



Validasi Metode Penetapan Kadar *Fe Gluconate* dalam Obat Secara Spektrofotometri UV-Vis

Validation of Methods for Determining Levels of Fe Gluconate In Drug Using UV-Vis Spectrophotometry Method

Rahmasari Ismet^{1*}, Bella Kavalena Raeis¹, Sriwulan¹

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Pamulang, Tangerang Selatan, 15417

*Corresponding Author. Email: rahmasari10@gmail.com

Received: 10th December 2021; Revised: 16th December 2021; Accepted: 9th January 2022

ABSTRACT

The human frame requires macroelements and microelements. The system of blood formation is the synthesis of hemoglobin. Iron is a totally crucial microelement and is needed by using the body. one of the iron dietary supplements that may be consumed to save you and deal with iron deficiency is Ferrous Gluconate. Ferrous Fumarate and Ferrous Gluconate have the same function, but there are variations in the analytical method of assay. The purpose of this observation is to validate the method for figuring out the concentration of Fe Gluconate compounds in drug samples, while the approach used is UV-Vis spectrophotometry. approach validation turned into achieved earlier than assaying the pattern. Parameters within the validation technique used include specificity, device suitability, linearity, accuracy, precision, and LOD and LOQ. The consequences of the validation of the analytical approach showed precise results with the RSD acquisition of all test parameters acquired via a fee of < 2%. The values for the quantitation restrict (LOQ) and detection limit (LOD) additionally showed precise consequences, the LOD acquired became 6.920 ppm and the LOQ received changed to 23.067 ppm. in step with the meals and Drug management in 2001, the outcomes of the validation of the analytical approach on this study have met the standards and specifications, because numerous test indicators have met them. so that this method can be utilized in determining the levels of Fe Gluconate. dedication of Fe Gluconate degrees in drug samples obtained consequences with a median cost of 99.770%.

Keyword: Fe Gluconate, Fe Gluconate level, Iron, spectrophotometry, validation method of analysis

ABSTRAK

Tubuh manusia membutuhkan makroelemen dan mikroelemen. Pada proses pembentukan darah yakni sintesa hemoglobin. Zat besi menjadi mikroelemen yang sangat esensial dan dibutuhkan oleh tubuh. Salah satu suplemen zat besi yang dapat dikonsumsi untuk mencegah dan mengobati kekurangan zat besi adalah *Ferrous Gluconate*. *Ferrous Fumarate* dan *Ferrous Gluconate* memiliki fungsi yang sama, tetapi terdapat perbedaan pada proses analisa penetapan kadarnya Tujuan dari penelitian ini yakni untuk memvalidasi metode penetapan kadar senyawa *Fe Gluconate* dalam sampel obat, adapun metode yang digunakan yakni spektrofotometri UV-Vis. Validasi metode dilakukan sebelum melakukan penetapan kadar pada sampel. Parameter pada validasi metode yang digunakan diantaranya spesifitas, kesesuaian sistem, linearitas, akurasi, presisi serta LOD dan LOQ. Hasil validasi metode analisa menunjukkan hasil yang baik dengan perolehan RSD keseluruhan parameter uji diperoleh nilai sebesar < 2%. Nilai untuk batas kuantitasi (LOQ) dan batas deteksi (LOD) juga menunjukkan hasil yang baik, LOD yang didapat sebesar 6,920 ppm dan LOQ yang diperoleh sebesar 23,067 ppm. Menurut Food and Drug Administration Tahun 2001, hasil validasi metode analisa pada penelitian ini telah memenuhi standar dan spesifikasi, karena beberapa indikator uji telah memenuhinya. sehingga metode ini dapat digunakan pada penetapan kadar *Fe Gluconate*. Penetapan kadar *Fe Gluconate* pada sampel obat memperoleh hasil dengan nilai kadar rata-rata sebesar 99,770%.

Kata kunci: Fe Gluconate, kadar Fe Gluconate, Zat Besi, spektrofotometri, validasi metode

Copyright © 2022 by Authors, Published by JITK. This is an open access article under the CC BY-SA License (<https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0>).

