

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

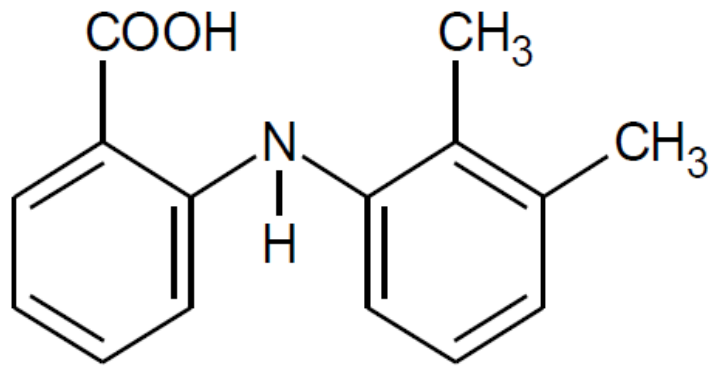
A. Hasil Penelitian Terdahulu

Asam mefenamat telah berhasil dianalisis dengan beberapa metode di antaranya titrimetri, polarografik, kromatografi, spektrofotometri, dan fluorometri. Albero *et al.*, (1995) berhasil menganalisis campuran asam flufenamat dan asam mefenamat dengan cara spektrofluorometri injeksi. Sedangkan dalam penelitian Musiam, (2017) yang menganalisis asam mefenamat menggunakan spektrofotometri UV diperoleh nilai linearitas sebesar $r = 0,9980$; akurasi 99,86%; presisi 1,73%; dengan batas deteksi (LOD) 1,4828) ppm dan bata kuantitasi (LOQ) 4,9425 ppm. Pada penelitian yang lain penentuan asam mefenamat dalam sediaan tablet dikembangkan dengan metode spektrofotometri uv-vis. Metode ini didasarkan pada oksidasi asam mefenamat dengan besi (III) dan kemudian di kompleksasi besi (II) dengan o-phenanthroline dan menghasilkan senyawa kompleks berwarna merah dengan panjang gelombang 510 nm. Grafik kalibrasi linier pada konsentrasi 0,4-2,0 ppm (Alballaa *et al.*, 2016).

Pada penelitian (Tabrizi, 2007) kadar asam mefenamat dianalisis menggunakan metode spektrofluorometri yang sederhana, sensitif, dan cepat. Pada penelitian ini asam mefenamat dioksidasi dengan serium (IV) untuk menghasilkan serium (III) dengan panjang emisi 354 nm dan panjang gelombang eksitasinya 255 nm. Pada penelitian ini grafik kalibrasi berada pada 0,03-1,5 ppm, batas deteksi yang digunakan adalah 0,009 ppm.

B. Asam Mefenamat

Asam mefenamat adalah turunan dari asam antranilat, dengan nama kimia asam N-2,3-xililantranilat. Asam mefenamat memiliki sifat anti-inflamasi dengan efek analgesik dan antipiretik (Espinosa *et al.*, 2005). Asam mefenamat digunakan untuk pengobatan rheumatoid arthritis, osteoarthritis, dan penyakit kerangka otot lainnya (Espinosa *et al.*, 2005).



Gambar 2.1 struktur kimia asam mefenamat (Alballaa *et al.*, 2016)

Dosis asam mefenamat adalah 2-3 kali 250-500 mg sehari. Asam mefenamat mencapai kadar puncak dalam plasma dalam 2-4 jam setelah penggunaan dosis tunggal. Rata-rata 50% dari dosis asam mefenamat diekskresikan di urin, umumnya sebagai metabolit terkonjugasi 3-hidroksimetil dan metabolit 3-karboksil. Sejumlah 20% asam mefenamat ditemukan di feses, umumnya sebagai metabolit tak terkonjugasi 3-karboksil (Wilmana dan Sulistia, 2007) Efek samping terhadap saluran cerna sering timbul misalnya dyspepsia, diare, sampai diare berdarah dan gejala iritasi lain terhadap mukosa lambung. Pada orang lanjut usia efek samping diare hebat lebih sering dilaporkan. Efek samping lain yang berdasarkan hipersensitivitas ialah eritema kulit dan bronkokonstriksi dan anemia hemolitik juga pernah dilaporkan (Wilmana dan Sulistia, 2007)

