

## IDENTIFIKASI KALSIUM DAN MAGNESIUM DALAM OBAT MENGUNAKAN LIPS (*LASER-INDUCED PLASMA SPECTROSCOPY*)

Heri Sugito<sup>1</sup>, Ali Khumaeni<sup>2</sup>, Wahyu Setia Budi<sup>3</sup>, Asep Yoyo Wardaya<sup>4</sup>  
<sup>1-4</sup>Departemen Fisika Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro  
Email: herinuha@gmail.com

### ABSTRAK

Identifikasi kandungan zat makro pada obat-obatan kimia sangat diperlukan untuk tujuan perlindungan kesehatan masyarakat. Dalam penelitian ini, identifikasi magnesium (Mg) dalam produk farmasi dilakukan menggunakan LIPS (*Laser-Induced Plasma Spectroscopy*). Laser yang digunakan pada penelitian adalah laser Nd: YAG dan laser CO<sub>2</sub>. sampel yang digunakan adalah tablet suplemen. Sinar laser diarahkan dan difokuskan oleh lensa cembung pada sampel. Berkas plasma diinduksikan pada permukaan sampel. Spectrum emisi yang tajam dan berintensitas tinggi yang terdeteksi menggunakan laser Nd:YAG menunjukkan adanya kandungan Kalsium (Ca) dan Magnesium (Mg) pada sampel. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan pengujian sampel menggunakan laser CO<sub>2</sub>. Diperoleh hasil intensitas spectrum Mg jauh lebih tinggi menggunakan laser CO<sub>2</sub>.

Kata Kunci: LIPS, Nd;YAG, Laser CO<sub>2</sub>, Magnesium, Kalsium

### ABSTRACT

*Identification of macro substances in chemical drugs is needed for the purpose of protecting public health. In this study, identification of magnesium (Mg) in pharmaceutical products was carried out using LIPS (Laser-Induced Plasma Spectroscopy). Lasers used in this research are Nd: YAG lasers and CO<sub>2</sub> lasers. The sample used is supplement tablets. The laser beam is directed and focused by convex lenses in the sample. Plasma beams are induced on the surface of the sample. Sharp and high-intensity emission spectra detected by the Nd: YAG laser indicate the presence of Magnesium (Mg) content in the sample. The results obtained are then compared with testing samples using a CO<sub>2</sub> laser. Obtained the results of Mg spectrum intensity much higher using a CO<sub>2</sub> laser.*

*Keywords: LIPS, Nd;YAG, CO<sub>2</sub> Laser, Magnesium, Calcium*

## LATAR BELAKANG

Identifikasi elemen makro dalam produk farmasi sangat diperlukan karena adanya pentingnya elemen bagi tubuh manusia. Unsur-unsur makro termasuk kalsium, magnesium, seng, potasium, dan natrium, yang sangat bermanfaat bagi kesehatan manusia (Porta, Benaglia et al. 2016). Karena itu, pemeriksaan secara berkala pada kualitas produk farmasi yang mengandung unsur makro menjadisangat penting.

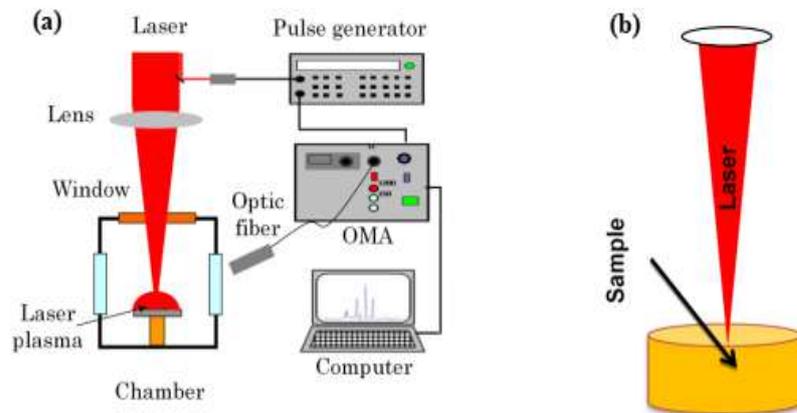
Ada berbagai teknik yang digunakan untuk identifikasi elemen, salah satunya adalah dengan ICP (*inductively coupled plasma*). Teknik ini sangat sensitif dan bagus untuk deteksi unsur (Ho and Jiang, 2002 & Tame A, 1999). Namun, teknik ini membutuhkan sampel yang rumit dan sangat mahal.