How to cite: Ismet, R., Raeis, B., & Wulan, S. (2022). Penetapan Kadar Fe Gluconate dengan Metode Fe Fumarate Secara Spektrofotometri UV-Vis. Jurnal Ilmiah Teknik Kimia, 6(1), 39-47.
doi:<http://dx.doi.org/10.32493/jitk.v6i1.15669>

Permalink/DOI: <http://dx.doi.org/10.32493/jitk.v6i1.15669>



PENDAHULUAN

Tubuh manusia memiliki kebutuhan terhadap makroelemen dan mikroelemen dalam jumlah yang berbeda-beda. Salah satu diantara mikroelemen tersebut yaitu zat besi. Zat besi adalah mikroelemen yang memiliki peran penting pada proses pembentukan darah terutama dalam sintesa hemoglobin. Hemoglobin merupakan suatu metaloprotein yakni protein yang mengandung zat besi di dalam sel darah merah. Hemoglobin itu sendiri nama gabungan yang berasal dari kata heme dan globin, tersusun atas empat molekul heme (zat besi), dua molekul rantai globin alpha dan dua molekul rantai globin beta yang saling terhubung satu dengan lainnya (Widyastuti, 2014).

Zat besi mempunyai peran penting terhadap tubuh yakni di dalam sel berfungsi sebagai alat yang mengangkut elektron dan pada jaringan tubuh zat tersebut ikut ambil bagian dari beberapa reaksi enzim. Zat besi juga berperan dalam proses pembentukan sel darah merah. Sel darah juga bertugas mengedarkan oksigen dan zat-zat makanan ke seluruh tubuh, turut serta membantu pada metabolisme dalam tubuh guna menghasilkan sumber energi (Marzuki et al., 2013). Kebutuhan tubuh manusia terhadap zat besi sangat bervariasi. Banyak faktor yang mempengaruhi hal tersebut antara lain: usia, gender jenis kelamin dan kondisi kesehatan. Sebanyak 150–300 mg per hari adalah nilai rata-rata zat besi yang diperlukan oleh tubuh manusia (Muhammad & Sianipar, 2018). Jika seseorang kekurangan asupan zat besi di dalam tubuhnya, maka akan berkurang juga jumlah sel darah merahnya sehingga menyebabkan tubuh kekurangan oksigen. Jika hal tersebut terjadi tubuh akan beresiko mengalami anemia.

Defisiensi zat besi didefinisikan sebagai kondisi saat di dalam tubuh tidak tersedia zat besi yang dialirkan, sehingga terjadi ketidakseimbangan dalam jangka panjang dan akhirnya mengarah pada terganggunya zat besi ke jaringan tubuh. Terdapat tiga tahap anemia, yaitu: tahap pertama deplesi zat besi, tahap kedua disebut

defisiensi zat besi eritropoesis dan tahap ketiga disebut anemia defisiensi zat besi. Pada tahap awal ditandai dengan penurunan serum feritin. Anemia defisiensi zat besi terjadi jika kondisi defisiensi zat besi yang dialami cukup berat sehingga mengakibatkan eritropoesis terganggu dan berefek akan mengalami anemia (Norsiah, 2015). Jika tubuh mengalami kelebihan zat besi maka akan berpengaruh pada permeabilitas dinding pembuluh darah kapiler akan meningkat. Efeknya plasma darah mengalir keluar yang mengakibatkan volume darah menurun dan hipoksia jaringan yang berakibat mengalami asidosis (Marzuki et al., 2013).

Salah satu suplemen zat besi yang dapat dikonsumsi untuk mencegah dan mengobati kekurangan zat besi adalah *Ferrous gluconate*. *Ferrous Fumarate* dan *Ferrous Gluconate* memiliki fungsi yang sama. Perbedaannya terletak pada kandungan unsur besi yang ada didalamnya. *Ferrous Fumarate* memiliki kandungan unsur besi sebanyak 33% sedangkan *Ferrous Gluconate* mengandung unsur besi sebanyak 12%.

Perlu adanya penetapan yang memadai terhadap sediaan obat supaya menjamin beberapa faktor, seperti keamanan, kualitas serta khasiatnya tetap terjaga. Analisis kadar zat aktif dalam sediaan obat merupakan salah satu tindakan pemantauan mutu yang dapat dilakukan. Hal tersebut dilaksanakan agar terdapat jaminan bahwa dalam obat telah terkandung zat yang benar, adanya kesesuaian antara mutu dan jumlah yang telah ditetapkan, diproduksi dengan kondisi yang sama, terkontrol serta mengikuti prosedur standar yang berlaku (Mulyati et al., 2011). Harapannya obat tersebut dapat memenuhi dan lulus spesifikasi yang telah ditetapkan seperti identifikasi, kadar, kemurnian, mutu dan keamanan.

