Analit: Analytical and Environmental Chemistry
Volume x, No.xx, Montyear

PENENTUAN NATRIUM DALAM SEDIAAN RINGER LAKTAT SECARA *MICROWAVE PLASMA ATOMIC EMMISION SPECTROSCOPY* (MP-AES)

Purwadi[1]
[1]Balai Besar Pengawas Obat dan Makanan di Bandar Lampung

mutubpomlpg@yahoo.com

Artikel Info
Diterima tanggal 19.04.2017

Disetujui publikasi tanggal 20.04.2017

Kata kunci : MP-AES, Natrium, Ringer Laktat, Validasi

ABSTRAK

Metode analisis penentuan natrium (Na) dalam sediaan ringer laktat secara MP-AES telah dikembangkan. Tahap penelitian meliputi optimasi, tervalidasi dan penentuan natrium pada sampel. Optimasi alat meliputi *pump speed*, *plasma viewing position*, dan *nebulizer pressure*. Hasil validasi metode menunjukkan metode analisis yang dikembangkan mempunyai presisi dengan RSD 1,46%, linearitas dengan koefisien determinasi (r^2) 0,999, sensitifitas dengan batas deteksi (LoD) sebesar $9{,}92 \times 10^{-6}$ mg/mL, batas kuantitasi (LoQ) sebesar $3{,}31 \times 10^{-5}$ mg/mL, dan akurasi dengan nilai *trueness* 97,0%. Penentuan natrium dalam sediaan ringer laktat telah lakukan menggunakan metode analisis yang telah dikembangkan terhadap 5 sampel yang beredar di pasaran di Bandar Lampung dengan hasil memenuhi persyaratan Farmakope Indonesia edisi V.

PENDAHULUAN

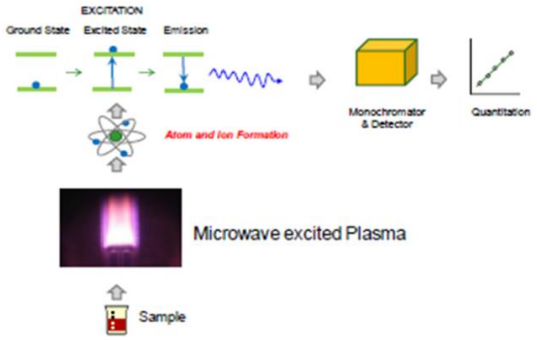
Sediaan ringer laktat adalah larutan steril dari kalsium klorida, kalium klorida, natrium klorida dan natrium laktat dalam air untuk injeksi. Tiap 100 mL mengandung 285,0-315,0 mg Na (sebagai NaCl dan $C_3H_5NaO_3$), 14,1-17,3 mg K (sebagai KCl), 4,90-6,00 mg Ca (setara dengan 18,0-22,0 mg $CaCl_2.2H_2O$), 368,0-408,0 mg Cl (sebagai NaCl, KCl, dan $CaCl_2.2H_2O$), dan tidak kurang dari 231,0-261,0 mg laktat ($C_3H_5O_3$, setara dengan 290,0-330,0 mg $C_3H_5NaO_3$). Injeksi ringer laktat tidak boleh mengandung anti mikroba. Penentuan natrium pada umumnya dilakukan secara fotometri emisi nyala pada masing-masing dengan panjang gelombang pengukuran yang spesifik (Kemenkes RI, 2014).

Microwave plasma atomic emmision spectroscopy (MP-AES) merupakan teknik analisis yang dikembangkan oleh Agilent Technologies. Teknik analisis ini menawarkan cara penentuan logam dan non logam secara lebih murah, mudah, dan relatif cepat. Teknik analisis MP-AES menggunakan gas nitrogen produk dari nitrogen generator dalam pembuatan plasma. Jika

dibandingkan ICP yang menggunakan gas argon yang lebih mahal dengan laju alir tinggi, atau pun pemakaian asitilen pada AAS, yang juga menggunakan *hollow chatode lamp* untuk setiap unsur, MP-AES merupakan alternatif yang lebih murah. Selain itu, MP-AES tidak menggunakan nyala api sebagaimana AAS sehingga lebih aman. Dari segi kecepatan, teknik analisis ini dapat mengukur secara *sequencial* di mana semua logam yang diinginkan diukur secara bergantian tanpa harus mengganti lampu (Holilah, 2016).