Laser-induced plasma spectroscopy (LIPS) yang biasa disebut *laser-induced break down spektroskopi* (LIBS) adalah metode baru dalam spektroskopi analitik. Dalam LIBS, biasanya menggunakan laser pulsa untuk menginduksi plasma pijar (Miziolek, dkk, 2006 & Cremers, dkk, 2006). Plasma yang dihasilkan ditangkap spectrum analyzer berupa OMA (*optical multichannel analyzer*) untuk mendapatkan spektrum emisi. Dibandingkan dengan metode konvensional lainnya, LIBS memungkinkan seseorang untuk melakukan analisis elemen dengan cepat dan tanpa *pre-treatment* (Khumaeni, dkk, 2010 & Khumaeni, dkk, 2012). Selain itu, sistem LIBS jauh lebih murah daripada peralatan spektrokimia lainnya seperti ICP dan *spektroskopi fluoresensi x-ray*.

Beberapa peneliti telah menggunakan LIBS untuk mendeteksi unsur-unsur dalam produk farmasi (St-Onge, dkk, 2002). Namun, dalam penelitian ini, digunakan laser pulsa Nd: YAG. Dalam penelitian juga dilakukan studi komparatif studi LIBS untuk mendeteksi elemen makro dalam produk farmasi menggunakan laser pulsa Nd: YAG dan laser CO<sub>2</sub>. Diperoleh spectrum emisielemen Cad an Mg dalam obat suplemen yang jauh lebih bagus jika digunakan laser CO<sub>2</sub>, yaitu intensitas emisi jauh lebih tinggi jika disbanding dengan laser Nd: YAG.

## BAHAN DAN METODE PENELITIAN

Set-up alat yang digunakan dalam penelitian (gambar 1a) terdiri dari laser (laser Nd: YAG (1,064  $\mu\text{m}$ , 60 mJ, 10 ns,) dan laser CO<sub>2</sub>(10,64  $\mu\text{m}$ , 1500 mJ, 200 ns,)), lensa untuk memfokuskan berkas laser, chamber sebagai ruang untuk sampel dan memproduksi plasma, pulsa generator sebagai catu daya, OMA yang berfungsi sebagai penangkap dan penganalisa spectrum, serta computer untuk menampilkan hasil spectrum serta pengolahan data spektrum. Laser diiradiasikan di fokuskan ke permukaan sampel dengan menggunakan lensa kuarsa, seperti yang diilustrasikan pada gambar 1b, untuk menginduksi plasma pijar. Diameter plasma pada permukaan sampel yang dihasilkan dengan laser Nd: YAG adalah 0,1 mm, sedangkan untuk laser CO<sub>2</sub> adalah 2 mm.



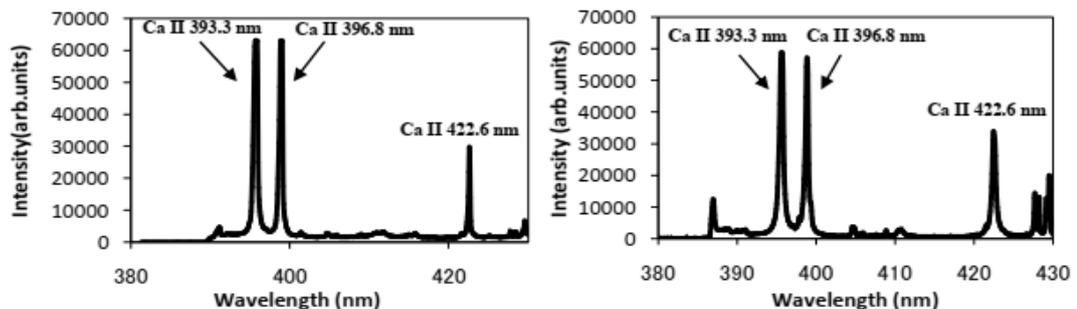
Gambar 1. (a) set-upalat, (b) ilustrasi penembakan target sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah obat suplemen yang mengandung sekitar 2,5% Ca dan 1%. Mg. Sampel dimasukkan ke dalam wadah yang diletakkan di dalam ruang (12 cm x 12 cm x 12 cm). Plasma diproduksi padatekananudara 1 atm.Untuk mendapatkan emisi spektral, emisi plasma yang diperoleh dari sampel dikirim kesistem spektograf berupa OMA melalui serat optik.

