

**Isolasi Senyawa Aspirin dari Tablet Merk dengan Metode Ekstraksi dan
Kromatografi Kolom**



SKRIPSI

Ade Firmansyah

1308010104

Program Studi Farmasi

Fakultas Farmasi

Universitas Muhammadiyah Purwokerto

Juli 2017

Isolasi Senyawa Aspirin dari Tablet Merk dengan Metode Ekstraksi dan Kromatografi Kolom



SKRIPSI

Untuk memenuhi sebagian persyaratan
Mencapai Derajat Sarjana S-1

Ade Firmansyah

1308010104

Program Studi Farmasi

Fakultas Farmasi

Universitas Muhammadiyah Purwokerto

Juli 2017

HALAMAN PERSETUJUAN

**Isolasi Senyawa Aspirin dari Tablet Merk dengan Metode
Ekstraksi dan Kromatografi Kolom**

Ade Firmansyah
1308010104

Telah diproses dan diuji dengan Fasilitas Ujian Skripsi
pada tanggal 21 Juli 2017

Ade Firmansyah
1308010104

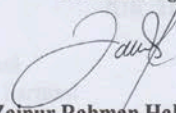
Telah disetujui dan diperiksa oleh Pembimbing I dan II
Yang bertanda tangan dibawah ini :

Pembimbing I



Dr. Asmiyenti Djalasrin Djalil., M.Si.
NIK. 197405222000122001

Pembimbing II



Zainur Rahman Hakim., M.Farm., Apt
NIK. 2160664

HALAMAN PENGESAHAN

Isolasi Senyawa Aspirin dari Tablet Merk dengan Metode
Ekstraksi dan Kromatografi Kolom

Ade Firmansyah
1308010104

Telah dipertahankan di depan Panitia Ujian Sekripsi
pada tanggal 31 Juli 2017

SUSUNAN PANITIA

Ketua

Sekretaris

Dwi Hartanti, M.Farm., Apt
NIK. 2160399

Wahyu Utaminigrum., M.Sc, Apt
NIK. 2160515

Penguji I

Penguji II

Dr. Asmiventi Djaliasrin Djaliil., M.Si
NIP. 197405222000122001

Zainur Rahman Hakim., M.Farm., Apt
NIK. 2160664

Mengetahui
Dekan Fakultas Farmasi
Universitas Muhammadiyah Purwokerto



Dr. Agus Siswanto, M.Si, Apt
NIK. 2160309

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini, saya:

Nama : Ade Firmansyah
NIM : 1308010104
Program Studi : Farmasi
Fakultas : Farmasi (S1)
Perguruan Tinggi : Universitas Muhammadiyah Purwokerto

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini adalah hasil dari proses penelitian saya yang telah dilakukan sesuai prosedur penelitian yang benar dengan arahan dari dosen pembimbing dan bukan hasil jiplakan dari hasil karya orang lain atau terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan penulis juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Dengan demikian pernyataan ini, dan apabila kelak dikemudian hari terbukti ada unsur penjiplakan, maka saya bersedia mempertanggung jawabkan sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Purwokerto, 10 Juli 2017

Yang Menyatakan,



Ade Firmansyah

Isolasi Senyawa Aspirin dari Tablet Merk dengan Metode Ekstraksi dan Kromatografi Kolom

