

PEMBUATAN KALSIUM GLUKONAT DARI BATU KAPUR BUKIT TUI PADANG PANJANG

H. Zulharmita²⁾, Sri Indah Kesuma²⁾, Fithriani Armin¹⁾

1) Fakultas Farmasi Universitas Andalas (UNAND)

2) Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFARM) Padang

ABSTRACT

A study concerning the manufacture of calcium gluconate limestone hill Tui Leopold. Previous limestone samples were identified and determined the levels of calcium. 1 g sample of limestone calcium levels obtained 36,0812 %. In the manufacture of calcium gluconate used limestone samples of 20 g were dissolved in 6 M HCl, filtered and the filtrate was added 6 M NH₄OH to pH 10 . Then added gluconic acid 1 M. The precipitate is filtered, washed, dried in an oven at a temperature of 105⁰ C. The results obtained as 6,2084 g of calcium gluconate. Examination of limestone calcium gluconate include organoleptic examination, solubility, qualitative identification, examination and the melting point of the assay by the method complexometry. In the assay of calcium gluconate from the manufacture of natural limestone samples carefully weighed approximately 0,5 g , 1 g, and 2 g. Of the three differences in weight percentage of calcium gluconate calcium results obtained, weighing 0,5 g to as much as 62,2708 % , 1 g weight as much as 79,9048 % , while the weight of as much as 2 g 101,7232 %. From the results of the assay of calcium gluconate with a sample of 6,2084 g drying results have percentage 101,7232 % with the results of testing the melting point is 200⁰ C calcium gluconate. It can be concluded natural limestone hill Tui Leopold has a high purity calcium levels that can be made of calcium gluconate.

Keywords: *Calcium glukonat, limestone, Tui leopold*

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang pembuatan kalsium glukonat dari batu kapur bukit Tui Padang Panjang. Sebelumnya sampel batu kapur diidentifikasi dan ditentukan kadar kalsiumnya. Dari 1 g sampel batu kapur didapatkan kadar kalsiumnya 36,0812 %. Pada pembuatan kalsium glukonat digunakan sampel batu kapur sebanyak 20 g yang dilarutkan dalam HCl 6 M, disaring dan filtratnya ditambah NH₄OH 6 M sampai pH 10. Selanjutnya ditambahkan asam glukonat 1 M. Endapan disaring, dicuci, dikeringkan dalam oven pada suhu 105⁰ C. Hasil diperoleh kalsium glukonat sebanyak 6,2084 g. Pemeriksaan kalsium glukonat dari batu kapur meliputi pemeriksaan organoleptik, kelarutan, identifikasi kualitatif, pemeriksaan titik lebur dan penetapan kadar dengan metode kompleksometri. Pada penetapan kadar kalsium glukonat dari hasil pembuatan dari sampel batu kapur alam ditimbang seksama sebanyak 0,5 g, 1 g, dan 2 g. Dari ketiga perbedaan bobot kalsium glukonat didapatkan hasil persentase kalsium, untuk berat 0,5 g sebanyak 62,2708 %, berat 1 g sebanyak 79,9048 %, sedangkan berat 2 g sebanyak 101,7232%. Dari hasil penetapan kadar kalsium glukonat dengan jumlah sampel hasil pengeringan 6,2084 g mempunyai persentase 101,7232 % dengan hasil pengujian titik lebur kalsium glukonat adalah 200⁰ C . Dapat disimpulkan batu kapur alam bukit Tui Padang Panjang mempunyai kemurnian kadar kalsium yang tinggi sehingga dapat dibuat kalsium glukonat.

Kata kunci: *Kalsium glukonat, limestone, Tui leopold*

PENDAHULUAN

Batu kapur merupakan bagian dari batuan sedimen, yaitu batuan non-klasik yang terbentuk dari proses kimia atau proses biologi. Batu kapur disebut juga batu gamping atau *limestone*. Kandungan utama batu kapur adalah mineral kalsium karbonat (CaCO₃) yang terjadi akibat proses kimia yang terbentuk secara alami.