Pengujian kadar obat, dapat dilakukan melalui beberapa metode atau cara pengujian yang berbeda-beda. Perbedaan dapat dilihat dari proses preparasi sampel, pereaksi yang digunakan, alat yang digunakan dan perbedaan-perbedaan lainnya. Validasi metode penting dilakukan guna mendapatkan metode terbaik yang akan digunakan pada



penetapan kadar agar diperoleh hasil yang akurat dan maksimal.

Secara fungsional, *Ferrous Fumarate* dan *Ferrous Gluconate* memiliki fungsi yang sama, tetapi cara pengujian tablet keduanya memiliki metode yang berbeda. Percobaan penentuan kadar *Ferrous Gluconate* menggunakan metode *Ferrous Fumarate* akan memberikan jawaban bisa atau tidaknya metode *Ferrous Fumarate* diterapkan pada pengujian penetapan kadar *Ferrous Gluconate*. Hal ini tentu saja bermanfaat agar pada penetapan kadar kedepannya bisa dilakukan dengan metode yang lebih cepat, akurat, efektif dan memperoleh hasil yang lebih optimal. Penetapan kadar zat besi yang terkandung dalam sebuah suplemen sangatlah penting dilakukan agar kandungan zat besi dalam suplemen yang dikonsumsi tidak melebihi dosis yang dibutuhkan oleh tubuh manusia. Jika tubuh mengonsumsi zat besi berlebihan, maka zat tersebut akan terakumulasi pada organ hati.

Validasi metode ialah suatu proses guna memberi kepastian bahwa prosedur yang dilakukan telah memenuhi standar reliabilitas, akurasi, presisi sesuai tujuan yang diharapkan (Harmono, 2020). Validasi metode dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis yang dilakukan benar spesifik, akurat, reproduibel dan tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis serta memenuhi standar dalam penggunaannya (Arikalang et al., 2018). Terdapat 2 metode yang biasa diterapkan untuk menetapkan nilai kadar zat besi yakni spektrofotometri dan titrasi redoks. Keuntungan metode spektrofotometri adalah praktis, cepat dan sensitif.

BAHAN DAN METODE

Adapun alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini berupa alat gelas dan kaca meliputi Labu ukur 50 mL, Pipet volume 5 mL, Pipet volume 10 mL, Pipet ukur, Corong, Spatula, Gelas beker, Tabung reaksi, Lumpang dan alu, Neraca Analitik (Mettler Toledo/XS205DU), *Waterbath* (Memmert), Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu/UV 1800).

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini pro analisis (Merck) berupa Baku standar *Fe Gluconate*, Sampel, H_2SO_4 0,5 N, Larutan buffer asetat pH 4,6, Larutan $Na_2S_2O_3$, Larutan Bipyridine 2,2, Aquademin.

Metode yang digunakan dalam penelitian ini diadaptasi sesuai peneliti-peneliti sebelumnya. Secara umum penelitian ini digambarkan dua tahap, yakni validasi metode dan penetapan kadar sampel. Terdapat langkah-langkah yang dilakukan pada penelitian ini diantaranya:

Pembuatan Larutan H_2SO_4 0,5 N

Sebanyak 15 mL H_2SO_4 pekat dipipet dan dilarutkan dalam 1020 mL aquademin.

Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,6

Sebanyak ± 54 gram sodium asetat ditimbang dan dilarutkan dalam 500 mL aquademin. Kemudian adjust pH hingga 4,6 menggunakan pH meter, lalu dilarutkan hingga 1000 mL dengan aquademin.

Pembuatan Larutan $Na_2S_2O_3$ (1:10)

Sebanyak ± 10 gram $Na_2S_2O_3$ dan dilarutkan dalam 10 mL aquademin.

Pembuatan Larutan Bipyridine 2,2

Sebanyak $\pm 0,4$ gram bipyridine 2,2 ditimbang dan dilarutkan dalam 100 mL aquademin. Larutan dipanaskan diatas *waterbath* hingga larut sempurna.

Pembuatan Larutan Standar

Sebanyak ± 75 mg baku standar *Fe Gluconate* ditimbang ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian dilarutkan dengan ± 20 mL H_2SO_4 0,5 N, lalu larutan dipanaskan selama 10 menit diatas *waterbath* dengan suhu $100^\circ C$. Larutan diangkat dan dibiarkan dingin hingga mencapai suhu ruang, kemudian ditanda bataskan dengan larutan H_2SO_4 0,5 N dan dikocok hingga homogen. Sebanyak 5 mL larutan standar dipipet, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Sebanyak ± 20 mL buffer asetat pH 4,6 ditambahkan kedalam larutan dan kemudian ditambahkan sebanyak 5 mL $Na_2S_2O_3$ (1:10).



