

Pemisahan senyawa aspirin dari obat analgesik dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Ananda Anggelita Aprina Puri

Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
e-mail: angelitananda@gmail.com

Kata Kunci:

KLT; Aspirin; Kualitatif;
Kuantitatif; Rf

Keywords:

TLC; Aspirin; Qualitative;
Quantitative; Rf

ABSTRAK

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) merupakan salah satu metode pemisahan kimia yang didasarkan distribusi pada fasa diam dan fasa gerak, KLT sering digunakan dalam analisis suatu senyawa. Aspirin adalah senyawa dengan nama lain asam asetil salisilat yang berfungsi sebagai obat analgesik, anti inflamasi dan lain-lainnya. Tujuan penelitian ini adalah untuk menentukan kadar aspirin dalam obat analgesik (komersil) dengan metode KLT. Fasa diam yang digunakan plat KLT berupa silica gel dan fasa gerak berupa campuran pelarut aquades, n-butanol dan asam asetat dengan perbandingan yang tepat. Hasil uji analisis kualitatif Kromatografi Lapis Tipis menunjukkan dalam obat analgesik (komersil) terdapat aspirin dengan nilai Rf yang hampir sama dengan aspirin standar yaitu 0,82 dan 0,83. Hasil uji analisis kuantitatif dari Kromatografi Lapis Tipis (KLT)-densitometri menunjukkan kadar aspirin yang terdapat dalam satu tablet obat analgesik (komersil) sebesar 0,96%.

ABSTRACT

Thin Layer Chromatography (TLC) is a chemical separation method based on the distribution of the stationary and mobile phases, TLC is often used in the analysis of a compound. Aspirin is a compound with another name acetylsalicylic acid which functions as an analgesic, anti-inflammatory drug and others. The purpose of this study was to determine the level of aspirin in analgesic drugs (commercial) using the TLC method. The stationary phase used in the TLC plate was silica gel and the mobile phase was a mixture of distilled water, n-butanol and acetic acid in the correct ratio. The results of the Thin Layer Chromatography qualitative analysis test showed that in analgesic drugs (commercial) there is aspirin with an Rf value that is almost the same as standard aspirin, namely 0.82 and 0.83. The results of the quantitative analysis test from Thin Layer Chromatography (TLC)-densitometry showed that the level of aspirin contained in one (commercial) analgesic drug tablet was 0.96%.

Pendahuluan

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) atau Thin Layer Chromatography (TLC) merupakan salah satu teknik pemisahan yang cukup banyak digunakan dan fleksibel. Kromatografi lapis tipis (KLT) tergolong dalam kromatografi planar. Bahan dan peralatan yang dibutuhkan untuk melakukan pemisahan dan analisis sampel pada teknik KLT cukup sederhana yaitu sebuah Chamber (bejana tertutup) yang berisi pelarut atau fasa gerak dan lempeng (plat) KLT. Metode analisis kromatografi lapis tipis (KLT) memiliki keuntungan dibandingkan metode pemisahan lain, sehingga menjadi bagian dari teknik analisis pada laboratorium analisis dan pengembangan produk, analisis beberapa sampel dapat menggunakan fase gerak dalam jumlah kecil sehingga efektif dan efisien



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

Copyright © 2023 by Author. Published by Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

dalam waktu maupun biaya serta lebih ramah lingkungan (Wulandari, 2011) (T. I. M. Penyusun, 2019).

Prinsip KLT yaitu untuk memisahkan komponen kimia berdasarkan prinsip absorbansi dan partisi, yang terdistribusi oleh fase diam dan fase gerak. Fase diam (adsorben) yang digunakan adalah plat KLT yang berupa silika gel yang bersifat polar, sedangkan fase gerak (eluen) yang digunakan adalah campuran n-butanol : asam asetat : air dengan perbandingan yang tepat (Kusnadi, 2020).

Analisis dalam KLT terdiri atas analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif parameter yang digunakan adalah nilai R_f , jika nilai R_f sama dengan standart maka dapat dikatakan senyawa yang dicari terdapat dalam sampel. Analisis kuantitatif dilakukan dengan mengukur bercak langsung pada lempeng menggunakan ukuran luas (Teknik densitometri) atau melalui pengerokan bercak lalu menetapkan kadar senyawa dengan metode spektrofotometri (Wulansari, 2011) (Aulia, 2021).

