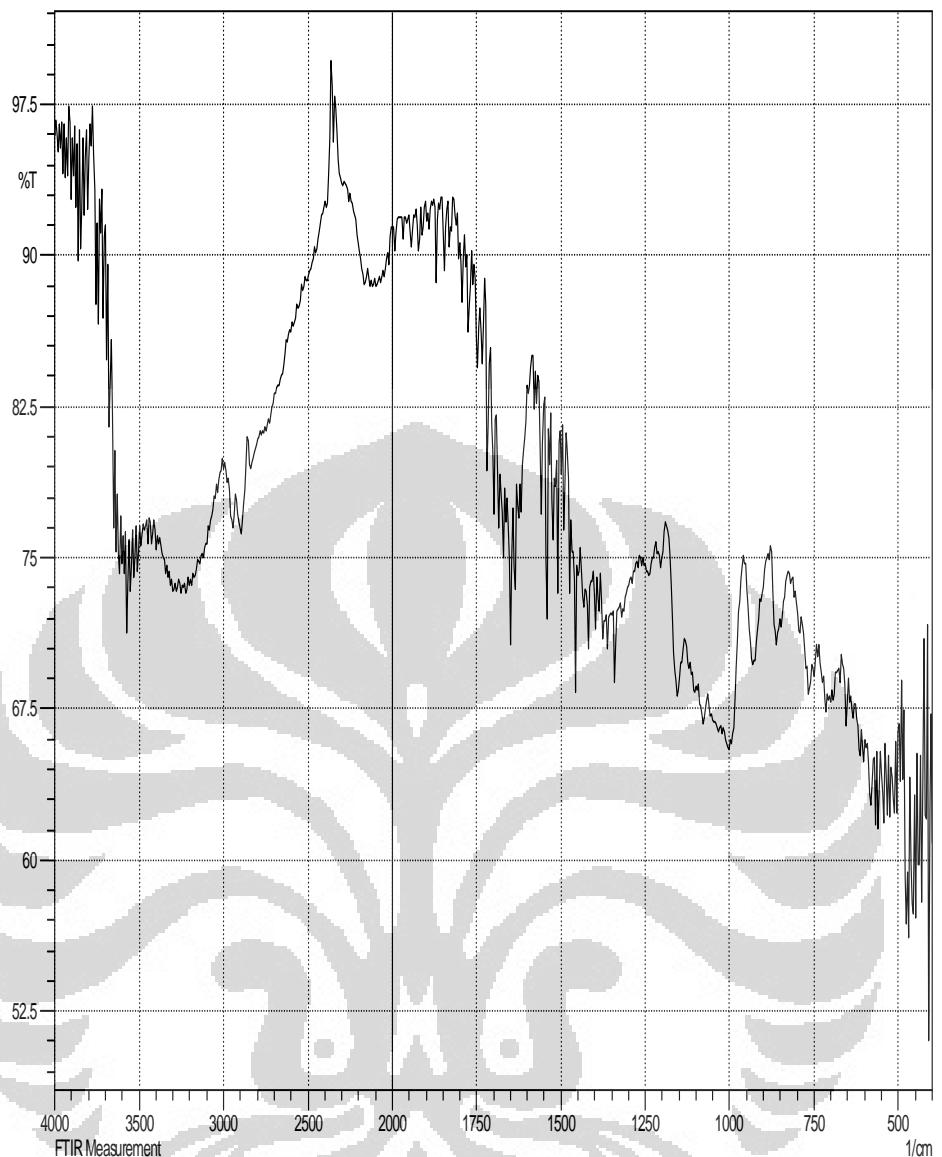


Gambar 3.1 Spektrofotometer inframerah Shimadzu FTIR 8400S

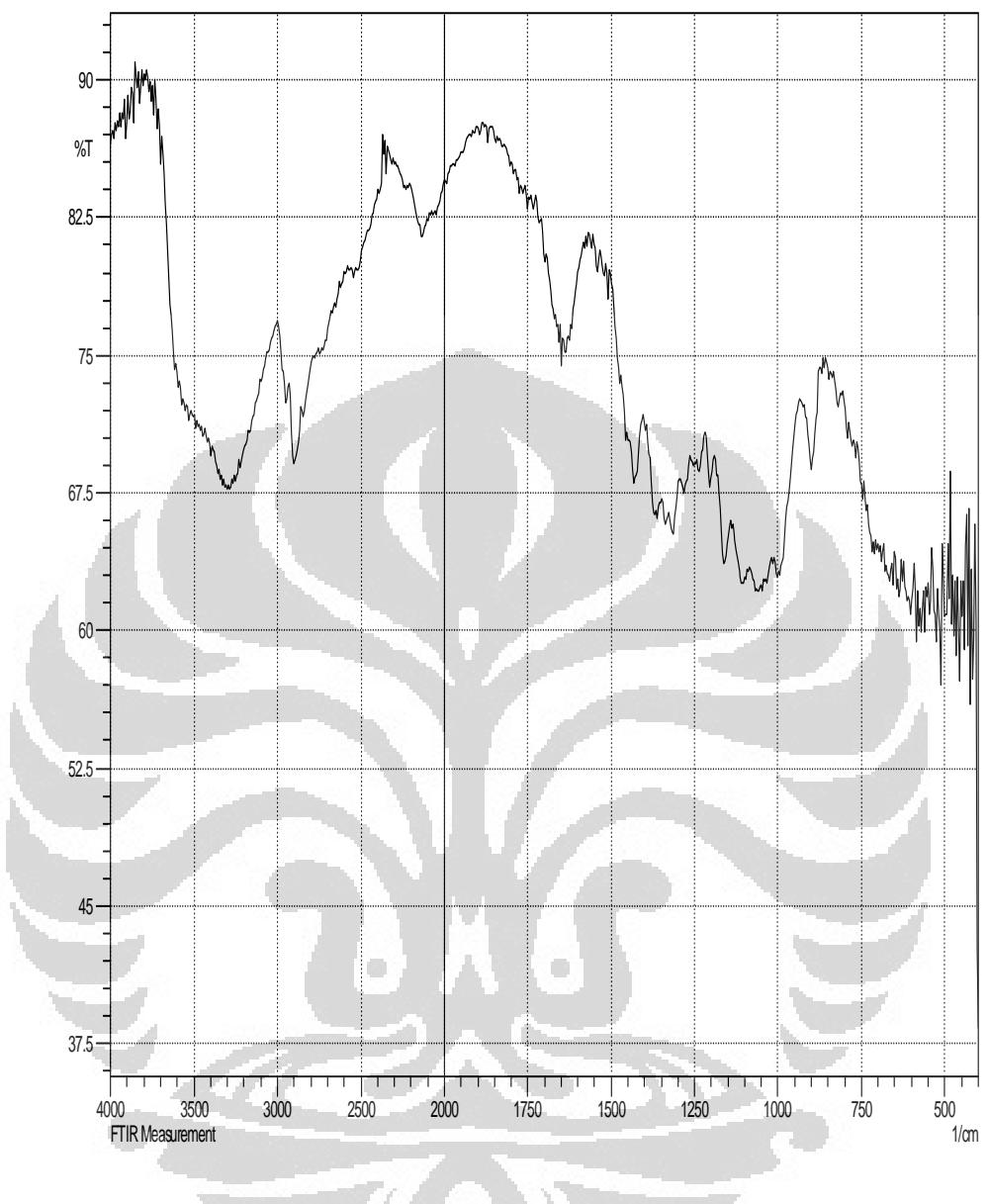




