

**PENETAPAN KADAR KALSIUM BEBERAPA SUPLEMEN  
TABLET EFFERVESCENT YANG BEREDAR DIPASARAN  
DENGAN METODA SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBLE  
(UV-VIS)**

**SKRIPSI**



**oleh:**

**LENI RAHMAYETI**

**NIM : 0904047**

**PROGRAM STUDI S1 FARMASI**  
**SEKOLAH TINGGI FARMASI INDONESIA**  
**PERINTIS PADANG**  
**2019**

**PERNYATAAN ORISINILITAS DAN PENYERAHAN HAK**  
**CIPTA**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Leni Rahmayeti  
NIM : 0904047  
Judul Skripsi : Penetapan Kadar pada Beberapa Suplemen Tablet  
Effervescen yang Bererdar dipasaran dengan Metoda  
Spektrofotometri UV- Visible (UV Vis)

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Skripsi yang saya tulis merupakan hasil karya saya sendiri, terhindar dari unsur plagiarisme, dan data beserta seluruh isi skripsi tersebut adalah benar adanya.
2. Saya menyerahkan hak cipta dari skripsi tersebut Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia Perintis Padang untuk dapat dimanfaatkan dalam kepentingan akademis

Padang, 14 Februari 2019

Leni Rahmayeti

## **Lembar Pengesahan Skripsi**

Dengan ini menyatakan bahwa :

Nama : Leni Rahmayeti  
NIM : 0904047  
Judul Skripsi : Penetapan Kadar pada Beberapa Suplemen  
Tablet Effervescent yang Beredar dipasaran  
dengan Metoda Spektrofotometri UV- Visible  
(UV Vis)

Telah diuji dan disetujui skripsinya sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi (S.Farm) melalui ujian sarjana yang diadakan pada tanggal 14 Februari 2019 berdasarkan ketentuan yang berlaku.

**Ketua Sidang**

**Farida Rahim,S.si, M.Farm, Apt**

**Pembimbing I**

**Anggota Penguji I**

**Drs. B.A.Martinus, M.Si**

**Ringga Novelni, M.Farm, Apt**

**Pembimbing II**

**Anggota Penguji II**

**Sandra Tri Julifendri , M.Si**

**Diza Sartika, M.Farm, Apt**

**Mengetahui :**

**Ketua Prodi S1 Farmasi**

**Farida Rahim, S.Si, M.Farm, Apt**

## KATA PERSEMBAHAN



*Bacalah dengan menyebut nama Tuhanmu*

*Dia telah menciptakan manusia dari segumpal darah Bacalah, dan Tuhanmulah yang mahamulia*

*Yang mengajar manusia dengan pena,*

*Dia mengajarkan manusia apa yang tidak diketahuinya (QS: Al-'Alaq 1-5)*

*Maka nikmat Tuhanmu yang manakah yang kamu dustakan ? (QS: Ar-Rahman 13)*

*Niscaya Allah akan mengangkat (derajat) orang-orang yang beriman diantaramu dan orang-orang yang diberi ilmu beberapa derajat*

*(QS : Al-Mujadilah 11)*

*Alhamdulillah..Alhamdulillah..Alhamdulillahirobbil' alamin..*

*Sujud syukurku kusembahkan kepadamu Tuhan yang Maha Agung nan Maha Tinggi nan Maha Adil nan Maha Penyayang, atas taqdirmu telah kau jadikan aku manusia yang senantiasa berpikir, berilmu, beriman dan bersabar dalam menjalani kehidupan ini. Semoga keberhasilan ini menjadi satu langkah awal bagiku untuk meraih cita-cita besarku.*

*Kupersembahkan karya sederhana ini kepada orang yang sangat kukasih dan kusayangi*

## KATA PENGANTAR



Alhamdulillah segala puji dan syukur hanya kepada Allah SWT yang senantiasa melimpahkan rahmat dan karunia-Nya berupa ilmu, kesehatan, dan kemudahan, sehingga penulis telah dapat menyusun dan menyelesaikan skripsi yang berjudul **“PENETAPAN KADAR KALSIUM BEBERAPA SUPLEMEN TABLET EFFERVESCENT YANG BEREDAR DIPASARAN DENGAN METODA SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBLE (UV-VIS)”** yang merupakan salah satu syarat untuk menyelesaikan program pendidikan strata satu pada Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia (STIFI) Perintis Padang.

Selesainya penulisan skripsi ini tidak lepas dari do’a, dukungan, semangat dan kasih sayang dari Ibu/Bapak, saudara dan sahabat. Rasa hormat dan terimakasih yang tulus penulis sampaikan kepada :

1. Bapak Drs. B.A.Martinus, MSi selaku dosen pembimbing I dan Bapak Sandra Tri Julifendri, MSi selaku dosen pembimbing II yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk memberikan bimbingan, nasehat dan pengarahan dalam pelaksanaan penelitian dan penulisan skripsi ini.
2. Bapak H. Zulkarni, S.Si, MM, Apt selaku Ketua Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia Yayasan Perintis Padang.
3. Bapak H. Zulkarni, S.Si, MM, Apt selaku pembimbing akademik yang telah meluangkan waktunya memberikan bimbingan, dukungan, nasehat

dan semangat selama penulis menyelesaikan pendidikan Strata satu di Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFI) Padang.

4. Bapak dan Ibu dosen, serta seluruh staf pengajar Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia (STIFI) Padang yang selama ini telah memberikan ilmu pengetahuan dan bimbingan serta nasehat yang sangat berguna bagi penulis selama menjalani pendidikan.
5. Kepala Labor Kimia Farmasi dan kimia bahan alam Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia (STIFI) Yayasan Perintis Padang, Analis dan seluruh pihak yang membantu.
6. Teristimewa, penulis ucapkan terimakasih kepada Ayahanda Lismar (alm), Ibunda Yertini, Suami Rahdimal Sakti SE, BBa(Hons) , Ananda Greendy Hatta Althaf, Adik Gusti Purnama Sari S,Kom, Adik Novian Robianto dan Mardinatul Ikhsan (Alm) Anugrah atas segala kasih sayang, dukungan material dan moral serta doa dalam penyusunan skripsi ini.
7. Teman-teman seperjuangan terimakasih atas kerjasama, semangat dan kebersamaan dalam suka maupun duka serta rekan-rekan mahasiswa STIFI dan semua pihak yang telah bersedia membantu, meluangkan waktu dalam melakukan penelitian dan menyelesaikan penulisan skripsi ini.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa dalam penulisan skripsi ini masih banyak terdapat kekurangan disebabkan pengalaman dan kemampuan penulis yang masih terbatas. Akhirnya penulis mengharapkan agar skripsi ini bermanfaat bagi kita semua. Atas segala bantuan yang telah diberikan, penulis mendoakan semoga budi baik Bapak dan Ibu akan dibalas oleh Allah SWT. Aamiin Yaa Rabbal Alamin.



## ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai penetapan kadar kalsium beberapa tablet effervescent yang beredar dipasaran dengan metoda spektrofotometri UV-Visible (UV-Vis). Prinsip dari metode analisis ini adalah penetapan kadar 100 mg kalsium pada panjang gelombang 516 nm dengan cara mereaksikan kalsium dengan mureksid sehingga terbentuk kompleks yakni kalsium mureksid yang berwarna ungu kemerahan. Kadar kalsium dalam berat pada PT 121,6 mg/100 mg sampel CE 112,9 mg/100 mg dan CD 105,02 mg/100 mg sampel. Validasi metode analisis kalsium dalam tablet effervescent telah memenuhi kriteria validasi yakni linearitas dengan nilai  $r = 0,9981$  batas deteksi (BD) = 0,43726  $\mu\text{g/mL}$ , batas kuantitasi (BK) = 1,4575  $\mu\text{g/mL}$ , nilai presisi intraday < 2% serta nilai akurasi 80 – 120%.

Kata Kunci : Tablet effervescent, Kalsium, spektrofotometri UV-Visible (UV-Vis)

## **ABSTRACT**

Research on calcium content determination of several effervescent tablets supplement circulating in the market with UV-Visible Spectrophotometric method has been done. The principle of this method of analysis is determination 100 mg of calcium at 516 nm wavelength by way of reacting of calcium with

mureksid so that the complex that is calcium mureksid which is purple red. Calcium content in PT was 121,6 mg/100 mg CE sample 112,9 mg/100 mg and CD sample was 105,02 mg/100 mg. Validation of analytical methods of calcium ion in effervescent tablets has met the validation criteria that is linearity with  $r = 0,0808$  value, limit of detection (LoD)  $0,43726 \mu\text{g} / \text{mL}$ , limit of quantitative (LoQ)  $1,4575 \mu\text{g} / \text{mL}$ , intraday precision value  $<2\%$  and accuracy value of 80-120%.

Keyword : effervescent tablets, calcium, UV-Visible Spectrophotometric

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
<b>JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS DAN PENYERAHAN HAK CIPTA</b> ..	<b>ii</b>
<b>PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERSEMBAHAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>v</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>vii</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xiv</b>
<b>I. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1	La
tar Belakang .....	1

1.2		Ru
	musan Masalah.....	3
1.3		Tu
	juan Penelitian.....	3
1.4		M
	manfaat Penelitian.....	3
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA.....</b>		<b>4</b>
2.1		Tablet
	Effervescent.....	4
2.2	Definisi Zat Kalsium.....	5
2.3	Sifat Kalsium.....	5
2.4	Kebutuhan Kalsium.....	6
2.5	Aspek Kimia Farmasi Kalsium.....	6
2.5.1		Monog
	rafi Kalsium.....	6
2.5.2		Analisa
	Kualitatif Kalsium (Vogel, 1985).....	7
2.5.3		Analisa
	Kuantitatif Kalsium.....	9
2.6	Aspek Farmakologi Kalsium	
	13	
2.6.1	Mekanisme Kerja Kalsium.....	13
2.6.2	Farmakokinetika Kalsium.....	13
2.7	Aspek Farmasetika Kalsium.....	14

2.8 Senyawa Kompleks Mureksid .....	14
2.9 Validasi Metode Analisis .....	15
2.10 Spektrofotometri UV-Visible .....	18
<b>III. METODA PENELITIAN .....</b>	<b>22</b>
3.1	Waktu
dan Tempat Penelitian .....	22
3.2 Metode Penelitian .....	22
3.2.1 Alat yang Digunakan .....	22
3.2.2 Pengambilan Sampel .....	23
3.3.3 Pembuatan Reagen .....	23
3.3.4 Penyiapan Larutan Sampel .....	23
3.3.5 Penentuan Kadar Air Sampel .....	24
3.3.6 Pemeriksaan Kemurnian Bahan Baku .....	24
3.3.7 Analisa Kualitatif Kalsium .....	25
3.3.8 Analisa Kuantitatif Kalsium dengan Spektrofotometri UV- Visibel .....	25
3.3.8.1 Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Kalsium .....	25
3.3.8.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	25
3.3.9 Validasi Metode Analisis .....	26
3.3.9.1 Linearitas .....	26
3.3.9.2 Penentuan Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantitasi (BK) .....	26
3.3.9.3 Presisi .....	27
3.3.9.4 Penetapan Kadar Kalsium secara Spektrofotometer UV- Visible .....	28

3.3.9.5 Akurasi.....	29
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>30</b>
4.1 Hasil.....	30
4.2	Pemba
hasan.....	32
<b>V. KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>37</b>
5.1 Kesimpulan.....	37
5.2 Saran.....	37
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>38</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran</b>	<b>Halaman</b>
1. Sampel Tablet Effervescent.....	40
2. Skema Pembuatan Larutan Standar Kalsium.....	41
3. Skema Kerja Kalsium pada Suplemen Tablet Effervescent .....	42
4. Skema Uji Presisi .....	43
5. Skema Uji Akurasi .....	44
6. Penentuan Kandungan Air Sampel. ....	45
7. Hasil Pemeriksaan Uji Kualitatif Pada Sampel.....	46
8. Spektrum Serapan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Kompleks Kalsium Karbonat .....	47
9. Pengukuran Absorban Larutan Standar Kalsium Karbonat.....	48
10. Analisa Perhitungan Kalibrasi Larutan Kalsium Karbonat Pada Panjang Gelombang 516 nm.....	49
11. Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) Kalsium karbonat .....	52
12. Penentuan Uji Presisi Larutan Standar Kalsium Karbonat Intraday.....	54
13. Penentuan Uji Presisi Larutan Standar Kalsium Karbonat Interday.....	56
14. Penentuan Kadar Kalsium Karbonat pada Sampel Tablet Effervescent Spektrofotometri UV $\lambda$ Maks 516 nm. ....	58



15.	Penentuan Uji Akurasi .....	60
16.	Rangkuman hasil Penetapan Kadar dan validasi metode analisis Kalsium Karbonat pada Sampel Tablet Effervescent.....	66
17.	Alat Spektrofotometer UV Mini 1240 yang digunakan.....	67
18.	Larutan Standar .....	68

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel</b>		<b>Halaman</b>
I.	Penentuan Kadar Air Sampel .....	45
II.	Pemeriksaan Uji Kualitatif Pada Sampel .....	46
III.	Hasil Pengukuran Absorban Larutan Standar Kalsium Karbonat .....	48
IV.	Hasil Perhitungan Kalibrasi Larutan Kalsium Karbonat pada Panjang Gelombang 516 nm .....	49
V.	Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi .....	52
VI.	Penentuan Uji Presisi Larutan Standar Kalsium Karbonat Intraday .....	54
VII.	Penentuan Uji Presisi Larutan Standar Kalsium Karbonat Interday .....	56

VIII.	Penentuan Kadar Kalsium Karbonat pada Tablet Effervescent ....	58
IX.	Penentuan Persen Perolehan Kembali Campuran	
	Larutan Kalsium Karbonat dalam Larutan Sampel.....	60
X	Rangkuman hasil Penetapan Kadar dan validasi metode analisis Kalsium Karbonat pada Sampel Tablet Effervescent .....	66

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar</b>	<b>Halaman</b>
1. Struktur Murekside .....	9
2. Instrumentasi Spektrofotometer UV-Vis .....	20

3. Sampel Tablet Effervescent .....	40
4. Skema Pembuatan Larutan Standar Kalsium.....	41
5. Skema Kerja Kalsium pada Suplemen Tablet Effervescent .....	42
6. Skema Uji Presisi.....	43
7. Skema Uji Akurasi.....	44
8. Hasil Uji Kualitatif Kalsium dengan pereaksi Asam Sulfat encer .....	46
9. Spektrum Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Kalsium Karbonat .....	47
10. Kurva Kalibrasi Kalsium Karbonat .....	48
11. Spektrofotometer UV Mini 1240.....	64
12. Larutan Kompleks Kalsium dengan Mureksid untuk Kurva Kalibrasi.....	65

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Kalsium merupakan mineral yang paling banyak dibutuhkan di dalam tubuh, yaitu 1,5 - 2 % dari berat badan orang dewasa atau kurang lebih sebanyak 1 kg. Akibat kekurangan kalsium pada masa pertumbuhan dapat menyebabkan gangguan pertumbuhan, tulang kurang kuat, mudah bengkok dan rapuh. Semua orang terutama sesudah usia 30 tahun kehilangan kalsium dari tulangnya (Almatseir, 2001).