MP-AES telah digunakan untuk penentuan bukan hanya unsur anorganik tetapi juga unsur organik. Diketahui sudah 80 unsur dapat ditentukan dengan teknik analisis ini (Agilent, 2014). Teknik analisis ini dengan cara mengukur emisi cahaya yang dipancarkan oleh atom netral pada panjang gelombang spesifik dari setiap unsur. Sistem pengukuran secara MP-AES dapat dilihat pada **Gambar** ~~Gambar~~ 1.

Formatted: Font: Not Bold



Gambar 1. Prinsip kerja MP-AES (Agilent, 2014).

Penentuan natrium menggunakan Microwave Plasma atomic emmision spektroskopi pada berbagai matriks sudah banyak dilakukan, di antaranya dalam sampel air tua (Pratama dkk., 2015). Pada penelitian ini akan dilakukan pengembangan metode analisis, validasi metode analisis dan penentuan natrium secara MP-AES pada sampel sediaan ringer laktat.

METODE

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi seperangkat MP-AES Agilent MP-4100 yang dilengkapi *software* pengontrol MP-Expert, timbangan mikro Radwag tipe MYA-5,

timbangan semimikro Shimadzu Libror, dan peralatan gelas yang biasa digunakan di laboratorium analitik.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi asam klorida (HCl) 37% (Merck), natrium klorida (NaCl) (Merck), kalsium klorida ($CaCl_2$) (Merck), kalsium karbonat $CaCO_3$ (Merck), kalium klorida (KCl) (Merck), natrium laktat (Sigma), dan air deion merupakan hasil produksi alat *water purifier* (Merck Millipore) dengan daya hambat 18,2 $M\Omega.cm^{-1}$. Sampel ringer laktat sebanyak 4 buah, dan infus NaCl 1 buah yang diperoleh dari peredaran di Bandar Lampung.

Prosedur

Pembuatan Pelarut

Pelarut dibuat dengan cara melarutkan 6,75 mL HCl pekat dengan air deion hingga volume 3000 mL.

Pembuatan Larutan Seri Baku PembandingNatrium

Sebanyak 760,0 mg NaCl yang sudah dikeringkan selama 2 jam pada suhu 105 °C (atau setara berat dikali 0,39339 mg natrium) dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan air deion. Larutan tersebut selanjutnya dipipet 5 mL dan dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan pelarut sampai tanda. Dan dipipet kembali 3, 4, 5, 6, dan 7 mL masing-masing ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan pelarut sampai tanda.

Pembuatan Sampel Simulasi

Ke dalam labu takar 100 mL, dimasukkan sebanyak 30,135 mg kalium klorida (KCl) sebelumnya telah dikeringkan pada 105 ^{o}C selama 2 jam, ditambahkan 611,119 mg natrium klorida (NaCl) yang sebelumnya telah dikeringkan pada 105 ^{o}C selama 2 jam, ditambahkan 21,60 mg kalsium klorida ($CaCl_2$) yang sebelumnya telah dikeringkan pada 105 ^{o}C selama 2 jam, dan ditambahkan 302,82 mg natrium laktat ($C_3H_5NaO_3$). Selanjutnya diencerkan dengan air deion sampai tanda.

Cara preparasi

Larutan uji dipipet 5,0 mL dimasukkan dalam labu 100 mL diencerkan dengan pelarut sampai tanda. Dipipet lagi 5,0 mL dimasukkan dalam labu 100 mL dengan pelarut sampai tanda.

Cara Perhitungan

Dibuat persamaan kurva kalibrasi dengan *x* adalah konsentrasi natrium (mg/mL) dan *y* adalah intensitas, sehingga diperoleh slope (*b*) dan intercept (*a*).

$$Kadar\ natrium\ (mg/100\ mL) = ((Iu - a)/b) x\ Fu/Vu\ x\ 100$$

dengan *Iu* adalah intensitas larutan uji, *Fu* adalah faktor pengenceran uji dan *Vu* adalah volume pemipetan larutan uji. Jika tidak tidak ada modifikasi, maka *Fu* = 2000 dan *Vu* = 5.