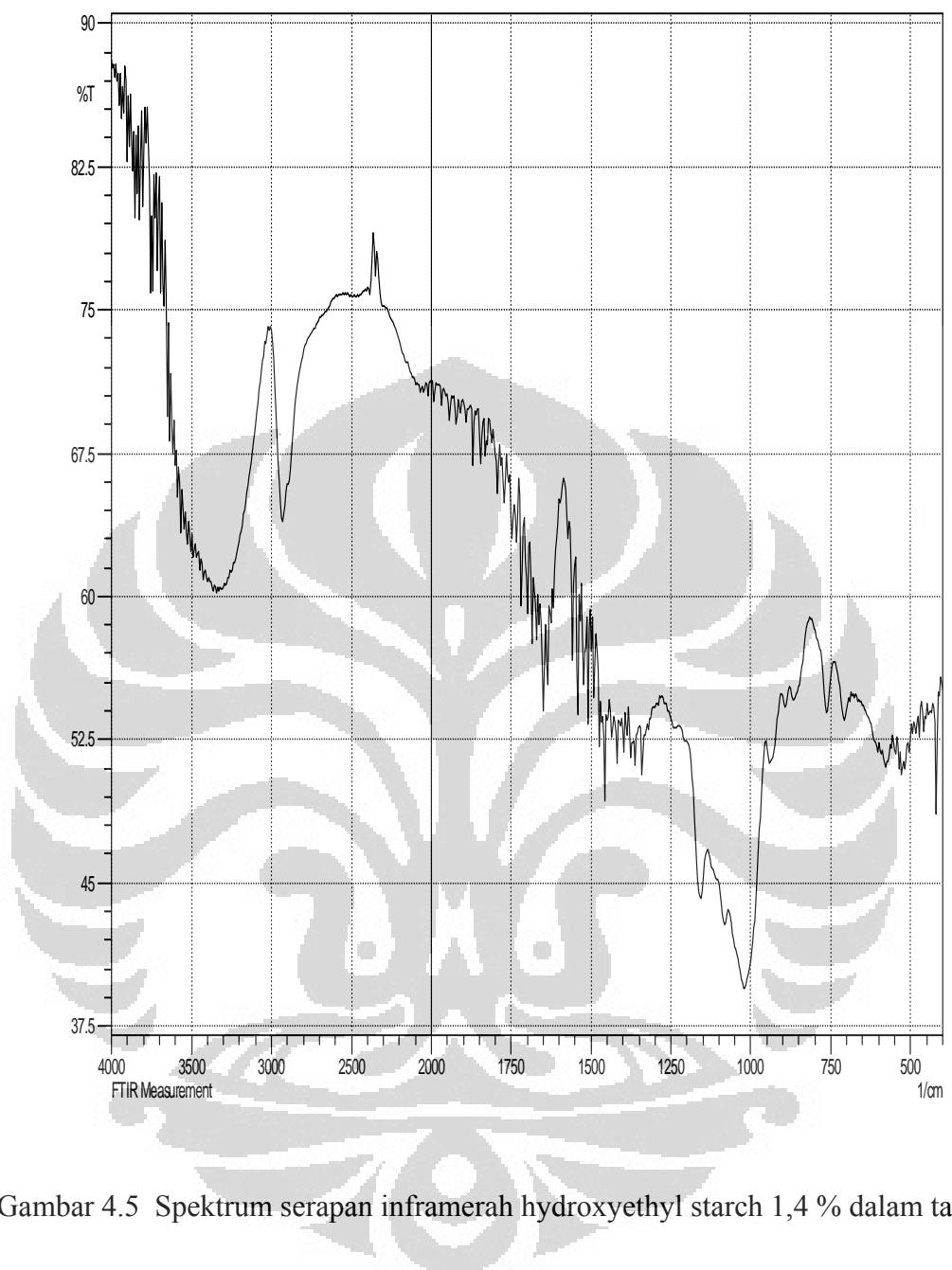
Gambar 4.2 Spektrum serapan inframerah amylose 1,5 % dalam tablet KBr