Defisiensi kalsium dapat menyebabkan mudah terserangnya saraf dan otot dengan akibat serangan kejang (tetani) terganggunya pertumbuhan, serta melunaknya tulang (osteoporosis) (winarno, 2004). Selain sebagai bahan pembentuk tulang dan gigi, kalsium juga memegang peranan penting pada berbagai proses fisiologi dan biokimia di dalam tubuh, seperti mengaktifkan reaksi enzim, sekresi hormon dan pembekuan darah (Tjay T. H dan K Rahardja. 2002).

Sediaan Kalsium dapat kita temui dalam bentuk susu bubuk dan sirup suplemen, namun biasanya banyak dalam bentuk tablet ultivitamin dan Suplemen, dipasaran umumnya suplemen-suplemen ini berupa tablet effervescent. Effervescent didefinisikan sebagai bentuk sediaan yang menghasilkan gelembung gas sebagai hasil reaksi kimia larutan. Gas yang dihasilkan saat pelarutan adalah karbon dioksida sehingga dapat memberikan efek berkilau. Tablet effervescent merupakan salah satu sediaan tablet dengan cara pencampuran bahan-bahan aktif dalam campuran asam-asam organik seperti asam sitrat atau asam tartrat dan

natrium bikarbonat. Pencampuran asam-asam organik dan natrium bikarbonat dapat memberikan rasa segar ketika tablet effervescent dikonsumsi (Siregar dan Saleh, 2008).

Titration kompleksometri yaitu metode titration berdasarkan pembentukan kompleks antara kation dan zat pembentuk kompleks. Metode titration tersebut kurang efektif karena membutuhkan waktu yang lama, kurang sensitif, dan kurang spesifik pelaksanaannya (Mirna, 2009; Miefhawati dan Gusrina, 2013; Toledo, 2009). Untuk mengatasi kelemahan metode titration ini, maka metode yang tepat digunakan adalah metode spektrofotometri UV-Vis.

Penelitian sebelumnya juga melakukan penetapan kadar kalsium pada tablet multivitamin dengan metoda Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk menetapkan kadar kalsium dengan kadar rata-rata 7,06 mg/tablet, pada panjang gelombang 509 nm (Esti Damayanti *et al*, 2007) . Begitu juga pada penelitian Wiranti Rahayu (2011), kadar kalsium pada tablet multivitamin dapat ditetapkan pada kadar rata-rata 5,572 mg/tablet, pada panjang gelombang 515 nm. Metode spektrofotometri UV- Visible merupakan metode analisis yang memerlukan jumlah sampel sedikit dan waktu pengerjaan relatif cepat (Watson, 2009). Disamping itu ketersediaan alat di laboratorium Kimia farmasi kampus STIFI Perintis Padang juga sangat mendukung dalam pelaksanaan penelitian ini.

Dari uraian diatas diketahui bahwa peneliti sebelumnya mengukur kadar kalsium pada tablet multivitamin dengan metoda Spektrofotometri UV-Vis. Untuk itu dilakukan penetapan kadar kalsium pada suplemen Tablet Effervescent dengan tiga merek berbeda yang umum beredar dipasaran menggunakan metoda Spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 400-800 nm.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Berapa kadar kalsium yang terkandung dalam suplemen Tablet Effervescent dengan metode Spektrofometri UV-Vis ?

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Menentukan kadar kalsium yang terkandung dalam suplemen Tablet Effervescent dengan metode Spektrofotometri UV-Visible.

## **1.4 Manfaat Penelitian**

1. Sebagai informasi bagi perkembangan analisis dan peneliti berikutnya tentang kadar kalsium pada suplemen Tablet Effervescent yang beredar pada saat ini
2. Memberikan informasi kepada masyarakat tentang kandungan pada kalsium yang ada pada Tablet Effervescent

## **BAB II TINJAUAN PUSTAKA**

### **2.1 Tablet Effervescent**

Tablet effervescent merupakan tablet yang digunakan untuk membuat minuman ringan secara praktis. Kepraktisannya adalah tablet dapat melarut sendiri dengan adanya gas CO<sub>2</sub> yang membantu proses pelarutan. Bentuk sediaan seperti ini dapat meningkatkan tingkat kesukaan produk dan mempengaruhi aspek psikologis konsumen. Effervescen merupakan serbuk jika dilarutkan dengan air mempunyai reaksi asam dan basa, dasar dari formulasi minuman effervescen adalah terjadinya reaksi senyawa asam dan basa (Rakte dan Najwade, 2014).

Kelebihan tablet effervescent penyiapan larutan dalam waktu seketika yang mengandung dosis obat yang tepat. Selain praktis dan mudah dibawa, cara penyajiannya lebih menarik bila dibandingkan dengan dengan tablet konvensional, dapat diberikan kepada pasien yang mengalami kesulitan dalam menelan tablet atau kapsul, pada saat dikonsumsi zat aktif dalam keadaan terlarut sehingga absorpsinya lebih mudah, dan berguna untuk obat-obat yang tidak stabil apabila disimpan dalam bentuk larutan, jadi obat dapat dibuat dalam bentuk sediaan tablet effervescent agar stabil (Sandrasari dan Zaenal, 2006).

Sedangkan dalam segi pengemasannya, tablet effervescent harus dikemas dalam wadah yang kedap udara sehingga dapat melindungi tablet tersebut dari kelembaban, kelembaban udara di sekitar tablet sesudah wadahnya terbuka juga dapat menyebabkan penurunan kualitas produk, setelah sampai di tangan konsumen serta harga yang relatif mahal (Lachman et al, 2007)

## **2.2 Definisi Zat Kalsium**

Kalsium merupakan salah satu nutrisi esensial yang sangat dibutuhkan untuk berbagai fungsi tubuh (Gobinathan et al., 2009). Salah satu fungsi kalsium bagi tubuh adalah sebagai nutrisi untuk tumbuh, menunjang perkembangan fungsi motorik agar lebih optimal dan berkembang dengan baik. Orang dewasa memerlukan kalsium sebanyak 1g/hari. Kekurangan kalsium pada masa pertumbuhan dapat menyebabkan gangguan pertumbuhan tulang, osteoporosis, dan osteomalasia (Nieves,2005).

Kalsium merupakan mineral dengan jumlah terbesar yang terdapat dalam tubuh. Sekitar 99% total kalsium dalam tubuh ditemukan dalam jaringan keras yaitu tulang dan gigi terutama dalam bentuk hidroksiapatit. Sisa 1% kalsium dalam tubuh terdapat pada cairan ekstraseluler, struktur intraseluler dan membran sel(Almatsier, 2001). Kalsium berasal dari bahasa Latin calcium adalah unsur dasar kapur dan memiliki simbol Ca. Kalsium adalah mineral yang sangat penting bagi manusia, karena merupakan mineral terbanyak dalam tubuh dan diperlukan pada sebagian besar proses biologis (Kardiana, 2012).

## **2.3 Sifat Kalsium**

Kalsium adalah logam putih perak, yang agak lunak. Yang melebur pada 845oC. Ia terserang oleh oksigen atmosfer dan udara lembab, pada reaksi ini terbentuk kalsium oksida dan kalsium hidroksida. Kalsium menguraikan air dengan membentuk kalsium hidroksida dan hidrogen. Kalsium membentuk kationkalsium (II),  $Ca^{2+}$ , dalam larutan-larutan air. Garam-garamnya biasanya berupa bubuk putih.



## **2.4 Kebutuhan Kalsium**

Kalsium adalah mineral yang paling banyak diperlukan oleh tubuh. Kebutuhan harian kalsium adalah 800 mg untuk dewasa di atas 25 tahun dan 1.000 mg setelah usia 50 tahun. Ibu hamil dan menyusui harus mengkonsumsi 1.200 mg kalsium per hari. Kebutuhan kalsium anak-anak dan remaja meningkat sesuai usia:

- a) Bayi berumur s.d. 5 bulan : 400 mg
- b) Bayi 6 bulan s.d. 1 tahun : 600 mg
- c) Anak usia 1 s.d. 10 tahun : 800 mg
- d) Remaja usia 11 s.d. 24 tahun: 1.200 mg

Sekitar 99% kalsium berada pada jaringan tulang dan gigi, sisanya berada di darah dan sel-sel tubuh (Masnidar, 2009).

## **2.5 Aspek kimia farmasi kalsium**

### **2.5.1 Monografi kalsium (DepKes RI, 1995)**

#### a. Rumus Molekul

Kalsium karbonat  $\text{CaCO}_3$

#### b. Bobot molekul

Bobot molekul dari kalsium karbonat : 68,09.

#### c. Kelarutan

Praktis tidak larut dalam air sangat sukar larut dalam air yang mengandung karbondioksida.

d. Pemerian

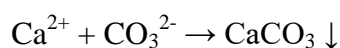
Serbuk hablur putih, tidak berbau, tidak berasa.

### 2.5.2 Analisa Kualitatif Kalsium (Vogel, 1985)

Kalsium adalah logam putih perak, yang agak lunak. Yang melebur pada 845°C. Ia terserang oleh oksigen atmosfer dan udara lembab, pada reaksi ini terbentuk kalsium oksida dan kalsium hidroksida. Kalsium menguraikan air dengan membentuk kalsium hidroksida dan hidrogen. Kalsium membentuk kation kalsium (II),  $\text{Ca}^{2+}$ , dalam larutan-larutan air. Garam-garamnya biasanya berupa bubuk putih dan membentuk larutan yang tak berwarna, kecuali bila anionnya berwarna. Kalsium klorida padat bersifat higroskopis dan sering digunakan sebagai zat pengering. Kalsium klorida dan kalsium nitrat larut dengan mudah dalam etanol atau dalam campuran 1+1 dari etanol bebas-air dan dietil eter.

Reaksi-reaksi ion kalsium:

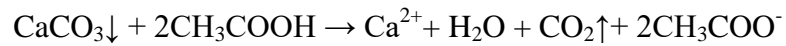
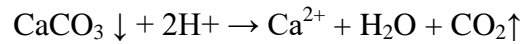
1. Larutan amonia: tak ada endapan, karena kalsium hidroksida larut cukup banyak. Dengan zat pengendap yang telah lama dibuat, mungkin timbul kekeruhan karena terbentuknya kalsium karbonat.
2. Larutan amonium karbonat : endapan amorf putih kalsium karbonat :



Dengan mendidihkan, endapan menjadi berbentuk kristal. Endapan larut dalam air yang mengandung asam karbonat berlebihan (misalnya, air soda yang baru dibuat), karena pembentukan kalsium hidrogen karbonat yang larut :

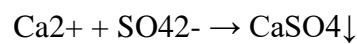


Dengan mendidihkan, endapan muncul lagi karena karbondioksida keluar selama proses itu sehingga reaksi berlangsung kearah kiri. Ion-ion barium dan strontium bereaksi serupa. Endapan larut dalam asam, bahkan dalam asam asetat :



Kalsium karbonat larut sedikit dalam larutan garam-garam amonium dari asam kuat.

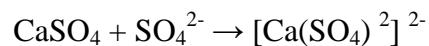
3. Asam sulfat encer : endapan putih kalsium sulfat :



$\text{CaSO}_4$  larut cukup berarti dalam air (0,61 gram  $\text{Ca}^{2+}$ , 2,06 gram  $\text{CaSO}_4$  atau 2,61 gram  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  L<sup>-1</sup>,  $K_{sp} = 2,3 \times 10^{-6}$ ) yaitu larut lebih banyak daripada barium atau strontium sulfat. Dengan adanya etanol, kelarutannya menjadi jauh lebih sedikit. Endapan melarut dalam asam sulfat pekat, panas:



Kompleks yang sama akan terbentuk jika endapan dipanaskan dengan larutan amonium sulfat 10 persen :



Meskipun pelarutan dalam amonium sulfat mungkin tak sempurna, ion-ion kalsium dapat dideteksi dalam filtrat dengan oksalat, setelah dinetralkan dengan ammonia.

4. Kalsium sulfat jenuh: tak terbentuk endapan (perbedaan dari strontium dan barium).

5. Larutan kalium kromat: tak terjadi endapan dari larutan-larutan encer, tak pula dari larutan-larutan pekat dengan adanya asam asetat.

### **2.5.3 Analisa kuantitatif Kalsium (DepKes RI, 1995)**

Cara penetapan kadar kalsium menurut Farmakope Indonesia dilakukan dengan cara ditimbang seksama lebih kurang 200 mg zat yang telah dikeringkan pada suhu 200°C selama 4 jam, masukkan ke dalam gelas piala 250 ml, basahkan dengan beberapa mL air, tambahkan tetes demi tetes asam klorida 3N secukupnya sehingga larut sempurna. Tambahkan 100 mL air, 15 mL Natrium hidroksida 1N dan 30 mg biru hidroksinaftol P. Titrasi dengan natrium asetat 0,05 ml sampai titik akhir warna biru .

Ada beberapa cara yang dapat dilakukan untuk menentukan kadar kalsium antara lain :

#### **Secara Gravimetri**

Analisa Gravimetri adalah cara kuantitatif berdasarkan berat konstan, dalam analisis ini, unsur yang di analisis dipisahkan dari sejumlah bahan yang dianalisis dan bagian terbesar dari analisis gravimetri ini menyangkut perubahan unsur atau gugus dari senyawa yang dianalisis menjadi senyawa lain yang murni dan mantap sehingga dapat diketahui berat tetapnya. Penetapan kadar dengan cara gravimetri ini memerlukan waktu yang lama.

Penentuan kadar zat berdasarkan pengukuran berat analit atau senyawa yang mengandung analit dapat dilakukan dengan dua metode, yaitu metode pengendapan melalui isolasi endapan sukar larut dari suatu komposisi yang tak diketahui dan metode penguapan dimana larutan yang

mengandung analit diuapkan, ditimbang, dan kehilangan berat dihitung. Penentuan kadar kalsium didalam suatu bahan tidak dapat dikerjakan dengan cara konvensional, gravimetri, atau volumetri apabila kadar kalsium terlalu kecil dan apabila ada unsur-unsur lain yang dapat mengganggu penetapan tersebut.

### **Secara Volumetri**

Analisa Volumetri adalah suatu cara analisis yang berdasarkan pengukuran volume larutan yang diketahui konsentrasi secara teliti yang akan direaksikan dengan larutan contoh yang akan ditetapkan kadarnya. Dalam analisis volumetri ini dikenal larutan baku dan larutan standar, dimana larutan baku diteteskan sedikit demi sedikit menggunakan buret.

Cara volumetri yang dapat digunakan untuk penetapan kadar kalsium diantaranya :

#### **1. Titrasi Permanganometri**

Titrasi Permanganometri merupakan metoda analisis volumetri yang berdasarkan atas terjadinya reaksi oksidasi reduksi antara zat pengoksidasi dengan reduktor atau zat pereduksi dan oksidator. Kalium permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) yang bertindak sebagai zat pengoksidasi. Reagen ini mudah didapat, murah dan tidak perlu penambahan indikator dalam penentuan titik akhir titrasi, kecuali bila di gunakan larutan encer.

Kalsium dapat ditemukan secara langsung dengan titrasi permanganometri dalam bentuk kalsium oksalat. Metoda ini didasarkan pada pembentukan ion. Dimana ion permanganat dan oksalat membentuk

mangan dan karbon dioksida yang mengalami reaksi oksidasi reduksi (Satio dan Atmoko, 1985).