Metode kromatografi lapis tipis diaplikasikan untuk menentukan kadar aspirin dalam obat analgesic. Aspirin atau asam asetil salisilat ialah golongan obat yang digunakan hingga saat ini sebagai anti inflamasi, analgesi dan antipiretik. Pada penelitian ini akan dilakukan analisis kadar aspirin yang terdapat dalam obat analgesic dipasaran (Annisah, n.d.).

Metodologi

Bahan

Sampel dalam penelitian ini adalah obat dipasaran yang mengandung aspirin. Pelarut (fasa gerak) yang digunakan adalah n-butanol, asam asetat dan aquades. Etanol sebagai pelarut, NaOH 0,01M sebagai titran, indicator PP sebagai indicator asam-basa dan aspirin standart sebagai pembanding sampel obat.

Preparasi Sampel

Pembuatan fasa gerak dalam bejana pengembang atau chamber, fasa gerak dibuat dengan campuran aquades, n-butanol dan asam asetat dengan perbandingan 5 mL: 4 mL: 1 mL. pemilihan campuran fasa gerak tersebut memiliki kepolaran yang tinggi sehingga dapat memisahkan senyawa yang bersifat polar. Chamber yang digunakan dijenuhkan dahulu untu meminimalkan penguapan pelarut dan memperoleh homogeitas. Penandaan batas 2 plat untuk sampel dan aspirin standar dilakukan 1 cm dari tepi bawah dan 0,5 tepi atas. Selanjutnya dilakukan pengovenan untuk menghilangkan kadar air (Kusnadi, 2020).

Pemisahan Aspirin pada Sampel dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Aspirin standart sebanyak 250 mg dilarutkan dalam 2,5 mL aquades, lalu ditotolkan menggunakan pipa kapiler pada plat KLT silica gel F254 dengan totolan kecil. Ditunggu hingga kering dan penotolan diulangi sebanyak 20 kali. Untuk sampel obat digunakan satu tablet dengan berat 224,5 mg dilarutkan dengan 2,5 mL aquades dan disaring untuk diambil filtrat. Filtrat diambil 0,5 mL, lalu ditotolkan pada plat KLT menggunakan pipa kapiler sebanyak 20 kali dengan perlakuan yang sama.

Plat KLT yang telah ditotol aspirin standar maupun sampel kemudian dimasukkan pada chamber, chamber ditutup dan ditunggu hingga fasa gerak (eluen) bergerak 1/3 kurang dari batas atas plat KLT.

Pembahasan

Analisis Kualitatif Sampel

Spot yang dihasilkan pada lempeng KLT sampel dan aspirin standar diukur. Pada aspirin standar jarak tempuh spot (senyawa) adalah 4,9 cm sedangkan jarak tempuh eluen adalah 6 cm. Jarak tempuh sampel obat komersil 4,8 cm dan jarak tempuh eluennya adalah 5,8 cm.

Tabel 1. Hasil Nilai Rf

	Jarak Tempuh Senyawa	Jarak Tempuh Eluen	Nilai Rf
Aspirin standar	4,9 cm	6 cm	0,82
Obat komersil	4,8 cm	5,8 cm	0,83

Nilai Rf yang dihasilkan memiliki perbedaan yang kecil, maka dapat dikatakan dalam analisis kualitatif obat komersil terdapat kandungan senyawa aspirin atau asam asetil salisilat.

Analisis Kuantitatif Sampel

Analisis kuantitatif dilakukan dengan pengerokan spot sampel obat komersil pada plat KLT menggunakan spatula. Selanjutnya dilarutkan dengan etanol sebanyak 10 mL dan disaring untuk diambil filtratnya. Filtrat ditambahkan aquades 50 mL. Ditambahkan 2 tetes indikator PP sebagai penanda titik akhir titrasi yang berupa perubahan warna dari bening menjadi merah muda saat dititrasi dengan NaOH 0.01 M. Volume titrasi yang dihasilkan sebesar 1,2 mL. mmol NaOH 0,012, sehingga kadar aspirin dapat dihitung sebagai berikut.