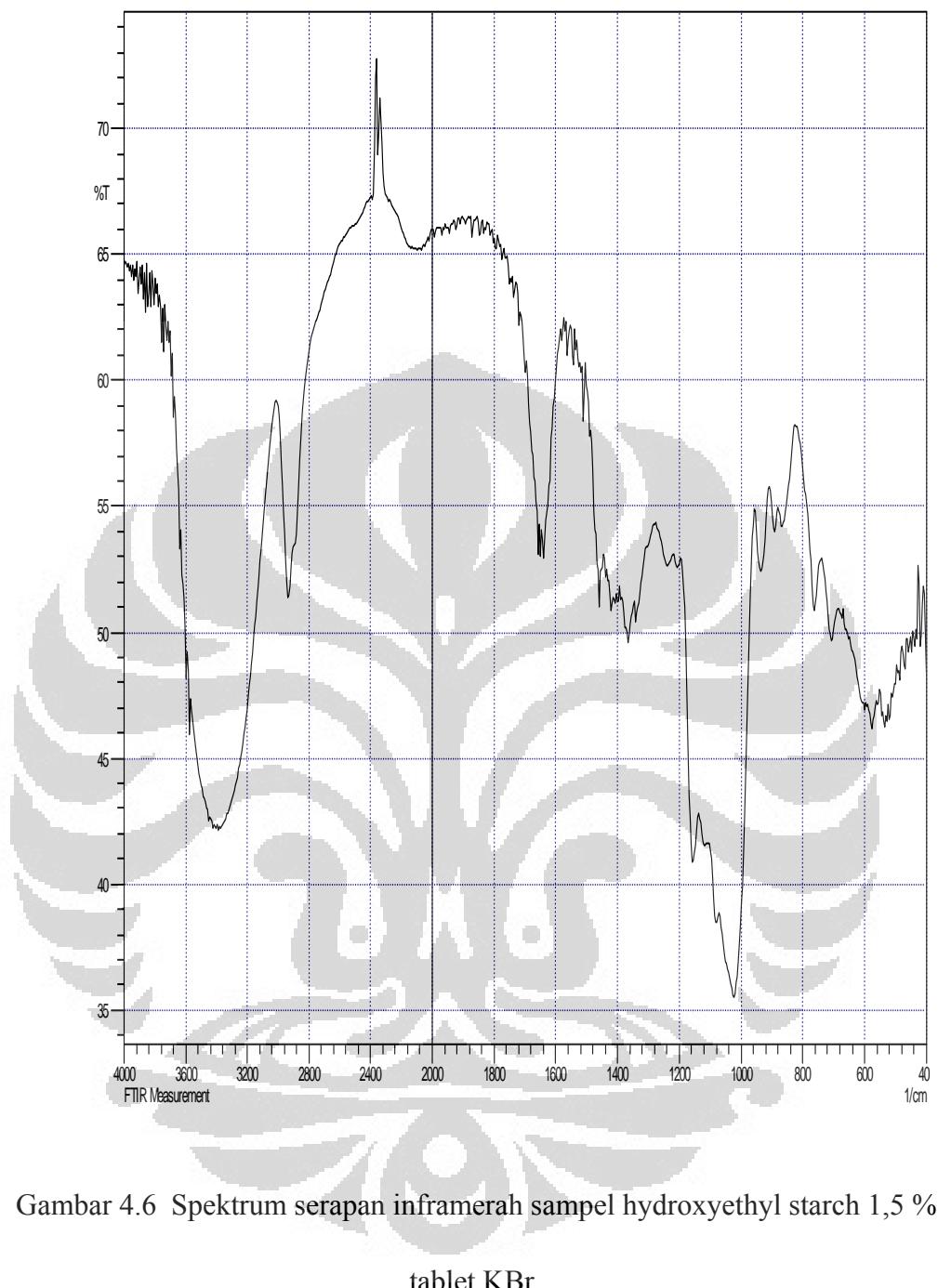
Gambar 4.3 Spektrum serapan inframerah amylose soluble 1,5 % dalam tablet KBr