## 2. Titrasi Kompleksometri

Titration kompleksometri adalah suatu metoda analisa volumetri yang didasarkan atas reaksi pembentukan kompleks atau ion kompleks yang larut namun sedikit sekali terionisasi. Reaksi pembentuk kompleks ini ion logam disebut atom pusat dan gugus yang terikat pada atom logam pusat disebut bilangan koordinasi logam. Ikatan yang terbentuk antara atom logam pusat dan ligan sering bersifat kovalen, pada reaksi ini ion logam yang dititrasi bertindak sebagai atom pusat sedangkan zat pentiter atau zat pengompleks sebagai ligan, pembentukan kompleks khelat yang banyak digunakan adalah Natrium Etilendiamin Tetra Asetat ( $\text{Na}_2$  EDTA). EDTA adalah ligan seksidentat yang dapat berkoordinasi dengan suatu ion logam tanpa pematangan sempurna kompleks logam. Pada penetapan kalsium  $\text{Na}_2$  EDTA dapat membentuk kompleks yang stabil dengan kalsium sehingga dengan titrasi kompleksometri ini, kadar kalsium dapat ditemukan dan untuk menunjukkan titik akhir titrasi digunakan indikator logam yaitu mureksid (Satio, 1985)

### **Secara Fisikokimia**

Penetapan kadar secara fisikokimia dapat dilakukan dengan metode :

#### 1. Spektroskopi Serapan Atom

Spektroskopi serapan atom (SSA) merupakan suatu alat yang bekerja didasarkan pada proses penyerapan energi sinar monokromatis pada panjang gelombang tertentu oleh suatu atom netral dalam keadaan gas.

Metoda ini sangat tepat untuk analisi zat pada konsentrasi yang cukup tinggi dengan menggunakan sinar monokromatis pada lampu katoda berongga yang diukur pada panjang gelombang 248,3 nm (Hanswel, 1991).

Disamping itu metoda ini juga dapat digunakan untuk menentukan kadar logam dalam sampel yang sangat kompleks, karena pengerjaannya cepat, sensitif dan spesifik. Gangguan utama dalam serapan adalah efek matrik dalam zat yang diukur serapannya sehingga dapat mempengaruhi proses pengatoman terhadap sampel (Day dan Underwood, 1996 )

## 2. Fotometri Nyala

Fotometri nyala adalah suatu metode yang berdasarkan pengukuran besaran emisi sinar monokromatis spesifik pada panjang gelombang tertentu yang dipancarkan oleh suatu logam alkali atau alkali tanah, pada saat berpijar dalam keadaan nyala dimana besaran ini merupakan fungsi dari konsentrasi dari komponen tersebut (Jobsheet, 2012).

### **Metode Spektrofotometer UV-Visible**

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).

## **2.6 Aspek Farmakologi Kalsium**

### **2.6.1 Mekanisme Kerja**

Kalsium adalah kation ekstrasel utama. Peran utama kalsium adalah untuk kontraksi dan eksitasi otot jantung dan otot lainnya, transmisi sinap sistem saraf, agregasi platelet, koagulasi, dan sekresi hormon dan regulator lain yang memerlukan eksositosis (Soback D, 2001).

### **2.6.2 Farmakokinetik Kalsium**

Absorpsi kalsium terjadi didalam bagian atas usus halus yaitu duodenum. Absorpsi ini terjadi melalui peningkatan oleh 1,2,5 dihidroksiolekalsiferol vitamin D, secara tidak langsung dapat menambah absorpsi ion kalsium. Secara keseluruhan melalui percepatan proses perubahan kalsifediol menjadi kalsitriol di ginjal yang dapat meningkatkan vitamin D, sedangkan yang dimaksud dengan ekskresi kalsium adalah reabsorpsi kalsium ke dalam urin dan feses. Ekskresi kalsium adalah reabsorpsi kalsium ke dalam urin dan feses. Ekskresi ke dalam urin dapat meningkat apabila kadar kalsium plasma meningkat, tapi apabila kadar kalsium plasma normal maka ekskresi kalsium pun normal (Baron,1991). Dari masukan sehari-hari kalsium 1 gram diekskresikan ke dala urin sekitar 01-0,3 gram dan sisanya ditemukan dalam tulang, gigi dan jaringan sel seperti otot dan syaraf. Beberapa faktor yang dapat menghalangi penyebaran kalsium, seperti adanya zat organik yang terikat dengan kalsium membentuk garam yang tidak larut. Bila konsumsi kalsium menurun dapat terjadinya kekurangan kalsium yang menyebabkan osteoporosis yaitu tulang menjadi kurang kuat, mudah bengkok dan



rapuh, jika kelebihan kalsium (hiperkalsemia) dalam tubuh dapat memperparah bagi penderita batu ginjal (Ganiswara,1995).

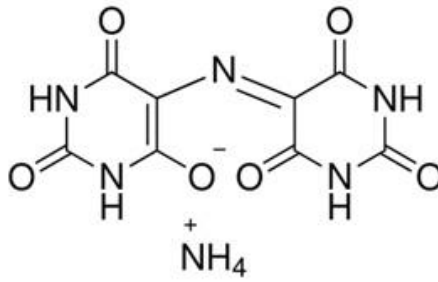
## **2.7 Aspek Farmasetik Kalsium**

### **a. Sediaan Beredar**

Dibidang farmasi kalsium yang paling banyak terdapat dalam bentuk sediaan tablet yang berguna untuk tambahan kalsium untuk wanita hamil dan menyusui, melindungi osteoporosis pada masa menopause dan juga untuk memenuhi kebutuhan kalsium untuk membentuk dan mempertahankan tulang dan gigi yang sehat dan kuat. Contoh sediannya Calcium D Redoxon®, , Calcium Sandoz®, dan lain-lain. Kalsium di dalam tablet yang cara penggunaannya ditelan dan akan pecah dilambung dan cepat, menjadi granul, granul pecah menjadi partikel halus. Akan terjadi proses pelarutan obat dan diserap oleh dinding (sel mukosa) saluran cerna.

## **2.8 Senyawa kompleks murexide**

Murexide ( $\text{NH}_4\text{C}_8\text{H}_4\text{N}_5\text{O}_6$ , atau  $\text{C}_8\text{H}_5\text{N}_5\text{O}_6\cdot\text{NH}_3$ ), juga disebut purpurate amonium, adalah garam amonium dari asam purpura. Murexide dapat dibuat dengan memanaskan alloxantin dalam gas amonia sampai  $100\text{ }^\circ\text{C}$ , atau dengan uramil mendidih (5-aminobarbituric acid) dengan oksida merkuri murexide dalam keadaan kering. Murexide berbentuk serbuk berwarna ungu kemerahan, sedikit larut dalam air. Dalam larutan, akan berwarna kuning dalam larutan asam kuat dan berwarna ungu-kemerahan dalam larutan asam lemah, berwarna biru-ungu (Syafei, 1998). Struktur murexide adalah :



**Gambar 1. Struktur Murekside ( Atay & Varnali, 2002)**

## 2.9 Validasi Metoda Analisis

Validasi metode analisa adalah untuk menjamin pemenuhan akan persyaratan yang telah ditetapkan dan membuat karakteristik kinerja metode yang sesuai untuk ditetapkan. Parameter dalam validasi metode analisa (Kazakevich dan Lobrutto, 2007).

Parameter yang diujikan dalam validasi ini adalah:

1. Kecermatan (Accuracy)

Akurasi adalah kesesuaian hasil uji yang didapat dari metode tersebut dengan nilai yang sebenarnya, dengan kata lain akurasi ukuran ketepatan dari hasil suatu metode analitik. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (recovery) dari suatu pengujian terhadap penambahan sejumlah analit dengan jumlah yang diketahui sebesar 40 %, 80%, dan 120% dari kadar sampel yang diketahui. Syarat perolehan kembali adalah 95%-102% (AOAC, 2002).

2. Keseksamaan (precision)

Keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Kesamaan diukur sebagai

simpangan baku atau simpangan baku relative (koefisien variasi). Keseksamaan dapat dinyatakan sebagai keterulangan (repeatability) atau ketertiruan (reproducibility). Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang. Keseksamaan dapat dihitung dengan cara sebagai berikut(Harmita, 2006) :

a. Hasil analisis adalah  $x_1, x_2, x_3, x_4, \dots, x_n$

maka simpangan bakunya adalah :

$$SB = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - \bar{Y}_i)^2}{n - 1}}$$

b. Simpangan baku relatif atau koefisien variasi (KV) adalah :

$$KV = \frac{SB}{x} \times 100 \%$$

Ket :

$Y_i$  = Serapan dari daerah larutan standar

$\bar{Y}_i$  = Serapan yang ditentukan dari persamaan regresi

SB = Simpangan Baku

KV = Koevisien Variasi

$x$  = kadar

### 3. Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi, meskipun tidak selalu dapat dikuantitasi. Batas deteksi merupakan batas uji yang secara spesifik menyatakan apakah analit di atas atau di bawah nilai tertentu. Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria

cermat dan seksama. Pada analisis instrument batas deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blangko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku respon blangko dan formula di bawah ini dapat digunakan untuk perhitungan (Harmita, 2004).

$$BK = 10. SB/b$$

Ket : SB = Simpangan Baku

b = Koefisien Regresi

BK = Batas Kuantititasi ( $\mu\text{g/mL}$ )

Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis linier  $y = a + bx$ , sedangkan simpangan baku blangko sama dengan simpangan baku residual ( $Sy/x$ ) (Harmita, 2004)

$$BD = 3. SB/b$$

Ket : SB = Simpangan Baku

b = Koefisien Regresi

BK = Batas Kuantititasi ( $\mu\text{g/mL}$ )

#### 4. Linearitas

Linearitas adalah kemampuan dari suatu metode uji untuk menghasilkan hasil uji yang proporsional terhadap kepekatan analit dalam contoh dalam jangkauan kepekatan tertentu. Linearitas suatu metode dapat diperoleh dengan memplot hasil uji terhadap kepekatan analit, biasanya ditetapkan dengan perhitungan garis regresi dengan metode least square (kuadrat terkecil) dari hasil uji terhadap kepekatan analit. Slope dari garis

regresi terhadap variabel menghasilkan perhitungan matematik dari linearitas (Rahman, 2009).

## **2.10 Spektrofotometri UV-Visibel**

### **A. Teori Spektrofotometri UV-Visibel**

Spektrofotometri serapan merupakan metoda pengukuran suatu interaksi antara radiasi elektromagnetik dan molekul atau atom dari suatu zat kimia. Teknik yang sering digunakan dalam analisis farmasi meliputi spektrofotometri ultraviolet, cahaya tampak, inframerah dan serapan atom. Jangkauan panjang gelombang untuk daerah ultraviolet adalah 190-380 nm, daerah cahaya tampak 380-780 nm, daerah inframerah dekat 780-3000 nm, dan daerah inframerah 2,5-40 $\mu$ m atau 4000-250  $\text{cm}^{-1}$  (Ditjen POM, 1995).

Radiasi ultraviolet dan sinar tampak diabsorpsi oleh molekul organik aromatik, molekul yang mengandung elektron- $\pi$  yang terkonyugasi dan atau atom yang mengandung elektron-n, menyebabkan transisi elektron di orbital terluarnya dari tingkat energi elektron dasar ke tingkat energi elektron tereksitasi lebih tinggi. Besarnya serapan radiasi tersebut sebanding dengan banyaknya molekul analit yang mengabsorpsi sehingga dapat digunakan untuk analisis kuantitatif (Satiadarma, 2004).

Gugus fungsi yang menyerap radiasi di daerah ultraviolet dekat dan daerah tampak disebut khromofor dan hampir semua khromofor mempunyai ikatan tak jenuh. Pada khromofor jenis ini transisi terjadi dari  $\pi \rightarrow \pi^*$ , yang menyerap pada  $\lambda_{\text{max}}$  kecil dari 200 nm (tidak terkonyugasi), misal pada  $>\text{C}=\text{C}<$  dan  $-\text{C}=\text{C}-$ . Khromofor ini merupakan tipe transisi dari sistem yang mengandung elektron  $\pi$

pada orbital molekulnya. Untuk senyawa yang mempunyai sistem konyugasi, perbedaan energi antara keadaan dasar dan keadaan tereksitasi menjadi lebih kecil sehingga penyerapan terjadi pada panjang gelombang yang lebih besar. (Dachriyanus, 2004).

## **B. Hukum Lambert Beer**

Menurut Hukum Lambert, serapan berbanding lurus terhadap ketebalan sel yang disinari. Berlaku untuk cahaya monokromatik dan larutan yang sangat encer, serapan berbanding lurus dengan konsentrasi (banyak molekul zat). Kedua persyaratan ini dijadikan satu dalam Hukum Lambert Beer, sehingga diperoleh serapan berbanding lurus terhadap konsentrasi dan ketebalan sel, yang dapat ditulis dengan persamaan (Day and Underwood, 1999)

$$A = a \cdot b \cdot c \text{ g/liter atau } A = \epsilon \cdot b \cdot C \text{ mol/liter}$$

Dimana:  $A$  = serapan (tanpa dimensi)

$a$  = absorptivitas ( $\text{g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ )

$b$  = ketebalan sel (cm)

$c$  = konsentrasi ( $\text{g. l}^{-1}$ )

$\epsilon$  = absorptivitas molar ( $\text{M}^{-1} \text{ C}^{-1}$ )

Jadi dengan Hukum Lambert Beer konsentrasi dapat dihitung dari ketebalan sel dan serapan. Absorptivitas merupakan suatu tetapan dan spesifik untuk setiap molekul pada panjang gelombang dan pelarut tertentu.

Menurut (Roth, 1998), absorptivitas spesifik juga sering digunakan sebagai ganti absorptivitas. Harga ini memberikan serapan larutan 1% (b/v) dengan ketebalan sel 1 cm, sehingga dapat diperoleh persamaan:

$$A = A_1^1 \cdot b \cdot C$$

Dimana  $A_1^1$  = absorptivitas spesifik ( $\text{ml g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ )

$b$  = ketebalan sel (cm)

$C$  = konsentrasi senyawa terlarut ( $\text{g}/100\text{ml}$  larutan)

### C. Penggunaan Spektrofotometri UV-Visibel

Pada umumnya spektrofotometri UV-Visibel dalam analisis senyawa organik digunakan untuk:

1. Menentukan jenis khromofor, ikatan rangkap yang terkonyugasi dan ausokhrom dari suatu senyawa organik.
2. Menjelaskan informasi dari struktur berdasarkan panjang gelombang serapan maksimum suatu senyawa.

Mampu menganalisis senyawa organik secara kuantitatif dengan menggunakan Hukum Lambert Beer (Dachriyanus, 2004)

#### *Analisis Kualitatif*

Kegunaan spektrofotometri ultraviolet dalam analisis kualitatif sangat terbatas, karena rentang daerah radiasi yang relatif sempit hanya dapat mengakomodasi sedikit sekali puncak absorpsi maksimum dan minimum, karena itu identifikasi senyawa yang tidak diketahui, tidak memungkinkan.

Penggunaannya terbatas pada konfirmasi identitas dengan menggunakan parameter panjang gelombang puncak absorpsi maksimum,  $\lambda_{\text{maks}}$ , nilai absorptivitas,  $a$ , nilai absorptivitas molar,  $\epsilon$ , atau nilai ekstingsi,  $A_{1\%1 \text{ cm}}$ , yang spesifik untuk suatu senyawa yang dilarutkan dalam suatu pelarut dan pH tertentu (Satiadarma, 2004).