Cara Pengukuran secara MP-AES

Kondisi pengukuran MP-AES pada panjang gelombang emisi Natrium 588,995 nm. *Read time* 10 detik, *replicate* 6, *pump speed* 15 rpm, *blank substraction*, *stabilization time* 15 detik, *uptake time* 15 detik. Dilakukan optimasi alat terlebih dahulu terhadap parameter *nebulizer pressure* dan *plasma viewing position* menggunakan software MP-Expert. Larutan blanko menggunakan pelarut.

Cara Optimasi Kecepatan Pompa

Menggunakan larutan natrium 0,735 mg/mL selanjutnya dilakukan optimasi kecepatan pompa pada 5, 10, 15, 20, 25, dan 30 rpm. Kecepatan pompa optimum dipilih pada kecepatan minimum yang menghasilkan intensitas tinggi dan stabil.

Cara Uji Presisi

Menggunakan sampel simulasi dilakukan penyiapan sampel sesuai prosedur preparasi, dilakukan pengukuran secara MP-AES. Dilakukan pengulangan enam kali.

Cara Uji Linearitas

Menggunakan sampel simulasi, dipipet 5,0 mL dimasukkan dalam labu 100 mL. Selanjutnya dipipet 3, 4, 5, 6, dan 7,0 mL masing-masing dimaksukkan ke dalam labu 100 dan diencerkan dengan pelarut. Masing-masing diukur secara MP-AES.

Cara Uji Batas Deteksi (LoD) dan Batas Kuantitasi (LoQ)

Menggunakan data hasil uji linieritas, selanjutnya dihitung LoD dan LoQ menurut Miller dan Miller (1991).

$LoD = \frac{3S_{y/x}}{b}$ dan $LoQ = \frac{10S_{y/x}}{b}$, di mana $S_{y/x} = \left(\frac{\sum(yi-\hat{y})^2}{(n-2)}\right)^{1/2}$.

Cara Uji Akurasi

Dibuat sampel simulasi uji akurasi dengan cara menambahkan NaCl 590,915 mg, natrium laktat 265,805, kalium klorida 32,276 mg, dan kalsium karbonat 13,288 mg ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan air deion sampai tanda. Selanjutnya dilakukan pengukuran kadar natrium secara MP-AES. *Trueness* dihitung sebagai persentase perbandingan kadar natrium yang diperoleh terhadap kadar teoritik.

Penentuan Natrium pada Sampel Injeksi Ringer Laktat yang Beredar di Pasaran

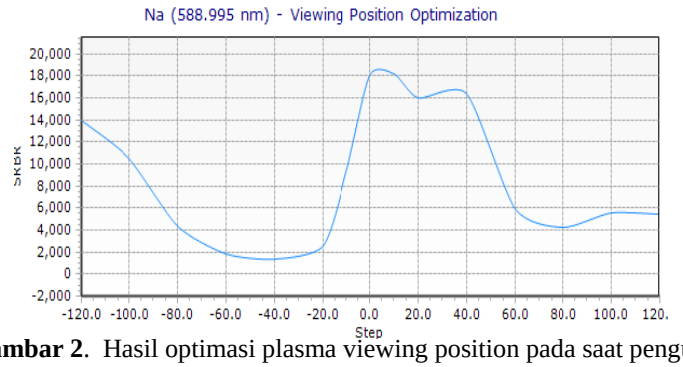
Menggunakan 5 sampel berbeda merek dilakukan pengujian menggunakan metode yang dikembangkan. Masing-masing pengujian dilakukan secara duplikasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

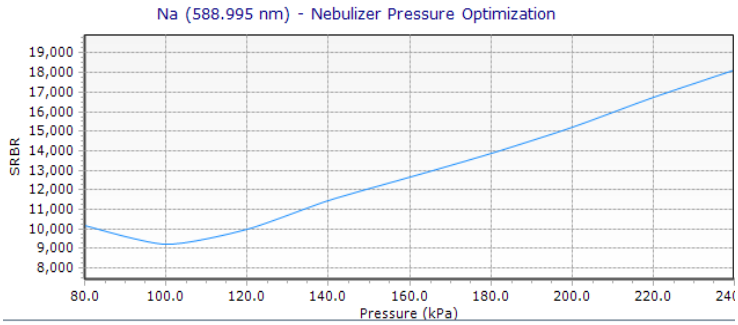
Hasil optimasi Nebulizer Pressure dan Plasma Viewing Position