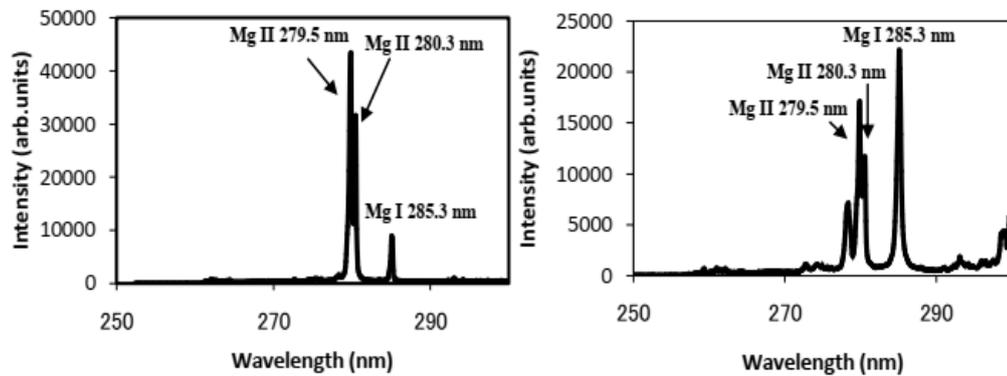
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 2 dan 3 merupakan hasil deteksi kandungan kalsium dan magnesium pada obat suplemen menggunakan laser Nd:YAG dan laser CO<sub>2</sub>. Garis-garis spectrum emisi yang dihasilkan dibandingkan database spectrum standar pada NIST (*National Institute of Standard and Technology*). Hasil spectrum yang terdeteksi oleh OMA menunjukkan ada beberapa garis emisi kalsium yaitu Ca II 393,3 nm, Ca II 396,8 nm dan Ca II 422,6 nm. Ca II 393,3 nm memiliki energy ionisasi 3,2 eV pada tingkat  $E_k$  dan energy terendah pada level  $E_i$  sebesar 0 eV. Spectrum emisi yang dihasilkan oleh laser CO<sub>2</sub> terlihat lebih tajam dengan intensitas lebih tinggi dibanding spectrum emisi laser Nd:YAG.

Tingkat energy ionisasi laser CO<sub>2</sub> lebih tinggi, sehingga menghasilkan intensitas emisi yang lebih tinggi. Intensitas yang lebih rendah dari garis Ca netral dalam laser CO<sub>2</sub> juga membuktikan bahwa suhu lebih tinggi dalam plasma yang disebabkan oleh TEA CO<sub>2</sub>. Plasma yang dihasilkan dengan suhu tinggi, menyebabkan terjadinya proses ionisasi atom secara efektif, dan menghasilkan intensitas emisi yang optimal (khumaeni, dkk, 2012).



Gambar 2. Spektrum emisi Ca, (a) TEA CO<sub>2</sub> laser and (b) Nd:YAG laser.