Secara umum mineral yang terkandung dalam batu kapur adalah kalsium karbonat (kalsit) sebesar 95%, dolomit (CaMg(CO₃)₂) sebanyak 3%, dan sisanya adalah mineral *clay* (Apriliani, *et al.*, 2012; Djuhariningrum & Rusmadi, 2004). Ketersediaan batuan kapur yang melimpah dapat dikatakan 3,5 – 4% elemen di bumi adalah kalsium, dan 2% terdiri dari magnesium. Dari keseluruhan ketersediaan

kalsium menempati urutan kelima setelah oksigen, silikon, alumunium, dan besi. Ketersediaan batuan kapur yang melimpah ini merupakan potensi yang besar terhadap pengembangan lebih lanjut (Haidir, 2010). Batu kapur merupakan salah satu potensi batuan yang banyak terdapat di Indonesia. Pegunungan kapur di Indonesia menyebar dari barat ke timur mulai dari pegunungan di Jawa Tengah hingga ke Jawa Timur, Madura, Sumatera, dan Irian Jaya (Apriliani, *et al.*, 2012). Sebagian besar cadangan batu kapur di Indonesia terdapat di Sumatera Barat. Penggunaan batu kapur di Sumatera Barat saat ini hanya terbatas sebagai kapur tohor, yaitu perekat dalam adukan semen atau pemutih pada tembok, sehingga masih bernilai ekonomis rendah (Arif & Jamarun, 2009).

Semakin berkembangnya dunia kefarmasian sekarang ini membawa manusia kepada penelitian-penelitian terhadap sumber daya alam yang berpotensi dalam pengobatan. Obat-obatan dari alam ini dapat berasal dari hewan, tumbuh-tumbuhan, dan mineral yang berada di daratan maupun lautan. Batu kapur dijadikan salah satu objek penelitian karena banyak mengandung mineral, salah satunya yaitu kalsium. Kalsium dalam bentuk garam maupun hidroksinya banyak digunakan dalam bahan baku obat, seperti produk suplemen (Sari, 2006).

Kalsium merupakan mineral yang dibutuhkan oleh tubuh dalam jumlah lebih dari 100 mg per hari. Fungsi kalsium dalam tubuh adalah untuk pertumbuhan dan perkembangan tulang dan gigi, pengatur reaksi otot dan mineral yang mempengaruhi pertumbuhan tubuh. Kalsium banyak macamnya, salah satunya yaitu kalsium glukonat. Kalsium glukonat dapat digunakan sebagai pengganti elektrolit, inotropik positif, pengobatan hiperkalemia, hipermagnesia dan kelebihan antagonis kalsium (USP Convention, 1992).

Kalsium glukonat berupa serbuk hablur atau serbuk butir, putih, tidak berbau dan tidak mempunyai rasa (Departemen

Kesehatan Republik Indonesia, 1979). Untuk mendapatkan batu kapur yang memenuhi syarat sebagai bahan dasar kalsium glukonat maka batu kapur yang digunakan harus mengandung kadar kalsium yang tinggi dan kandungan logam lain yang sangat kecil, seperti Fe_2O_3 , MgCO_3 (Sari, 2006; Amri, *et al.*, 2007). Kadar kalsium yang tinggi ditemukan pada batu kapur yang mempunyai kemurnian tinggi yaitu dapat mencapai kadar kalsium sebanyak 98% (Lailiyah, *et al.*, 2012). Dengan meningkatnya perkembangan teknologi yang ada maka sebagai pijakan awal perlu diketahui karakterisasi batuan kapur secara lebih mendalam (Haidir, 2010). Berdasarkan fungsi kalsium di atas maka peneliti tertarik untuk melakukan penelitian tentang pembuatan kalsium glukonat dari batu kapur yang diambil dari bukit kapur bukit Tui Padang Panjang dan dihitung kadarnya dengan metoda kompleksometri.

METODE PENELITIAN

Alat

Buret, klem, pipet volum, *melting point apparatus*, oven, batang pengaduk, labu ukur, gelas piala, timbangan analitik, cawan penguap, pH meter, spatel, corong, beker glass, kaca arloji, krus porselen, labu, pipet tetes, kapas, botol semprot dan alat-alat gelas lainnya.