Ade Firmansyah, Asmiyenti Djaliasrin Djalil, Zainur Rahman Hakim

ABSTRAK

Senyawa Aspirin berhasil diisolasi dari tablet merk dengan metode ekstraksi dan kromatografi kolom. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui metode yang lebih baik antara metode ekstraksi dan kromatografi kolom untuk isolasi senyawa murni aspirin dari tablet merk, serta mengetahui tingkat kemurnian senyawa aspirin yang diperoleh dari metode kromatografi kolom. Hasil isolasi senyawa aspirin diperoleh dari tablet merk yang diekstraksi dan kromatografi kolom. Analisis senyawa aspirin dilakukan dengan metode uji kualitatif, Kromatografi Lapis Tipis (KLT), spektrofotometri UV-Vis, LC-MS, dan ^1H NMR. Hasil isolasi senyawa aspirin yang diperoleh dari metode ekstraksi memiliki rendemen sebanyak 0,65 gram, untuk metode kromatografi kolom tidak diperoleh rendemen. Uji kualitatif kristal aspirin menunjukkan hasil positif dengan adanya perubahan warna menjadi ungu setelah ditambahkan pereaksi FeCl_3 . Hasil spektrofotometri UV-Vis dari metode ekstraksi diperoleh panjang gelombang maksimal 273 nm dan metode kromatografi kolom diperoleh panjang gelombang 276 nm. Hasil spektrum LC-MS dari isolat metode ekstraksi menunjukkan adanya titik puncak menit ke 6,970, spektrum MS titik puncaknya 179 m/z dan 137 m/z, dan kemurniannya 23,866 %. Sedangkan isolat metode kromatografi kolom menunjukkan adanya titik puncak menit ke 5,968 dan menit ke 6,992, spektrum MS titik puncaknya 179 m/z dan 137 m/z, dan kemurniannya 83,295%. Hasil uji ^1H NMR senyawa aspirin metode ekstraksi memberikan sinyal pada pergeseran 2.270 ppm, 7.135 ppm, 7.341 ppm, 7.594 ppm, dan 8.017 ppm.

Kata Kunci: Senyawa Aspirin, Metode ekstraksi, Metode kromatografi kolom, Rendemen, LC-MS, ^1H NMR.

ABSTRACT

Isolation of Aspirin Compound of Branded Tablet Using Extraction Method and Column Chromatography