C. Spektrofluoresensi

Spektrofotometri fluoresensi merupakan suatu prosedur yang menggunakan pengukuran intensitas cahaya fluoresensi yang dipancarkan oleh zat uji dibandingkan dengan yang dipancarkan oleh suatu baku tertentu. Pada umumnya cahaya yang diemisikan oleh larutan berfluoresensi mempunyai intensitas maksimum pada panjang gelombang yang biasanya 20 nm hingga 30 nm lebih panjang dari panjang gelombang radiasi eksitasi (gelombang pita penyerapan sinar yang membangkitkannya) (Mulja dan Suharman, 1995).

Pengukuran intensitas fluoresensi dapat dilakukan dengan suatu fluorometer filter sederhana. Instrument yang dipergunakan bermacam-macam mulai dari yang paling sederhana (filter fluorometer) sampai ke yang sangat kompleks yaitu spektrofotometer. Komponen-komponen utama dari masing-masing instrument ini yaitu :

1. Sumber energi eksitasi

Banyak terdapat sumber radiasi. Lampu merkuri relatif stabil dan memancarkan energi terutama pada panjang gelombang diskret. Lampu tungsten memberikan energi kontinyu di daerah tampak. Pada spektrofluorimeter biasanya digunakan lampu Xenon (150 W) yang memancarkan spectrum kontinyu dengan panjang gelombang 200-800 nm. Pada filter fluorometer (fluorimeter) digunakan lampu uap raksa sebagai sumber cahaya dan energi eksitasi diseleksi dengan filter. Pada spektrofluorimeter biasanya digunakan lampu Xenon (150 W) yang memancarkan spectrum kontinyu dengan panjang gelombang 200-800 nm. Energi eksitasi diseleksi dengan monokromator eksitasi (Mulja dan Suharman, 1995).

2. Kuvet untuk sampel

Sel spesimen yang digunakan dalam pengukuran fluoresensi dapat berupa tabung bulat atau sel empat persegi panjang (kuvet), sama seperti yang digunakan pada spektrofotometri resapan, terkecuali keempat sisi vertikalnya dipoles. Ukuran spesimen uji yang sesuai adalah 2 ml sampai 3 ml, tetapi beberapa instrumen dapat disesuaikan dengan sel-sel kecil yang memuat 100 μ l hingga 300 μ l atau dengan pipa kapiler yang hanya memerlukan jumlah spesimen yang kecil. Spektrofotometer harus dioperasikan sesuai dengan petunjuk pabrik pembuat. Bila panjang gelombang untuk eksitasi di atas 320 nm dapat digunakan kuvet dari gelas, akan tetapi untuk eksitasi pada panjang gelombang yang lebih pendek digunakan kuvet dari silika. Kuvet tidak boleh berfluoresensi dan tidak boleh tergores karena dapat menghamburkan (Mulja dan Suharman, 1995).

