

## VALIDASI PENETAPAN KADAR KALSIUM DALAM SEDIAAN TABLET MULTIVITAMIN DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI ULTRA VIOLET VISIBEL

Wiranti Sri Rahayu\*, Asmiyenti Djaliasrin Djaliil, Esti Damayanti  
Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto, Jl. Raya Dukuwaluh,  
PO Box 202, Purwokerto 53182

### ABSTRAK

Penetapan kadar  $\text{Ca}^{2+}$  dengan spektrofotometri UV-Vis berdasarkan reaksi kompleks dengan mureksid, yang dimonitor pada panjang gelombang 509 nm. Kurva kalibrasi mempunyai rentang 0,2-1 ppm dengan kondisi optimum. Koefisien regresi linear mempunyai nilai 0,9963, limit deteksi 0,009 ppm dan nilai *recovery* 112,63%.

**Kata kunci:** spektrofotometri UV-Vis, Ca

### ABSTRACT

*Determination of  $\text{Ca}^{2+}$  with spectrophotometry UV-Vis based on its complex reaction with mureksid, which its absorbance is monitored at 509 nm. A calibration curve for Ca (II) over the range 0,2-1 ppm under optimized condition is reported. Linear regression coefficient is 0.9963. Detection limit is 0.099 ppm and recovery is 112.63%. Coefficient variation in this experiment is 0.924%.*

**Key words:** spectrophotometry UV-Vis, Ca

### PENDAHULUAN

Umumnya produk multivitamin dan mineral mengandung berbagai jenis vitamin dan mineral dalam satu macam produk. Sebagian besar produk multivitamin dan mineral mengandung vitamin dengan jumlah lebih besar dibanding mineral. Kadar mineral yang relatif kecil dan terdapat dalam matrik

yang kompleks 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 matrik 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 sample apalagi bentuk sediaan adalah tablet salut gula.

Penetapan kadar kalsium memakai metode spektrofotometri UV-Vis berdasarkan pada reaksi kompleks antara kalsium dengan mureksid membentuk warna ungu kemerahan karena terbentuk kompleks kalsium mureksid ( $\text{Ca}^{2+}(\text{Mu}^-)_2$ ). Ikatan kompleks yang terbentuk menyebabkan larutan berubah warna dari merah menjadi ungu kemerahan (Atay & Varnali, 2002).

## METODOLOGI PENELITIAN

### Bahan

Asam klorida, baku kalsium  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , etanol, mureksid, natrium hidroksida, kesemuanya berderajat p.a. dan berasal dari Merck. Akuabides (Otsuka), tablet multivitamin dan mineral.

### Alat

Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu A 1601, neraca analitik Shimadzu AY 220, penangas air, kertas saring Whatman, kompor listrik, dan alat-alat gelas yang lazim digunakan pada laboratorium Kimia Analisis.

### Jalannya Penelitian

#### Larutan uji

Ditimbang 10 tablet dan dicari bobot rata-ratanya menurut FI III. Sample tablet digerus halus hingga homogen, kemudian ditimbang seksama kurang lebih 500,0 mg, ditambah 25 ml asam klorida pekat. Dipanaskan selama  $\pm 15$  menit, kemudian disaring ke dalam labu takar 50 ml dan dicukupkan sampai tanda dengan akuabides.

#### Larutan Standar $\text{Ca}^{2+}$

Larutan standar  $\text{Ca}^{2+}$  dalam bentuk larutan dengan konsentrasi 10 ppm.

### Prosedur Kerja

#### Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan standar  $\text{Ca}^{2+}$  dengan konsentrasi 10 ppm, dipipet sebanyak 1 ml diencerkan dengan akuabides hingga 50 ml. Pada labu takar tersebut ditambahkan 1 ml larutan mureksid dan akuabides secukupnya. Setelah itu

ditambahkan 2 ml NaOH 0,1 N dan volumenya dicukupkan hingga 50 ml dengan akuabides. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 400-700 nm.

#### Penentuan *operating time*

Larutan standar  $\text{Ca}^{2+}$  dengan konsentrasi 10 ppm, dipipet sebanyak 5 ml diencerkan dengan akuabides hingga 50 ml. Pada labu takar tersebut ditambahkan 1 ml larutan mureksid dan akuabides secukupnya. Setelah itu ditambahkan 2 ml NaOH 0,1 N dan volumenya dicukupkan hingga 50 ml dengan akuabides. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan setiap menit dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sampai diperoleh absorbansi yang konstan.