Gambar3. Spectrum emisiMg, (a) dengan laser TEA CO2, dan (b) menggunakan laser Nd:YAG

Garis emisi spectrum dengan intensitas tinggi terlihat pada panjang gelombang 279,5 nm (Mg II) dan 280,3 nm (Mg II) dengan menggunakan laser TEA CO2. Sedangkan dengan laser Nd:YAG terlihat puncak tertinggi pada garis 280,5 nm (Mg II) dan 285,3 nm (Mg I). Energy eksitasi Mg II pada garis emisi 279,5 nm dan 280,3 nm adalah 4,4 eV dari keadaan dasar tingkat ionic. Intensitas spectrum emisi yang dihasilkan oleh laser TEA CO2 terlihat lebih tinggi jika dibandingkan dengan laser Nd:YAG. Sedangkan untuk Mg I, garis spectrum yang dihasilkan oleh laser TEA CO2 terlihat lebih rendah dengan energy 7,6 eV. Berdasarkan tingkat energy ionisasi, proses ionisasi Mg lebih efektif menggunakan laser TEA CO2 karena plasma yang dihasilkan memiliki temperature tinggi, sehingga menghasilkan intensitas emisi yang tinggi.

## SIMPULAN DAN SARAN

### Simpulan

LIPS dapat digunakan sebagai salah satu metode identifikasi unsure dari material padat. Hal ini dibuktikan oleh garis-garis spectrum emisi yang dihasilkan. Spektrum emisi Ca dan Mg diperoleh dengan menggunakan laser CO2 memiliki intensitas jauh lebih tinggi daripada menggunakan laser Nd: YAG. Temperature plasma memberikan kontribusi signifikan terhadap emisi spektrum. Yaitu, semakin tinggi suhu plasma, semakin tinggi intensitas spektrum yang diamati.

### Saran

Perlu dilakukan penelitian dengan sampel yang berbeda dan variatif untuk mempertegas penggunaan LIPS sebagai metode identifikasi unsur.

## DAFTAR PUSTAKA

- Cremers D. A., dan Radziemski L. J.(2006). *Handbook of Laser-Induced Breakdown Spectroscopy* (JohnWiley and Sons Ltd, Chichester).
- Ho, C.-Y. and S.-J. Jiang. (2002). *Determination of Cr, Zn, Cd and Pb in milk powder by slurry sampling electrothermal vaporization inductively coupled plasma mass spectrometry*. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry* **17**(7): 688-692.

- Khumaeni, A., et al. (2010). *A novel double-pulse laser plasma spectroscopic technique for H analysis in metal samples utilizing transversely excited atmospheric-pressure CO<sub>2</sub> laser-induced metastable He atoms*. *Optical Review* **17**(3): 285-289.
- Ali Khumaeni, Zener Sukra Lie, Hideaki Niki, Yong Inn Lee, Kazuyoshi Kurihara, Motoomi Wakasugi, Touru Takahashi, and Kiichiro Kagawa, (2012). *Comparative study of Nd:YAG laser-induced breakdown spectroscopy and transversely excited atmospheric CO<sub>2</sub> laser-induced gas plasma spectroscopy on chromated copper arsenate preservative-treated wood*. *Appl. Opt.* **51**, B121-B129.
- Khumaeni, A., et al. (2012). *Emission Characteristics of Ca and Mg Atoms in Gas Plasma Induced by the Bombardment of Transversely Excited Atmospheric CO<sub>2</sub> Laser at 1 atm*. *Japanese Journal of Applied Physics* **51**: 082403.
- Miziolek W, Palleschi V, Schechter, I.(2006). *Laser-induced Breakdown Spectroscopy (LIBS), Fundamentals and Applications* (Cambridge University Press, New York).
- Porta, R., et al. (2016). *Flow Chemistry: Recent Developments in the Synthesis of Pharmaceutical Products*. *Organic Process Research & Development* **20**(1): 2-25.
- Tame A, and Hoobin D. (1999). *ICP-AES Instrument at Work Varian*.
- St-Onge L., Kwong E., Sabsabi M., Vadas E. B. (2002). *Quantitative analysis of pharmaceutical products by laser-induced breakdown spectroscopy*. *Spectrochim. Acta B* Volume 57, Issue 7, p. 1131-1140.