

**VALIDITAS PENETAPAN KADAR KALSIMUM DALAM SEDIAAN TABLET
MULTIVITAMIN SECARA SPEKTROFOTOMETRI ULTRAVIOLET-VISIBEL**

Wiranti Sri Rahayu, Pri iswati Utami, Anis Kurniawati

Fakultas Farmasi, Universitas muhamadiyah purwokerto
Jl. Raya Dukuh Waluh PO BOX 202 Purwokerto 53182

Abstrak

Penetapan kadar Ca secara spektrofotometri ultraviolet-visibel didasarkan pada pembentukan kompleks Ca dengan mureksid $[Ca^{2+}(Mu^-)_2]$. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh adalah 515 nm, waktu reaksi optimumnya pada menit ke-1 sampai ke-3. Hasil regresi linear kurva baku $y = 0,387 x + 0,2836$ dengan nilai $r = 0,9833$. Nilai LOD yang diperoleh 0,144 ppm, nilai *recovery* 116,567 % dan koefisien variasi 1,604 %.

Kata kunci : Ca, Spektrofotometri UV-Vis.

Abstract

Determination Ca with Spectrophotometry UV-Vis was based on its complex formation Ca with murexid $[Ca^{2+}(Mu^-)_2]$ absorbantion was monitored at 515 nm, optimum reaction time is in range 1th – 3th minute. Linear regression standar is $y = 0.387 x + 0.2836$ with regression coofisient is 0.9833. Limit detection is 0.144 ppm and *recovery* is 116.567 %. Coefisient variation in this experiment is 1.604 %.

Key words : Ca ; Spectrophotometry UV-Vis.

Pendahuluan

Dalam produk-produk multivitamin yang banyak ditawarkan terkandung mineral dalam jumlah sedikit dalam matriks yang kompleks, sehingga mengakibatkan kesulitan bila dilakukan analisis jumlah mineral yang sebenarnya. Kalsium merupakan salah satu mineral yang banyak terkandung dalam produk multivitamin. Untuk menganalisis jumlah kalsium dalam

multivitamin diperlukan metode yang spesifik dan selektif. Spektrofotometri serapan atom (AAS) yang merupakan metode yang spesifik untuk senyawa-senyawa logam, karena untuk satu logam digunakan logam tertentu sebagai sumber cahaya. Tetapi sebelumnya harus dilakukan preparasi sampel apalagi bentuk sediaan adalah tablet salut gula.

Penetapan kadar kalsium secara spektrofotometri ultraviolet-visibel didasarkan pada pembentukan kompleks kalsium mureksid dalam suasana basa

Metode Penelitian

Bahan

Sampel multivitamin, baku kalsium dari $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a (Merck), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) p.a (Merck), mureksid p.a (Merck), NaOH 0,1 N, HCl pekat p.a (Merck), dan Aquabidestilata (Otsuka).

Alat

Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1601[®], neraca analitik Shimadzu 220[®], penangas air, seperangkat alat-alat gelas, kertas saring.

Cara Kerja

Pembuatan larutan Mureksid

Timbang 50,0 mg Mureksid larutkan dalam 10 mL Aquabidestilata, sehingga diperoleh larutan mureksid dengan konsentrasi 0,5 %. Tambahkan 25,0 mL etanol kedalam larutan mureksid tersebut. Reagen ini hanya stabil selama satu hari.

Pembuatan larutan baku kalsium dari $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Lima puluh mg $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ diencerkan dengan akuabidestilata sampai 50 mL, maka konsentrasinya adalah 1,0 mg/mL atau 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (1000ppm). Dari konsentrasi 1000 ppm kemudian diambil 1,0 mL dan diencerkan dalam labu takar dengan akuabidestilata sampai batas volume 100 mL sehingga diperoleh konsentrasi baku kalsium 10 ppm. Dari konsentrasi 10 ppm dibuat seri konsentrasi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 ppm.

