

VALIDASI PENETAPAN KADAR BESI DALAM SEDIAAN TABLET MULTIVITAMIN DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

Wiranti Sri Rahayu, Asmiyenti Djaliasrin Djalil, Fauziah

Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto,

Jl. Raya Dukuhwaluh PO Box 202, Purwokerto 53182

ABSTRAK

Penetapan kadar Fe^{2+} secara spektrofotometri visibel didasarkan pada reaksi pembentukan kompleks dengan 1.10 fenantrolin membentuk kompleks berwarna merah. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh adalah 511 nm, waktu reaksi optimumnya pada menit ke-15. Hasil regresi linear kurva baku adalah $y = 0.1526x + 0.0301$ dengan nilai $r = 0.9963$ dan α sebesar 8.68° . Nilai LOD yang diperoleh 0.4069 ppm nilai *recovery* 100% dan CV yang dihasilkan 1.70%.

Kata kunci: Fe. Spektrofotometri UV-Vis

ABSTRACT

Determination of Fe^{2+} with spectrophotometry UV-Vis based on its complex with 1.10 phenanthroline and the absorbance was monitored at 511 nm. Optimum reaction time is in 15th minute. A calibration curve for Fe-nitrat over the range 1.5-3.5 ppm under optimized condition is reported. Linear regression standar is $y = 0.1526x + 0.0301$ with regression coofisient is 0.9963. Detection limit is 0.4069 ppm. and recovery is 100%. Coofisient variation in this experiment is 1.70%.

Key words: Fe. Spectrophotometry UV-Vis

PENDAHULUAN

Kadar mineral yang relatif kecil serta terdapat dalam matriks yang kompleks yaitu dalam tablet multivitamin menjadikan penentuan kadar mineral menjadi sulit karena adanya gangguan senyawa lain, sehingga proses jaminan kualitas dalam hal ini adalah penetapan

kadar dan keseragaman kadar sulit dilaksanakan.

Penetapan mineral dengan kadar relatif kecil dan terdapat dalam matriks yang kompleks memerlukan metode yang spesifik dan sensitif. Metode penetapan kadar mineral yang spesifik dan sensitif salah satunya adalah menggunakan

spektrofotometri serapan atom, karena untuk satu logam digunakan lampu logam tertentu sebagai sumber cahaya. Tetapi sebelumnya harus dilakukan preparasi sampel apalagi bentuk sediaan adalah tablet salut gula.

Penetapan kadar besi dapat dilakukan secara spektrofotometri UV-Vis. Sebelum diukur absorbansinya, besi yang terdapat dalam sampel direaksikan dengan 1,10 fenantrolin membentuk kompleks yang berwarna merah. Setelah itu baru diukur absorbansinya untuk menentukan konsentrasi besi dalam sampel pada λ 511 nm (Day & Underwood, 1996).

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan

Asam klorida pekat, hidroksilamin hidroklorida, amonium asetat, asam asetat glasial, 1,10-fenantrolin monohidrat, larutan standar $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, semua pereaksi berderajat p.a. dan berasal dari Merck, tablet multivitamin yang mengandung Fe. Akuades yang berasal dari laboratorium Kimia Analisis, akuabides USP yang dibeli di apotek.

Alat

Spektrofotometer UV-Visible Shimadzu A 1601, neraca analitik Shimadzu AY 220, penangas air, kertas saring Whatman, kompor listrik, dan alat-alat gelas yang biasa digunakan pada laboratorium analisis.

Prosedur Penelitian

Pembuatan pereaksi.

Pereaksi yang disiapkan adalah dapar amonium asetat pH 3,3, asam klorida, hidroksilamin HCl, 1,10-fenantrolin.

Larutan uji

Ditimbang 10 tablet dan dicari bobot rata-ratanya, menurut FI III. Sampel tablet digerus halus hingga homogen, ditimbang kurang lebih 500,0 mg kemudian ditambah asam klorida sebanyak 25 mL, larutan tersebut dipanaskan selama 15 menit. Setelah 15 menit kemudian disaring.