#### Penentuan koefisien korelasi kurva baku $\text{Ca}^{2+}$

Larutan stok standar dengan kadar 10 ppm dipipet sebanyak 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; dan 5,0 ml, masing-masing dimasukkan dalam labu ukur 50 ml lalu ditambah 1 ml larutan m ureksid kemudian ditambah akuabides sampai tanda. Setelah itu ditambah 2 ml NaOH 0,1 N kemudian volumenya dicukupkan

hingga 50 ml. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada  $\lambda$  maksimum.

#### Penetapan kadar

Larutan uji diambil 1 ml lalu dinetralkan dengan NaOH. Volume larutan dicukupkan sampai 10 ml. Dari larutan yang netral diambil 1 ml, dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml, ditambah 1 ml larutan mureksid, dan akuabides secukupnya serta 2 ml NaOH 0,1 N. Volume larutan dicukupkan sampai 25 ml dengan akuabides. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbansinya pada  $\lambda$  maksimum.

#### Penentuan *recovery*

Sampel ditimbang dengan bobot 500,0 mg secara duplo, salah satunya ditambah standar  $\text{Ca}^{2+}$  yaitu 1000 ppm sebanyak 2,0 ml keduanya dilarutkan dengan asam klorida sebanyak 25,0 ml, dipanaskan selama 15 menit, disaring. Filtrat dimasukkan labu takar 50 ml dan dicukupkan dengan akuabides. Larutan diambil 1 ml lalu dinetralkan dengan NaOH. Volume larutan dicukupkan 10 ml dengan akuabides. Dari larutan yang netral diambil 1 ml dimasukkan labu takar 25 ml, ditambah 1 ml larutan

mureksid, akuabides secukupnya serta 2 ml NaOH 0,1 N. Volume larutan dicukupkan hingga 25 ml dengan akuabides. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dibaca absorbansinya pada  $\lambda$  maksimum.

#### Penentuan presisi

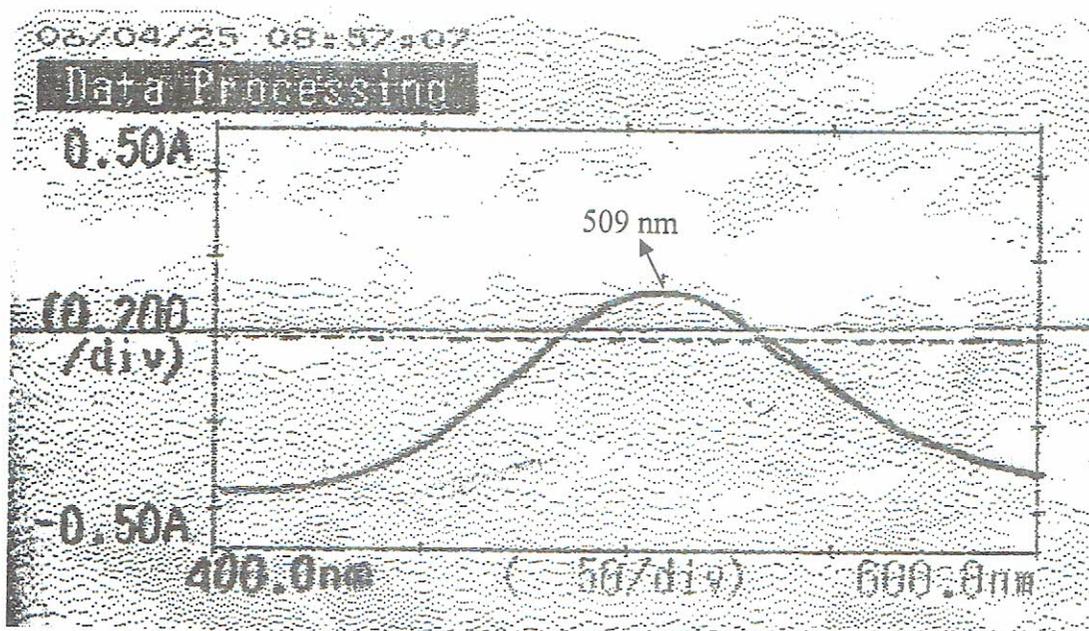
Dari larutan baku kalsium 10 ppm, diambil sebanyak 4 ml dan dimasukkan labu takar 50 ml. Ditambahkan 1 ml larutan mureksid dan akuabides secukupnya setelah itu ditambah 2 ml NaOH 0,1 N dan dicukupkan hingga 50 ml. Larutan dikocok sampai homogen