Ade Firmansyah, Asmiyenti Djaliasrin Djalil, Zainur Rahman Hakim

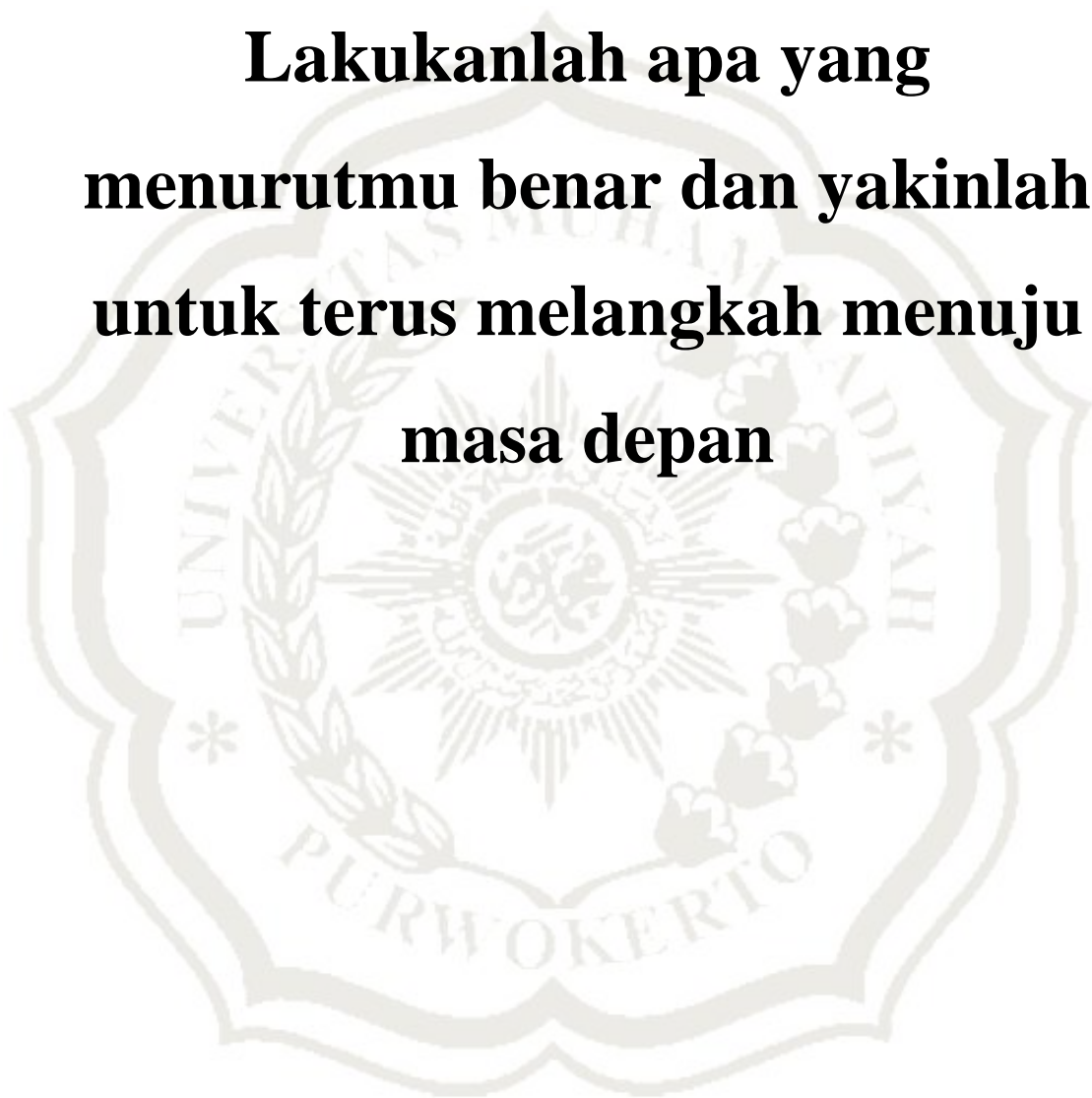
ABSTRACT

Aspirin compound can be isolated from branded tablet using extraction method and column chromatography. This research was aimed at identifying a better method between the extraction and the chromatography to isolate the pure aspirin compound from the branded tablets, and at finding out the purity level of the aspirin compound in them. The analysis was conducted through a qualitative test, Thin Layer Chromatography, spectrophotometries of UV-Vis, LC-MS, and ^1H NMR. The extraction over the aspirin compound produces a yield of 0.65 g, but the column chromatography fails to result in any. The qualitative test over aspirin indicates a positive result as shown from the change of the purple color after added with FeCl_3 . The result of UV-Vis spectrophotometry over the result of extraction gives a maximum wave length of 273 nm, and the column chromatography leaves a wave length of 276 nm. The spectrum result of LC-MS on the isolate of extraction method shows an amplitude at the minute of 6.970, and the MS spectrum has its peak of 179 m/z and 137 m/z, and its purity of 23.866%. Meanwhile the isolate of chromatography method reaches its peak at a minute of 5.968 and of 6.992, its MS spectrum gets its peak at 178 m/z, and 137 m/z and its purity is 83.295%. The ^1H NMR test over the aspirin compound from the extraction indicates a shift of 2.270 ppm, 7.135 ppm, 7.341 ppm, 7.594 ppm, and 8.017 ppm.

Keywords: Aspirin Compound, Extraction Method, column chromatography, yield, LC-MS, ^1H NMR.

MOTTO

**Lakukanlah apa yang
menurutmu benar dan yakinlah
untuk terus melangkah menuju
masa depan**



HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirrohmanirrohim.

Allahamdulillah, terima kasih saya ucapkan kepadaMu ya ALLAH. Setelah sekian lama melewati hari – hari penuh perjuangan, akhirnya skripsi ini dapat terselesaikan.

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

Ayah dan Ibu serta kakak yang senantiasa mendukung serta mendoakan yang terbaik untuk anaknya. Terima kasih untuk segala sesuatu yang engkau berikan kepada anakmu ini.

Terima kasih pada Eka Retnowati dan Bu Woro (Lab KA Farmasi UMP) yang tidak henti-hentinya memberikan semangat, dukungan dan motivasi untuk menjalankan penelitian ini.

Teman seperjuangan Trisula yang telah berusaha keras dalam penelitian ini.

Sahabatku Angga, Imam, Yudha, Risky Azmi, Rusli, dan Samsom (FC belakang ump) yang selama ini memberi semangat dan dukungan.

Teman satu kontrakan Rahmat, Bayu, Ari Prasetyo (Buncit) yang selama ini menyemangati.

Serta tak lupa untuk teman satu angkatan 2013 yang selama ini bersama berjuang dalam kuliah.