Bahan

Batu kapur alam, asam glukonat, asam klorida pekat, aquadest, ammonium hidroksida, asam sulfat pekat, kalium oksalat, amonium klorida, dinatrium etilendiaminatetra asetat (Na_2EDTA), buffer salmiak pH 10, seng sulfat, kertas saring, indikator mureksid, eriochrom black T (EBT), natrium klorida, larutan *fenolftalein P*, natrium hidroksida, amonium karbonat *P*, amonium klorida *P*, amonium oksalat *P*, asam asetat *P*.

Prosedur Kerja

Pembuatan Reagen

Larutan asam glukonat 1 M

Ditimbang seksama sebanyak 218,14 g asam glukonat kemudian dilarutkan dengan aquadest dalam labu ukur 1000 mL, homogenkan, cukupkan volume hingga tanda batas.

Larutan HCl 6 M (Slowinski, *at al.*, 1983)

Dipipet HCl pekat 12 M sebanyak 500 mL, kemudian dilarutkan dengan aquadest dalam labu ukur 1000 mL, homogenkan, cukupkan volume hingga tanda batas.

Larutan NH₄OH 6 M (Slowinski, *at al.*, 1983)

Dipipet NH₄OH pekat dari konsentrasi 25 % (25,71 mmol/mL) sebanyak 116,7 mL, kemudian dilarutkan dengan aquadest dalam labu ukur 500 mL, homogenkan, cukupkan volume hingga tanda batas.

Larutan Na₂EDTA 0,05 M (Slowinski, *at al.*, 1983)

Ditimbang seksama sebanyak 9,30 g Na₂EDTA kemudian dilarutkan dengan aquadest dalam labu ukur 500 mL, homogenkan, cukupkan volume hingga tanda batas.

Larutan ZnSO₄·7H₂O 0,05 M (Slowinski, *at al.*, 1983)

Ditimbang seksama ZnSO₄·7H₂O sebanyak 7,1885 g kemudian larutkan dengan aquadest dalam labu ukur 500 mL, homogenkan, cukupkan volume hingga tanda batas.

Larutan NaOH 1 N

Ditimbang seksama NaOH sebanyak 4 g kemudian larutkan dengan aquadest dalam labu ukur 100 mL, homogenkan, cukupkan volume hingga tanda batas.

Indikator EBT (Slowinski, *at al.*, 1983)

Ditimbang seksama 100 mg EBT digerus halus, kemudian dicampurkan dengan 10 g

NaCl lalu digerus sampai terbentuk campuran serbuk halus.

Indikator Mureksid (Slowinski, *at al.*, 1983)

Ditimbang seksama 100 mg mureksid digerus halus, kemudian dicampurkan dengan 10 g NaCl lalu digerus sampai terbentuk campuran serbuk halus.

Buffer Salmiak (Slowinski, *at al.*, 1983)

Ditimbang seksama 6,75 g NH₄Cl, dilarutkan dengan 65 mL NH₄OH dalam labu ukur 100 mL, kemudian dicukupkan volume NH₄OH sampai tanda batas.

Pengambilan Sampel

Sampel berupa batu kapur yang telah dibakar didapat dari bukit kapur bukit Tui kota Padang Panjang diambil sebanyak 30 gram.

Persiapan Sampel

Sebelum diolah menjadi kalsium glukonat, batu kapur terlebih dahulu dibersihkan dari pengotor-pengotor mekanis seperti kerikil dan pengotor lainnya dan selanjutnya ditentukan kadar kalsiumnya. Kemudian sampel siap diproses menjadi kalsium glukonat.

Penentuan Kadar Kalsium Pada Serbuk Batu Kapur (Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1979; Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995).

Pembakuan larutan Na₂EDTA

Dipipet ZnSO₄·7H₂O 0,05 M sebanyak 25 mL kemudian masukan ke dalam erlemeyer, ditambahkan 3 mL buffer salmiak pH 10 dan 50 mg EBT. Kemudian dititrasikan dengan Na₂EDTA hingga terjadi perubahan warna dari merah anggur menjadi biru. Lalu dihitung konsentrasi Na₂EDTA yang terpakai.