Penetapan Panjang Gelombang

Maksimum

Dari larutan baku kalsium 10 ppm, diambil 1,0 mL masukkan dalam labu takar 50 mL. Pada labu takar tersebut ditambahkan 1,0 mL larutan mureksid dan akuabidestilata secukupnya. Setelah itu ditambahkan 2,0 mL NaOH 0,1 N kemudian volumenya dicukupkan hingga 50 mL dengan akuabidestilata. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan kedalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada antara 400 – 700 nm.

Penetapan *operating time*

Dari larutan baku kalsium 10 ppm, diambil 5,0 mL masukkan dalam labu takar 50 mL. Pada labu takar tersebut ditambahkan 1,0 mL larutan mureksid dan akuabidestilata secukupnya. Setelah itu ditambahkan 2,0 mL NaOH 0,1 N kemudian volumenya dicukupkan hingga 50 mL dengan akuabidestilata. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada maksimum sampai diperoleh absorbansi yang konstan.

Penetapan Kurva Baku

Dari larutan baku kalsium 10 ppm, dipipet 1,0: 2,0: 3,0: 4,0: 5,0 mL kemudian dimasukkan dalam labu takar 50 mL. Pada labu takar tersebut ditambahkan 1,0 mL larutan mureksid. Kemudian pada masing – masing labu takar ditambahkan akuabidestilata secukupnya. Setelah itu ditambahkan 2,0 mL NaOH 0,1 N, kemudian volumenya dicukupkan hingga 50 mL dengan akuabidestilata, sehingga diperoleh seri larutan baku kalsium dengan konsentrasi 0,2: 0,4: 0,6: 0,8; 1,0 ppm. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan ke

dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada λ maksimum dan *operating time*.

Penetapan Kadar Tablet Multivitamin

Tablet multivitamin ditimbang satu persatu sebanyak 10 tablet lalu dihitung bobot rata-ratanya. Menurut FI III (1959:7) . Kemudian semua tablet diserbuk dan dihaluskan sampai homogen. Setelah halus dan homogen, serbuk tersebut ditimbang seksama 250 mg, kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer dan ditambah 25,0 mL asam klorida pekat. Setelah itu dipanaskan selama 15 menit, kemudian disaring kedalam labu takar 50 mL. Volume dicukupkan sampai 50 mL menggunakan akuabidestilata. Larutan diambil 1,0 mL lalu dinetralkan dengan NaOH. Volume larutan dicukupkan sampai 10 mL. Dari larutan yang telah netral diambil 1,0 mL, dimasukkan ke dalam labu takar 25 mL, ditambah 1,0 mL larutan mureksid, dan akuabidestilata secukupnya serta 2,0 mL NaOH 0,1 N. Volume larutan dicukupkan sampai 25 mL dengan akuabidestilata. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada λ maksimum dan *operating time*.

Penentuan Presisi Alat

Dari larutan baku kalsium 10 ppm, diambil 4,0 mL masukkan ke dalam labu takar 50 mL. Pada labu takar tersebut ditambahkan 1,0 mL larutan mureksid dan akuabidestilata secukupnya. Setelah itu ditambahkan 2,0 mL NaOH 0,1 N kemudian volumenya dicukupkan sampai 50 mL dengan akuabidestilata. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada λ maksimum dan *operating time*. Uji presisi ini dilakukan sebanyak 6 kali ulangan.