### *Analisis Kuantitatif*

Penggunaan utama spektrofotometri ultraviolet adalah dalam analisis kuantitatif. Apabila dalam alur spektrofotometer terdapat senyawa yang mengabsorpsi radiasi, akan terjadi pengurangan kekuatan radiasi yang mencapai detektor. Parameter kekuatan energi radiasi khas yang diabsorpsi oleh molekul adalah absorban (A) yang dalam batas konsentrasi rendah nilainya sebanding dengan banyaknya molekul yang mengabsorpsi radiasi dan merupakan dasar analisis kuantitatif. Penentuan kadar senyawa organik yang mempunyai gugus khromofor dan mengabsorpsi radiasi ultraviolet-sinar tampak, penggunaannya cukup luas. Konsentrasi kerja larutan analit umumnya 10 sampai 20 $\mu\text{g/ml}$ , tetapi untuk senyawa yang nilai absorptivitasnya besar dapat diukur pada konsentrasi yang lebih rendah. Senyawa yang tidak mengabsorpsi radiasi ultraviolet-sinar tampak dapat juga ditentukan dengan spektrofotometri ultraviolet-sinar tampak, apabila ada reaksi kimia yang dapat mengubahnya menjadi khromofor atau dapat disambungkan dengan suatu pereaksi khromofor (Satiadarma, 2004).

Analisis kuantitatif secara spektrofotometri dapat dilakukan dengan metode kurva kalibrasi, metode perbandingan (Holme, 1983) :

#### 1. Metode Kurva Kalibrasi

Analisis kuantitatif dengan metode regresi yaitu dengan menggunakan persamaan garis regresi yang didasarkan pada harga serapan dan konsentrasi standar yang dibuat dalam beberapa konsentrasi, paling sedikit menggunakan 5 rentang konsentrasi yang meningkat yang dapat memberikan serapan yang linier, kemudian diplot menghasilkan suatu kurva yang disebut dengan kurva



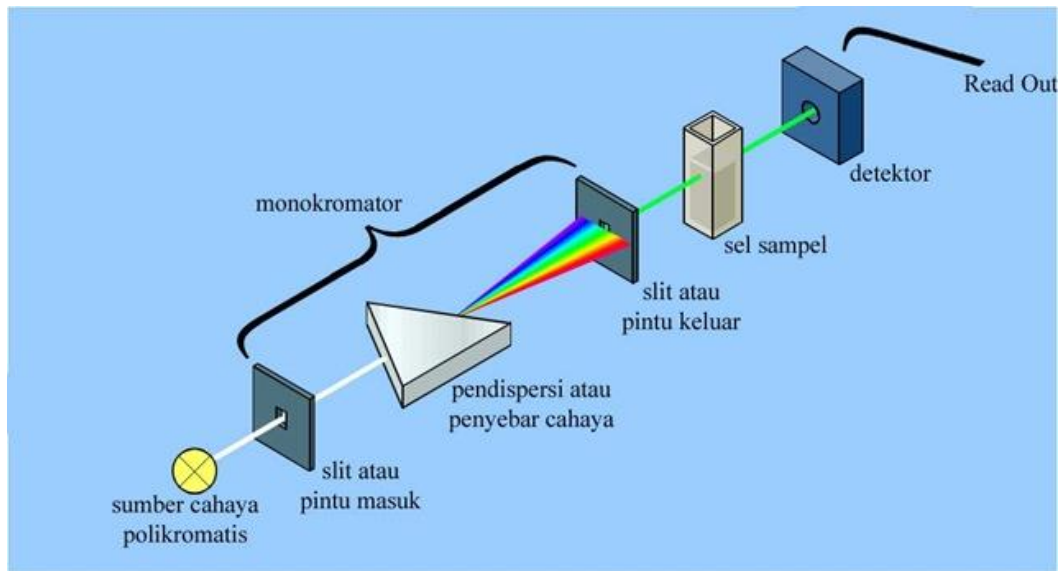
kalibrasi. Konsentrasi suatu sampel dapat dihitung berdasarkan kurva tersebut.

## 2. Metode Perbandingan

Analisis kuantitatif dengan cara ini dilakukan dengan membandingkan serapan standar yang konsentrasinya diketahui dengan serapan sampel. Konsentrasi sampel dapat dihitung melalui rumus perbandingan  $C = A_s \cdot C_b / A_b$  dimana  $A_s$  = serapan sampel,  $A_b$  = serapan standar,  $C_b$  = konsentrasi standar, dan  $C$  = Konsentrasi sampel.

### D. Instrumentasi Spektrofotometri UV-VIS

Menurut (Watson, 2009) instrumentasi untuk spektrofotometer umumnya terdiri dari beberapa komponen yaitu:



**Gambar 2. Instrumentasi Spektrofotometer UV-Vis (Watson, 2009)**

#### a. Sumber Cahaya

Lampu deuterium untuk daerah UV dari 190 sampai 350 nm dan lampu halogen kuartz atau lampu tungsten untuk daerah Visible dari 350 sampai 900 nm.

b. Monokromator

Digunakan untuk menghamburkan cahaya kedalam panjang gelombang unsur-unsurnya, yang diseleksi lebih lanjut dengan celah. Monokromator berotasi sehingga rentang panjang gelombang dilewatkan melalui sampel ketika instrumen tersebut memindai sepanjang spektrum.

c. Wadah Sampel (kuvet)

Kuvet terbuat dari kuarsa baik untuk spektroskopi ultra violet maupun untuk spektroskopi sinar tampak. Sampel yang berbentuk cair ditempatkan dalam kuvet yang terbuat dari gelas atau kuartz silica yang dilebur. Kuvet mempunyai ketebalan yang sangat beraneka ragam, kecil dari 1 mm sampai besar dari 10 cm.

d. Detektor

Detektor mempunyai kegunaan untuk mendeteksi sampel yang berperan mengubah energi sinar menjadi energi listrik. Untuk spektrofotometer detektor yang digunakan adalah photo sel atau suatu pelipat ganda photo yang mampu mengubah sinyal analitik radiasi elektromagnetik (foton) menjadi sinyal tegangan listrik. Energi listrik yang dihasilkan digunakan untuk menggerakkan jarum atau mengubah angka digital. Detektor fotolistrik yang paling sederhana adalah tabung foto, yaitu berupa tabung hampa udara.

e. Recorder

Sinyal listrik dari detektor biasanya diperkuat lalu direkam sebagai spektrum yang berbentuk puncak-puncak. Plot antara panjang gelombang dan absorbansi akan menghasilkan spektrum.

## **BAB III METODA PENELITIAN**

### **3.1 Waktu dan Tempat**

Penelitian ini telah dilaksanakan dari bulan Oktober sampai November 2018 di Laboratorium Kimia Farmasi STIFI Perintis Padang.

### **3.2 Metodologi Penelitian**

#### **3.2.1 Alat dan Bahan**

##### **a. Alat yang digunakan**

Oven, desikator, lumpang dan alu, cawan penguap, pipet ukur, corong, gelas ukur, timbangan analitik, pipet tetes, gelas piala, Erlenmeyer, labu ukur, batang pengaduk, karet hisap, botol semprot, penangas air, krus porselin, tanur dan Spektrofotometer UVmini 1240.

##### **b. Bahan yang digunakan.**

Sampel suplemen Tablet Effervescent dari 3 merek berbeda masing-masing ditandai CD, PT, dan CE baku kalsium dari Kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) p.a, etanol, mureksid, Natrium Hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl) p.a dan Aquadest.

#### **3.3.2 Pengambilan Sampel**

Sampel diambil dari 3 produk suplemen Tablet Effervescent yang beredar dipasar raya padang, kemudian sampel ditandai dengan CD, CE dan PT.

### **3.3.3. Pembuatan Reagen**

1. Larutan Mureksid 0,5 %

Timbang 50 mg Mureksid, larutkan dalam 10 mL Aquabidest, sehingga diperoleh larutan Mureksid dengan konsentrasi 0,5%

2. Natrium Hidroksida 0,1 N

Ditimbang 0,4 gram Natrium Hidroksida kemudian larutkan dalam aquadest 100 mL.

3. Asam Klorida 3N

Larutkan 48 mL asam klorida pekat dalam 20 mL Aquadest.

### **3.3.4 Penyiapan Larutan Sampel**

Timbang seksama kurang lebih 100 mg, larutkan dengan aquadest dalam labu ukur 100 mL.

### **3.3.5 Penentuan Kandungan Air (Sudarmadji, 1997)**

- a. Cawan porselin bersih dikeringkan dalam oven selama 1 jam pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$ .
- b. Dinginkan dalam desikator. setelah dingin, timbang.
- c. Masukkan masing-masing sampel ( sebanyak 2 g ) kedalam cawan porselin.
- d. Cawan porselin yang berisi sampel dimasukkan ke dalam oven pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$ .
- e. Setelah pemanasan 1 jam, keluarkan dari oven dan pindahkan ke dalam desikator 10-15 menit dan kemudian timbang.
- f. Pemanasan dilanjutkan sampai berat tetap

g. Kandungan air sampel diperoleh dengan menggunakan rumus:

Kandungan air :

$$\text{Air} = \frac{B_2 - B_3}{B_2 - B_1} \times 100\%$$

Dimana :  $B_1$  = Berat cawan penguap

$B_2$  = Berat cawan dengan sampel sebelum dikeringkan

$B_3$  = Berat cawan dengan sampel setelah dikeringkan

### **3.3.6 Analisa Kualitatif Kalsium (Vogel, 1985)**

- a. Sampel ditambahkan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  encer : terbentuk endapan putih  $\text{CaSO}_4$ .
- b. Sampel ditambahkan Amonium Karbonat : terbentuk endapan putih  $\text{CaCO}_3$ .

### **3.3.7 Analisa Kuantitatif Kalsium dengan Spektrofotometri UV- Visibel**

#### **3.3.7.1 Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Kalsium (Howardtz, 2002)**

Pembuatan larutan standar didahului dengan pembuatan larutan induk 1000 mg/L yang dibuat dengan melarutkan  $\text{CaCO}_3$  p.a sebanyak  $\pm 100$  mg, tambahkan HCl 3 N sedikit demi sedikit kemudian encerkan dengan aquadest sampai tanda batas dalam labu ukur 100 mL. Sehingga larutan ini memiliki konsentrasi 1000 ppm. Dari konsentrasi 1000 ppm kemudian diambil 1 mL dan diencerkan dalam labu takar dengan aquadest sampai batas volume 100 mL sehingga diperoleh konsentrasi baku kalsium 10 ppm. Tambahkan pengomplek mureksid sebanyak 1 mL dan 2 mL NaOH 0,1 N cukupkan sampai tanda batas. Kocok larutan sampai homogen kemudian ukur menggunakan Spektrofotometer

UV-Visibel dengan panjang gelombang 400 – 800 nm , dan diperoleh serapan maksimum 516 nm.

### **3.3.7.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi**

Dari larutan induk yang sudah diencerkan (10 ppm) ambil dengan memipet 2 mL; 4 mL; 6 mL; 8 mL dan 10 mL ditambahkan dengan aquadest ke dalam labu ukur 10 mL, sehingga diperoleh konsentrasi larutan 2 ; 4 ; 6 ; 8 ; dan 10 ppm. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan kedalam kuvet dan dibaca pada absorbannya dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 516 nm.

### **3.3.8 Validasi Metode Analisis**

#### **3.3.8.1 Linearitas**

Uji ini dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi standar dengan beberapa macam konsentrasi yaitu (10; 15; 20; 25; 30 dan 35 µg/mL) kemudian diukur absorbannya dengan spektrofotometer UV-Vis. Setelah itu didapatkan harga koefisien korelasi (r) (Rahman, 2009).

#### **3.3.8.2 Penentuan Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantitasi (BK)**

Uji ini dilakukan dengan mengukur konsentrasi standar yang paling rendah yang dapat terdeteksi absorbansinya. Dapat dihitung dengan rumus (Harmita, 2004):

$$BK = 10. SB/b$$

Ket : SB = Simpangan Baku

b = Koefisien Regresi

BK = Batas Kuantititasi (µg/mL)

LoQ dapat dihitung dengan rumus (Harmita, 2004):

$$BK = 10 \cdot SB/b$$

Ket : SB = Simpangan Baku

b = Koefisien Regresi

BK = Batas Kuantitas ( $\mu\text{g/mL}$ )

### **3.3.8.3 Presisi**

Metode uji presisi dilakukan secara reproductibilitas atau keterulangan, dilakukan dalam kondisi yang sama dalam interval waktu yang singkat, yaitu dengan mengukur larutan standar secara intraday dan interday dengan menggunakan 3 konsentrasi yang berbeda yaitu 2 ppm, 4 ppm, dan 6 ppm selama 3 hari dengan 3 kali pengulangan masing-masing konsentrasi per harinya. Kemudian data hasil absorbansi dihitung simpangan bakunya. Ketelitian dihitung dari harga Koefisien Variasi (KV) atau %RSD (Relative Standar Deviation) yang berdasarkan tingkat ketelitiannya tidak boleh melebihi 5% (Sumardi, 2002).

### **3.3.8.4 Penetapan Kadar Kalsium secara Spektrofotometer UV-Visible**

Sampel diambil 1 mL tambahkan aquadest secukupnya, tambahkan 1 mL larutan mureksid dan aquadest secukupnya serta 2 mL NaOH 0,1 N. Volume larutan dicukupkan sampai 25 mL dengan aquadest. Larutan dikocok sampai homogen kemudian dimasukkan ke dalam kuvet dan dibaca absorbannya dengan Spektrofotometer UV-Vis.