Larutan standar besi

Larutan standar $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dalam bentuk larutan dengan konsentrasi 1000 ppm. Kemudian diencerkan dengan mengambil 10 mL diencerkan hingga 100 mL dengan akuades. Dari larutan tersebut diambil sebanyak 1,5;2,0;2,5;3,0 dan 3,5 mL dimasukkan dalam labu takar 100 mL diencerkan

sampai batas sehingga diperoleh konsentrasi 1,5;2,0;2,5;3,0 dan 3,5 ppm.

Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan stok standar dengan kadar 3 ppm sebanyak 50,0 mL, ditambah 2,0 mL HCl pekat dan 1 mL hidroksilamin HCl. Dipanaskan 5 menit, kemudian ditambah 10 mL dapar amonium asetat dan 2 mL 1,10 fenantrolin., warna yang terbentuk dilakukan *scanning* pada spektrofotometer pada panjang gelombang 400-700 nm, sehingga diperoleh panjang gelombang yang memberikan serapan yang paling besar.

Penentuan waktu reaksi optimum

Larutan stok standar dengan kadar 3 ppm sebanyak 50,0 mL, ditambah 2,0 mL HCl pekat dan 1 mL hidroksilamin HCl. Dipanaskan 5 menit, kemudian ditambah 10 mL dapar amonium asetat dan 2 mL 1,10 fenantrolin. Absorbansinya diukur pada panjang gelombang 511 nm pada menit ke 10,12,13,14 dan 15.

Penentuan koefisien korelasi kurva baku

Larutan stok standar dengan kadar 1,5,2,2,5,3 dan 3,5 ppm sebanyak 50 mL ditambah 2,0 mL HCl pekat dan 1 mL hidroksilamin HCl. Dipanaskan 5 menit, kemudian ditambah 10 mL dapar

amonium asetat dan 2 mL 1,10 fenantrolin. Larutan tersebut didiamkan 15 menit kemudian diukur absorbansinya pada λ maksimum.

Penetapan kadar

Larutan uji sebanyak 50,0 mL ditambah 2,0 mL HCl pekat dan 1 mL hidroksilamin HCl. Dipanaskan 5 menit, kemudian ditambah 10 mL dapar amonium asetat dan 2 mL 1,10 fenantrolin. Larutan tersebut didiamkan 15 menit kemudian diukur absorbansinya pada λ maksimum. Replikasi dilakukan sebanyak enam kali dengan pembacaan absorbansi dilakukan duplo.

Penentuan recovery

Ditimbang sampel dengan bobot 500,0 mg secara duplo, kemudian salah satu ditambah standar $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ yaitu 10 ppm sebanyak 1,0 mL keduanya ditambah asam klorida sebanyak 25,0 mL dan dipanaskan selama 15 menit, disaring. Larutan uji sebanyak 50,0 mL ditambah 2,0 mL HCl pekat dan 1 mL hidroksilamin HCl. Dipanaskan 5 menit, kemudian ditambah 10 mL dapar amonium asetat dan 2 mL 1,10 fenantrolin. Larutan tersebut didiamkan 15 menit kemudian diukur absorbansinya pada λ maksimum.

Penentuan presisi

Larutan uji sebanyak 50,0 mL ditambah 2,0 mL HCl pekat dan 1 mL hidroksilamin HCl. Dipanaskan 5 menit, kemudian ditambah 10 mL dapar amonium asetat dan 2 mL 1,10 fenantrolin. Larutan tersebut didiamkan 15 menit kemudian diukur absorbansinya pada λ maksimum. Replikasi dilakukan sebanyak enam kali dengan pembacaan absorbansi dilakukan duplo. Replikasi dilakukan sebanyak enam kali dan dihitung koefisien variasinya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Mencari panjang gelombang maksimum