Hasil optimum *viewing position* pada 0 dan hasil optimasi tekanan *nebulizer* pada 240 kPa (Gambar 2 dan 3). Optimasi alat ini dilakukan menggunakan software MP-Expert. Kondisi yang optimum dimaksudkan untuk memperoleh hasil intensitas pengukuran yang tertinggi. Pengukuran Natrium dilakukan pada garis emisi 588,995 nm (Gambar 4), garis emisi ini dipilih karena merupakan panjang gelombang yang paling sensitif sehingga dapat digunakan untuk pengukuran pada kadar yang rendah, dan spesifik artinya tidak terjadi tumpang tindih dengan garis spektrum emisi atom lain.

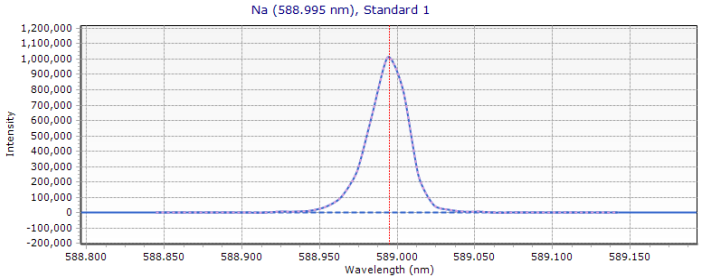
Comment [j1]: Spasi disesuaikan



Gambar 2. Hasil optimasi plasma viewing position pada saat pengukuran.



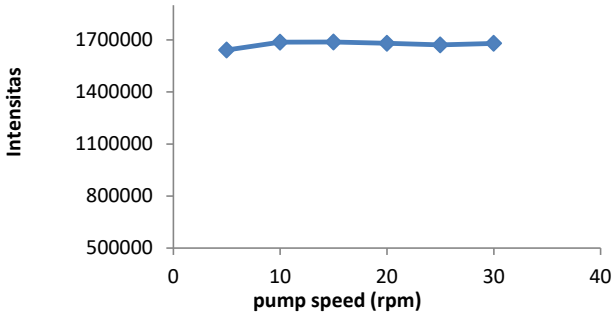
Gambar 3. Hasil optimasi nebulizer pressure pada saat pengukuran.



Gambar 4. Spektrum emisi natrium yang digunakan untuk pengukuran.

Hasil Optimasi Pump Speed

Optimasi *pump speed* diperoleh kecepatan optimum 15 rpm. Kecepatan ini dianggap cukup stabil sehingga menghasilkan presisi yang baik. Tidak terlalu berpengaruh *pump speed* terhadap intensitas natrium (Gambar 5).



Gambar 5. Hasil optimasi pump speed.

Hasil Uji Presisi

Hasil uji presisi menunjukkan bahwa metode analisis ini mempunyai keberulangan yang baik dengan RSD 1,46%. Presisi memenuhi persyaratan yaitu 2,7% sebagaimana terlihat pada Tabel 2 (AOAC, ~~2002~~2012). Persyaratan presisi metode menjadi lebih longgar pada kadar yang rendah.

Tabel 1. Hasil Uji Presisi

Kode	Intensitas
Presisi 1	1452708.76
Presisi 2	1433482.67
Presisi 3	1486908.01
Presisi 4	1485878.34
Presisi 5	1478919.67
Presisi 6	1457715.34
Rata-rata	1465935.47
SD	21456.26
RSD (%)	1.46

Tabel 2. Persyaratan Presisi dan Akurasi

Kadar Analit	RSD (%)	Akurasi / Recovery (%)
100%	1,3	98 – 102
10%	1,9	98 – 102
1%	2,7	97 – 103
0,1%	3,7	95 – 105
100 ppm (mg/kg)	5,3	90 – 107
10 ppm (mg/kg)	7,3	80 – 110
1 ppm (mg/kg)	11	80 – 110
100 ppb (µg/kg)	15	80 – 110
10 ppb (µg/kg)	21	60 – 115
1 ppb (µg/kg)	30	40 – 120