KATA PENGANTAR

Puja dan puji syukur penulis panjatkan kehadirat ALLAH SWT atas segala berkah, rahmat, hidayah serta inayahNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian (skripsi) yang berjudul “ISOLASI SENYAWA ASPIRIN DAN PARACETAMOL DARI TABLET BERMERK DENGAN METODE EKSTRAKSI DAN KROMATOGRAFI KOLOM”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi syarat dalam memperoleh gelar S1 di Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto.

Penulis menyadari bahwasanya terselesaikannya skripsi ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu penulis ingin mengucapkan rasa terimakasih kepada:

1. Drs. H. Syamsuhadi Irsyad, S.H., M.H. Rektor Universitas Muhammadiyah Purwokerto.
2. Dr. Agus Siswanto, M.Sc.,Apt selaku Dekan Farmasi yang telah memberi berbagai informasi dan bimbingan tentang tata laksana penyusunan skripsi.
3. Wahyu Utaminingrum, M.Sc.,Apt selaku Ketua Program Studi S1 Farmasi yang telah memberi berbagai informasi dan bimbingan tentang tata laksana penyusunan skripsi.
4. Dr. Asmiyenti Daliasrin Djalil., M.Si. selaku dosen pembimbing I, yang telah banyak memberikan petunjuk, motivasi, dan arahan sehingga penyusunan skripsi dapat terselesaikan.
5. Zainur Rahman Hakim., M.Farm., Apt. selaku dosen pembimbing II, yang telah sabar memberikan bimbingan serta motivasi dalam penyusunan skripsi.
6. Seluruh dosen Fakultas Farmasi UMP yang telah memberikan banyak ilmu yang amat berguna dalam penyusunan skripsi ini.
7. Seluruh laboran laboratorium Farmasi dan Biologi yang telah banyak membantu dan memberikan arahan.
8. Seluruh staf Tata Usaha Fakultas Farmasi UMP yang telah banyak membantu dalam hal administrasi.

9. Kedua orang tuaku tercinta yang telah banyak memberikan dukungan baik moral, spiritual atau material.
10. Teman satu perjuangan dalam penelitian yang telah banyak membantu.
11. Teman – teman angkatan 2013 terimakasih atas kebersamaan dan persahabatan yang sangat erat selama ini.
12. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian skripsi ini.

Pada penyusunan skripsi ini penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penyusunannya, baik dalam segi materi ataupun teknik penyajiannya mengingat kekurangan akan pengetahuan dan pengalaman penulis. Untuk itu penulis memohon maaf atas kesalahan yang diperbuat. Kritik dan saran yang bersifat membangun sangat penulis harapkan demi penyempurnaan skripsi ini. Sebagai kata penutup, penulis berharap semoga penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi penulis pada khususnya dan pembaca pada umumnya.

Purwokerto, 10 Juli 2017



Ade Firmansyah

RIWAYAT HIDUP

Nama : Ade Firmansyah

Tempat, tanggal lahir : Cilacap, 10 Juli 1995

Jenis Kelamin : Laki-Laki

Agama : Islam

Alamat : Jl. Jendral Sudirman No. 36B RT 13 RW 04 Desa
Binangun Kecamatan Binangun Kabupaten Cilacap
Provinsi Jawa Tengah

Riwayat Pendidikan :

