VALIDITAS PENETAPAN KADAR TEMBAGA DALAM SEDIAAN TABLET MULTIVITAMIN DENGAN METODE SPERKTROFOTOMETRI UV-VIS.

Wiranti Sri Rahayu*, Asmiyenti Djaliasrin Djalil, Devi Ratnawati
Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Purwokerto, Jl. Raya Dukuhwaluh, PO Box 202, Purwokerto 53182

ABSTRAK

Penetapan kadar tembaga dengan metode spektrofotometri ultraviolet-visibel didasarkan pada efek katalitik dari Cu dalam reaksi redoks antara biru metilen dan asam askorbat, dimana absorbansinya dimonitor pada panjang gelombang 666 nm. Kurva kalibrasi dengan rentang konsentrasi antara 0,5-1,3 ppm dengan kondisi optimum mempunyai nilai regresi linear -0,9739, limit deteksi 0,385 ppm dan *recovery* 100%. Koefisien variasi adalah 1,91% (<2%).
Kata kunci: spektrofotometri Utraviolet-Visibel, Cu

ABSTRACT

Determination of Cu^{2+} with spectrophotometry Ultraviolet-Visible was based on catalytic effect of Cu in redox reaction between metilen blue and ascorbic acid. Absorbance was measured at 666 nm. A calibration curve for Cu (II) over the range 0.5-1.3 ppm under optimized condition. Linear regression coefisient was -0.9739. Detection limit was 0.385 ppm and recovery was 100%. Coefisient variation in this experiment is 1.91% (<2%).
***Key words**: spectrophotometry Ultraviolet-Visible, Cu*

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 relative kecil dan terdapat dalam matrik yang komplek 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 komplek 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 tembaga memakai metode spektrofotometri Uv-Vis berdasarkan pada reaksi redoks antara biru metilen dan asam askorbat yang dikatalisis oleh tembaga (II) (Khan & Sarwar, 2001).

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan

Asam askorbat, asam klorida, asam sitrat, biru metilen, dinatrium hidrogen fosfat, standar $Cu(NO_3)_2$ kadar 1000 ppm, semuanya 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.

Prosedur Penelitian

Bahan pereaksi

Bahan pereaksi yang digunakan adalah larutan buffer asam sitrat dan dinatrium hidrogen fosfat pH 2,2, larutan biru metilen dan larutan asam askorbat.

Larutan uji

Sepuluh tablet ditimbang dan dicari bobot rata-ratanya menurut FI III (Departemen Kesehatan RI, 1995). Sample tablet digerus halus hingga homogen, kemudian ditimbang seksama kurang lebih 500,0 mg, dilakukan destruksi dengan asam nitrat hingga diperoleh larutan yang jernih.

Larutan Standar Cu^{2+}

Larutan standar Cu^{2+} sudah dalam bentuk larutan dengan konsentrasi 1000 ppm.

Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan standar Cu^{2+} dengan konsentrasi 1000 ppm, dipipet sebanyak

1 mL diencerkan dengan larutan buffer asam sitrat dinatrium hidrogen fosfat hingga 100 mL. Larutan yang telah diencerkan tadi diambil lagi sebanyak 1,75 mL dan diencerkan dengan larutan buffer hingga volume 25 mL sehingga diperoleh konsentrasi 0,7 ppm. Ditambahkan 3 mL asam askorbat dimasukkan water bath, suhu dijaga konstan 32°C selama 3 menit. Setelah itu ditambah 2 mL biru metilen, dibiarkan 2 menit lalu dilakukan *scanning* pada panjang gelombang 400-700 nm, sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum.

Penentuan koefisien korelasi kurva baku Cu^{2+}

Larutan stok standar dengan kadar 1000 ppm diencerkan dengan memipet 1 mL ke dalam labu takar 100 mL, encerkan dengan buffer asam sitrat dinatrium hidrogen fosfat sampai tanda sehingga diperoleh konsentrasi 10 ppm. Kemudian dipipet sebanyak 1,25; 1,75; 2,25; 2,75; 3,25 mL, masing-masing dimasukkan dalam labu ukur 25 mL lalu diencerkan sampai tanda dengan larutan buffer, sehingga diperoleh konsentrasi 0,5; 0,7; 0,9; 1,1;1,3 ppm. Ditambahkan 3 mL asam askorbat dimasukkan *water bath*, suhu dijaga konstan 32°C selama 3 menit. Setelah itu ditambah 2 mL biru metilen. Ukur absorbansinya setelah 2 menit dengan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimum.