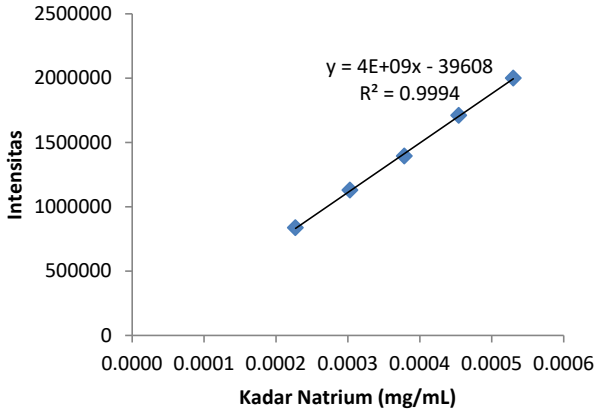
Sumber : AOAC (2012)

Hasil Uji Linearitas

Hasil uji linieritas menunjukkan metode ini linear dengan koefisien determinasi (r^2) 0,999, dengan persamaan garis $y = -39608,17 + 3838564147\ x$ (Tabel 4 dan Gambar 6). Uji linieritas digunakan untuk memastikan bahwa ~~pengarus~~ konsentrasi analit natrium akan berpengaruh secara linier terhadap intensitas emisi.

Tabel. 3. Hasil Uji Linieritas

Konsentrasi (mg/mL)	Intensitas
0,00023	836477,34
0,00030	1128840,63
0,00038	1394164,84
0,00045	1710168,17
0,00053	1999189,92



Gambar 6. Kurva Hasil Uji Linearitas Metode

Hasil Uji Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi (LoD) metode analisis ini sebesar 9,92 × 10^{-6} mg/mL dan dan batas kuantitasi (LoQ) sebesar 3,31 × 10^{-5} mg/mL. LoD dan LoQ menunjukkan sensitifitas metode analisis. Semakin kecil LoD dan LoQ semakin sensitif metode analisis. Persyaratan LoD dan LoQ merupakan kesesuaian dengan tujuan penggunaan metode analisis tersebut. Untuk analit dengan kadar tinggi nilai LoD dan LoQ tidak terlalu diperhatikan, tetapi untuk kadar analit yang kecil maka nilai LoD dan LoQ merupakan bagian yang menentukan validitas metode analisis.

Hasil Uji Akurasi

Menggunakan sampel simulasi uji akurasi dilakukan uji akurasi metode menggunakan metode yang dikembangkan dengan hasil nilai trueness 97,0%, hal ini masih memenuhi persyaratan akurasi yaitu 97–103% (Tabel 2). Uji akurasi bertujuan untuk mengetahui kedekatan hasil uji terhadap nilai benarnya. Uji akurasi merupakan parameter validasi yang paling penting. Hasil akurasi yang kurang baik dapat menjadi indikator ~~keselahan~~ kesalahan sistematis dalam metode analisis itu, misalkan pada tahap preparasi atau pada tahap pengukuran. Jika kesalahan sistematis tersebut dapat diketahui akar masalahnya dan diperbaiki, biasanya hasil akurasi metode akan menjadi lebih baik.

Comment [j2]: Kalimat supaya diperbaiki

Tabel 4. Hasil Uji Akurasi

Kode	Intensitas	Kadar sampel (mg/100 mL)	Kadar teoritis (mg/100 mL)	Trueness (%)
Tru. 1	1596890.28	285.12	286.99	99.35
Tru. 2	1529642.58	271.38	286.99	94.56
Tru. 3	1566837.67	278.98	286.99	97.21
Tru. 4	1561209.48	277.83	286.99	96.81
Tru. 5	1579862.84	281.64	286.99	98.14
Tru. 6	1548684.48	275.27	286.99	95.91
Rata-rata				97.00
SD				1.67
RSD				1.73

Hasil Penentuan Natrium pada Sampel yang Beredar di Pasaran

Menggunakan metode yang telah dikembangkan selanjutnya dilakukan pengujian terhadap 5 buah sampel berbeda dengan hasil dalam Tabel 5. Sampel nomor 1 sampai dengan no 4 merupakan sampel sediaan ringer laktat, sedangkan sampel nomor 5 merupakan sampel infus yang mengandung natrium klorida. Sampel infus natrium klorida mempunyai matriks yang lebih sederhana dibanding sampel sediaan ringer laktat. Hasil uji menunjukkan bahwa sampel-sampel tersebut memenuhi persyaratan Farmakope Edisi V.

