

VALIDITAS PENETAPAN KADAR TEMBAGA DALAM SEDIAAN TABLET MULTIVITAMIN DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI ULTRA VIOLET VISIBEL

By asmiyenti djaliasrin djalil

VALIDITAS PENETAPAN KADAR TEMBAGA DALAM SEDIAAN TABLET MULTIVITAMIN DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI ULTRA VIOLET VISIBEL

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%.

Kata kunci: spektrofotometri Ultraviolet-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 is reported. Linear regression coefficient was -0.9739. Detection limit was 0.385 ppm and recovery was 100%. Coefficient variation in this experiment is 1.91%.

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

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 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 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 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 tabletb ditimbang dan dicari bobot rata-ratanya menurut FI III. Sample tablet digerus halus hingga homogen, kemudian ditimbang seksama kurang lebih 500,0 mg, dilakukan destruksi dengan asam nitrat hingga diperoleh larutan 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 larutan 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 larutan 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 larutan 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 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 larutan biru metilen. Ukur absorbansinya setelah 2 menit dengan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimum.

Penentuan presisi

Larutan stok standar dengan konsentrasi 1000 ppm diencerkan dengan memipet 1 mL ke dalam labu takar 100 mL, encerkan dengan buffer asam sitrat dinatrium hydrogen fosfat sampai tanda sehingga diperoleh konsentrasi 10 ppm. Larutan dipipet 2,25 mL dimasukkan labu takar 25 mL diencerkan hingga tanda dengan larutan buffer. Ditambahkan 3 mL asam askorbat dimasukkan water bath, suhu dijaga konstan 32°C selama 3 menit. Setelah itu ditambah 2 mL larutan 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

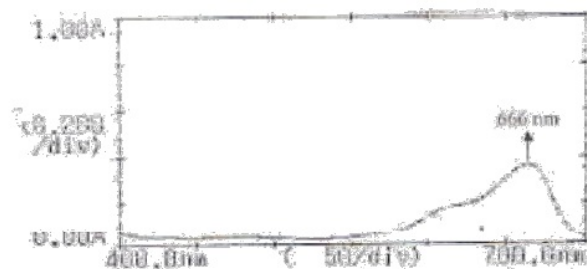
Mencari panjang gelombang maksimum

Dalam penelitian ini panjang gelombang maksimum diukur pada

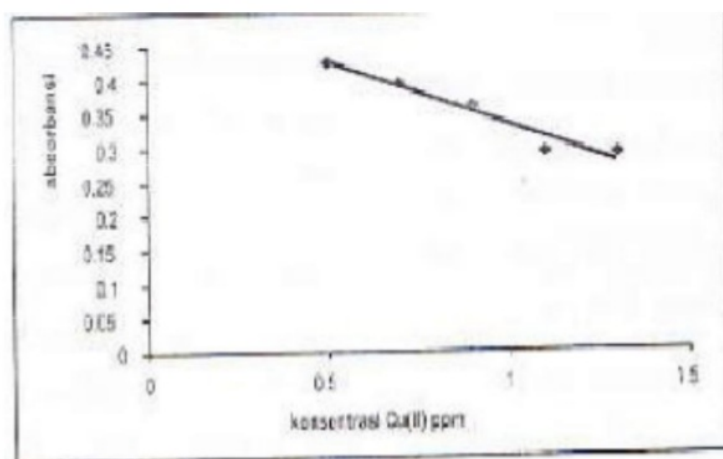
rentang 400-700 nm. Hasil menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum hasil reaksi redoks biru metilen dan asam askorbat dengan Cu (II) sebagai katalis adalah pada 666 nm dapat dilihat pada Gambar 1.

Pembuatan kurva baku

Hasil yang diperoleh adalah $y = -0,187x + 0,5207$ koefisien korelasi yang diperoleh adalah $r = 0,994$ dan $\angle = 10,59^\circ$. Nilai r tabel adalah 0,878 dengan $df = 3$ dan taraf kepercayaan 95% karena nilai $r_{hitung} > r_{tabel}$ maka nilai r dapat dikatakan linier (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 Ca (II) dan absorbansi

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

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

12 penetapan kadar sampel dengan metode spektrofotometri UV-Vis

Hasil perhitungan kadar menunjukkan kadar rata-rata CuSO_4 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 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 sampel	Pengenceran	Serapan	Recovery (%)
1a	500mg	8 50 kali	0,363	100%
1b	500mg + Cu standar 1ppm 1 mL	50 kali	0,359	
2a	500mg	50 kali	0,354	100%
2b	500mg+Cu standar 1 ppm 1 mL	50 kali	0,349	
3a	500mg	50 kali	0,344	100%
3b	500mg + Cu standar 1 ppm 1 mL	50 kali	0,341	
			Rata-rata	100%

5
Tabel 3. Hasil uji presisi menggunakan larutan baku $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 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 1,13 mg/tablet. Nilai koefisien korelasi $r = 0,994$, $LOD = 0,385$ ppm, presisi mempunyai RSD 1,27% dan nilai *recovery* 100%.