Penetapan kadar

Larutan uji hasil destruksi diambil sebanyak 0,5 mL diencerkan dalam labu takar 25 mL dengan buffer asam sitrat dinatrium hidrogen fosfat sampai tanda. Ditambahkan 3 mL asam askorbat dimasukkan water bath, suhu dijaga konstan 32°C selama 3 menit. Setelah itu ditambah 2 mL biru metilen. Ukur absorbansinya setelah 2 menit dengan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimum. Replikasi dilakukan sebanyak 6 kali.

Penentuan *recovery*

Sampel ditimbang dengan bobot 500,0 mg secara duplo, salah satunya ditambah standar Cu^{2+} yaitu 1,0 ppm sebanyak 1,0 mL keduanya dilarutkan dengan asam klorida sebanyak 25,0 mL, dipanaskan selama 15 menit, disaring. Filtrat dimasukkan labu kjeldahl untuk destruksi dengan asam nitrat hingga diperoleh larutan yang jernih. Larutan hasil destruksi diambil sebanyak 0,5 mL diencerkan dalam

labu takar 25 mL dengan bufer asam sitrat dinatrium hidrogen fosfat sampai tanda. Larutan ditambahkan 3 mL asam askorbat dimasukkan *water bath*, suhu dijaga konstan 32°C selama 3 menit. Setelah itu ditambah 2 mL biru metilen. Ukur absorbansinya setelah 2 menit dengan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimum.

Penentuan presisi

Larutan stok standar dengan kadar 1000 ppm diencerkan dengan memipet 1 mL ke dalam labu takar 100 mL, encerkan dengan buffer asam sitrat dinatrium hidrogen fosfat sampai tanda sehingga diperoleh konsentrasi 10 ppm. Larutan dipipet sebanyak 2,25 mL dimasukkan dalam labu takar 25 mL diencerkan hingga tanda dengan larutan bufer. Ditambahkan 3 mL asam askorbat dimasukkan *water bath*, suhu dijaga konstan 32°C selama 3 menit. Setelah itu ditambah 2 mL biru metilen. Ukur absorbansinya setelah 2 menit dengan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimum. Replikasi dilakukan sebanyak enam kali dengan dihitung koefisien variasinya.

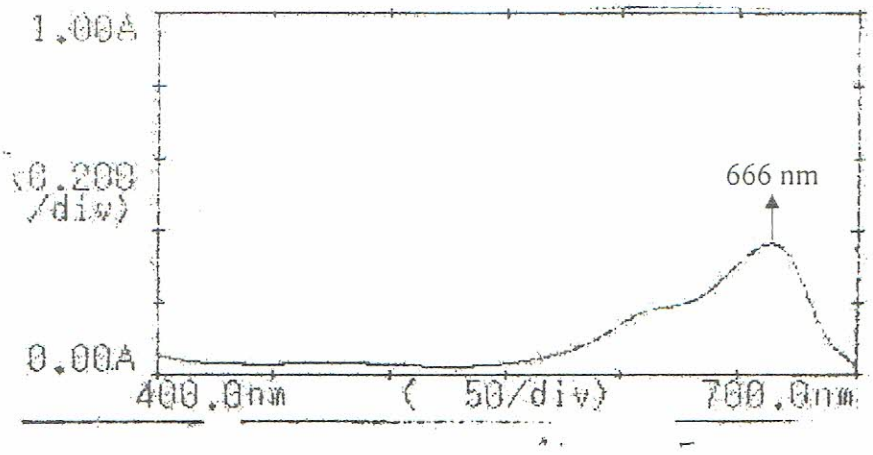
HASIL DAN PEMBAHASAN

Mencari panjang gelombang maksimum

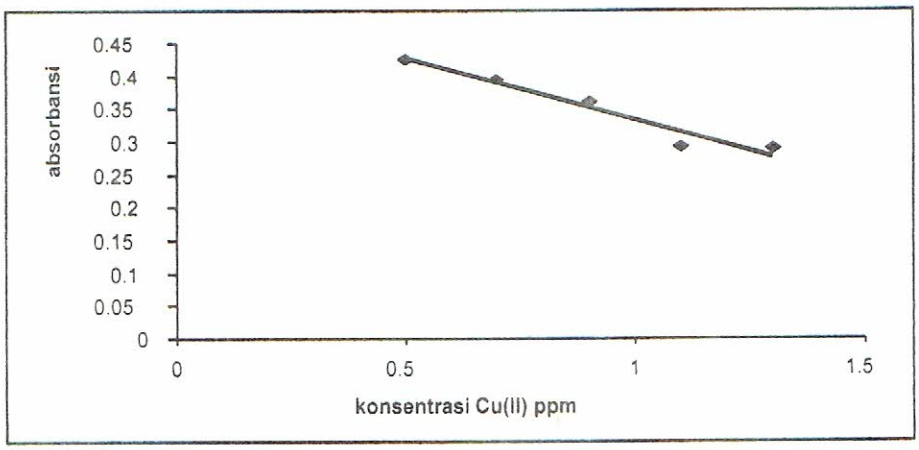
Dalam penelitian ini panjang gelombang maksimum diukur pada rentang 400-700 nm. Hasil menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum hasil reaksi redoks biru metilen dan asam askorbat dengan Cu (II) sebagai katalis adalah pada 666 nm dapat dilihat pada Gambar 1.