Comment [j3]: Kalimat supaya diperbaiki

***Tabel 5**. Hasil Penentuan Natrium pada Sampel Sediaan Ringer Laktat yang Beredar di Pasaran*

Sampel	sampel (mg/100 mL)	Rata-rata (mg/100 mL)	Syarat FI ed. V (mg/100 mL)
1	304.60 301.20	302.9	285 - 315
2	298.02 296.20	297.1	285 - 315
3	291.30 291.43	291.4	285 - 315
4	298.88 298.10	298.5	285 - 315
5	347.29 347.25	347.27	318.6-389.4

KESIMPULAN

Metode analisis penentuan natrium secara MP-AES yang telah dikembangkan dengan kondisi pengukuran pada *plasma viewing position* 0, *nebulizer pressure* 240 kPa. Panjang gelombang emisi 588,995 nm. *Read time* 10 detik, *replicate* 6, *pump speed* 15 rpm, *blank substraction*, *stabilization time* 15 detik, *uptake time* 15 detik.

Hasil validasi metode analisis menunjukkan presisi sebesar RSD 1,46 %, Linieritas dengan dengan koefisien determinasi (r^2) 0,999, sensitifitas dengan batas deteksi (LoD) sebesar $9,92 \times 10^{-6}$ mg/mL, batas kuantitasi (LoQ) sebesar $3,31 \times 10^{-5}$ mg/mL, dan akurasi dengan nilai *trueness* 97,0% . Menggunakan metode yang telah dikembangkan, dilakukan pengujian terhadap 5 sampel yang ada di pasaran dengan hasil memenuhi syarat Farmakope Indonesia edisi V.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih yang tak terhingga disampaikan kepada Dra. Setia Murni, Apt. selaku kepala Balai Besar Pengawas Obat dan Makanan di Bandar Lampung, Drs. Ramadhan Apt. selaku Manajer Teknis Laboratorium Pengujian Obat, dan Midarwati, S.Si, selaku Manajer Mutu yang telah mendorong dan memfasilitasi program pengembangan metode analisis sehingga terus berjalan, dan kepada Dr. Rinawati atas diskusi ilmiah dan masukannya yang membangun.

DAFTAR PUSTAKA

Agilent. 2014. http://www.chem.agilent. com/en-US/products-services/ Instruments-Systems/Atomic Spectroscopy/4200-MP-AES/Pages/default.aspx

AOAC International. (2012). Guideline for standard Method Performance Requirement. *Appendix F*. Gaithersburg.

Holilah, Iis, Hardoko Insan Qudus, Sutopo Hadi, dan Purwadi. 2016. Pengembangan Metode Analisis Merkuri pada Kosmetika Krim Pemutih Kulit secara Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (MP-AES). *Proced. Math., Science, & Edu.* Nat. Conf. *(MSENCo)*. Fakultas Tarbiyah dan Keguruan IAIN Raden Intan Lampung.

ISO 5725-1:1994 (en). Accuracy (Trueness and Precision) of Mesurement Methods andresults. Part 1. General Principles and Definition. www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:5725:-1:ed-1:v1:en. Didownload 15 Desember 2016.

Kemenkes RI. 2014. *Farmakope Indonesia*. Edisi V. Buku II. Jakarta.

Miller, J.N. dan J.C. Miller. 1991. *Statistika untuk Kimia Analitik*. Diterjemahkan Suroso. ITB. Bandung.

Pratama, Dian Septiani, Purna Pirdaus, Rinawati, Sophia L. Sagala dan Ifan R. Suhelmi. 2015. Validasi Metode Analisis Logam Na, K, Mg dan Ca Pada Air Tua (Bittern) menggunakan MP-AES. *Jurnal Standardisasi*. Vol. 17 No. 3, November 2015. Hal 187 – 198.