Reaksi : $\text{H}_2\text{EDTA} + \text{Zn}^{+2} \rightarrow \text{ZnEDTA} + 2\text{H}^+$

Penentuan kadar kalsium

Sampel batu kapur alam dikeringkan pada suhu 200⁰ C selama 4 jam dalam oven, kemudian ditimbang seksama sebanyak 1 g lalu masukkan dalam beaker gelas, ditambahkan tetes demi tetes HCl 6 M sebanyak 7,7 mL hingga larut sempurna dan saring. Masukkan dalam labu ukur 100 mL lalu ditambahkan aquadest sampai tanda batas. Dipipet sebanyak 20 mL lalu ditambahkan 15 mL NaOH 1 N dan 300 mg mureksid yang sudah dicampur dengan NaCl. Kemudian dititrasi dengan dinatrium edetat (Na₂EDTA) yang telah dibakukan sampai titik akhir warna merah menjadi ungu.

Pembuatan Kalsium Glukonat

(Slowinski, *et al.*, 1983).

Ditimbang seksama sampel batu kapur 20 g masukkan dalam beker glass tambahkan HCl 6 M sebanyak 148,50 mL sampai larut, lalu saring larutan dengan menggunakan kertas saring hingga didapatkan filtrat larutan sampel. Pisahkan endapan dari filtrat, kemudian filtratnya diambil dan dimasukkan kedalam beker glass, tambahkan NH₄OH 6 M sampai larutan basa (pH 10), dengan mengukur pH larutan. Kemudian tambahkan asam glukonat 1 M sebanyak 23,70 mL sampai terbentuk endapan kemudian larutan disaring dengan menggunakan kertas saring hingga didapatkan filtrat larutan sampel. Pisahkan endapan dari filtrat, kemudian endapannya diambil dan dimasukkan ke dalam beker glass, kemudian cuci, disaring dan masukkan dalam cawan penguap lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 105⁰ C selama 4 jam, lalu ditimbang. Selanjutnya dilakukan penetapan kadar terhadap endapan yang didapatkan dengan menggunakan metode kompleksometri.

Pemeriksaan Kalsium Glukonat Dari Batu Kapur

Pemeriksaan kalsium glukonat yang didapatkan dari hasil reaksi batu kapur alam dengan reagen, dilakukan menurut metode yang tercantum dalam Farmakope Indonesia edisi III, meliputi: Pemeriksaan organoleptik

Dilakukan secara visual meliputi bentuk: serbuk hablur atau serbuk butir. Warna: putih. Bau: tidak berbau. Dan rasa: tidak mempunyai rasa

Pemeriksaan kelarutan

Dilakukan dengan buret, sampel dimasukkan dalam erlemeyer dilarutkan sesuai dengan pelarutnya. Kelarutannya adalah larut perlahan-lahan dalam lebih kurang 30 bagian air; larut dalam lebih kurang 4 bagian air mendidih; praktis tidak larut dalam etanol mutlak *P*; dalam kloroform *P* dan dalam eter *P*.

Identifikasi secara kualitatif

Menunjukkan reaksi kalsium yang tertera pada reaksi identifikasi yaitu A. Pada larutan garam kalsium ditambahkan larutan amonium karbonat *P*, terbentuk endapan putih. Dididihkan, didinginkan, endapan sukar larut dalam larutan amonium klorida *P*. B. Pada larutan garam kalsium ditambahkan larutan amonium oksalat *P*, terbentuk endapan putih yang larut dalam asam klorida *P*, tetapi agak sukar larut dalam asam asetat *P*. Dan dilakukan dengan reaksi warna, pada 1mL larutan 3,0%*b/v* ditambahkan 1 tetes larutan besi (III) klorida *P*: terjadi warna kuning.

Pemeriksaan penentuan titik lebur

Titik lebur ditentukan dengan alat Melting Point Apparatus. Serbuk sampel kalsium glukonat yang dihasilkan dimasukkan ke dalam pipa kapiler (diameter 1,5 – 1,6 mm) setinggi 2 mm. Ketuk sebanyak 5 kali dan dimasukkan pada alat dan kecepatan pemanasan diatur pada angka 7. Pada awal peleburan serbuk melebur seluruhnya, lalu catat suhunya.