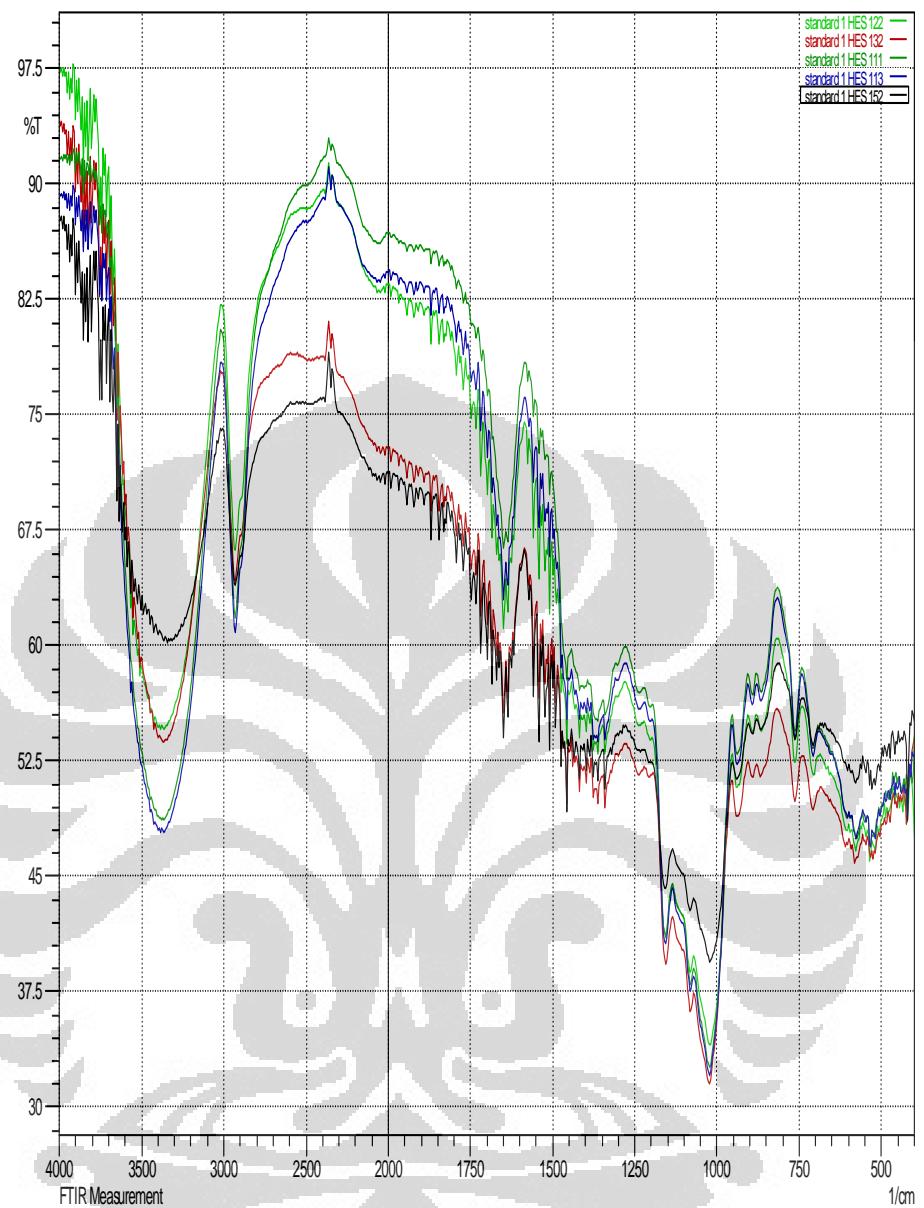
Gambar 4.4 Spektrum serapan inframerah avicel 1.5 % dalam tablet KBr



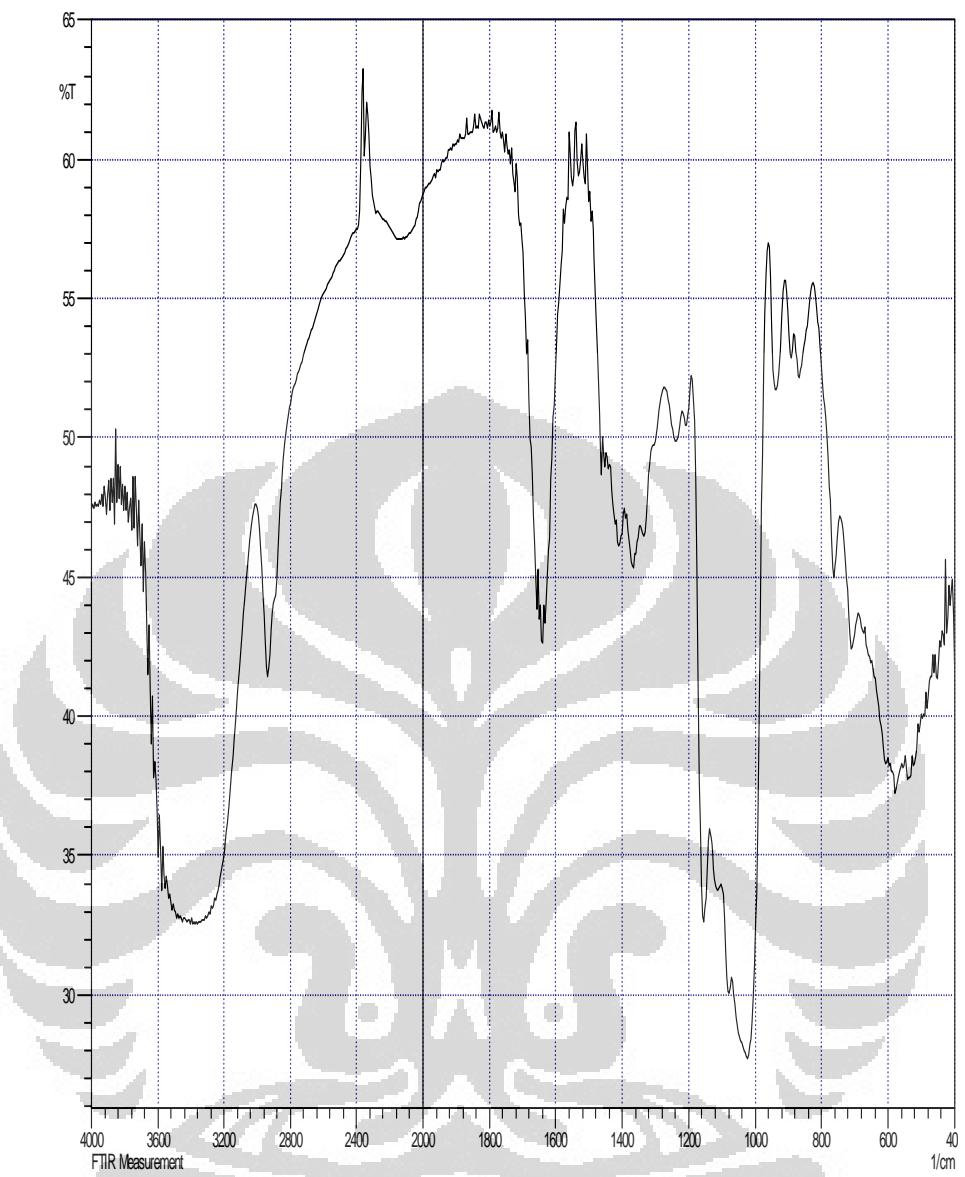
Gambar 4.5 Spektrum serapan inframerah hydroxyethyl starch 1,4 % dalam tablet KBr