### **3.3.8.5 Akurasi**

Akurasi dinyatakan dengan penilaian % perolehan kembali (Recovery). Akurasi ditentukan dengan memasukkan sampel serbuk sebanyak 100 mg yang dilarutkan dengan Aquadest dalam labu ukur ad 100 mL, kemudian dipipet 1 mL

larutkan dengan sedikit aquadest, kemudian untuk penambahan standar 40%, 80% dan 120% masing – masing ditambahkan dengan cara memipet larutan induk 1000 ppm ke dalam 3 buah labu ukur 25 mL yang telah berisi larutan sampel. Tambahkan 1 mL mureksid dan 2 mL NaOH 0,1 N kemudian cukupkan dengan aquadest sampai tanda batas. Larutan dianalisis dengan Spektrofotometri UV. Absorban diukur sebanyak tiga kali pengulangan. Ketepatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (recovery) analit yang ditambahkan (Harmita, 2004; Gandjar dan Rohman, 2007).

$$\% R = \frac{CF - CS}{CA} \times 100 \%$$

Keterangan :

CF : Konsentrasi sampel yang diperoleh setelah penambahan larutan baku ( $\mu\text{g} / \text{mL}$ )

CS : Konsentrasi sampel sebelum penambahan larutan baku ( $\mu\text{g} / \text{mL}$ )

CA : Konsentrasi larutan baku yang ditambahkan ( $\mu\text{g} / \text{mL}$ )



## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Hasil

Berdasarkan prosedur yang telah dilakukan dalam penelitian, maka hasil yang didapatkan adalah sebagai berikut:

1. Hasil pemeriksaan kualitatif Kalsium Karbonat pada sampel CD, sampel PT, sampel CE memberikan reaksi positif. (Lampiran 7, Tabel II, Gambar 8 )
2. Kalsium Karbonat yang diukur menggunakan Spektrofotometer UV-Vis memberikan serapan optimum di daerah panjang gelombang 516 nm (Lampiran 8, Gambar 9)
3. Pembuatan kurva kalibrasi diperoleh dari hasil pengukuran absorban deretan larutan standar Kalsium Karbonat dengan Spektrofotometer UV-Vis (Lampiran 10, Tabel IV gambar 10) Dan didapatkan persamaan regresi  $y = 0,0025 + 0,0808 x$  dengan koefisien korelasi (  $r$  ) 0,99881 (Lampiran 10)
4. Dari data kurva kalibrasi diperoleh nilai simpangan baku (SB) adalah 0,011777 dan batas deteksi (BD) atau LOD 0,43726  $\mu\text{g/mL}$ , serta batas kuantitasi (BK) atau LOQ 1,4575  $\mu\text{g/mL}$  (Lampiran 11, Tabel V)
5. Hasil perhitungan kadar Kalsium sampel CD adalah 10,502 %, untuk sampel PT 11,165 % dan untuk sampel CE 11,297 % (Lampiran 14, Tabel VIII)

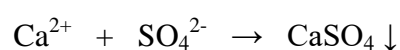
6. Hasil validasi metode analisis larutan standar Kalsium
  - a) Pada uji presisi secara *intraday* dan *interday* di dapatkan standar deviasi dan % koefisien variasi kurang dari 2 % untuk *Intraday* dengan konsentrasi 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm (Lampiran 12, Tabel VI). Begitu juga *interday* pada konsentrasi 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm (Lampiran 13, Tabel VII).
  - b) Pada uji akurasi diperoleh % perolehan kembali antara 91 % - 115 %. (Lampiran 15, Tabel IX)

#### **4.2 Pembahasan**

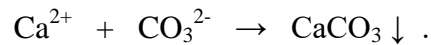
Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah suplemen kalsium tablet effervescent tiga merek CD, PT dan CE. Sampel ini dipilih karena kalsium merupakan mineral yang paling banyak dibutuhkan didalam tubuh, salah satu sumber kalsium dalam bentuk kemasan yang sering dijumpai dipasaran berupa tablet effervescent. Disamping pemenuhan kebutuhan mineral tubuh, kalsium juga memiliki peranan penting untuk pembentukan tulang. Tulang manusia mengalami turning over, yaitu peluruhan dan pembentukan secara berkesinambungan. Pada saat usia muda pembentukan tulang berlangsung intensif dibandingkan resorpsinya. Sementara pada usia tua, resorpsi berlangsung lebih cepat dibandingkan formasinya. Demi mencegah keropos tulang, dibutuhkan keteraturan konsumsi kalsium sejak dini hingga usia lanjut (Lalang,2004). Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah suplemen multivitamin. Kalsium tablet effervescent yang banyak ditemukan dipasaran dari 3 macam sampel yaitu CD,

PT dan CE. Penentuan kadar kalsium CD, PT dan CE dilakukan dengan menggunakan metode spektrofotometer UV-Vis yang diawali dengan menimbang satu persatu tablet sampel kemudian hitung berat rata-ratanya sesuai dengan Farmakope edisi 3, dengan hasil masing-masing sampel memenuhi syarat keseragaman bobot yaitu tidak terdapat bobot yang menyimpang dari bobot rata-rata lebih besar dari harga yang ditetapkan kolom A 5%, dan tidak satu tablet pun yang menyimpang lebih besar dari bobot rata-rata lebih dari harga yang ditetapkan kolom B 10%.

Preparasi sampel dilakukan dengan menimbang sampel yang telah digerus sebanyak 100 mg kemudian dilarutkan dalam 100 mL aquadest. Aquadest digunakan sebagai pelarut sampel karena bentuk sediaan tablet effervescent yang memang dirancang mudah pecah dan larut dalam air maupun aquadest. Masing-masing sampel ditentukan kadar air sampel dengan mengeringkan sampel dalam cawan penguap menggunakan oven, dengan hasil sampel CD 19,17% , PT 12,55% dan sampel CE 6,54%. Preparat sampel selanjutnya digunakan uji kualitatif untuk melihat adanya kandungan kalsium didalamnya. Untuk melihat ada atau tidaknya kandungan kalsium diambil beberapa tetes larutan sampel kedalam tabung reaksi kemudian ditambahkan reagen pereaksi yaitu Asam sulfat encer dan Amonium karbonat , pada sampel CD, PT dan CE dengan penambahan kedua reagen tersebut memberikan hasil yang positif membentuk endapan putih dan endapan amorf putih. Dengan reagen Asam Sulfat encer menghasilkan endapan putih Kalsium sulfat dengan Reaksi sebagai berikut :

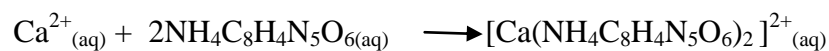


Dengan Reagen Amonium Karbonat terbentuk endapan amorf putih Kalsium Karbonat, dengan Reaksi sebagai berikut :



Kemudian serbuk sampel yang dilarutkan dinetralkan dengan NaOH 0,1N agar dapat membentuk kompleks dengan mureksid, karena mureksid bekerja pada pH basa. Selanjutnya, kompleks kalsium mureksid yang telah terbentuk dalam sampel tersebut diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran dilakukan secara triplo agar mendapat hasil yang presisi. Hasil pengukuran sampel yang didapatkan selanjutnya digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel dan kadar kalsium yang terukur dari sampel.

Hal pertama yang perlu dilakukan dalam pengukuran kalsium adalah penentuan panjang gelombang serapan maksimum. Hal ini penting untuk menentukan tingkat kepekaan suatu pengukuran. Penentuan panjang gelombang ditentukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis . Panjang gelombang maksimum ditunjukkan oleh panjang gelombang yang memiliki absorbansi terbesar. Panjang gelombang pada penelitian ini ditentukan dari kompleks kalsium mureksid. Reaksi dapat dilihat dari reaksi berikut



Penentuan panjang gelombang maksimum kalsium dilakukan pada rentang panjang gelombang 400-800 nm. Hasil menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum menunjukkan kompleks terdapat pada panjang gelombang 516 nm. Hal ini karena kompleks kalsium mureksid menunjukkan warna ungu kemerahan yang menyerap pada panjang gelombang tersebut.

Sementara itu kurva kalibrasi dari pengukuran kompleks kalsium pada panjang gelombang maksimum dengan variasi konsentrasi larutan baku kalsium 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm. Variasi konsentrasi larutan baku menunjukkan warna kompleks yang dihasilkan juga berbeda, semakin besar konsentrasi larutan kalsium semakin pekat warna kompleks kalsium mureksid. Selanjutnya serapan kompleks kalsium mureksid yang telah terbentuk tersebut ditentukan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis.

Maka dibuat kurva kalibrasi dengan sumbu x adalah konsentrasi kalsium ( $\mu\text{g/mL}$ ), dan sumbu y adalah absorban. Kurva kalibrasi yang terbentuk memiliki persamaan regresi  $y = 0,0025 + 0,0808x$  dengan nilai koefisien relasi ( $r$ ) = 0,9981. Koefisien relasi sebesar 0,9981 menunjukkan adanya korelasi yang erat antara konsentrasi dan absorban.

Dalam penelitian kali ini juga dilakukan validasi metoda analisis kalsium dalam tablet kalsium effervescent CD, PT dan CE dilakukan terhadap parameter diantaranya :

Linearitas merupakan suatu metoda analisis yang harus diuji untuk mengetahui adanya hubungan linear antara kadar zat dengan respon detector (Harahap, 2010). Berdasarkan perhitungan statistic regresi linear kurva kalibrasi diperoleh persamaan regresi linear :  $y = 0,0025 + 0,0808x$  dandan koefisien relasi ( $r$ ) = 0,9981. Koefisien relasi menunjukkan hasil yang linear, karena memenuhi kriteria penerimaan yaitu  $0,99 \leq r \leq 1$  , sehingga penggunaan metode tersebut dapat digunakan untuk analisis dengan hasil yang baik (Pryambodo, 2007).

Batas deteksi (BD) adalah kadar senyawa terkecil yang dapat dianalisis yang memberikan respon signifikan. Sedangkan batas kuantitasi (BK) adalah

jumlah senyawa terkecil yang dianalisis. Dari hasil pengujian diperoleh batas deteksi pada konsentrasi 0,43726  $\mu\text{g/mL}$  dan batas kuantitasi pada konsentrasi 1,4575  $\mu\text{g/mL}$ . Penentu nilai batas deteksi dan kuantitasi sangat tergantung pada nilai  $b$  (kemiringan garis), dimana hubungan linear yang ideal dicapai jika nilai  $r = 1$  atau  $r = -1$  tergantung pada arah garis. Metode analisis dikatakan kurang sensitive apabila  $b$  bernilai negatif sehingga memberikan BD dan BK yang lebih besar (Ibrahim, 1997). Hasil yang didapat  $b$  bernilai positif yaitu 0,0808 menuju nilai BD dan BK signifikan.

Uji presisi dilakukan dengan mengukur presisi larutan standard kalsium 2 ppm, 4 ppm, dan 6 ppm. Presisi dilakukan intraday, pada konsentrasi 2 ppm nilai KV = 1,224 %. Pada uji presisi ini masing-masing konsentrasi diukur absorbannya secara intraday. Selanjutnya dihitung koefisien variasi (KV) Presisi intraday memenuhi kriteria uji presisi yang dipersyaratkan yakni dalam kriteria teliti dengan nilai  $KV \leq 2\%$ .

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen akurasi (nilai % perolehan kembali). Disini akurasi dilakukan pada sampel CD, PT dan CE dengan penambahan larutan kalsium 1000 ppm sebanyak 40% sebanyak 1,11 mL, 80% sebanyak 2,23 mL dan 120% sebanyak 3,34 mL ke dalam sampel. Persentase yang ditambahkan tersebut tergantung dari kadar sampel yang didapat sebelumnya. Selanjutnya dari masing-masing persen penambahan larutan kalsium 1000 ppm dilakukan tiga kali pengulangan. Dari hasil yang dilakukan tiga kali pengulangan. Dari hasil yang dilakukan diperoleh % perolehan kembali kalsium dengan penambahan larutan baku 40% yaitu 115%, pada persentase 80%

yaitu 92% dan pada persentase 120% yaitu 91%. Dari data yang diperoleh maka didapatkan hasil yang memenuhi syarat dimana persyaratan untuk % perolehan kembali adalah 80 – 120% (Carr dan Wahlich, 1990).

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa

1. Kadar kalsium paling tinggi yang ditemukan dalam 100 mg sampel yang diambil dari ketiga tablet Effervescent yakni pada PT = 121,6 mg kemudian CE = 112,9 mg dan CD = 105,02 mg.
2. Validasi metode analisis untuk penetapan kadar kalsium suplemen tablet Effervescent untuk sampel PT, CE dan CD dengan metode spektrofotometri UV-Vis memenuhi kriteria linearitas, batas deteksi, batas kuantitasi, presisi dan akurasi.

#### **5.2 Saran**

Diharapkan pada peneliti selanjutnya untuk dapat meneliti dengan menggunakan sampel yang berbeda dan lebih bervariasi untuk memperbanyak data tentang kandungan kalsium dalam sediaan tablet maupun bentuk lainnya dengan metoda yang sama.



## DAFTAR PUSTAKA

- Almatsier, S, 2001, *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*, Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- AOAC, 2002, *Official Methode of Analysis of AOAC International*, AOAC Internasional.
- Attay, N. Z dan Varnali, T, 2002. *A Semi Empirical Study on Metal Ion/Mureksid Complexation*. Turk.J. Chen. 26 : 303 – 309.
- Baron, D. 1995 N, *Kapita Selekt Patologi Klinik*, Edisi 4 . Buku Kedokteran EGC, Jakarta.
- Carr, G. P., dan Wahlich, J. C., 1990, A Practical Approach to Method Validation in Pharmaceutical and Analysis. *Journal of Pharmaceutical Biomedical Analysis*, Vol 8, hal. 613-626.
- Clarke, E.G.C., 1986, *Isolation and Identification Of Drug*. (2<sup>nd</sup> edition). The Pharmaceutical Press, London.
- Dachriyanus, 2004, *Analisis Struktur Senyawa Secara Spektroskopi*. Andalas University Press, Padang.
- Day, Jr A. R dan A. L, Underwood. 1996. *Analisa Kimia Kuantitatif* , Edisi Kelima. Erlangga, Jakarta.
- Day, Jr A. R dan A. L, Underwood. 1999. *Analisa Kimia Kuantitatif* , Edisi Keenam. Erlangga, Jakarta.
- Day, Jr A. R dan A. L, Underwood. 2002. *Analisa Kimia Kuantitatif* , Edisi Keenam. Erlangga, Jakarta.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995, *Farmakope Indonesia*. Edisi Ketiga. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995, *Farmakope Indonesia*. Edisi Keempat. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan, 1995, *Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 722/Menkes/per/IX/1988 tentang Bahan Tambahan Makanan*. Dirjen POM, Jakarta.
- Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan, 1995, *Farmakope Indonesia*, Edisi Keempat. Halaman 611-613. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.

- Ganiswara S. G, 1995, *Farmakologi dan Terapi, Edisi keempat*, Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia, Jakarta.
- Gobinathan P, Murali PV, and Panneerselvam R. 2009. *Interactive Effects of Calcium Chloride on Salinity-Induced Proline Metabolism in Pennisetum typhoides*. *Advances in Biologicak Research* 3(5-6): 168-173
- Gandjar, I. G., & Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar : Yogyakarta.
- Harahap, Y., 2010, *Sample Preparation*, Departemen Farmasi UI: Jakarta
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3), 117-135.
- Harmita. 2006. *Analisa Fisikomia*. UI Press, Jakarta.
- Howardtz, W. 2002. *Official Methods of Analysis of AOAC Interational*, 17<sup>th</sup> Ed. Volume II, Gairtherburg Maryland.
- ICH, 1997, Guidance for Industry, Q2B; *Validation of Analytical Procedures: Methodology USA*: International Conference on Harmonisation.
- Ibrahim, S, 1997, *Penggunaan Statistik dalam Validasi Metode Analitik dan Penerapannya*, Prosiding : Temu Ilmiah Nasional Bidang Farmasi, ITB, Bandung.
- Jobsheet, 2012, *Penuntun Praktikum Kimia Analitik Instrument*. Pliteknik Negeri Sriwijaya. Palembang.
- Kardiana, opras. 2012, *Faktor Risiko Osteoporosis pada Wanita Pascamenopause*, <http://lib.unnes.ac.id/18246/1/6450406032.pdf> (11 Juni 2014).
- Kartasapoetra, G dan Marsetyo, 1991, *Ilmu Gizi*, Cetakan Pertama, Rineka Cipta, Jakarta.
- Kazakevich, Y., dan LoBrutto. 2007, *Method Validation*. In: LoBrutto, R., dan T. Patel., Editors. *HPLC for Pharmaceutical Scientists*. Hal. 455. Jhon Wiley & Sons, Inc, New Jersey.
- Khopkar, S. M, 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Halaman 26-217. Penerjemah A. Saptoraharjo. Cetakan Pertama. Penerbit Universitas Indonesia. Halaman Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta.
- Masnidar S. 2009. *Penuhi Kebutuhan Kalsium Setiap Hari*, Erlangga: Jakarta.