Tabel I. Hasil pemeriksaan kalsium glukonat yang terbentuk dari batu kapur alam

Pemeriksaan	Persyaratan (FI III)	Hasil pemeriksaan
- Pemerian	Serbuk hablur atau serbuk butir; putih; tidak berbau; tidak mempunyai rasa	Serbuk; putih; tidak berbau; tidak mempunyai rasa
- Kelarutan	- Larut perlahan-lahan dalam lebih kurang 30 bagian air. - Larut dalam lebih kurang 4 bagian air mendidih. - Praktis tidak larut dalam etanol mutlak <i>P</i>.	0,1 g larut dalam 3 mL.(1:30) 0,2 g larut dalam 1 mL air mendidih. (1:5) 1 mg tidak larut dalam 20 mL etanol mutlak <i>P</i> .(1:20.000)
- Identifikasi	- Larutan garam kalsium (+) larutan amm. Karbonat <i>P</i> terbentuk endapan putih, - Lalu dididihkan, dinginkan, endapan sukar larut dalam larutan amm. Klorida <i>P</i>. - Larutan garam kalsium (+) larutan amm. oksalat <i>P</i> terbentuk endapan putih. - Lalu endapan larut dalam HCl <i>P</i>. - Tetapi agak sukar larut dalam asam asetat <i>P</i>. - 1 tetes larutan besi (III) klorida <i>p</i> sampai terjadi warna kuning.	- Terbentuk endapan putih. -Sukar larut -Terbentuk endapan putih -Larut -Sukar larut -1 mL sampel dengan 1 tetes FeCl₃ terjadi warna kuning.
- Keasaman - kebasaaan	- 10 mL larutan 5,0%b/v dlm aquadest bebas CO₂ (+) 0,1 mL HCl 0,01 N dan 2 tts fenolftalein, tidak terjadi warna. - Lalu di (+) 0,3 mL NaOH 0,01 N, terjadi warna merah jambu.	-Tidak terbentuk warna -Terbentuk warna merah jambu.
- Titik lebur	- 202 ⁰ C	200 ⁰ C

Metode Kompleksometri

Penentuan kadar kalsium glukonat:

Sejumlah kalsium glukonat hasil pembuatan dari sampel batu kapur alam ditimbang seksama sebanyak 0,5 g, 1 g, 2 g, dilarutkan masing-masing dalam HCl 6 M sampai larut dalam labu ukur 100 mL, lalu cukupkan volume dengan aquadest sampai tanda batas. Dipipet masing-

masing 20 mL larutan sampel, dimasukan dalam erlenmeyer dan ditambahkan NaOH 1 N sampai pH larutan (12-13), kemudian tambahkan indikator murexside 300 mg. Titrasi larutan ini dengan larutan Na₂EDTA sampai terjadi perubahan warna dari merah muda menjadi ungu. Titrasi dilakukan 3 kali pengulangan.

Analisa Data

Pembakuan Na_2EDTA dengan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dihitung dengan rumus:

$$V1_{(\text{Vol. ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})} \times N1_{(\text{Mol ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})} = V2_{(\text{Vol. Na}_2\text{EDTA}_{\text{terpakai}})} \times N2_{(\text{Mol. Na}_2\text{EDTA})}$$

Penentuan kadar kalsium dihitung dengan rumus:

$$\text{Mg Kadar Kalsium} = V_{\text{Na}_2\text{EDTA}_{\text{terpakai}}} \times N_{\text{Na}_2\text{EDTA}} \times \text{BM}_{\text{Ca. Glukonat}}$$



$$\% \text{ kadar} = \frac{\text{mg kadar kalsium}}{\text{mg sampel}} \times 100\%$$

Tabel II. Pembakuan Na_2EDTA dengan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

No	Volume $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (mL)	Volume Na_2EDTA 0,0502 mmol/mL (mL)
1	25	25,00
2	25	24,70
3	25	25,00
Rata-Rata	25	24,85 ± 0,2121