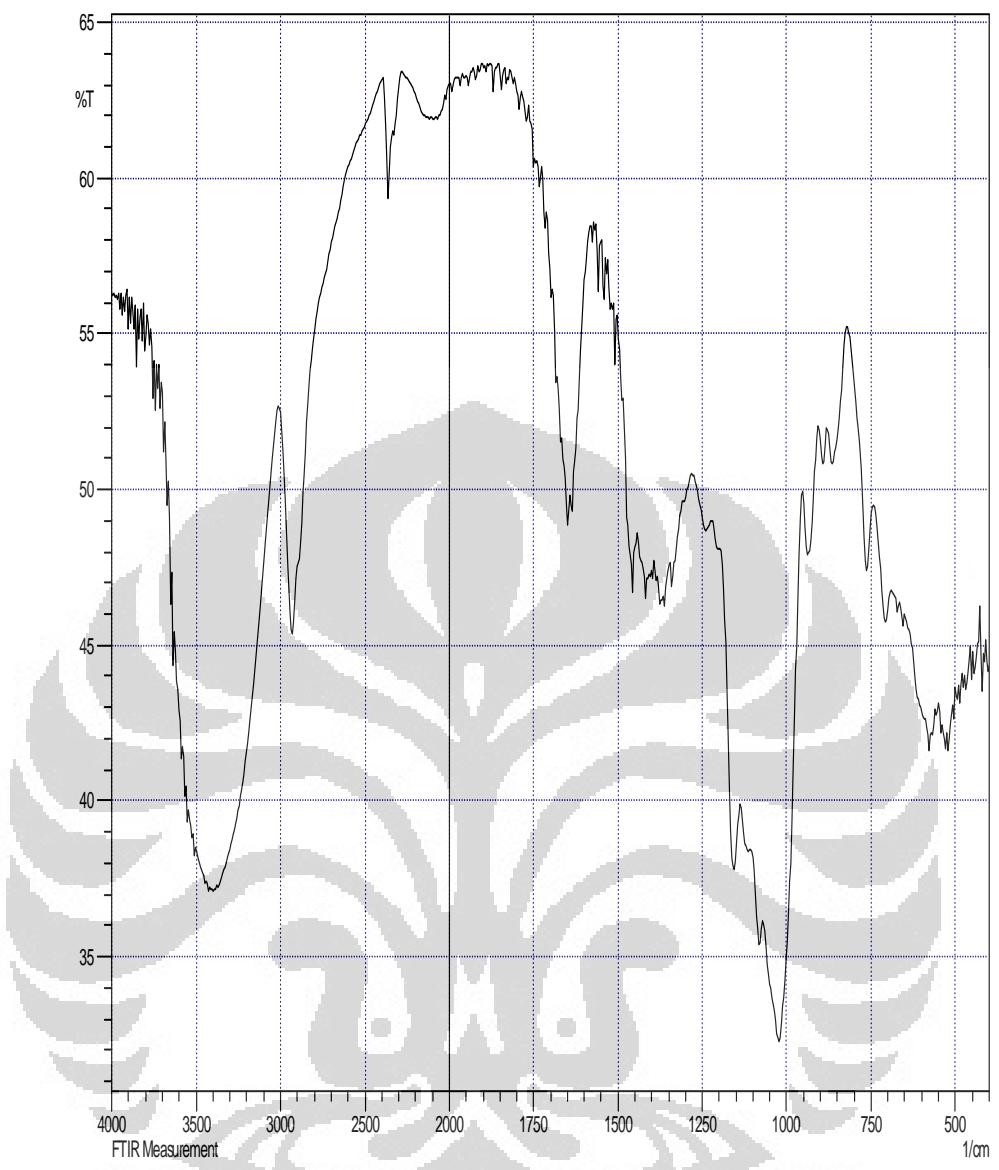
Gambar 4.6 Spektrum serapan inframerah sampel hydroxyethyl starch 1,5 % dalam tablet KBr