kemudian dibaca absorbansinya pada  $\lambda$  maksimum. Replikasi dilakukan sebanyak enam kali dengan dihitung koefisien variasinya.

### 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 antara mureksid dan kalsium adalah pada 509 nm.



Gambar 1. Hasil *scanning* panjang gelombang Ca (II) konsentrasi 0,2 ppm

Tabel 1. Hasil penetapan *operating time*

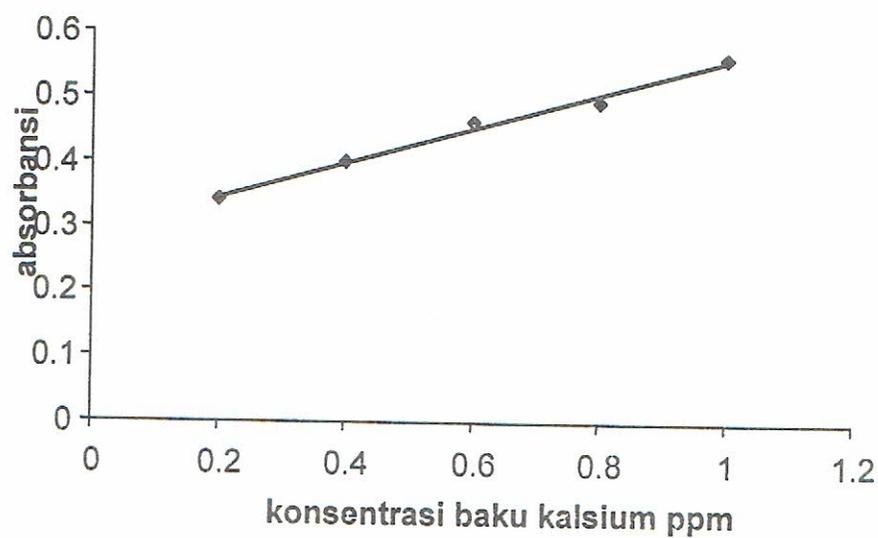
Waktu (menit)	Absorbansi
0	0,547
1	0,547
2	0,547
3	0,547
4	0,546
5	0,544
6	0,543
7	0,543
8	0,543

#### Penentuan *operating time*

Hasil penetapan *operating time* diambil dari absorbansi yang stabil yaitu 0-3 menit, sehingga adanya perubahan absorbansi bukan disebabkan perbedaan waktu mereaksikan. *Operating time* yang digunakan adalah 2 menit.

#### Pembuatan kurva baku

Hasil yang diperoleh adalah  $y = 0,2645x + 0,2927$  koefisien korelasi yang diperoleh adalah  $r = 0,9963$  dan  $\alpha = 14,82^\circ$ . Nilai  $r$  tabel adalah 0,878 dengan taraf kepercayaan 95%, nilai  $r_{hitung} >$  dari harga  $r_{tabel}$  sehingga dapat dikatakan linier (De Muth, 1999).



Gambar 2. Hubungan antara konsentrasi Ca (II) dan absorbansi

Tabel 2. Data hasil penetapan kadar Cu (II) dalam sample tablet multivitamin

Ulangan	Berat sample (mg)	Pengenceran	Absorbansi	Kadar (mg/tablet)
1	500	250 x	0,453	7,789
2	500	250x	0,452	7,742
3	500	250x	0,417	6,039
4	500	250x	0,408	5,603
5	500	250x	0,460	8,129
			Rata-rata	7,061

### Penetapan kadar kalsium pada sampel dengan metode spektrofotometri UV-Vis

Hasil yang diperoleh bahwa kadar rata-rata kalsium dalam tablet adalah 7,061 mg/tablet dapat dilihat pada Tabel 2. Dalam hal ini yang ditetapkan adalah kalsium total karena kalsium juga dapat digunakan sebagai bahan tambahan pembuatan obat yaitu sebagai *diluent*, *anticaking*, dan *glidant* (Wade & Weller, 1994).