Tabel III. Hasil titrasi pada sampel dalam penentuan kalsium glukonat

	Sampel	Berat Sampel (g)	Volume larutan sampel (mL)	Volume titrasi
1	Batu kapur alam	1	20	35,70
				35,90
				36,00
2	Kalsim glukonat	0,5	20	2,80
				2,80
				2,70
3	Kalsium glukonat	1	20	7,10
				7,00
				7,20
4	Kalsium glukonat	2	20	18,00

Tabel IV. Persentase Kadar Kalsium Rata-rata pada Sampel

	Sampel	Kadar kalsium (mg)	Kadar kalsium rata2 (mg)	Kadar Kalsium (%)
1	Batu kapur alam	71,8270	72,3303 $\pm 0,1445$	36,0812
		72,2281		
		72,4325		
2	Kalsim glukonat	63,0271	61,8926 $\pm 1,6043$	62,2708
		63,0271		
		60,7582		
3	Kalsium glukonat	159,8097	159,8097 $\pm 3,1706$	79,9048
		157,5677		
		162,0517		
4	Kalsium glukonat	405,1742	405,1742 $\pm 0,4756$	101,7232

**Gambar 1.** Serbuk batu kapur alam**Gambar 2.** Hasil kalsium glukonat yang terbentuk setelah dikeringkan

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Kombinasi magnesium stearat dan talkum sebagai lubrikan dapat mempengaruhi profil disolusi tablet ibuprofen.
2. Dari data disolusi pada menit ke 60 bahwa tablet formula III yang mempunyai hasil disolusi yang lebih tinggi yaitu sebesar 99,9373% dibandingkan formula I yaitu 95,7209% dan formula II 97,6474%.
3. Berdasarkan hasil perhitungan efisiensi disolusi (ED) diperoleh data untuk nilai ED formula III (90,7635%) lebih tinggi daripada formula I (82,1089%) dan formula II (87,5888%).

DAFTAR PUSTAKA

- Amri, A., Amrina., Saputa, E., Utama, P. C., & Kurniati, A. (2007). Pengaruh suhu dan ukuran butir terhadap kalsinasi batu gamping Kab. Agam pada proses pembuatan kapur tohor. *Jurnal Sains dan Teknologi* 6(1), 10-13.
- Apriliani, N. F., Baqiya, M. A., & Darminto. (2012). Pengaruh penambahan larutan $MgCl_2$ pada sintesis kalsium karbonat presipitat berbahan dasar batu kapur dengan metode arbonasi. *Jurnal Sains dan Seni ITS*. Vol. 1 (1), 30-34.
- Arif, S & Jamarun, N. (2009). Studi pembentukan precipitated calcium carbonate (pcc) dari batu kapur alam Sumatera Barat. *Ringkasan dan Summary* no. 120, 1-2.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia . (1979). *Farmakope Indonesia* (Edisi 3). Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1995). *Farmakope Indonesia*. (Edisi 4). Jakarta.
- Djuhariningrum, T & Rusmadi. (2004). Penentuan kalsit dan dolomit secara kimia dalam batu gamping dari Madura. *Kumpulan Laporan Hasil Penelitian*, 332-338.
- Haidir, S. N. A. (2011). Uji kemurnian komposisi batu kapur Tuban dengan analisis rietveld data difraksi sinar-x. *Laporan COOP Penelitian Jurusan Fisika, ITS. Surabaya*.
- Lailiyah., Baqiya, M. A., & Darminto. (2012). Pengaruh temperature dan aliran gas CO_2 pada sintesis kalsium karbonat presipitat dengan metode bubbling. *Jurnal Sains dan Seni ITS* vol. 1 (1), 6-10.
- Sari, A. A. (2006). *Penggunaan kalsium laktat dari batu kapur dalam sediaan sirup*. (Skripsi). Padang: Universitas Andalas.
- Slowinski, E. J., Wolsey, W., & Masterton, W. L., (1983). *Chemical principles in the laboratory with qualitative analysis*. (alternate ed). Philadelphia: Holt Saunders Japan.
- USP Convention. (1992). *Drug information for the health care profesional*. Washington : United States Pharmacopeial Convention Inc