Pembuatan kurva baku

Hasil yang diperoleh adalah y = -0,187x + 0,5207 koefisien korelasi yang diperoleh adalah r = 0,994 dan α = 10,59°. Nilai r tabel adalah 0,878 dengan df = 3 dan taraf kepercayaan 95% karena nilai r hitung > r tabel maka nilai r dikatakan linear (De Muth, 1999). Gambar hubungan antara konsentrasi Cu(II) dan absorbansi dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 1. Hasil *scanning* panjang gelombang Cu (II) konsentrasi 0,7 ppm



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

Tabel 1. Data hasil penetapan kadar Cu (II) dalam sampel tablet multivitamin

Ulangan	Berat sampel (mg)	Pengenceran	Absorbansi	Kadar $CuSO_4$ (mg/tablet)
1	500	50 kali	0,302	1,30
2	500	50 kali	0,342	1,10
3	500	50 kali	0,325	1,20
4	500	50 kali	0,375	0,90
5	500	50 kali	0,356	1,00
6	500	50 kali	0,320	1,20
			Rata-rata	1,13

Penetapan kadar sampel dengan metode spektrofotometri Uv-Vis

Hasil perhitungan kadar menunjukkan kadar rata-rata CuSO4 dalam tiap tablet adalah 1,13 mg. Hal ini menunjukkan bahwa penetapan kadar tembaga dalam tablet tidak jauh berbeda dengan kadar yang tertera dalam etiket yaitu 1,3 mg/tablet. Hasil terlihat pada Tabel 1.

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 0,385 ppm.

Recovery

Uji *recovery* yang dilakukan adalah dengan metode adisi yaitu dengan menambahkan standar ke dalam sampel dengan cara menimbang duplo sampel dengan berat sama, kemudian salah satunya ditambah baku Cu. Hasil dapat dilihat pada Tabel 2.

Hasil uji *recovery* menunjukkan nilai *recovery* yaitu 100% yang menunjukkan bahwa nilainya masuk dalam persyaratan rentang uji *recovery* yaitu 80-120% (Mulja & Suharman, 1995)

Tabel 2. Hasil uji *recovery*

Ulangan ke-	Berat sample	Pengenceran	Serapan	*Recovery* (%)
1a	500 mg	50 kali	0,363	100
1b	500 mg + Cu standar 1 ppm 1mL	50 kali	0,359	
2a	500 mg	50 kali	0,354	100
2b	500 mg + Cu standar 1 ppm 1mL	50 kali	0,349	
3a	500 mg	50 kali	0,344	100
3b	500 mg + Cu standar 1 ppm 1mL	50 kali	0,341	
			Rata-rata	100

Tabel 3. Hasil uji presisi menggunakan larutan baku $Cu(NO_3)_2$ dengan konsentrasi 0,9 ppm

Ulangan ke	Absorbansi
1	0,396
2	0,397
3	0,385

4	0,386
5	0,395
SD	0,005
RSD	1,27%

Penentuan presisi

Dari hasil perhitungan didapatkan harga *standart deviation* (SD) yaitu 0,005 dan harga *relative standar deviation* (RSD) yaitu 1,27%. Menurut Harminta (2004) harga SD < 2 dan harga RSD < 2% dapat dikatakan mempunyai harga ketelitian yang baik.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian diatas dapat dikatakan bahwa metode spektrofotometri sinar tampak dapat digunakan untuk menetapkan kadar tembaga dalam tablet multivitamin dengan kadar rata-rata 1,13mg/tablet. Nilai koefisien korelasi r = 0,994, LOD = 0,385 ppm, presisi mempunyai RSD 1,27% dan nilai *recovery* 100%.

DAFTAR PUSTAKA

Departemen Kesehatan Republik Indonesia (Depkes RI). 1979. *Farmakope Indonesia*. Edisi III. Departemen Kesehatan RI, Jakarta. 7

De Muth, J.E. 1999. *Basic Statistic and Pharmaceutical Statistical Applications*. University of Wisconsin Madison. Marcel Dekker Inc., New York. 585

Harminta, 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannnya. *Majalah Ilmu Farmasi*, **1(3)**: 117-135

Khan M. dan A Sarwar. 2001. Determination of Trace Amounts of Cooper (II) by Using Catalytic Redox Reaction Between Methylene Blue and Ascorbic Acid. *Anal. Sci.* **17**: 1995-1997

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