Dalam penelitian ini, panjang gelombang maksimum diukur pada

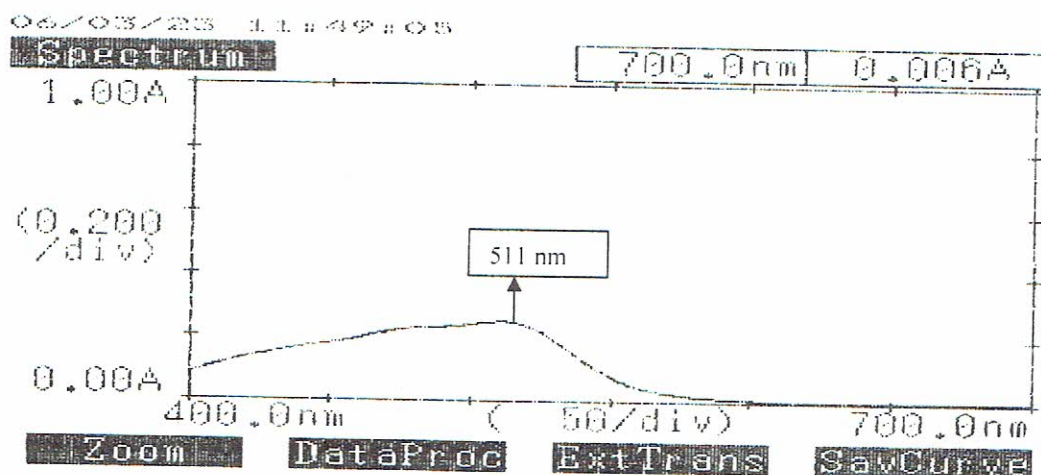
rentang 400-700 nm. Hasil menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum hasil reaksi Fe (II) dengan 1,10 fenantrolin adalah berada pada λ 511 nm, hasil *scanning* spektrum dapat dilihat pada Gambar 1.

Penetapan waktu optimum larutan pereaksi dengan Fe (III)

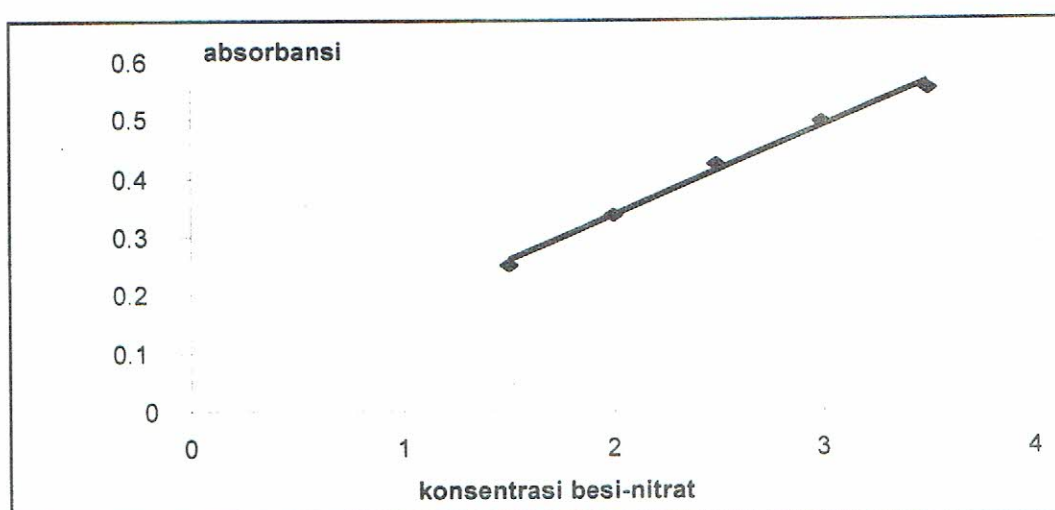
Hasil penelitian menunjukkan waktu reaksi optimum pada metode ini adalah 15 menit.

Pembuatan kurva baku

Hasil yang diperoleh adalah $y = 0,1526x + 0,0301$ koefisien korelasi yang diperoleh adalah $r = 0,9963$ dan $\alpha = 8,68^\circ$. Nilai r tabel adalah 0,878 dengan $df = 3$ dan taraf kepercayaan 95% (De Muth, 1999).