Kemudian ditambahkan 2,5 mL bipyridine 2,2. Lalu ditanda bataskan dengan buffer asetat pH 4,6, kemudian dikocok hingga homogen. Larutan dipanaskan kembali diatas *waterbath* selama 1 jam. Kemudian diangkat dan dibiarkan dingin hingga mencapai suhu ruang. Sebanyak 10 mL larutan standar dipipet, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Kemudian diencerkan dan ditanda bataskan dengan larutan buffer asetat pH 4,6, kemudian dikocok hingga homogen. Selanjutnya absorbansi larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

Pembuatan Larutan Sampel

Sebanyak ± 147 mg sampel ditimbang ke dalam labu ukur 50 mL. Kemudian dilarutkan dengan ± 20 mL H_2SO_4 0,5 N lalu dipanaskan selama 10 menit diatas *waterbath* dengan suhu $100^\circ C$. Kemudian larutan diangkat dan dibiarkan dingin hingga mencapai suhu ruangan, kemudian ditanda bataskan dengan H_2SO_4 0,5 N dan kocok hingga homogen. Sampel disaring menggunakan kertas saring dan tampung filtrat dalam tabung reaksi. Sebanyak 5 mL filtrat dipipet, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Larutan buffer asetat pH 4,6 sebanyak ± 20 mL dimasukkan ke dalam labu ukur, kemudian ditambahkan larutan $Na_2S_2O_3$ (1:10) sebanyak 5 mL. Selanjutnya ditambahkan sebanyak 2,5 mL bipyridine 2,2. Lalu ditanda bataskan dengan buffer asetat pH 4,6, kemudian dikocok hingga homogen. Larutan dipanaskan kembali diatas *waterbath* selama 1 jam. Larutan diangkat dan dibiarkan dingin hingga mencapai suhu ruang. Sebanyak 10 mL larutan sampel dipipet, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Selanjutnya larutan diencerkan dan ditanda bataskan dengan buffer asetat pH 4,6, kemudian dikocok hingga homogen. Absorbansi larutan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis.

Pembuatan Larutan Blanko

Sebanyak 5 mL H_2SO_4 0,5 N dipipet, dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Larutan ditambahkan ± 20 mL buffer asetat pH 4,6. Kemudian ditambahkan 5 mL $Na_2S_2O_3$ (1:10). Lalu ditanda bataskan

dengan larutan buffer asetat pH 4,6, kemudian dikocok hingga homogen. Larutan dipanaskan diatas *waterbath* selama 1 jam. Kemudian larutan diangkat dan dibiarkan dingin hingga mencapai suhu ruang. Sebanyak 10 mL larutan blanko dipipet, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Larutan diencerkan dan ditanda bataskan dengan buffer asetat pH 4,6, kemudian dikocok hingga homogen.

Pengukuran dengan Spektrofotometer UV-Vis

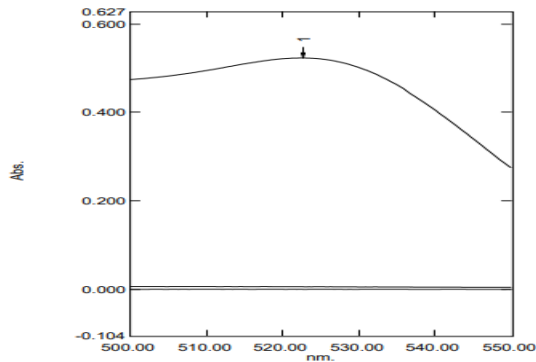
Larutan blanko dimasukkan ke dalam kedua kuvet dan dilakukan *baseline* pada panjang gelombang 550–500 nm. Kemudian larutan standar dimasukkan ke dalam kuvet. Absorbansi larutan plasebo diukur menggunakan panjang gelombang maksimum yang diperoleh. Sampel dimasukkan ke dalam kuvet. Absorbansi sampel diukur menggunakan panjang gelombang maksimum yang diperoleh.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji Spesifitas

Uji spesifitas atau selektivitas dilakukan agar mengetahui kemampuan dari suatu metode untuk memberikan perbedaan senyawa yang diuji dengan derivat/metabolitnya. Pada hasil pembacaan, spektrum larutan blanko menunjukkan garis yang lurus. Hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa larutan blanko bersifat netral dan memenuhi syarat untuk digunakan sebagai larutan blanko dalam pengukuran. Pada larutan plasebo menunjukkan puncak tertinggi pada panjang gelombang 520 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,52. Pada Gambar 1 disajikan spektrum hasil pengukuran absorbansi.