- Mohrig, N, 1979, *Laboratory Experiments In Organic Chemistry*. Third Edition.: D. Van Nostrand Company, New York.
- Nieves JW. 2005. *Osteoporosis: the role of micronutrient*. The American Journal of Clinical Nutrition 81: 1232-1239.
- Pavia, Lampman, Kriz, Angel, 1995, *Introduction to Organic Laboratory Techniques A Microscale Approach*. Second Edition. Saunders College Publish.
- Pramudio, R, 1996, *Ilmu Penyakit Dalam*, Edisi Ketiga, FKUI, Jakarta.
- Priyambono, B, 2007, *Management Farmasi Industri*, Global Pustaka Utama: Yogyakarta.
- Rakte, AS., and Nanjwade, BK. (2014). *Development and Characterization of Novel Enzymes*. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. 3(3): 1600-1620.
- Rahman, A. 2009. *Kromatografi Untuk Analisis Obat*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Roth, J. H., 1998, *Analisis Farmasi*, Penerjemah: Kisman, dkk. Cetakan Ketiga.. UGM Press. Halaman 355-357, Yogyakarta.
- Lachman, L., Lieberman, H.A., Kanig, J. L. 1994. *Teori dan Praktek Industri Farmasi II*, Edisi III, diterjemahkan oleh Siti Suyatmi dan Iis Aisyah. Universitas Indonesia Press, Jakarta
- Sandrasari, DA., dan Zaenal, A. (2006). *Penentuan Konsentrasi Natrium Bikarbonat dan Asam Sitrat pada Pembuatan Serbuk Minuman Anggur Berkarbonasi (Effervescent)*. *Teknologi Industri Pertanian*. 21(2): 113-117.
- Satiadarma, K., 2004, *Azas Pengembangan Prosedur Analisis*, Edisi Pertama. Cetakan Pertama. Halaman 378-388. Airlangga University Press, Surabaya.
- Satio, C dan A. P Atmoko, 1985, *Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, Edisi Kelima, EGC, Jakarta.
- Soback D, Marcus D, Bikle D. 2001, *Metabolic Bone disease*. Dalam: Greenspan FS, Gardner DG, penyunting. *Basic and clinical endocrinology*. Edisi ke-7. New York: Lange Medical Books/McGraw-Hill. h.295-361
- Stahl, E., 1985, *Analisis Obat Secara Kromatografi dan Mikroskopi*. Penerbit ITB, Bandung.

- Setiawan, I (Ed.), 1997, *Fisiologi Kedokteran*, Buku Kedokteran, EGC, Jakarta.
- Siregar C dan W Saleh. 2008. *Teknologi Farmasi Sediaan Tablet Dasar-Dasar Praktis*. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta. Hal 267 – 292.
- Syafei. 1989. *Kimia untuk Universitas*. Erlangga: Jakarta
- Sumardi, 2002, *Validasi Metode Pengujian*, Pusat Standardisasi dan Akreditasi Sekretariat Jendral Departemen Pertanian: Jakarta.
- Sumardi, 2002, *Validasi Metode Pengujian*, Pusat Standardisasi dan Akreditasi Sekretariat Jendral Departemen Pertanian: Jakarta.
- Tjay T. H dan Rahardja. 2002, *Obat-obat Penting*, Edisi Kelima, Cetakan Kedua, Elex Media Komputindo, Jakarta.
- Vogel, 1994, *Buku Ajar Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Penerbit Buku Kedokteran, Jakarta.
- Vogel, A, 1985, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi Mikro*, Edisi Kelima, Kolman Media Pustaka, Jakarta.
- Watson, D. G, 2009. *Analisis Farmasi*, Edisi 2, Penerbit Buku Kedokteran EGC : Jakarta.
- Winarno, F. G, 2004, *Kimia Pangan dan Gizi*, Gramedia Pustaka Utama, Jakarta
- Wiranti, et al. 2011. *Validasi Penetapan Kadar Kalsium dalam Sediaan Tablet Multivitamin secara Spektrofotometri UV-Visibel*. Vol.6 No.01. Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto, Purwokerto.
- Wiranti, et al. 2007. *Validasi Penetapan Kadar Kalsium dalam Sediaan Tablet Multivitamin dengan Metode Spektrofotometri Ultra Violet Visibel*. Vol.5 No.03. Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto, Purwokerto.

## Lampiran 1. Sampel Tablet Effervescent

Sampel CD



Sampel PT

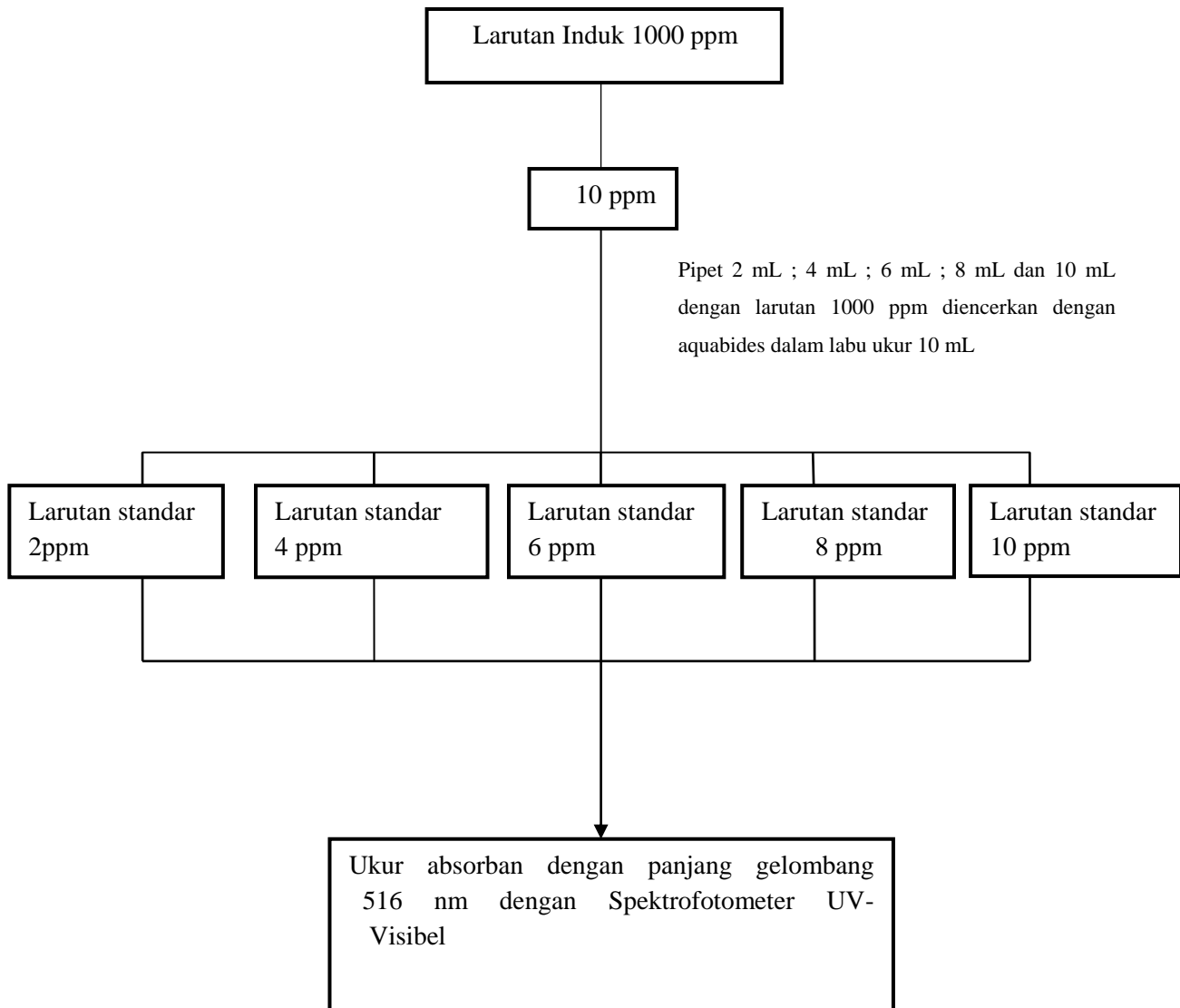


Sampel CE



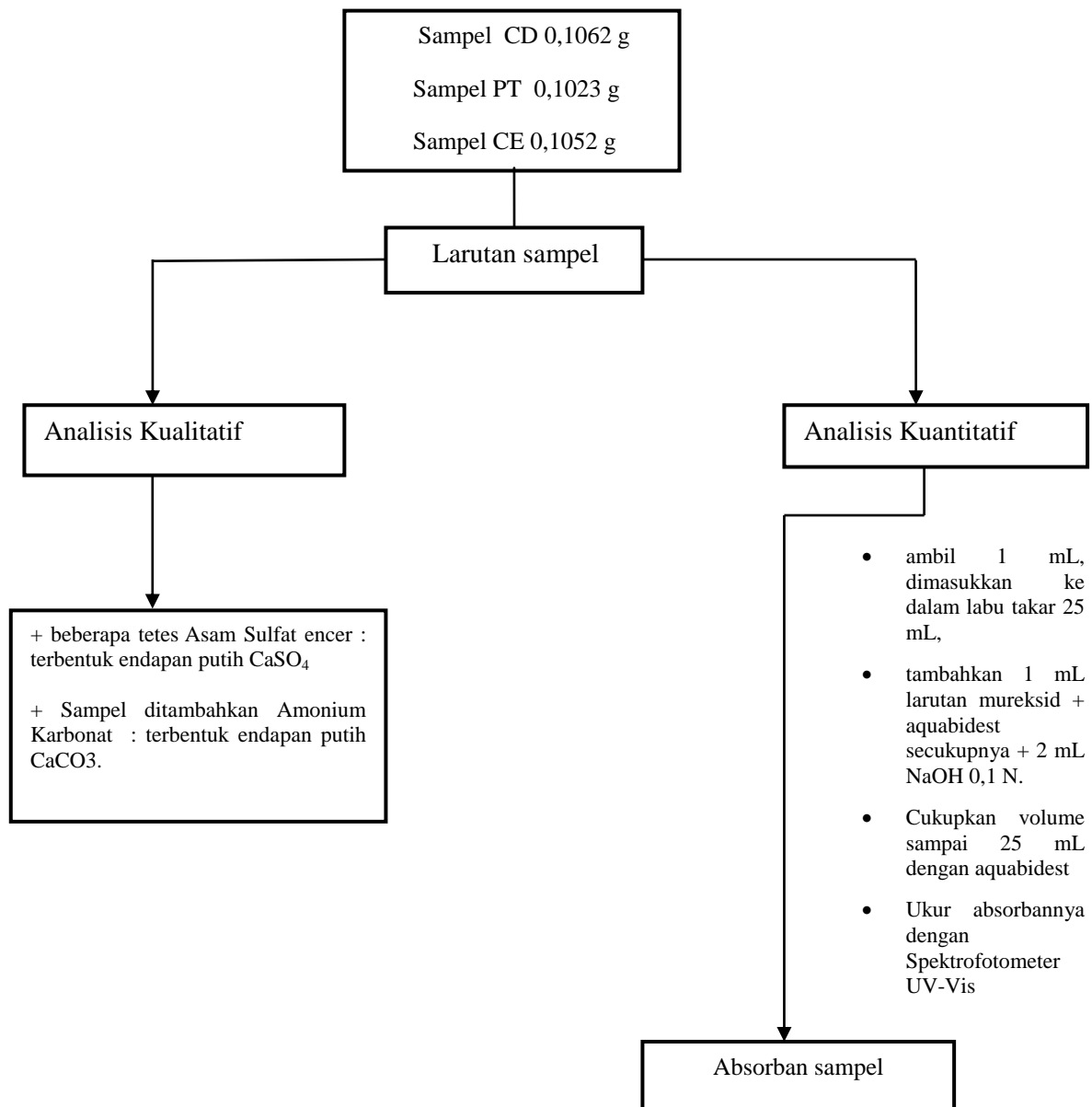
**Gambar 3. Sampel Tablet Effervescent**

## Lampiran 2. Skema Pembuatan Larutan Standar Kalsium



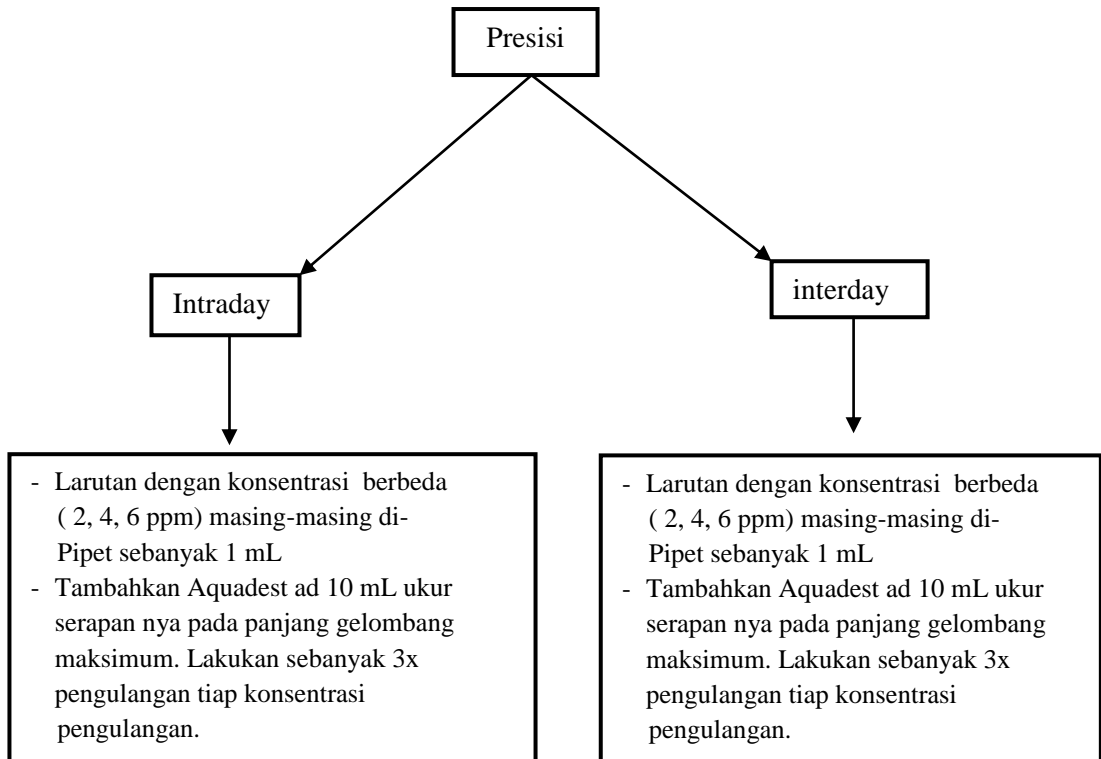
Gambar 4. Skema Pembuatan Larutan Standar Kalsium