3. Detektor

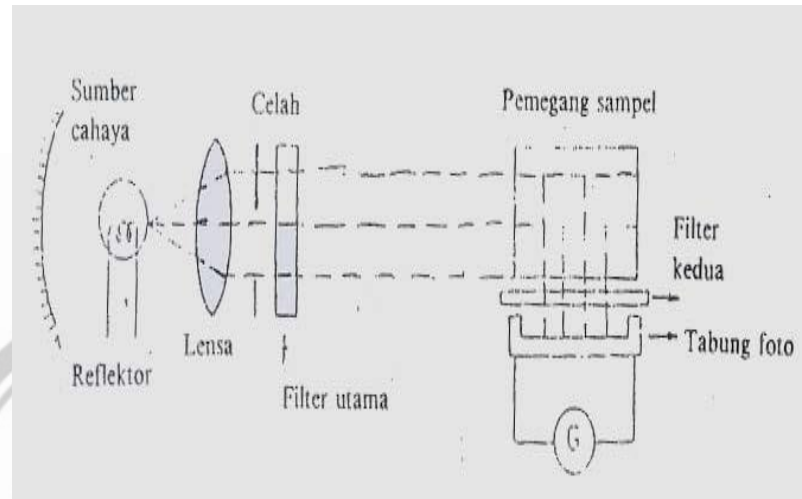
Pada umumnya fluorometer menggunakan tabung-tabung fotomultiplier sebagai detektor, banyak tipe dari jenis tersebut yang tersedia dan masing-masing mempunyai ciri khusus yang berkenaan dengan daerah spektral dengan kepekaan maksimum, menguntungkan dan derau secara elektrik. Arus foto diperbesar dan dibaca pada sebuah meter atau perekam. Seperti pada spektrofotometri, detektor yang biasa digunakan adalah fotomultiplier tube. Pada umumnya, detektor ditempatkan di atas sebuah poros yang membuat sudut 90° dengan berkas eksitasi. Geometri sudut siku ini memungkinkan radiasi eksitasi menembus spesimen uji tanpa mengkontaminasi sinyal luaran yang diterima oleh detektor fluoresensi. Akan tetapi tidak dapat dihindarkan detektor menerima sejumlah radiasi eksitasi sebagai akibat sifat menghamburkan yang ada pada larutan itu sendiri atau jika adanya debu atau padatan lainnya. Untuk menghindari hamburan ini maka digunakan instrument yang bernama filter (Mulja dan Suharman, 1995).

4. Filter

Pada spektrofluorometri terdapat dua filter yaitu untuk menyeleksi panjang gelombang dari eksitasi dan menyeleksi panjang gelombang dari emisi. Fluorometer filter pertama hanya meneruskan cahaya ultraviolet dari sumber cahaya yaitu radiasi dengan panjang gelombang yang cocok untuk eksitasi spesimen uji. Filter kedua meloloskan hanya panjang gelombang yang sesuai dengan fluoresensi maksimum dari zat yang diperiksa dan menahan setiap cahaya eksitasi yang terhambur. Jenis filter kedua ini biasanya yang menahan panjang gelombang pendek (Mulja dan Suharman, 1995). Spektrofluorimeter menggunakan sepasang monokromator (grating) untuk menyeleksi radiasi eksitasi dan emisi yang lebih akurat (memberikan kepekaan yang tinggi) sehingga permasalahan tersebut diatas dapat diatasi (Mulja dan Suharman, 1995).

Monokromator pertama mendispersikan cahaya dari sumber cahaya sehingga menghasilkan radiasi eksitasi yang monokromatis.

Sampel yang tereksitasi kemudian berfluoresensi sehingga merupakan sumber cahaya bagi monokromator kedua. Dengan alat ini dapat dibuat spektrum eksitasi maupun emisi (Mulja dan Suharman, 1995).



Gambar 2.2 Diagram Optik Fluorometri

D. Validasi Metode

Validasi metoda analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. (Harmita, 2004)

1. Kecermatan (*accuracy*)

Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan.

2. Keseksamaan (*precision*)

Keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen.