Hasil dari penentuan tersebut menunjukkan spesifisitas dari metode yang digunakan, karena pada panjang gelombang tersebut hanya analit tertentu yang terdeteksi (Sukmawati et al., 2018).



Gambar 1. Spektrum Pengukuran Absorbansi Larutan Blangko dan Plasebo

Uji Kesesuaian Sistem

Uji kesesuaian sistem perlu dilakukan agar memberikan jaminan bahwa sistem yang digunakan dapat bekerja dengan baik, sehingga dapat memberikan hasil terbaik dan konsisten selama proses analisis. Uji kesesuaian sistem dilakukan dengan cara melakukan 6 kali pengukuran nilai absorbansi plasebo pada panjang gelombang 520 nm. Hasil pengukuran didapat data absorbansi masing-masing sampel yang kemudian dihitung simpangan baku relatifnya. Pada Tabel 1 disajikan data hasil pembacaan spektrum pada uji kesesuaian sistem.

Tabel 1. Data Hasil Uji Kesesuaian Sistem.

Nomor	Absorbansi
1	0,523
2	0,524
3	0,524
4	0,524
5	0,523
6	0,524
Rata-rata	0,524
SD	0,001
RSD (%)	0,099

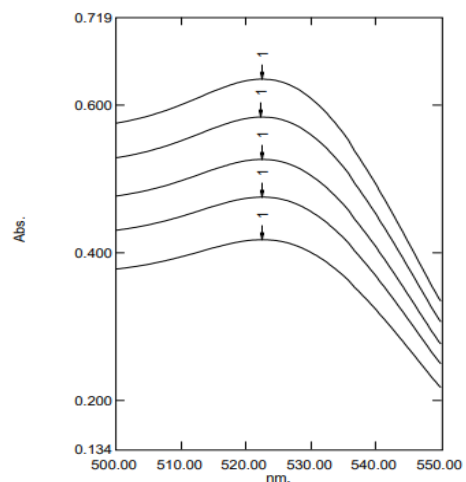
Pada data Tabel 1, dapat dilihat hasil pembacaan uji kesesuaian sistem didapatkan 6 hasil absorbansi. Dengan rata-rata absorbansi yang diperoleh adalah sebesar 0,524. Nilai standar deviasi yang didapatkan sebesar 0,001 serta nilai simpangan baku relatifnya sebesar 0,099%. Metode analisis

ini memenuhi syarat penerimaan dimana nilai simpangan baku relatifnya < 2%.

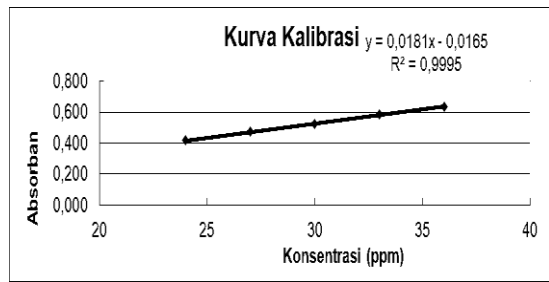
Uji Linearitas

Uji linearitas digunakan untuk membuktikan kemampuan suatu metode analisa untuk menunjukkan hubungan secara langsung atau proporsional antara respon detektor dengan perubahan konsentrasi analit. Uji linearitas dilakukan dengan melakukan pengukuran standar dengan berbagai konsentrasi, yaitu 80%, 90%, 100%, 110%, dan 120%. Setiap sampel dikerjakan pengulangan sebanyak 3 kali (triplo) untuk masing-masingnya. Pada Gambar 2 disajikan data hasil pembacaan spektrum pada uji linearitas.

Penentuan linearitas kurva kalibrasi *Fe Gluconate* ditentukan pada rentang konsentrasi 24 ppm sampai dengan 36 ppm. Dari hasil perhitungan diketahui adanya hubungan linearitas dengan nilai koefisien korelasi (R^2) = 0,9995 dan persamaan regresi $y = 0,0181x - 0,0165$. Mengacu pada penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Eurachem dkk pada tahun 1998 bahwa suatu metode analisis dinyatakan linier pada variasi rentang konsentrasi tertentu jika nilai koefisien determinasi (r^2) yang didapat, nilainya besar dari 0,995, sehingga nilai yang didapat memenuhi syarat penerimaan. Pada Gambar 3 disajikan hasil linearitas kurva kalibrasi *Fe Gluconate* dapat.