### Lampiran 3. Skema Kerja Kalsium pada Suplemen Tablet Effervescent



Gambar 5. Skema Kerja Kalsium pada Suplemen Tablet Effervescent

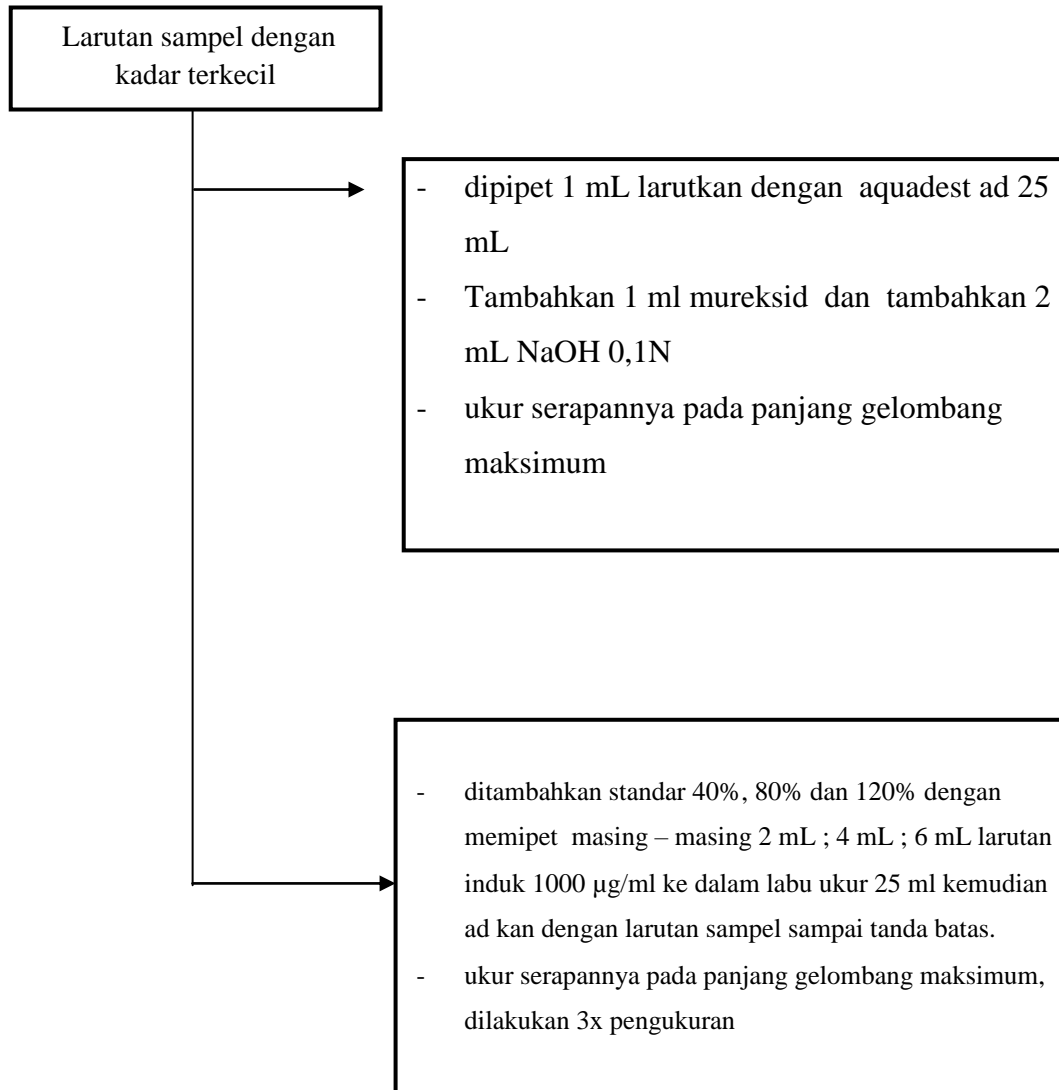
#### Lampiran 4. Skema Uji Presisi



Gambar 6. Skema Uji Presisi



## Lampiran 5. Skema Uji Akurasi



**Gambar 7. Skema Uji Akurasi**

## Lampiran 6. Penentuan Kandungan Air Sampel

**Tabel I. Penentuan Kandungan Air Sampel**

Nama sampel	Berat krus kosong + tutup (g) [B <sub>1</sub> ]	Berat krus + sampel sebelum dioven (g) [B <sub>2</sub> ]	Berat krus + sampel setelah dioven (g) [B <sub>3</sub> ]	(%)
CD	82,2016	84,1985	83,8158	19,17 %
PT	71,4892	73,4915	73,2401	12,55 %
CE	71,4892	73,4935	73,3623	6,54 %

Contoh Perhitungan :

Sampel CD :

$$\text{Air} = \frac{B_2 - B_3}{B_2 - B_1} \times 100\%$$

$$= \frac{84,1985 \text{ g} - 83,8158 \text{ g}}{84,1985 \text{ g} - 82,2016 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 19,17\%$$

Keterangan :

(B<sub>1</sub>) Berat cawan penguap

(B<sub>2</sub>) Berat cawan + sampel sebelum dikeringkan

(B<sub>3</sub>) Berat cawan + sampel setelah dikeringkan

## Lampiran 7. Hasil Pemeriksaan Uji Kualitatif Pada Sampel

Tabel II. Pemeriksaan Uji Kualitatif Pada Sampel

<b>Sampel</b> \ <b>+pereaksi</b>	<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	<b>NH<sub>4</sub>CO<sub>3</sub></b>
<b>Sampel CD</b>	Endapan Putih (+)	Endapan putih (+)
<b>Sampel PT</b>	Endapan Putih (+)	Endapan Putih (+)
<b>Sampel CE</b>	Endapan Putih (+)	Endapan Putih (+)

Sampel dengan pereaksi Asam Sulfat encer

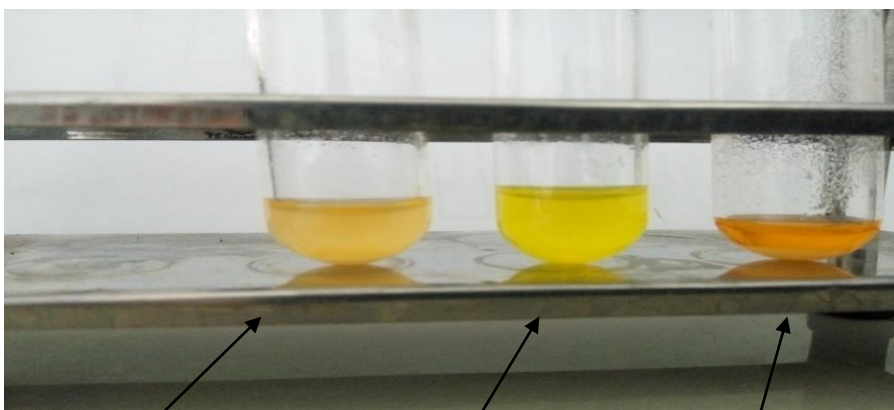


a. Sampel PT

b. Sampel CD

c. Sampel CE

Sampel dengan pereaksi Amonium Carbonat



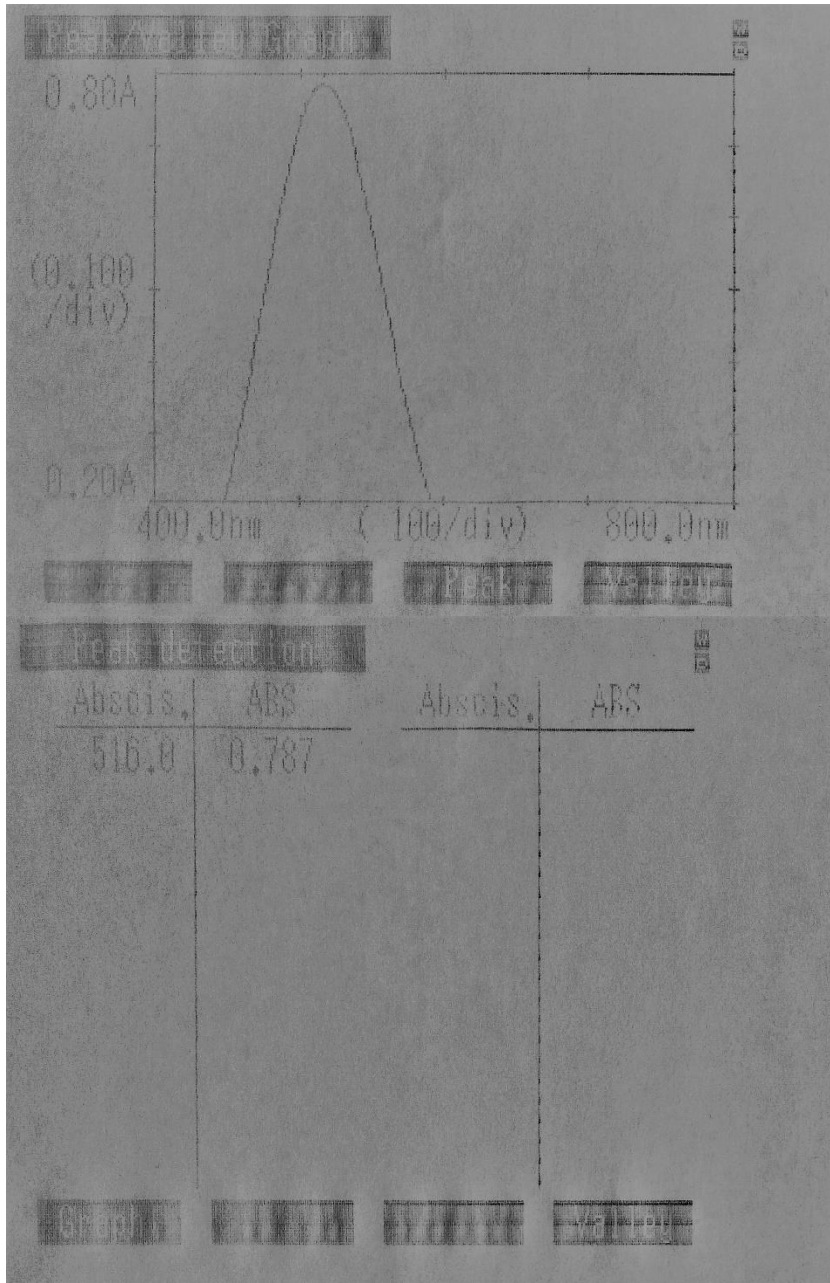
a. Sampel CE

b. Sampel CD

c. Sampel PT

**Gambar 8. Hasil Uji Kulitatif Kalsium dengan pereaksi Asam Sulfat encer dan Amonium Karbonat**

**Lampiran 8. Spektrum Serapan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Kompleks Kalsium Karbonat**

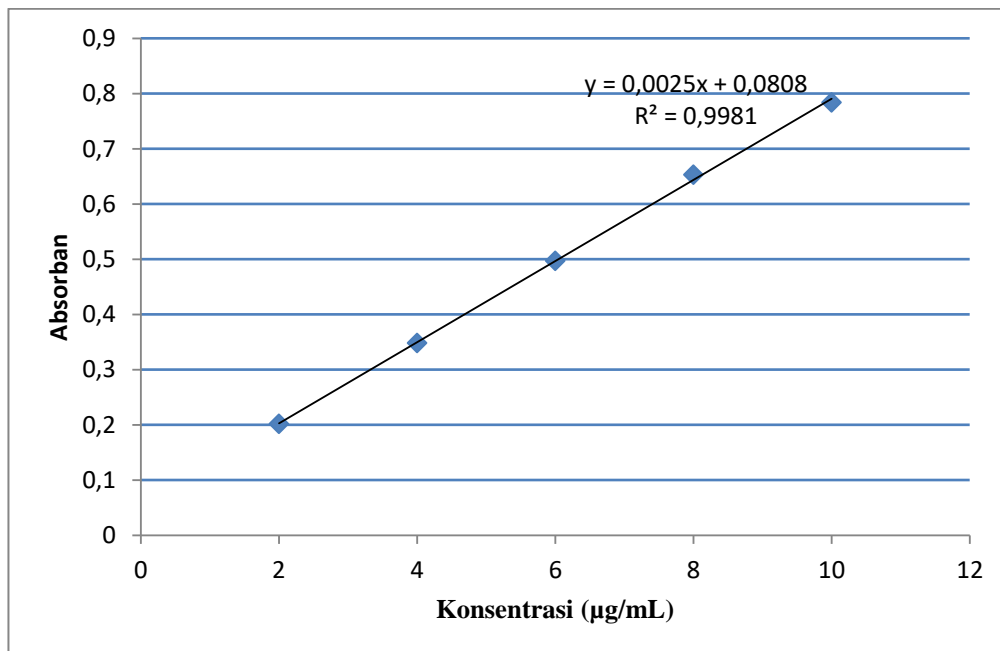


**Gambar 9. Spektrum Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Kalsium Karbonat**

**Lampiran 9. Hasil Pengukuran Absorban Larutan Standar Kalsium Karbonat**

**Tabel III. Hasil Pengukuran Absorban Larutan Standar Kalsium Karbonat**

Konsentrasi ( $\mu\text{g/mL}$ )	Absorban
2	0,202
4	0,348
6	0,497
8	0,653
10	0,784



**Gambar 10. Kurva Kalibrasi Kalsium Karbonat**

**Lampiran 10. Analisa Perhitungan Kalibrasi Larutan Kalsium Karbonat  
Pada Panjang Gelombang 516 nm**

**Tabel IV. Hasil Perhitungan Kalibrasi Larutan Kalsium Karbonat pada  
Panjang Gelombang 516 nm**

No	X	Y	X <sup>2</sup>	Y <sup>2</sup>	X. Y
1	2	0,202	4	0,040804	0,404
2	4	0,348	16	0,121104	1,392
3	6	0,497	36	0,247009	2,982
4	8	0,653	64	0,426409	5,224
5	10	0,784	100	0,614656	7,84
	$\Sigma x = 6$	$\Sigma y = 0,4968$	$\Sigma x^2 = 44$	$\Sigma y^2 =$ 0,30912899964	$\Sigma x.y = 3,5684$

Keterangan :

x = Konsentrasi Kalsium Karbonat ( $\mu\text{g/mL}$ )

y = Serapan pada panjang gelombang 516 nm

Persamaan regresi:  $y = a + bx$

Dimana: y = Serapan

x = Kadar

## Lampiran 10. (lanjutan)

### a. Koefisien Korelasi (r)

$$\begin{aligned} r &= \frac{n\sum xy - \sum x \cdot \sum y}{\sqrt{\{(n\sum x^2) - (\sum x)^2\}\{(n\sum y^2) - (\sum y)^2\}}} \\ &= \frac{5 \times 3,5684 - 6 \times 0,4968}{\sqrt{\{(5 \times 44) - (6)^2\}\{(5 \times 0,2899964) - (0,4968)^2\}}} \\ &= \frac{17,842 - 2,9808}{\sqrt{\{(220 - 36)\}\{(1,449982 - 0,24681024)\}}} \\ &= \frac{14,8612}{\sqrt{184 \times 1.20317176}} \\ &= \frac{14,8612}{\sqrt{221,3837}} \\ &= \frac{14,8612}{14,8789} \\ &= 0,9981 \end{aligned}$$

### b. Koefisien Regresi (b)

$$\begin{aligned} b &= \frac{n\sum xy - \sum x \cdot \sum y}{n\sum x^2 - (\sum x)^2} \\ &= \frac{5 \times 3,5684 - 6 \times 0,4968}{5 \times 44 - (6)^2} \\ &= \frac{17,842 - 2,9808}{220 - 36} \\ &= \frac{14,8612}{184} = 0,0808 \end{aligned}$$

**Lampiran 10. (Lanjutan)**

**C. Konstanta (a)**

$$\begin{aligned} a &= \frac{\sum y - \sum x^2 - \sum x \cdot \sum xy}{n \sum x^2 - (\sum x)^2} \\ &= \frac{(0,4968 \times 44) - (6 \times 3,5684)}{5(44) - (6)^2} \\ &= \frac{21,8592 - 21,4104}{220 - 36} \\ &= 0,0025 \end{aligned}$$

Jadi persamaan regresi kurva kalibrasi larutan Kalsium Karbonat adalah :

$$y = a + bx$$

$$y = 0,0025 + 0,0808 x$$

Keterangan :

Dimana:

a + b = Koefisien Regresi

x = Kadar

y = Absorban



**Lampiran 11. Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)  
Kalsium karbonat**

**Tabel V. Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi**

X	Y	Yi	Y-yi	(Y-yi) <sup>2</sup>
2	0,202	0,164	0,038	0,001444
4	0,348	0,325	0,023	0,000529
6	0,497	0,487	0,01	0,0001
8	0,653	0,648	0,005	0,000025
10	0,784	0,810	0,026	0,000676
				Σ = 0,0005548