Penentuan Recovery

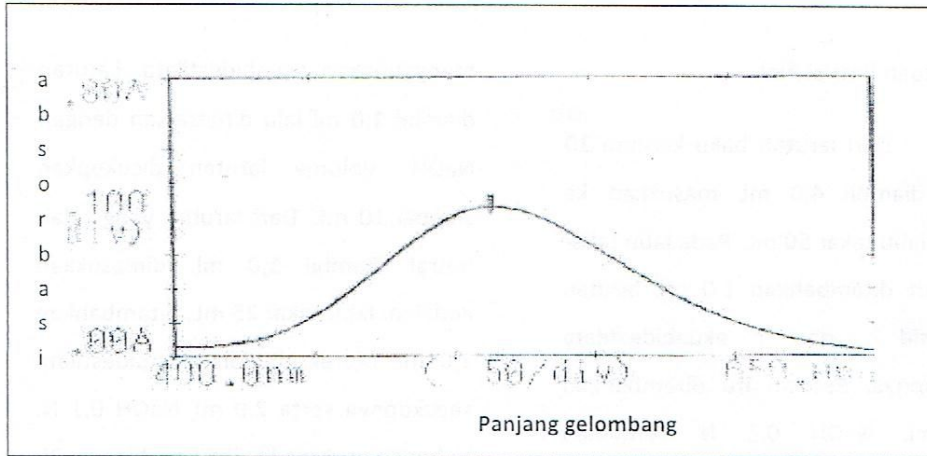
Sampel serbuk tablet multivitamin ditimbang seksama 250,0 mg, kemudian dimasukkan kedalam Erlenmeyer dan ditambah 2,0 mL larutan baku Kalsium 1000 ppm. Setelah itu ditambahkan 25,0 mL asam klorida pekat, kemudian dipanaskan 15 menit. Larutan disaring ke dalam labu takar 50 mL. Volume dicukupkan sampai 50 mL

menggunakan akuabidestilata. Larutan diambil 1,0 ml lalu dinetralkan dengan NaOH. Volume larutan dicukupkan sampai 10 mL. Dari larutan yang telah netral diambil 1,0 ml, dimasukkan kedalam labu takar 25 mL, ditambahkan 1,0 mL mureksid, dan akuabidestilata secukupnya serta 2,0 mL NaOH 0,1 N. Volume larutan dicukupkan hingga 25 mL dengan akuabidestilata. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada λ maksimum dan *operating time*.

Hasil dan Pembahasan

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Dalam penelitian ini panjang gelombang maksimum diukur pada rentang 400-700 nm. Hasil menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum hasil reaksi kompleks kalsium mureksid yaitu 515 nm. Hasil spektrum dapat dilihat pada Gambar 1.



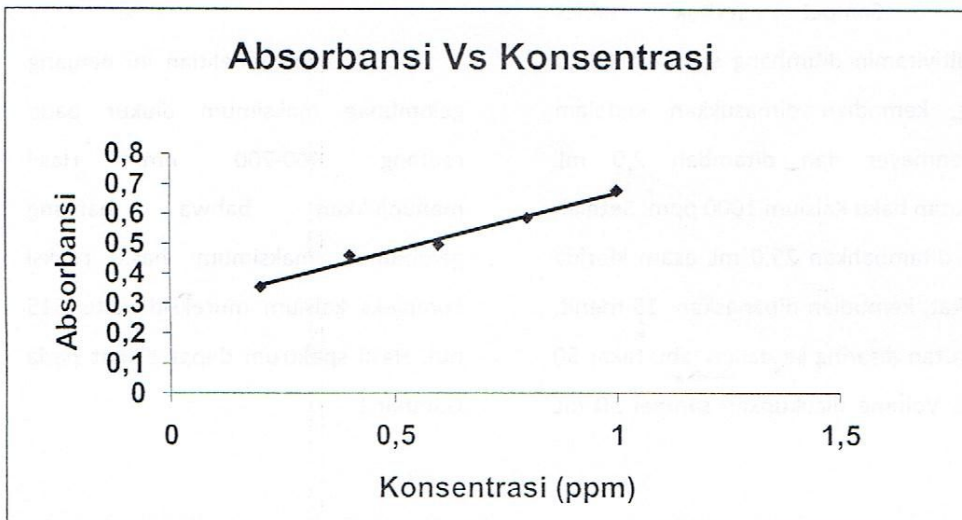
Gambar 1. Hasil scanning panjang gelombang larutan baku kalsium 0,2 ppm

Penentuan Operating time

Hasil penelitian menunjukkan waktu reaksi optimum pada menit ke-1 sampai ke-3.

Penentuan Kurva Baku

Hasil yang diperoleh adalah $y = 0,387 X + 0,2836$ koefisien korelasi yang diperoleh adalah $r = 0,9833$. Nilai r tabel adalah 0,878 dengan $df = 3$ dan taraf kepercayaan 95% (De Muth, 1999).



