

## **BAB III**

### **BAHAN DAN CARA KERJA**

#### **A. Bahan**

Ibuprofen (Biocause Pharmaceutical Co., LTD), PEG 6000 (Bratako Chemika), NaOH (Merck), Etanol 96% (Bratako Chemika), Aquadest (Bratako Chemika).

#### **B. Alat**

Seperangkat alat gelas, Timbangan analitik (ACCULAB ALC-210, Shimadzu), Spektrofotometer UV-Vis (UV-1601 Shimadzu), Difraksi X-Ray (Philips Analytical X-Ray), Spektrofotometer Infra Merah (FTIR-8400 Shimadzu), *Freeze drying (Edwards Modulyo)*, *Differential Scanning Calorimetry* (Perkin Elmer), Lemari pengering, Ayakan dengan mesh 80, Desikator berisi silika gel, *Shaking bath* (Lab-Line Instruments, Inc), Ultrasonik (Branson), Lumpang dan alu, Penyaring membran milipore 0,45  $\mu\text{m}$ .

#### **C. Cara Kerja**

##### 1. Pembuatan Dispersi Padat Ibuprofen-PEG 6000

Serbuk Ibuprofen dan PEG 6000 masing-masing dibuat dengan perbandingan 1:1/2; 1:1; dan 1:2 dengan jumlah Ibuprofen sebanyak 10 g dilarutkan dalam etanol 96% sebanyak 60 ml yang dimasukkan dalam ultrasonik selama 1,5 jam. Kemudian larutan sampel dikeringkan dengan metode *freeze drying*. Dispersi padat yang kering kemudian dikerok dan digerus. Massa padat yang diperoleh diayak dengan ayakan mesh 80, Serbuk yang telah diperoleh disimpan di dalam desikator (5,14).

#### 2. Pembuatan Campuran Fisik

Serbuk Ibuprofen dicampur dengan PEG 6000 di dalam lumpang kemudian digerus halus sampai campuran homogen.

#### 3. Pembuatan Kurva Kalibrasi Ibuprofen baku

Ibuprofen baku ditimbang saksama lebih kurang 50 mg dilarutkan dalam larutan NaOH 0,1 N ( $A_1 = 18,5$ ) hingga 250,0 ml di dalam labu takar, lalu dibuat pengenceran secara kuantitatif sampai diperoleh konsentrasi 40, 60, 80, 100, 120, dan 140 ppm. Kemudian diukur serapannya dengan Spektrofotometer UV-Vis pada  $\lambda$  maksimum 265 nm.

#### 4. Uji Kelarutan Serbuk Campuran

Sejumlah serbuk Ibuprofen, dispersi padat dan campuran fisik dari berbagai perbandingan antara Ibuprofen dan PEG 6000, ditimbang saksama setara dengan Ibuprofen 100 mg dimasukkan ke dalam Erlenmeyer berisi 50 ml aquadest bebas CO<sub>2</sub> dan dikocok di atas

penangas air suhu 37 °C dengan kecepatan 100 putaran/menit selama 8 jam. Sampel disaring dengan penyaring membran milipore 0,45 µm, filtrat dipipet 5,0 ml dan ditambahkan 1,0 ml NaOH 0,1 N, lalu diukur serapannya dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada  $\lambda$  maksimum 265 nm. Sebagai kontrol digunakan larutan Ibuprofen baku. Pengujian dilakukan dengan 3 kali pengukuran (18).

#### 5. Uji Interaksi Ibuprofen-PEG 6000

##### a. Spektroskopi Infra Merah

Sebanyak  $\pm$  1,5 mg Ibuprofen, dispersi padat, dan campuran fisik, masing-masing dicampur dengan 100 mg KBr, kemudian masing-masing serbuk dimasukkan ke wadah uji, dan direkam spektra serapannya menggunakan spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang 500-4000  $\text{cm}^{-1}$ .

##### b. Uji termal (*Differential Scanning Calorimetry*)

Sampel lebih kurang sebanyak 6 mg, dimasukkan ke dalam wadah dari alumunium. Sebagai pembanding digunakan wadah alumunium tanpa isi sampel. Selanjutnya sampel dan pembanding dipanaskan dengan kecepatan tetap sebesar 10°C per menit dari suhu 25°C-85°C (14,18).

##### c. Difraksi sinar X

Dispersi padat dan campuran fisik Ibuprofen-PEG 6000 dikarakterisasi secara difraksi sinar X untuk serbuk menggunakan sumber Cu K $\alpha$ ,

tegangan 40 kV, arus 30 mA, lalu ditentukan pola difraksi sinar X pada sudut  $2\theta = 5^\circ - 89^\circ$  (15).