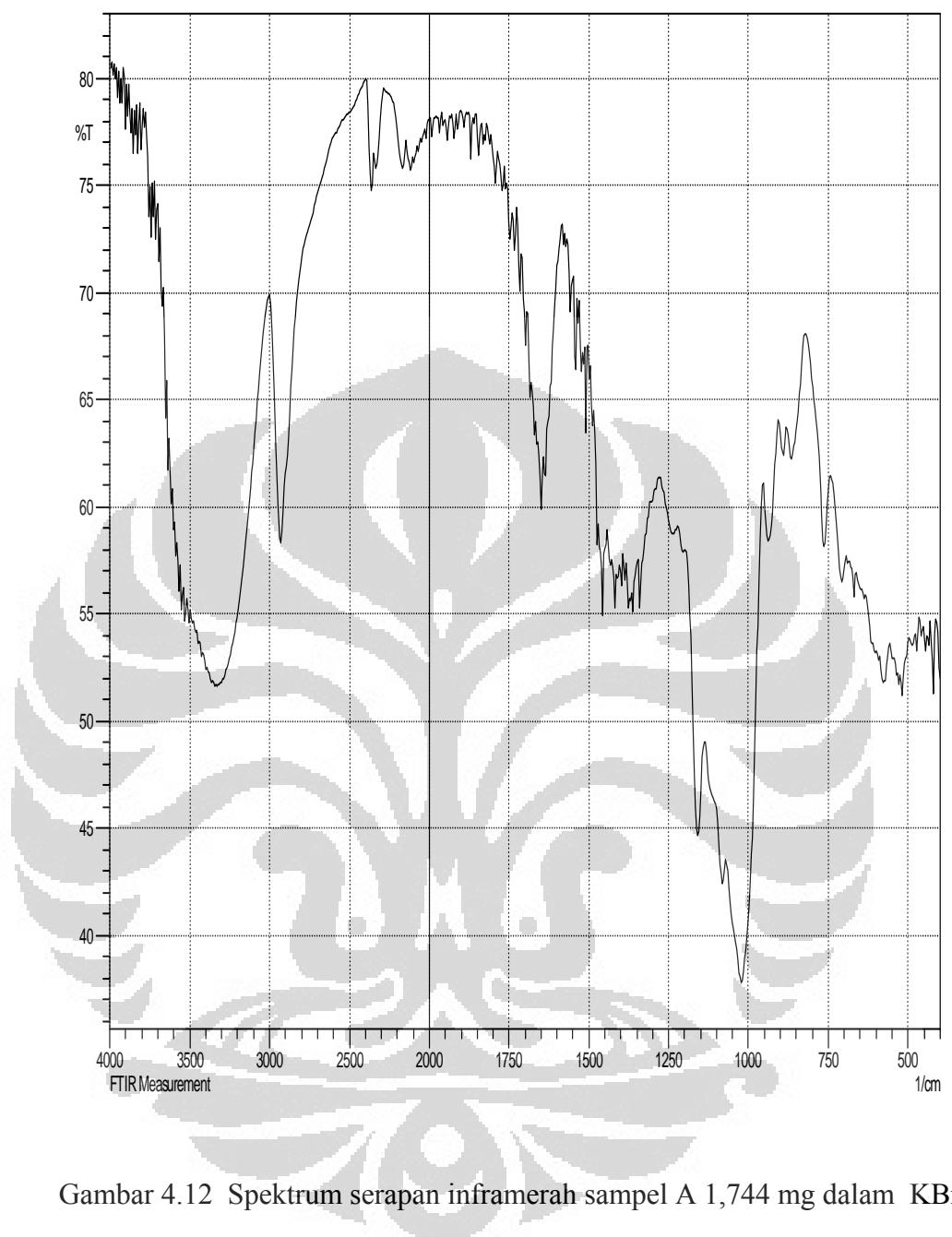
Gambar 4.7 Spektrum serapan inframerah kurva kalibrasi dengan 5 seri kadar