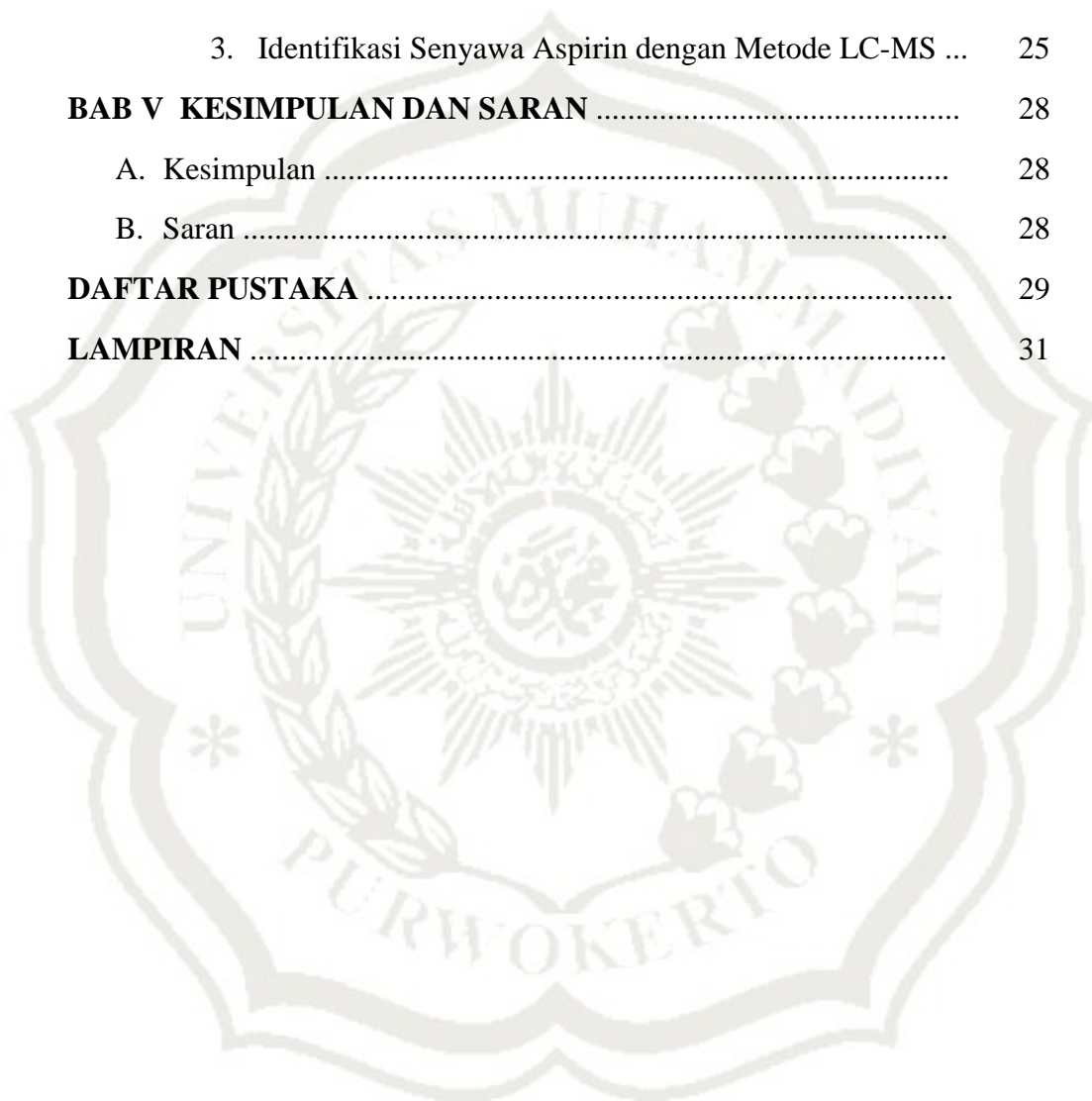
1. SD/Tahun Lulus : SD Negeri 01 Binangun /Tahun 2007
2. SMP/Tahun Lulus : SMP Negeri 01 Binangun /Tahun 2010
3. SMA/Tahun lulus : SMA Negeri 01 Kroya /Tahun 2013
4. Perguruan Tinggi : Universitas Muhammadiyah Puwokerto

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
SURAT PERNYATAAN	v
INTISARI	vi
ABSTRACT	vii
MOTTO	viii
HALAMAN PERSEMBAHAN	ix
KATA PENGANTAR	x
RIWAYAT HIDUP	xii
DAFTAR ISI	xiii
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	2
C. Tujuan Penelitian	2
D. Manfaat Penelitian	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	3
A. Penelitian Terdahulu	3
B. Landasan Teori	3
1. Aspirin	3
2. Pemisahan Senyawa	4
3. Ekstraksi Cair-Cair	5
4. Pemisahan dengan Kromatografi	5
5. <i>Liquid Chromatograph-Mass Spectrometry</i> (LC-MS)	6
6. Spektroskopi Resonansi Magnetik Nuklear (NMR)	9
C. Kerangka Konsep	10
D. Hipotesis	10