Contoh perhitungan :

Persamaan regresi  $y = a + bx$

$$Y_i = 0,0025 + 0,0808 x$$

$$Y_i = 0,0025 + 0,0808 \cdot 2$$

$$Y_i = 0,164$$

## Lampiran 11. (Lanjutan)

### a. Simpangan Baku

$$= \sqrt{\frac{\sum(y-y_i)^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,0005548}{5-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,0005548}{4}}$$

$$= \sqrt{0,0001387}$$

$$= 0,011777$$

### b. Batas Deteksi

$$BD = \frac{3 SB}{b}$$

$$= \frac{3 \times 0,011777}{0,0808}$$

$$= 0,43726 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

### c. Batas Kuantisasi

$$BK = \frac{10 SB}{b}$$

$$= \frac{10 \times 0,011777}{0,0808}$$

$$= 1,4575 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

Ket : b = Koefisien Regresi

BK = Batas Kuantitasi ( $\mu\text{g/mL}$ )

$Y_i$  = Serapan dari daerah larutan standard

$\hat{Y}_i$  = Serapan yang ditentukan dari persamaan regresi

SB = Simpangan Baku

KV = Koefisien Variasi

**Lampiran 12. Penentuan Uji Presisi Larutan Standar Kalsium Karbonat  
Intraday**

**Tabel VI. Penentuan Uji Presisi Larutan Standar Kalsium Karbonat  
Intraday**

Pengulangan	Kosentrasi ( $\mu\text{g/ml}$ )	Absorban	$X_i$	$(X_i - \bar{X}_i)^2$	Standar Deviasi	% Koefisien variasi
1.	2	0,290	3,5581	0,0074995	0,0446210	1,224 %
2	2	0,299	3,6695	0,0006150		
3	2	0,302	3,7066	0,0038316		
		$\bar{y}=0,297$	$\bar{X}_i=3,6447$	$\Sigma=0,003982$		
1.	4	0,353	4,3378	0,00061	0,0311729	0,714 %
2.	4	0,360	4,4245	0,003844		
3.	4	0,352	4,3254	0,001376		
		$\bar{y}=0,355$	$\bar{X}_i =4,3625$	$\Sigma=0,001943$		
1.	6	0,546	6,7264	0,0001437	0,00713042	0,106 %
2.	6	0,544	6,7017	0,0001512		
3.	6	0,545	6,7141	0,00000001		
		$\bar{y}=0,545$	$\bar{X}_i=6,7140$	$\Sigma=0,000101$ 68		

Contoh perhitungan :

a. Persamaan regresi untuk  $2\mu\text{g/ml}$

$$y = a + bx$$

$$y = 0,0025 + 0,0808x$$

$$0,290 = 0,0025 + 0,0808 x$$

$$X_i = 3,5581$$

## Lampiran 12. (Lanjutan)

### b. Standar Deviasi (SD)

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-x_i)^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,00398207}{3-1}}$$

$$= 0,044621$$

### c. Koefisien Variasi (KV)

$$KV = \frac{SD}{\bar{X}_i} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,044621}{3,6447} \times 100\%$$

$$= 1,224 \%$$

**Lampiran 13. Penentuan Uji Presisi Larutan Standar Kalsium Karbonat Interday**

**Tabel VII. Penentuan Uji Presisi Larutan Standar Kalsium Karbonat Interday**

Konsentrasi (µg/ml)	Hari ke	Pengulangan	Absorban	Xi	(Xi- $\bar{X}_i$ ) <sup>2</sup>	Standar Deviasi	% Koefisien Variasi	
2	I	1	0,290	3,5581	0,007499	0,04462	1,224 %	
		2	0,299	3,6695	0,000615			
		3	0,302	3,7066	0,003831			
				$\bar{y}=0,297$	$\bar{X}_i=3,6447$	$\Sigma=0,003982$		
	II	1	0,323	3,9665	0,000272	0,0165	0,417 %	
		2	0,319	3,9170	0,00189			
		3	0,323	3,9665	0,000272			
				$\bar{y}=0,321$	$\bar{X}_i=3,95$	$\Sigma=0,000512$		
	III	1	0,303	3,7190	0,0001512	0,0189	0,506 %	
		2	0,302	3,7066	0,00061009			
		3	0,307	3,7685	0,0013834			
				$\bar{y}=0,304$	$\bar{X}_i=3,7313$	$\Sigma=0,000672$		
4	I	1	0353	4,3378	0,00061009	0,03117	0,714 %	
		2	0,360	4,4245	0,003844			
		3	0,352	4,3254	0,001376			
				$\bar{y}=0,355$	$\bar{X}_i=4,3625$	$\Sigma=0,001943$		
	II	1	0,378	4,6472	0,0000168	0,0109	0,410 %	
		2	0,379	4,6596	0,0002722			
		3	0,376	4,6225	0,0004243			
				$\bar{y}=0,377$	$\bar{X}_i=4,6431$	$\Sigma=0,0002378$		
	III	1	0,345	4,2388	0,0001537	0,00712	0,168 %	
		2	0,344	4,2264	-			
		3	0,343	4,2141	0,0001512			
				$\bar{y}=0,344$	$\bar{X}_i=4,2264$	$\Sigma=0,00010165$		
6	I	1.	0,546	6,7264	0,0001537	0,00713	0,106 %	
		2.	0,544	6,7017	0,0001512			
		3.	0,545	6,7141	0,00000001			
				$\bar{y}=0,545$	$\bar{X}_i=6,7140$	$\Sigma=0,000101$		
	II	1	0,429	5,2784	0,002450	0,03275	0,626 %	
		2	0,420	5,1670	0,003831			
		3	0,426	5,2413	0,000153			
				$\bar{y}=0,864$	$\bar{X}_i=5,2289$	$\Sigma=0,002145$		
	III	1	0,376	4,6225	0,008987	0,05067	1,074 %	
		2	0,390	4,7957	0,006146			
		3	0,385	4,7339	0,000275			
				$\bar{y}=0,383$	$\bar{X}_i=4,7173$	$\Sigma=0,000513$		

### Lampiran 13. (Lanjutan)

#### a. Persamaan regresi dari kurva kalibrasi

$$y = a + bx$$

$$y = 0,0025 + 0,0808x$$

$$0,290 = 0,0025 + 0,0808 x$$

$$X_i = 3,5581$$

#### b. Standar Deviasi (SD)

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-x_i)^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,003753}{3-1}}$$

$$= 0,0433185$$

#### c. Koefisien Variasi (KV)

$$KV = \frac{SD}{X_i} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,0433185}{3,5258} \times 100\%$$

$$= 1,228\%$$

**Lampiran 14. Penentuan Kadar Kalsium Karbonat pada Sampel Tablet Effervescent Spektrofotometri UV  $\lambda$  Maks 516 nm.**

**Tabel VIII. Penentuan Kadar Kalsium Karbonat pada Tablet Effervescent**

No	Jenis Sampel	Absorban	Konsentrasi ( $\mu\text{g/ml}$ )	Kadar Kalsium Karbonat dalam sampel	% b/b	(Rata <sup>2</sup> b/b $\pm$ SD(%))
1	Sampel CD	0,369	4,5358	106,7749	10,67 %	10,502 $\pm$ 2,0999
		0,355	4,3626	102,6977		
		0,365	4,4863	105,6096		
		$\bar{y}=0,363$	$\bar{x}_i=4,4615$			
2	Sampel PT	0,401	4,9319	120,643	12,165 %	12,165 $\pm$ 1,5974
		0,401	4,9319	120,6433		
		0,411	5,0556	123,6692		
		$\bar{y}=0,404$	$\bar{x}_i=4,9731$			
3	Sampel CE	0,389	4,7834	113,5660	11,297 %	11,297 $\pm$ 1,0185
		0,389	4,7834	113,5660		
		0,383	4,7091	111,8019		
		$\bar{y}=0,387$	$\bar{x}_i=4,7586$			

A. Persamaan regresi sampel

$$y = 0,0025 + 0,0808 x$$

$$0,369 = 0,0025 + 0,0808x$$

$$x = 4,5358 \mu\text{g/mL}$$

$$x = 0,0045358 \text{ mg/mL}$$

#### Lampiran 14. (Lanjutan)

B. Perhitungan kadar Kalsium Karbonat :

$$\text{Rumus : KSF} = \frac{C \times Fp \times V}{W} \times 100 \%$$

Keterangan: Ksf = Konsentrasi Kalsium karbonat total sampel

C = Konsentrasi Kalsium Karbonat dalam larutan sampel  
( $\mu\text{g/ml}$ )

Fp = Faktor pengenceran sampel

V = Volume total sampel ( ml )

W = Berat total sampel ( g )

Contoh Perhitungan :

Sampel CD

$$\text{Ksf} = \frac{0,0045358 \text{ mg/L} \times 25 \times 0,1 \text{ L}}{0,1062 \text{ g}}$$

$$= \frac{0,0113395 \text{ mg}}{0,1062 \text{ g}}$$

$$= 106,7749 \text{ mg/g}$$

$$= 0,1067749 \text{ g/g} \times 100\%$$

$$= 10,67 \text{ \% b/b}$$

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{\sum(X1-X)^2}{n-1}}$$

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{(106,7749-105,0274)+(102,6977-105,0274)+(105,6096-105,0274)}{3-1}}$$

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{8,819865}{2}}$$

$$\text{SD} = 2,0999$$



**Lampiran 15. Penentuan Uji Akurasi**

**Tabel IX. Penentuan Persen Perolehan Kembali Campuran Larutan Kalsium Karbonat dalam Larutan Sampel CD**

% Penambahan	Konsentrasi sebelum penambahan baku	Konsentrasi setelah penambahan baku	Absorban sampel setelah penambahan baku	% perolehan kembali
40%	4,4616	6,5160	0,529	115%
	4,4616	6,7017	0,544	
	4,4616	6,5284	0,530	
		$\Sigma = 6,5819$		
80%	4,4616	7,6794	0,623	92 %
	4,4616	7,8403	0,636	
	4,4616	7,6670	0,622	
		$\Sigma = 7,7289$		
120%	4,4616	9,4492	0,766	91%
	4,4616	9,3502	0,758	
	4,4616	9,2636	0,751	
		$\Sigma = 9,3543$		

## Lampiran 15. (lanjutan)

Sampel CD

Absorban rata-rata sampel CD adalah 0,363

$$y = 0,0025 + 0,0808 x$$

$$0,363 = 0,0025 + 0,0808x$$

$$x = 4,4616 \mu\text{g/mL}$$

$$x = 4,4616 \mu\text{g/mL} \times F_p$$

$$x = 4,4616 \mu\text{g/mL} \times 25$$

$$x = 111,54 \mu\text{g/mL}$$

Perhitungan % Perolehan Kembali (R)

$$\% R = \frac{CF - CS}{CA} \times 100\%$$

Keterangan :

CF : Konsentrasi sampel yang diperoleh setelah penambahan larutan baku ( $\mu\text{g/ml}$ )

CS : Konsentrasi sampel sebelum penambahan larutan baku ( $\mu\text{g/ml}$ )

CA : Konsentrasi larutan baku yang ditambahkan ( $\mu\text{g/ml}$ )

## Lampiran 15. (Lanjutan)

### 1. Penambahan 40 %

$$\frac{40}{100} \times 111,54 \mu\text{g/mL} = 44,616 \mu\text{g/mL}$$

$$V1.N1 = V2.N2$$

$$V1.1000 \mu\text{g/mL} = 25 \text{ ml}.44,616 \mu\text{g/mL}$$

$$V1 = 1,11 \text{ mL}$$

Perhitungan recovery sampel CD

$$y = 0,0025 + 0,0808 x$$

$$0,529 = 0,0025 + 0,0808x$$

$$x = 6,5160 \mu\text{g/mL}$$

$$x = 6,5160 \mu\text{g/mL} \times Fp$$

$$x = 6,5160 \mu\text{g/mL} \times 25$$

$$x = 162,9 \mu\text{g/mL}$$

$$\% R = \frac{CF - CS}{CA} \times 100\%$$

$$= \frac{162,9 - 111,54}{44,616} \times 100\%$$

$$= 115 \%$$

## Lampiran 15. (lanjutan)

### 2. Penambahan 80 %

$$\frac{80}{100} \times 111,54 \mu\text{g/ml} = 89,232 \mu\text{g/ml}$$

$$\begin{aligned} \% R &= \frac{CF - CS}{CA} \times 100\% \\ &= \frac{193,22 - 111,54}{89,23} \times 100\% \\ &= 92 \% \end{aligned}$$

### 3. Penambahan 120 %

$$\frac{120}{100} \times 111,54 \mu\text{g/ml} = 133,84 \mu\text{g/ml}$$

$$\begin{aligned} \% R &= \frac{CF - CS}{CA} \times 100\% \\ &= \frac{233,75 - 111,54}{133,84} \times 100\% \\ &= 91 \% \end{aligned}$$

**Lampiran 16. Rangkuman hasil Penetapan Kadar dan validasi metode analisis Kalsium Karbonat pada Sampel Tablet Effervescent Spektrofotometri UV- Vis .**

**Tabel X. Rangkuman hasil Penetapan Kadar dan validasi metode analisis Kalsium Karbonat pada Sampel Tablet Effervescent**

No	Validasi metode analisis	Sampel CD	Sampel PT	Sampel CE	Kriteria
1	Linearitas	0,9981	0,9981	0,9981	Memenuhi Kriteria ( $0,99 \leq r \leq 1$ )
2	BD(Batas Deteksi ) BK (Batas Kuantitasi)	0,43726 µg/mL 1,4575 µg/mL	0,43726 µg/mL 1,4575 µg/mL	0,43726µg/mL 1,4575 µg/mL	Memenuhi Kriteria ( b bernilai positif yaitu 0,0808 )
3	Presisi : Intraday (KV)  Interday (KV)	2 ppm : 1,224% 4 ppm : 0,714% 6 ppm : 0,106%  2 ppm : 0,417 – 1,224% 4 ppm : 0,168 - 0,410% 6 ppm : 0,106 - 1,074%	2 ppm : 1,224% 4 ppm : 0,714% 6 ppm : 0,106%  2 ppm : 0,417 – 1,224% 4 ppm : 0,168 - 0,410% 6 ppm : 0,106 - 1,074%	2 ppm : 1,224% 4 ppm : 0,714% 6 ppm : 0,106%  2 ppm : 0,417 – 1,224% 4 ppm : 0,168 - 0,410% 6 ppm : 0,106 - 1,074%	Memenuhi Kriteria ( nilai nya < 2 % )
4	Akurasi	40 % : 115 % 80 % : 92 % 120 % : 91 %	40 % : 110 % 80 % : 92 % 120 % : 98 %	40 % : 94 % 80 % : 104 % 120 % : 106 %	Memenuhi Kriteia ( 80 – 120 % ( Carr and Wahlich) )
5	Kadar	105,02 mg	121,6 mg	112,9 mg	

**Lampiran 17. Alat Spektrofotometer UV Mini 1240 yang digunakan**



**Gambar 11. Seperangkat Alat Spektrofotometer UV Mini 1240**

Keterangan :

1. Printer
2. Monitor
3. Kotak kuvet

## Lampiran 18. Larutan Standar



**Gambar 12. Larutan Kompleks Kalsium dengan Mureksid untuk Kurva Kalibrasi**