Gambar 2. Spektrum Pengukuran Absorbansi Plasebo Pada Konsentrasi 24-36 ppm.



Gambar 3. Kurva Kalibrasi Fe Gluconate.

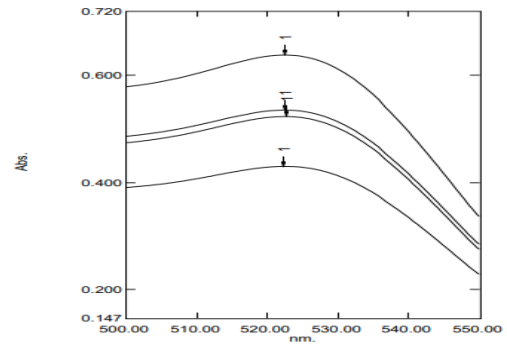
Uji Akurasi

Akurasi atau kecermatan ialah sebuah parameter yang menyatakan hasil penetapan yang diperoleh mendekati dengan hasil yang sebenarnya. Uji akurasi pada analisis ini menggunakan metode *spiked placebo recovery*, yaitu penambahan sejumlah zat aktif pada saat Analisa ke dalam formulasi placebo (Ningtyas & Mutiara, 2018). Uji akurasi dilakukan untuk mengetahui kadar Fe Gluconate pada konsentrasi 80%, 100%, dan 120% yang dilakukan pengukuran secara triplo (diuji sebanyak 3 kali) pada masing-masing sampel. Hasil pembacaan spektrum pada uji akurasi dapat dilihat pada Gambar 4. Selanjutnya dari data yang diperoleh dihitung besar perolehan kembali dengan rumus berikut ini :

$$Recovery (\%) = \frac{Kadar (\%)}{Konsentrasi (ppm)} \times 100\% \quad (1)$$

Tabel 2. Data Hasil Uji Kadar (%) Dan Recovery (%)

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	Kadar (%)	Recovery (%)
80	0,429	81,922	102,403
80	0,428	81,731	102,164
80	0,427	81,540	101,926
100	0,534	101,973	101,973
100	0,533	101,782	101,782
100	0,532	101,591	101,591
120	0,637	121,642	101,369
120	0,636	121,451	101,209
120	0,637	121,642	101,369
Rata-rata	0,533	101,697	101,754
SD	0,090	17,255	0,401
RSD (%)	16,967	16,967	0,394



Gambar 4. Spektrum Pengukuran Absorbansi Plasebo Pada Konsentrasi 80–100 ppm.

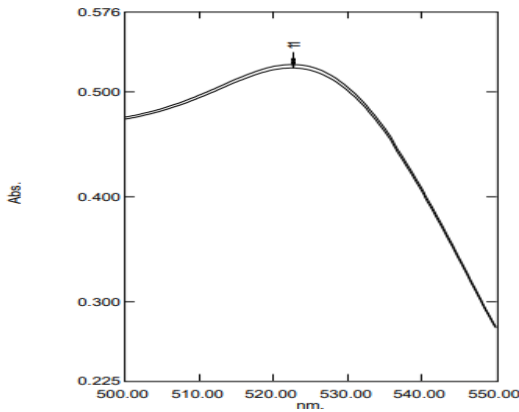
Pada Tabel 2 di atas, uji akurasi memberikan hasil persen *recovery* atau perolehan kembali Fe Gluconate dengan nilai rata-rata sebesar 101,754% dan RSD sebesar 0,394%, maka uji akurasi ini memenuhi syarat penerimaan. Kriteria penerimaan persen *recovery* atau perolehan kembali pada rentang nilai 98%-102% dengan nilai RSD maksimal 2%.

Uji Presisi

Presisi merupakan pengukuran keterulangan pada metode analisis dan pada umumnya diartikan sebagai simpangan bahan baku relatif atau *relative standard deviation (RSD)* dari sejumlah sampel. Presisi atau keterulangan yang dilakukan pada keadaan pelaksanaan yang sama meliputi analisis, waktu Analisa, bahkan peralatan yang digunakan. Pada Gambar 5 dan Tabel 3 disajikan data hasil pembacaan spektrum pada uji presisi.

Tabel 3. Data Hasil Pengukuran Absorbansi Plasebo Pada Konsentrasi 30 ppm.