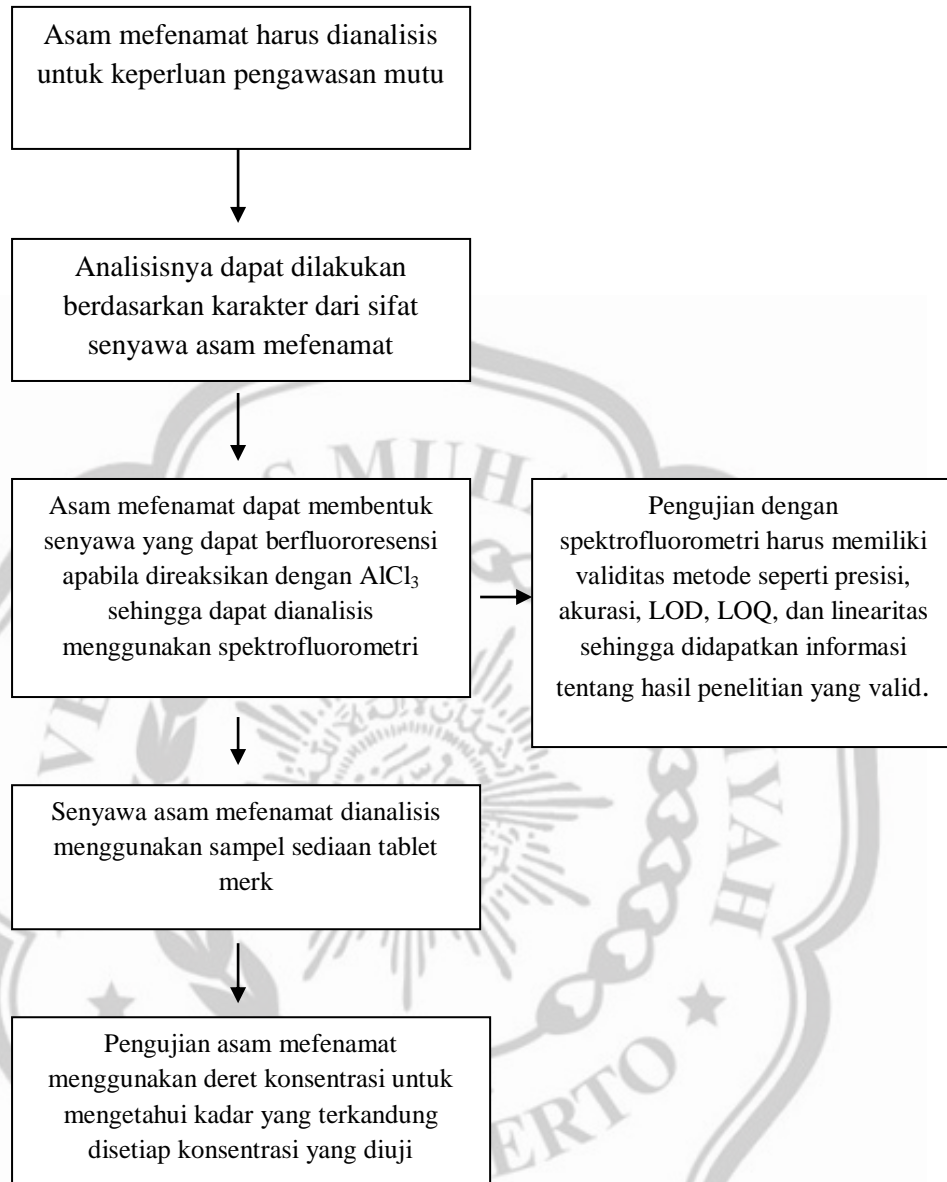
3. Linearitas dan Rentang

Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima.

4. Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

E. Kerangka Konsep



Gambar 2.3 Kerangka konsep penelitian

F. Hipotesis

Pada penelitian Tabrizi (2007) analisis asam mefenamat dapat dilakukan dengan metode spektrofotometri dan pada penelitian Albero *et al.*, (1995) asam mefenamat dapat membentuk senyawa kompleks ketika diderivatisasi dengan $AlCl_3$. Sehingga dapat ditarik hipotesis bahwa hasil validasi dari metode spektrofotometri memiliki validitas yang baik dan nilai kadar asam mefenamat dapat terukur menggunakan metode spektrofotometri.