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

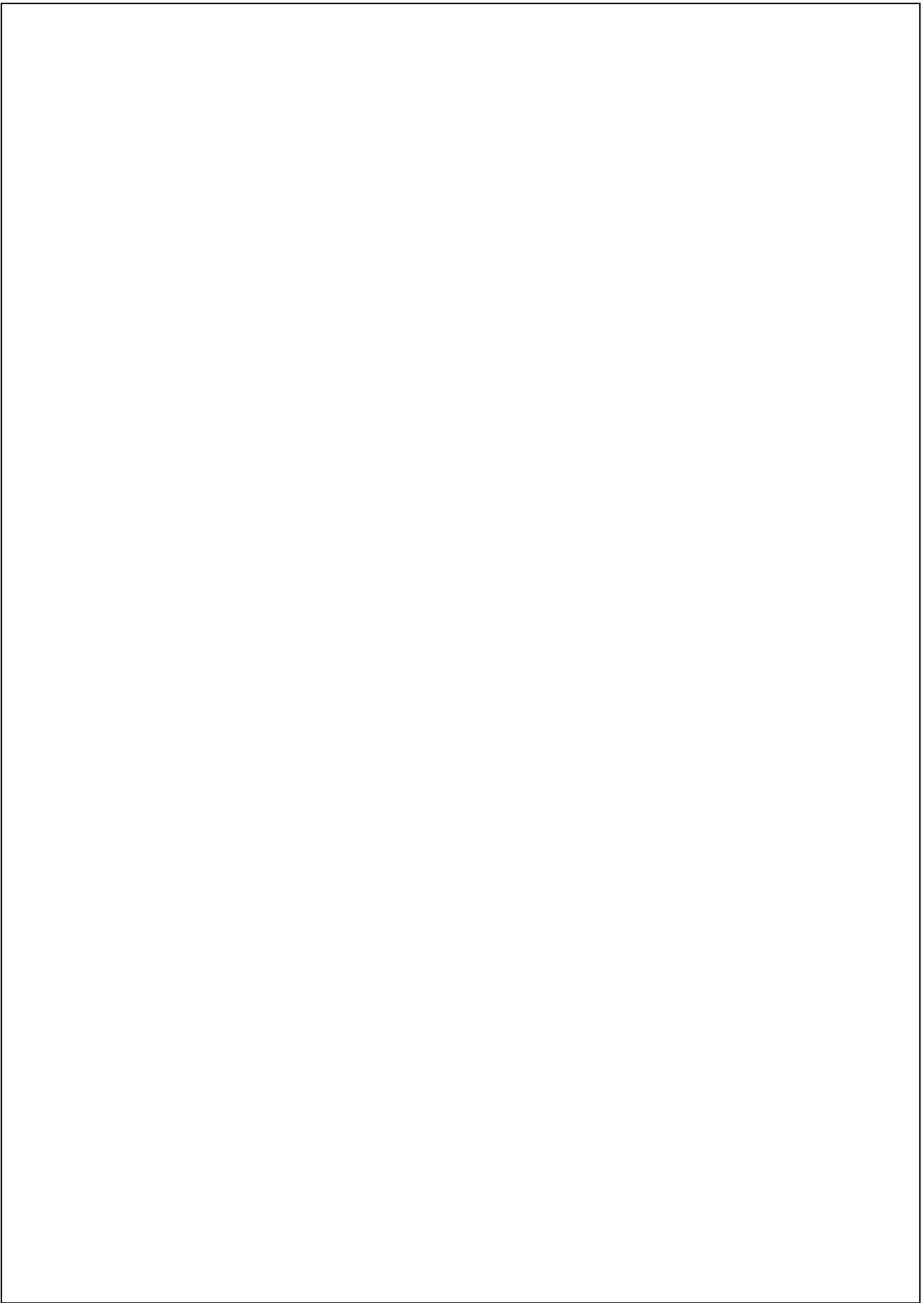
Harminta, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya, *Majalah Ilmu Farmasi*, Volume 1 (3): 117-135

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

7 **DAFTAR PUSTAKA**

Departemen Kesehatan RI, 1979, *Farmakope Indonesia Edisi III*, Departemen Kesehatan RI, Jakarta



VALIDITAS PENETAPAN KADAR TEMBAGA DALAM SEDIAAN TABLET MULTIVITAMIN DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI ULTRA VIOLET VISIBEL

ORIGINALITY REPORT

11%

SIMILARITY INDEX

PRIMARY SOURCES

1	id.123dok.com Internet	30 words — 2%
2	Bin Du, Yan Liu, Yulong Ding, Caihong Duan, Qin Wei. "Catalytic Kinetic Spectrophotometric Determination of Trace Amounts of Copper (II) in Biosamples using Tween-20 Microemulsion as Sensitizer", Analytical Letters, 2005 Crossref	24 words — 2%
3	www.scribd.com Internet	21 words — 1%
4	media.neliti.com Internet	20 words — 1%
5	Kartika Mutiara Ningtyas. Jurnal Riset Kesehatan Poltekkes Depkes Bandung, 2018 Crossref	15 words — 1%
6	www.journal.ubaya.ac.id Internet	13 words — 1%
7	pt.scribd.com Internet	12 words — 1%
8	www.musirawaskab.go.id Internet	12 words — 1%
9	bapewiliv-ikahimki.blogspot.com Internet	8 words — 1%

10

tugaskuliah15.blogspot.com
Internet

8 words — 1%

11

Bibiana Dho Tawa, Alfius R. Kale, Siti Hadijah Salim, Odi Th. E. Selan. "Multiple Regression Modeling On The Use Of Clay And Coral An Adsorbent In Greywater Processing", Indo. J. Chem. Res., 2018
Crossref

7 words — < 1%

12

Diah Anggraheni Setianingsih, Dian Kresnadipayana. "Penentuan Kadar Boraks pada Karak Berkode Registrasi dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis", Biomedika, 2018
Crossref

6 words — < 1%

EXCLUDE QUOTES OFF
EXCLUDE ON
BIBLIOGRAPHY

EXCLUDE MATCHES OFF