BAB III METODE PENELITIAN	11
A. Jenis dan Rancangan Penelitian	11
B. Variabel Penelitian	11
C. Waktu dan Tempat Penelitian	11
D. Bahan dan Alat	11
a. Bahan	11
b. Alat	12
E. Tahap Penelitian	12
a. Pemisahan Senyawa Aspirin dari Tablet Merk dengan Metode Ekstraksi	12
b. Pemisahan Senyawa Aspirin dari Tablet Merk dengan Kromatografi Kolom	12
c. Identifikasi senyawa aspirin yang didapat dari dua metode (ekstraksi dan kromatografi kolom) dengan KLT	13
d. Identifikasi Senyawa Aspirin dengan Metode Analisis Kualitatif	13
e. Analisis Senyawa Aspirin dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis	13
f. Analisis Kemurnian Aspirin dengan Metode LC-MS	13
g. Analisis Senyawa Aspirin dengan Metode ¹ H NMR	13
F. Analisis Hasil	14
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	15
A. Pemisahan Senyawa Aspirin dari Tablet Merk dengan Ekstraksi Cair Cair	15
1. Identifikasi Senyawa Aspirin dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis	16
2. Identifikasi Kristal Aspirin dengan Uji Kualitatif	17
3. Identifikasi Senyawa Aspirin dengan Metode LC-MS ...	18

4. Identifikasi Senyawa Aspirin dengan Metode H NMR ...	19
B. Pemisahan Senyawa Aspirin dari Tablet Merk dengan Kromatografi Kolom	22
1. Identifikasi Senyawa Aspirin dengan Metode KLT	23
2. Identifikasi Senyawa Aspirin dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis	24
3. Identifikasi Senyawa Aspirin dengan Metode LC-MS ...	25
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	28
A. Kesimpulan	28
B. Saran	28
DAFTAR PUSTAKA	29
LAMPIRAN	31



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Struktur Aspirin	3
Gambar 2.2. Sumber Ionisasi Elektrospray	8
Gambar 2.3. Sumber Ion APCI	8
Gambar 2.4. Sumber Ion APPI	9
Gambar 4.1. Hasil Spektrum UV-Vis Kristal Aspirin dengan Metode LLE	16
Gambar 4.2. Spektrum UV-Vis Senyawa Aspirin	17
Gambar 4.3. Hasil Analisis Kualitatif Kristal Aspirin	17
Gambar 4.4. Kromatogram Kristal Aspirin Merk Hasil Isolasi dengan LLE	18
Gambar 4.5. Spektrum MS Kristal Aspirin Merk LLE	19
Gambar 4.6. Spektrum $^1\text{H NMR}$ Aspirin	20
Gambar 4.7. Hasil Analisis $^1\text{H NMR}$ Sampel Kristal Aspirin	21
Gambar 4.8. Hasil Analisis $^1\text{H NMR}$ Kristal Aspirin Frekuensi 1,8 ppm – 2,4 ppm	21
Gambar 4.9. Hasil Analisis $^1\text{H NMR}$ Kristal Aspirin Frekuensi 6,8 ppm – 8,3 ppm	22
Gambar 4.10. Hasil KLT Metode Kromatografi Kolom	23
Gambar 4.11. Hasil Spektrum UV-Vis Hasil Isolasi Kromatografi Kolom	24
Gambar 4.12. Spektrum UV-Vis Senyawa Aspirin	25
Gambar 4.13. Kromatogram Kristal Aspirin Merk KKV Metode LC-MS	25
Gambar 4.14. Spektrum MS Kristal Aspirin Merk Hasil Isolasi dengan Metode KKV	26
Gambar 4.15. Spektrum MS Kristal Aspirin Merk Hasil Isolasi dengan Metode KKV	26

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Hasil Spektrum Panjang Gelombang Aspirin LLE	32
Lampiran 2. Hasil Spektrum Panjang Gelombang Aspirin KKV	33
Lampiran 3. Hasil Uji Kualitatif Senyawa Aspirin dengan FeCl_3	34
Lampiran 4. Hasil Identifikasi Senyawa Aspirin KKV dengan LC-MS	35
Lampiran 5. Hasil Identifikasi Senyawa Aspirin LLE dengan LC-MS	38
Lampiran 6. Hasil Identifikasi Kristal Aspirin dengan ^1H NMR	41