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
30	0,526
30	0,524
30	0,525
30	0,525
30	0,525
30	0,524
Rata-rata	0,525
SD	0,001
RSD (%)	0,143



Gambar 5. Spektrum Pengukuran Absorbansi Plasebo Pada Konsentrasi 30 ppm.

Data pada Tabel 3, uji presisi antara didapatkan hasil rata-rata absorbansinya sebesar 0,525 dengan standar deviasi sebesar 0,001, dan RSD nya sebesar 0,143%. Setelah dilakukan pengukuran uji presisi antara, Selanjutnya dilakukan pengukuran kembali sampel yang dikerjakan oleh analis 2. Pada Tabel 4 disajikan data pengukuran oleh kedua analisis.

Tabel 4. Data Hasil Perhitungan Hasil Uji Presisi

No	Konsent rasi (ppm)	Analisis 1		Analisis 2	
		Absorbansi	Kadar (%)	Absorbansi	Kadar (%)
1	30	0,526	100,446	0,525	100,255
2	30	0,524	100,064	0,525	100,255
3	30	0,525	100,255	0,526	100,446
4	30	0,525	100,255	0,526	100,446
5	30	0,525	100,255	0,525	100,255
6	30	0,524	100,064	0,524	100,064
Rata - rata		0,525	100,223	0,525	100,286
SD		0,001	0,144	0,001	0,144
RSD (%)		0,14343		0,14334	

Pada hasil pengukuran uji presisi analisis 1 didapatkan nilai absorbansi rata-rata sebesar 0,525 dengan kadar rata-rata sebesar 100,223% dan RSD nya sebesar 0,143%. Sedangkan pada hasil pengukuran uji presisi analisis 2 didapatkan nilai absorbansi rata-rata sebesar 0,525 dengan kadar rata-rata sebesar

100,286% dan RSD nya sebesar 0,143%. Hasil pengujian presisi antara yang dilakukan oleh 2 analis yang berbeda untuk membuktikan keterulangan metode yang digunakan, menunjukkan hasil yang baik karena RSD dari keduanya memenuhi syarat penerimaan yaitu < 2%.

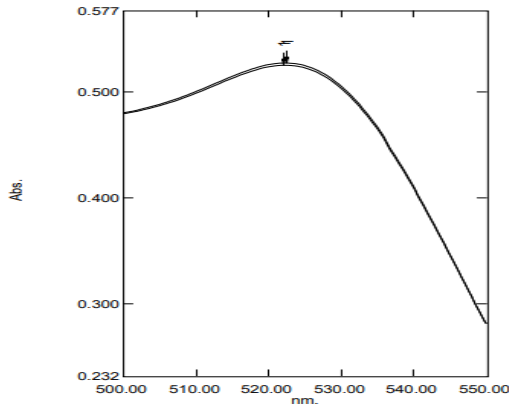
Batas Kuantitasi (LOQ) dan Batas Deteksi (LOD)

Batas deteksi atau *limit of detection* (LOD) dapat dihitung berdasarkan standar deviasi (SD) yang didapatkan dan kemiringan (*slope*) kurva baku pada level yang mendekati LOD sesuai dengan rumus $LOQ = 3,3 (SD/S)$. Sedangkan batas kuantitasi atau *limit of quantitation* (LOQ) dapat dihitung dari data nilai standar deviasi (SD) yang didapatkan serta kemiringan (*slope*) kurva baku pada level yang mendekati LOQ berdasarkan rumus $LOQ = 10 (SD/S)$ (Sugiarso & Kurniawati, 2016). Batas deteksi (LOD) *Fe Gluconate* sebesar 6,920 ppm, yang berarti metode spektrofotometri ini tidak dapat mendeteksi adanya *Fe Gluconate* pada konsentrasi dibawah 6,920 ppm. Sedangkan batas kuantitasi (LOQ) *Fe Gluconate* adalah 23,067 ppm, hal ini berarti metode ini dapat digunakan dalam menentukan kandungan *Fe Gluconate* dengan konsentrasi terendahnya adalah 23,067 ppm.

Penetapan Kadar Fe Pada Sampel Obat

Penetapan kadar dilakukan pada sampel obat X yang memiliki kandungan *Fe Gluconate*. Pengukuran sampel ini dilakukan dengan cara yang sama dengan saat validasi metode, yakni menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis dan absorbansi larutan diukur pada panjang gelombang 520 nm. Data hasil Analisa tersebut disajikan pada Gambar 6 dan Tabel 5.