$$\text{mmol NaOH} = \text{mmol aspirin}$$

$$\text{massa aspirin} = \text{mmol NaOH} \times \text{Mr aspirin}$$

$$= 0,012 \text{ mmol} \times 180,157 \text{ mg/mmol}$$

$$= 2,161 \text{ mg}$$

$$\text{Kadar aspirin} = \text{massa aspirin} / \text{massa sampel} \times 100 \%$$

$$= 2,161 \text{ mg} / 224,1 \text{ mg} \times 100 \%$$

$$= 0,96 \%$$

Aspirin merupakan senyawa yang bersifat asam, maka dari itu untuk mengetahui kadar ataupun konsentrasi perlu dititrasi dengan senyawa asam-basa (titrasi alkalimetri) yaitu NaOH atau KOH. Reaksi yang terjadi adalah netralisasi, gugus asetil dalam reaksi

netralisasi lebih sukar lepas dibandingkan gugus karbonil, sehingga terjadi reaksi substitusi atom H pada gugus asetil dengan atom Na pada senyawa NaOH. Reaksi tersebut menghasilkan produk Na-aspirin dan H₂O (Emmy Sahara, 2011).

Kesimpulan dan Saran

Pemisahan aspirin dalam sampel obat komersil dapat dilakukan menggunakan metode kromatografi lapis tipis yang didasarkan pada distribusi oleh fasa diam berupa plat KLT silica gel dan fasa gerak (eluen) berupa campuran pelarut aquades, n-butanol dan asam asetat. Analisis kualitatif yaitu nilai R_f yang didapatkan 0,82 pada aspirin standar dan 0,83 pada obat komersil. Analisis kuantitatif untuk penentuan kadar aspirin dalam obat komersil yaitu sebesar 0,96%.

Percobaan kromatografi lapis tipis harus dilakukan dengan teliti dan disesuaikan prosedur agar tidak terjadi kesalahan saat penelitian dan didapatkan hasil sesuai yang diharapkan. Utamanya saat penotolan sampel pada KLT spot jangan terlalu lebar agar resolusi tidak turun.

Daftar Pustaka

- Annisah, S. N. (n.d.). Pengaruh Ekstrak Daun Alpukat (*Persea americana* Mill.) Terhadap Histopatologi Lambung Mencit (*Mus musculus* Linn.) yang Diinduksi Aspirin [UIN Maulana Malik Ibrahim Malang]. http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-84865607390&partnerID=tZ0tx3y1%0Ahttp://books.google.com/books?hl=en&lr=&id=2LIMMD9FVXkC&oi=fnd&pg=PR5&dq=Principles+of+Digital+Image+Processing+fundamental+techniques&ots=HjrHeuS_
- Aulia, S. (2021). Penentuan Kadar Kurkumin Pada Ekstrak Kunyit (*curcuma longa* L.) Dalam Minyak Kelapa Murni (Virgin Coconut Oil) Menggunakan KLT Densitometri. UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Emmy Sahara. (2011). Analisis Kuantitatif Aspirin dalam Tablet dengan Titrasi Asam Basa. *Journal of Chemical Information and Modeling*, 53(9), 1689–1699.
- Kusnadi, E. T. D. (2020). Isolasi dan Identifikasi Senyawa Flavonoid Pada Ekstrak Daun Seledri (*Apium graveoleus* L.) dengan Metode Refluks. *Pancasakti Science Education Journal*, 5(9), 4–11.
- Penyusun, T. I. M. (2019). *Pemisahan kimia* (T. Penyusun (ed.); 2019th ed.). UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Wulandari, L. (2011). Kromatografi Lapis Tipis. In *Taman Kampus Presindo*. PT. Taman Kampus Presindo.
- Wulansari, Y. D. (2011). Validasi Metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT)-Densitometri pada Penetapan Kadar Kurkumin dalam Sediaan Cair Obat Herbal Terstandar (OHT) Kiranti [Universitas Sanata Dharma Yogyakarta]. http://ctic-cita.es/fileadmin/redactores/Explora/Tecnica_valoriz_ANICE.pdf%0Ahttp://bvssan.incap.org.gt/local/file/T469.pdf%0Ahttps://dspace.ups.edu.ec/bitstream/123456789/1586/15/UPS-CT002019.pdf%0Ahttp://www.bdigital.unal.edu.co/6259/%0Ahttp://onlinelib