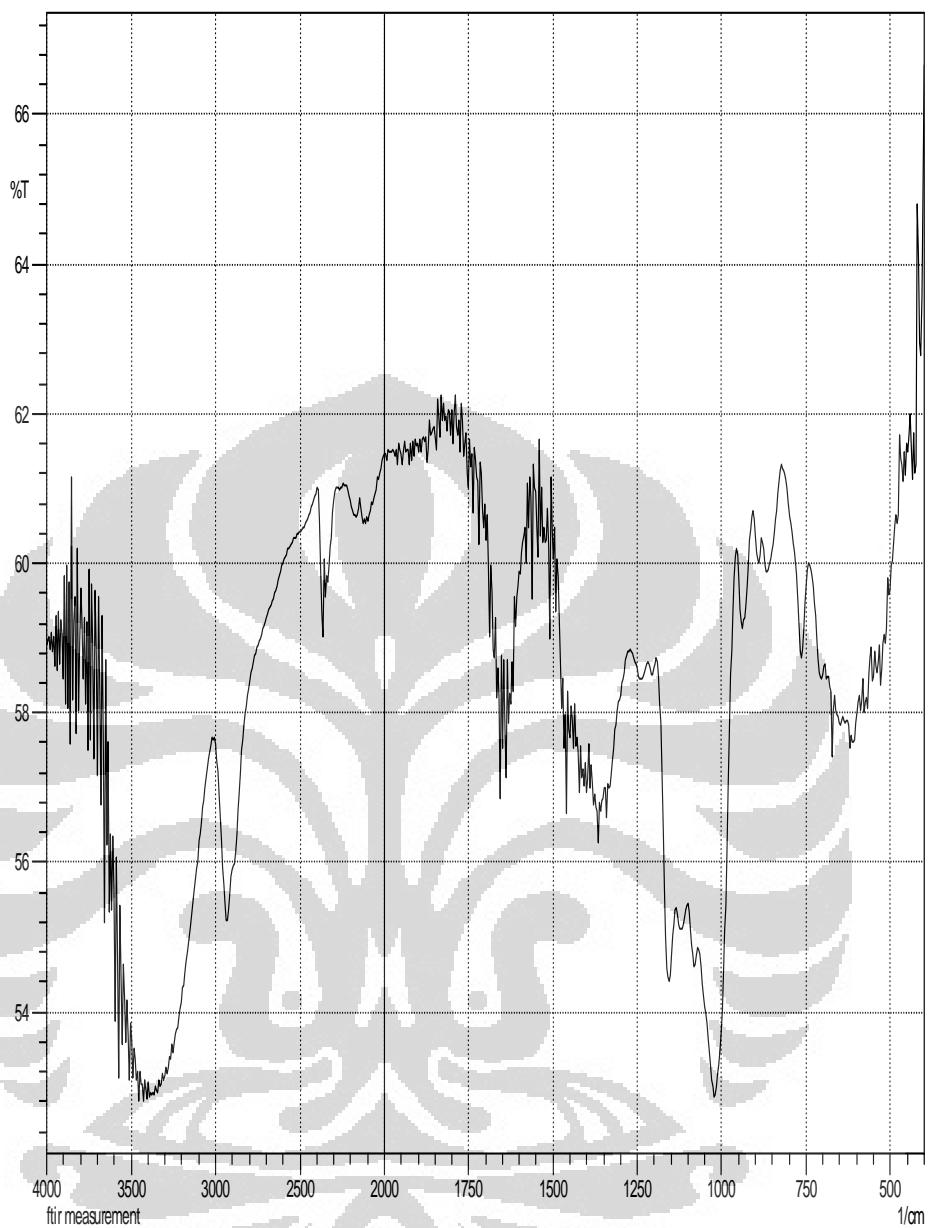
Gambar 4.10 Spektrum serapan inframerah uji perolehan kembali dengan konsentrasi 2,804 mg daerah bilangan gelombang 1653 cm^{-1} dalam KBr



Gambar 4.11 Spektrum serapan inframerah uji perolehan kembali dengan konsentrasi 2,894 mg daerah bilangan gelombang 1157 cm^{-1} dalam KBr



Gambar 4.12 Spektrum serapan inframerah sampel A 1,744 mg dalam KBr



Gambar 4.13 Spektrum serapan inframerah sampel B 1,882 mg dalam KBr



TABEL

Tabel 4.1 Kurva kalibrasi hydroxylethyl starch dengan 5 seri kadar

No	Kadar dalam tablet KBr (%) = X	Absorban = y
1	1.1	0.1755
2	1.2	0.2006
3	1.3	0.2218
4	1.4	0.2676
5	1.5	0.2757

$$y = -0.11938 + 0.2674$$

$$r = 0.98374$$

Keterangan : serapan dihitung pada daerah bilangan gelombang 1653 cm^{-1}
dengan menggunakan tablet KBr

Tabel 4.2 Kurva kalibrasi *hydroxylethyl starch* dengan 5 seri kadar

No	Kadar dalam tablet KBr (%) = X	Absorban = y
1	1.1	0.3925
2	1.2	0.4006
3	1.3	0.4089
4	1.4	0.4202
5	1.5	0.4318

$$y = 0,28314 + 0,0982$$

$$r = 0,99609$$

Keterangan : serapan dihitung pada daerah bilangan gelombang 1157 cm^{-1} dengan menggunakan tablet KBr

Tabel 4.3 Penentuan kadar *hydroxyethyl starch* dari uji perolehan kembali

Konsentrasi (%)	Absorban	Konsentrasi pengukuran (%)	UPK (%)	UPK rata-rata (%)	SD Rata-rata
1,4029	0,3580	1,5890	80,1	74,4	6,29
	0,3592	1,6002	80,0		
	0,3601	1,6116	79,9		
2,0904	0,4227	1,8855	75,6	74,4	6,29
	0,4283	1,8883	75,8		
	0,4298	1,8901	75,9		
2,0926	0,5650	2,5232	67,6	67,6	67,6
	0,5710	2,5280	67,7		
	0,5689	2,5262	67,6		

Keterangan : Serapan untuk *hydroxyethyl starch* dihitung pada daerah bilangan gelombang 1653 cm⁻¹ menggunakan tablet KBr dengan konsentrasi 1.4 % serapan 0.2676

Tabel 4.4 Penentuan kadar *hydroxyethyl starch* dari uji perolehan kembali

Konsentrasi (%)	Absorban	Konsentrasi pengukuran (%)	UPK (%)	UPK rata-rata (%)	SD Rata-rata
1,3978	0,4010	1,6383	79,11		
	0,4230	1,6399	79,14		
	0,4305	1,6496	79,18		
1,3960	0,6015	1,7506	77,6		
	0,6410	1,7521	77,7		
	0,6458	1,7490	77,5	77,5	1,62
1,3908	1,0833	1,8609	76,0		
	1,0889	1,8635	75,8		
	1,0804	1,8640	75,9		