Gambar 2. Hubungan antara konsentrasi kalsium dan absorbansi

Penentuan Kadar Kalsium dalam Sampel Multivitamin

Hasil perhitungan kadar menunjukkan kadar rata-rata kalsium dalam sampel tablet multivitamin

adalah 5,572 mg/tablet. Hal ini menunjukkan hasil kadar kalsium yang diperoleh kadarnya lebih besar dari yang tertera dalam etiket yaitu 1,5 mg/tablet. Hasil terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data hasil penetapan kadar kalsium dalam tablet multivitamin

Ulangan	Bobot Sampel (mg)	Pengenceran	Absorbansi	Kadar Ca (mg/tablet)
1	250,2	250 kali	0,665	6,058
2	250,1	250 kali	0,594	4,929
3	250,5	250 kali	0,619	5,320
4	250,9	250 kali	0,666	6,053
5	250,1	250 kali	0,630	5,501
			Rata-rata	5,572

Penentuan presisi

Dari hasil perhitungan didapatkan harga standar deviation (SD) yaitu 0,009 dan harga relative standar deviation (RSD)

yaitu 1,604 %. Menurut Harminta (2004) harga SD < 2 dan harga RSD < 2 % dapat dikatakan mempunyai harga ketelitian yang baik. Hasil terlihat pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil Uji Presisi

Ulangan ke-	Absorbansi
1	0,562
2	0,545
3	0,559
4	0,563
5	0,561
6	0,576
SD	0,009
RSD	1,604%

Limit of deteksi

LOD adalah konsentrasi terkecil yang menghasilkan signal berbeda. Perhitungan LOD menghasilkan nilai LOD adalah 0,144 ppm.

Recovery

Uji *recovery* yang dilakukan adalah dengan metode adisi yaitu dengan menambahkan standar ke

Tabel 3. Hasil uji *recovery*

Ulangan ke-	Berat sampel	Pengenceran	Serapan	<i>Recovery</i> %
1a	250,2	250 kali	0,679	116,25
1b	250,1+ 2 ml baku Ca 1000 ppm	250 kali	0,547	
2a	250,1	250 kali	0,67	117,85
2b	250,2+ 2 ml baku Ca 1000 ppm	250 kali	0,624	
3a	250,2	250 kali	0,678	115,6
3b	250,1+ 2 ml baku Ca 1000 ppm	250 kali	0,548	
			Rata-rata	116,567

dalam sampel dengan cara menimbang duplo sampel dengan berat sama, kemudian salah satu ditambah baku Ca. Hasil dapat dilihat pada tabel 3.

Hasil *recovery* menunjukkan nilai *recovery* rata-rata yaitu 116,567 % yang menunjukkan bahwa nilainya masuk dalam persyaratan rentang uji *recovery* yaitu 80-120 % (Mulya & Suharman, 1995).

Kesimpulan

Metode spektrofotometri ultraviolet-visibel dapat digunakan untuk penetapan kadar Ca dalam tablet multivitamin dengan kadar rata-rata yang diperoleh adalah 5,572 mg/tablet. Persamaan regresi linear adalah $y =$

$0,387 X + 0,2836$ dengan nilai $r = 0,9833$, LOD = 0,144 ppm, presisi mempunyai nilai RSD 1,604%, sedangkan *recovery* 116,567 %.

Daftar Pustaka

- Attay, N.Z & Varnali, T. 2002. *A Semi Empirical Study on Metal Ion/Mureksid Complexation*. Turk. J. Chem. 26: 303-309.
- De Muth, J.E. 1999. *Basic Statistic and Pharmaceutical Statistical Application*. University of Wisconsin Medison, Marcel Dekker Inc., New York.
- Depkes RI. 1979. *Farmakope Indonesia*. Edisi III. Jakarta: Departemen Kesehatan RI.
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian. Departemen Farmasi FMIPA-UI.
- Mulja, M., Suharman., 1995. *Analisis Instrumental Teknik Spektroskopi*. Surabaya: Airlangga University Press.