### Limit of detection

LOD adalah konsentrasi terkecil yang menghasilkan signal berbeda dari *noise* dengan nilai *signal noise to ratio* 3/1. Perhitungan LOD menghasilkan nilai LOD adalah 0,099 ppm atau  $1,24 \times 10^{-4}$  mg/tablet. Hasil pada Tabel 2 menunjukkan nilai kadar kalsium berada diatas LOD. Jadi bisa dipastikan bahwa sinyal yang berupa absorbansi bukan berasal dari *noise* alat tetapi dari analit.

### Penentuan *recovery*

*Recovery* merupakan indikator untuk penentuan akurasi metode. Akurasi merupakan ukuran kedekatan hasil dengan nilai kadar yang sebenarnya dengan menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Dalam penelitian ini digunakan metode adisi pada uji *recovery*. Metode adisi dilakukan dengan menambahkan standar kalsium pada sampel. Metode ini dipilih karena matriks sampel tidak diketahui sehingga sulit menggunakan metode plasebo.

Berdasarkan hasil uji *recovery* pada Tabel 3, diperoleh nilai *recovery* rata-rata yaitu 112,63%. Nilai tersebut memenuhi persyaratan uji *recovery* yaitu antara 80-120%, sehingga mempunyai metode ini dikatakan mempunyai akurasi yang cukup baik (Mulja & Suharman, 1994).

**Tabel 3. Hasil uji *recovery***

Bobot sampel	Pengenceran	Absorbansi	<i>Recovery</i>
500 + larutan baku Ca 1000 ppm 2 ml	250 kali	0,504	112,63%
500 + larutan baku Ca 1000 ppm 2 ml	250 kali	0,504	112,63%
500 + larutan baku Ca 1000 ppm 2 ml	250 kali	0,504	112,63%
		Rata-rata	112,63%

Tabel 4. Hasil uji presisi menggunakan larutan baku  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  dengan konsentrasi 0,8 ppm

Ulangan ke	Absorbansi
1	0,490
2	0,491
3	0,483
4	0,481
5	0,489
SD	0,005
RSD	0,924%

#### Penentuan presisi

Hasil penentuan presisi dapat dilihat pada Tabel 4. Berdasarkan hasil perhitungan didapatkan harga *standart deviation* (SD) yaitu 0,005 dan harga *relative standar deviation* (RSD) yaitu 0,924%. Menurut Harminta (2004) harga  $\text{SD} < 2$  dan harga  $\text{RSD} < 2\%$  dapat dikatakan mempunyai harga ketelitian yang baik.

#### KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian diatas, dapat dikatakan bahwa metode spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan untuk menetapkan kadar kalsium dalam tablet multivitamin dengan kadar rata-rata 7,06 mg/tablet. Nilai koefisien korelasi  $r = 0,996$  ( $>0,878$ );  $\text{LOD} = 0,099$  ppm; uji presisi

mempunyai nilai RSD 0,924% ( $<2\%$ ) dan akurasi mempunyai nilai *recovery* 112,63%.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Atay, N. Z. & Varnali, T., 2002, A semi empirical study on metal ion/murexide complexation, *Turk. J. Chem.* 26: 303-309
- Departemen Kesehatan RI, 1979, *Farmakope Indonesia Edisi III*, Departemen Kesehatan RI, Jakarta
- De Muth, J.E., 1999, *Basic Statistic and Pharmaceutical Statistical Applications*, 585, University of Wisconsin Madison, Marcel Dekker Inc., New York.
- Harminta, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya, *Majalah*

*Ilmu Farmasi*, Volume 1 (3):  
117-135

Mulja, M., Suharman, 1995, *Analisis Instrumental Teknis Spektroskopis*, Surabaya: Airlangga University Press

Wade, A. & Weller, P.J., 1994, *Handbook of Pharmaceutical Excipients*, Second edition, London, The Pharmaceutical Press