Pada Tabel 4 disajikan perhitungan nilai kadar. Hasil perhitungan kadar sampel X setelah analisa, diperoleh nilai persen rata-rata kadar *Fe Gluconate* dalam sampel obat X sebesar 99,770%.



Gambar 6. Spektrum Pengukuran Absorbansi Sampel Obat.

Tabel 5. Data Hasil Perhitungan Penetapan Kadar *Fe Gluconate* Dalam Sampel Obat.

Sam pel	Bobot Standar	Bobot Sampel	Absorbansi Standar	Absorbansi Sampel	Kadar (%)
1	75,01	147,05	0,528	0,525	99,570
2	75,01	147,02	0,528	0,527	99,970

KESIMPULAN

Hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa metode ini terbukti dapat digunakan pada pengujian kadar *Fe Gluconate* menggunakan instrument spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombangnya 520 nm. Hasil beberapa parameter validasi metode yang dilakukan seperti spesifitas, kesesuaian sistem, linearitas, akurasi dan presisi telah memenuhi syarat dan standar. Analisa penetapan kadar pada sampel X yang mengandung *Fe Gluconate* juga memperoleh hasil yang baik yaitu dengan nilai rata-rata kadar senyawa yang diperoleh sebesar 99,770%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada Program Studi Teknik Kimia Universitas Pamulang dan Laboratorium PT. Lloyd Pharma Indonesia atas bantuannya dalam terlaksananya penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- Arikalang, T. G., Sudewi, S., & Rorong, J. A. (2018). Optimasi dan Validasi Metode Analisis dalam Penentuan Kandungan Total Fenolik pada Ekstrak Daun Gedi Hijau (*Abelmoschus manihot* L) yang Diukur dengan Spektrofotometer UV-Vis. *Pharmakon Jurnal Ilmiah Farmasi*, 7(3), 14-21.
- Harmono, H. (2020). Validasi Metode Analisis Logam Merkuri (Hg) Terlarut pada Air Permukaan dengan *Automatic Mercury Analyzer*. *Indonesian Journal Of Laboratory*, 2(3), 11-16.
- Marzuki, A., Fujaya, Y., Rusydi, M., & Haslina, H. (2013). Analisis Kandungan Kalsium (Ca) dan Besi (Fe) pada Kepiting Bakau (*Scylla olivacea*) Cangkang Keras dan Cangkang Lunak dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Majalah Farmasi dan Farmakologi*, 17(2), 31–34.
- Mulyati, A., Sutanto., Apriyani, D. (2011). Validasi Metode Analisis Kadar Ambroksol Hidroklorida dalam Sediaan Tablet Cystelis Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Ekologia*, 11(2), 36–45.
- Muhammad, A., & Sianipar, O. (2018). Penentuan Defisiensi Besi Anemia Penyakit Kronis Menggunakan Peran Indeks sTfR-F. *Indonesian Journal Of Clinical Pathology and Medical Laboratory*, 12(1), 9. <https://doi.org/10.24293/ijcpml.v12i1.833>
- Ningtyas. Mutiara, K., (2018). Analisis Kadar Digoksin dalam Sediaan Tablet Generik dari 4 Pabrik dengan Metode KCKT. *Jurnal Riset Kesehatan*, 10(1), 16–22.
- Norsiah, W. (2015). Perbedaan Kadar Hemoglobin Metode Sianmethemoglobin dengan dan Tanpa Sentrifugasi pada Sampel Leukositosis. *Medical Laboratory Technology Journal*, 1(2), 72–83.



Sugiarso, D., & Kurniawati, S. (2016). Perbandingan Kadar Fe(II) dalam Tablet Penambah Darah secara Spektrofotometri UV-Vis yang Dipreparasi Menggunakan Metode Destruksi Basah dan Destruksi Kering. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, 5(1), 2337–3520.
<https://doi.org/10.12962/j23373520.v5i1.14759>

Sukmawati., Sudewi, S., & Pontoh, J. (2018). Optimasi dan Validasi Metode Analisis dalam Penentuan Kandungan Total Flavonoid

pada Ekstrak Daun Gedi Hijau (*Abelmoschus manihot* L) yang Diukur dengan Spektrofotometer UV-Vis. *Pharmacon Jurnal Ilmiah Farmasi*, 7(3), 32-41

Widyastuti, A. P. (2014). *Hubungan Kadar Hemoglobin Siswa dengan Prestasi Belajar di Sekolah Dasar Negeri 1 Bentangan Wonosari Kabupaten Klaten*. Universitas Muhammadiyah Surakarta.