Keterangan : Serapan untuk *hydroxyethyl starch* dihitung pada daerah bilangan gelombang 1157 cm⁻¹ menggunakan tablet KBr dengan konsentrasi 1.4 % serapan 0.4202

Tabel 4.5 Penentuan kadar *hydroxyethyl starch* dari sampel A

No	Kadar dalam tablet KBr (%)	Bilangan gelombang			
		1653 cm^{-1} Absorban	kadar (%)	1157 cm^{-1} Absorban	kadar (%)
1	0,9885	0.2214	85,3 %	0.3486	85,1 %
2	1,0332	0.2312	85,4 %	0.3660	84,7 %
3	1,0718	0.2406	85,1 %	0.3727	86,3 %
$\bar{X} = 85,2 \%$				$\bar{X} = 85,3 \%$	
$SD = 0.15$				$SD = 0.83$	

Keterangan : Serapan untuk *hydroxyethyl starch* dihitung pada daerah bilangan gelombang 1653 cm^{-1} dan 1157 cm^{-1} menggunakan tablet KBr dengan konsentrasi 1.4 % serapan 0.2676 dan 0.4202.

Tabel 4.6 Penentuan kadar *hydroxyethyl starch* dari sampel B

No	Kadar dalam tablet KBr (%)	Bilangan gelombang			
		1653 cm^{-1} Absorban	kadar (%)	1157 cm^{-1} Absorban	Kadar (%)
1	1,0666	0.2403	84,8 %		
2	1,1070	0.2475	85,5 %		
3	1,1318	0.2542	85,1 %		
4	0,6558			0.2308	85,3 %
5	1,1140			0.2785	83,3 %
6	1.2028			0.3880	93,0 %
				$\bar{X} = 85,1 \%$	$X = 87,2 \%$
				SD = 0,35	SD = 5,12

Keterangan : Serapan untuk *hydroxyethyl starch* dihitung pada daerah bilangan gelombang 1653 cm^{-1} dan 1157 cm^{-1} menggunakan tablet KBr dengan konsentrasi 1.4 % serapan 0.2676 dan 0.4202.



LAMPIRAN

Lampiran 1

Sertifikat analisis hydroxyethyl starch

Certificate of Analysis (Working Standard 2)

Product	Hydroxyethyl Starch 200/0.5 Working Standard		
Purpose	Completely inspected	R/D	20060305
Standard	National Quality Standard Protocol of HES200/0.5	I/D	20060315

Item	Standard	Index
Description	White or almost white powder	Almost white powder
Specifically optic rotation	+180° — +192°	+188°
Identification	Positive	Conform
	Conform to chromatogram	Conform
PH-Value	4.5-7.0	5.8
Transparency and Color of the Solution	Absorbency at 450nm <0.058 Turbidity no dark than 1#	conform
Inherent Viscosity	15.0-19.0	16.9
Heavy metals	10 ppm Max.	Conform
Drying loss	6.0% Max.	1.1%
Sodium Chloride	5% Max.	0.2%
Molar Substitution Level (MS)	0.43—0.55	0.52
Ethylene glycol	0.062% Max.	0
Molecular Weight MW	180000—290000	215200
MW 10%	800000 Max.	539100
MW 90%	15000 Min.	22300
Bacterial endotoxins	5.0 IE/g Max.	-----
Microbial pollution	Yeast and Mould<10	-----
Content	98.0% Min.	100.4%



PT. LAKSANAWAN LARAS

Lampiran 2

Cara menghitung kadar hydroxyethyl starch dari sampel A dan B

Berdasarkan perbandingan 1 titik hydroxyethyl starch dengan kadar 1,4 % dalam tablet KBr :

Bilangan Gelombang	Kadar (%)	Absorban
1653 cm ⁻¹	1.4	0,2676
1157 cm ⁻¹		0,4202

Contoh :

Sampel A :

* Absorbsi terhadap hydroxyethyl starch 1653cm⁻¹ = 0,2214

A sampel = Persentase hydroxyethyl starch sampel dalam KBr

A standar Persentase hydroxyethyl starch standar dalam KBr

Persentase hydroxyethyl starch sampel dalam KBr :

$$\underline{0,2214} \times 1,4 \% = 1,1583 \%$$

$$0,2676 \\ = 1,738 \text{ mg}$$

Persentase sampel yang ditimbang dalam KBr = 1,744 mg

Persentase kadar yang terukur dalam sampel

$$\underline{1,738} \text{ mg} \times 100 \% = 99,6 \%$$

$$1,744$$

* Absorbsi terhadap hydroxyethyl starch 1157 cm^{-1} = 0,3486

A sampel = Persentase hydroxyethyl starch sampel dalam KBr

A standar Persentase hydroxyethyl starch standar dam KBr

Persentase hydroxyethyl starch sampel dam KBr :

$$\underline{0,3486} \times 1,4 \% = 1,1615 \%$$

0,4202

$$= 1,742 \text{ mg}$$

Persentase sampel yang ditimbang dam KBr = 1,744 mg

Persentase kadar yang terukur dalam sampel

$$\underline{1,742} \text{ mg} \times 100 \% = 99,8 \%$$

1,744