Gambar 1. Hasil *scanning* panjang gelombang Fe (III) konsentrasi 3 ppm



Gambar 2. Hubungan antara konsentrasi besi dan absorbansi

Limit of detection

LOD adalah konsentrasi terkecil yang menghasilkan signal yang berbeda dari

noise dengan nilai *signal noise ratio* 3/1. Perhitungan LOD menghasilkan nilai LOD adalah 0,407 ppm.

Penetapan kadar sampel dengan metode spektrofotometri UV-Vis

Tabel 1. Hasil penetapan kadar besi (II) dalam sampel tablet

No	Berat (mg)	Absorbansi	Pengenceran	Konsentrasi besi-nitrat (ppm)	Kadar (mg/tablet)
1	500	0,340	250 x	2,030	14,060
2	500	0,356	250 x	2,140	15,100
3	500	0,381	250 x	2,300	16,140
4	500	0,349	250 x	2,090	14,620
5	500	0,381	250 x	2,300	16,140
6	500	0,347	250 x	2,090	14,620
Rata-rata					15,110

Recovery

Hasil penelitian menunjukkan bahwa harga *recovery* adalah 100,0% yang artinya metode yang digunakan memenuhi syarat karena nilai *recovery* terletak antara 80-120% (Hong and Shah, sit Kharm, 2003).

Presisi

Dari hasil perhitungan berdasarkan data

penetapan presisi dilihat bahwa metode spektrofotometri visibel mempunyai ketelitian yang baik, dapat juga dilihat dari harga *coefficient of variation* (CV) yang kurang dari 5% yaitu sebesar 0,09%. Hasil kadar dengan nilai koefisien variasi kurang dari 5% cukup baik untuk keperluan analisis (Peter and Richard, 2000).

Tabel 2. Data *recovery* penetapan kadar besi (II) dengan metode spektrofotometri Uv-Vis

No	Berat (mg)	Pengenceran	Absorbansi	Recovery
1a.	500 mg	250 x	0,325	100,0%
b.	Berat sample 500,0 mg +std besi 10,0 ppm , 1,0 mL	250 x	0,331	100,0%
2a.	500,0	250 x	0,322	100,0%
b.	Berat sampel 500,0 +std besi 10,0 ppm , 1,0 mL	250 x	0,328	
3a.	500,0	250 x	0,320	
b.	Berat sampel 500,0 +std besi 10,0 ppm , 1,0 mL	250 x	0,326	
			Rata-rata	100,0%

KESIMPULAN

Metode spektrofotometri visibel dapat digunakan untuk penetapan kadar Fe (II) dalam tablet multivitamin dengan kadar rata-rata yang diperoleh adalah 15,11 mg/tablet. Persamaan regresi linearnya adalah $y = 0,1526x + 0,0301$ dengan nilai $r = 0,9963$, LOD = 0,4069 ppm, presisi mempunyai nilai CV 1,70%, sedangkan *recovery* 100%.

DAFTAR PUSTAKA

- Day, R.A. & A.L. Underwood. 1996. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Edisi kelima. (terjemahan) H.A. Pudjarmaka. Erlangga, Jakarta.
- De Muth, J.E. 1999. *Basic Statistic and Pharmaceutical Statistical*
- Applications*. University of Wisconsin Madison, Marcel Dekker Inc., New York.
- Depkes RI. 1979. *Farmakope Indonesia*. Edisi III, Depkes RI, Jakarta.
- Hong, D.D. and M. Shah. 2000. Development and validation of HPLC stability indicating assay, sit S. Kharm. 2003. Perbandingan metode penetapan kadar vitamin C dalam tablet secara spektrofotometri Ultraviolet dan kolorimetri dengan pereaksi 1-kloro-2,4-dinitrobenzena. *Skripsi*. Fakultas Farmasi Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta.
- Peter, C.M. and E.Z. Richard. 2000. *Statistical Methods in Analytical Chemistry*, 2nd Ed. John Wiley & Sons Inc., New York.