

PENGEMBANGAN METODE ANALISIS CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) PADA ASAM ASKORBAT DENGAN TEKNIK SSA

Anne Yuliantini, Indro Pamudjo, Merriza Firly Berlianti

Keilmuaan Farmakokimia, Program Studi Farmasi, Sekolah Tinggi Farmasi Bandung,
Jl. Soekarno Hatta No. 754 Bandung, Telp/fax. 022-7830760.

Email : anne.yuliantini@stfb.ac.id

ABSTRAK

Batas cemaran timbal (Pb) dalam asam askorbat tidak melebihi 20 bpj ditentukan dengan metode visual kolorimetri berdasarkan Farmakope Indonesia V. Metode ini perlu dikembangkan agar mendapatkan hasil yang lebih akurat dan sensitif salah satunya dengan teknik Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Penelitian ini dilakukan untuk menentukan parameter validasi dari metode SSA dan dibandingkan terhadap metode kolorimetri pada FI V. Metode yang digunakan adalah metode standar adisi, yaitu asam askorbat ditambahkan larutan Pb dengan konsentrasi 5, 10,15, 20,25,30, 35, 40, 45 dan 50 bpj yang diukur dengan metode SSA dan FI V dan ditentukan parameter validasinya, berupa akurasi, presisi, batas deteksi, dan kuantisasi. Hasil penelitian didapatkan batas deteksi yang dapat diamati secara visual sebesar 20 bpj sedangkan batas deteksi metode SSA sebesar 1,44 bpj dengan parameter validasi lain yang memenuhi syarat validasi, diantaranya batas kuantisasi sebesar 4,79 bpj, persen perolehan kembali sebesar 83,39%, dan %KV 0,49%. Kesimpulan metode SSA dapat dijadikan metode alternatif penentuan Pb dalam asam askorbat yang lebih akurat dan sensitif.

Kata Kunci: asam askorbat, FI V, SSA, timbal (Pb)

Diterima: Januari 2018

Direvisi: Januari 2018

Dipublikasi: 1 Februari 2018

ABSTRACT

The limit of lead contamination (Pb) in ascorbic acid not exceeding 20 bpj is determined by colorimetric visual method based on Pharmacopoeia of Indonesia V. This method should be developed in order to obtain more accurate and sensitive results one of them with Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) technique. This research was conducted to determine the validation parameters of the AAS method and compared to the colorimetric method on FI V. The method used was the standard method of addition, ie ascorbic acid added Pb solution with concentration 5, 10,15, 20,25,30, 35,40 , 45 and 50 bpj measured by the method of AAS and FI V and determined the validation parameter, in the form of accuracy, precision, detection limit, and quantization. The result of the research shows that the limit of detection can be observed visually 20 bpj while the detection limit of AAS method is 1.44 bpj with other validation parameters that fulfill the validation requirements, such as the quantization limit of 4.79 bpj, the recovery percentage is 83.39%, and% KV 0.49%. AAS method can be an alternative method of determining Pb in ascorbic acid which is more accurate and sensitive.

Keywords: ascorbic acid, FI V, SSA, lead (Pb)

Received: Januari 2018

Revised: Januari 2018

Published: 1 Februari 2018

PENDAHULUAN

Logam berat adalah unsur logam yang mempunyai massa jenis lebih besar dari 5 g/cm³, antara lain Cd, Hg, Pb, Zn, dan Ni. Logam berat Cd, Hg, dan Pb dinamakan

sebagai logam non esensial dan pada tingkat tertentu menjadi logam beracun bagi makhluk hidup (Subowo dkk, 1999).

Timbal (Pb) merupakan logam sesepora yang sampai saat ini fungsi biologisnya

belum jelas pada sistem tubuh, khususnya bagi manusia, pada kadar tertentu dilaporkan bersifat racun. Afinitasnya yang kuat menyebabkan Pb memiliki efek yang sangat luas pada kerusakan sistem tubuh, menghambat kerja hormon reproduksi wanita, menyebabkan dan meningkatkan risiko penyakit alzheimer.

Secara biokimia Vitamin C (asam askorbat) adalah senyawa dengan rumus $C_6H_8O_6$ dengan struktur cincin lakton 6-karbon yang dapat disintesa dari glukosa dalam hati hewan mamalia pada umumnya, tetapi tidak pada manusia. Manusia tidak memiliki kemampuan untuk mensintesis enzim Gulonolakton oksidase, ini disebabkan karena DNA yang mengkode untuk sintesa enzim ini telah mengalami mutasi. Akibatnya hati manusia tidak dapat mensintesis vitamin C sendiri, tapi harus mengkonsumsi buah dan sayuran sebagai sumber vitamin C. Defisiensi vitamin C menyebabkan dampak klinis yang cukup luas, misalnya dapat menyebabkan mudah terserang penyakit *scorbutus* (gusi berdarah) yang dapat meluas ke penyakit jantung *stroke* dan *cancer* (P adayatty, et al, 2003)

Uji batas cemaran di lakukan dengan maksud untuk membuktikan bahwa kadar logam berat tidak melebihi batas logam berat yang tertera pada masing- masing monografi.

Uji Batas Logam Berat pada FI V dimaksudkan untuk menunjukkan bahwa cemaran logam yang dengan ion sulfida

menghasilkan warna pada kondisi penetapan, tidak melebihi batas logam berat yang tertera pada masing-masing monografi, dinyatakan dalam persen (%) timbal dalam zat uji, ditetapkan dengan membandingkan secara visual.

SSA merupakan teknik analisis kuantitatif yang sudah banyak digunakan untuk penetapan kadar logam dalam berbentuk matriks sampel dan larutan. Prinsip kerja dari alat ini berdasarkan pada serapan radiasi oleh atom- atom pada tingkat dasar. Tujuan validasi dari suatu prosedur analitik adalah untuk menunjukkan bahwa prosedur tersebut sesuai untuk tujuan yang dimaksud. Penyajian tabel darn ciri-cirinya memudahkan untuk identifikasi. Kontrol ketidakhurnian atau pengotor dan prosedur-prosedur penentuan adalah termasuk didalamnya.

METODE PENELITIAN

Pada penelitian kali ini akan di analisis cemaran logam timbal pada asam askorbat. Penelitian ini dilakukan menggunakan metode eksperimen laboratorium. Subyek penelitian dibuat dari asam askorbat yang ditambah dengan larutan timbal dengan konsentrasi masing-masing 5 bpj; 10 bpj; 15 bpj; 20 bpj; 25 bpj; 30 bpj; 35 bpj; 40 bpj; 45 bpj; dan 50 bpj. Analisis timbal dilakukan dengan metode kolorimetri visual pada FI V dan dengan menggunakan teknik spektrofotometri serapan stom. Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan antara lain pembuatan larutan baku timbal,

pembuatan pereaksi, pembuatan sampel adisi, pengujian kolorimetri secara visual, pengujian dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom. Hasil penelitian dibandingkan antara metode kolorimetri secara visual pada FI V dan metode menggunakan Spektrofotometri Serapan atom.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Farmakope Indonesia V mensyaratkan batas cemaran logam pada asam askorbat adalah 20 bpj, Metode analisis yang digunakan pada FIV mengacu pada metode yang tercantum pada lampiran <371> yaitu menggunakan metode visual.

Pada penelitian ini dilakukan pengukuran cemaran timbal pada asam askorbat. Metode yang digunakan adalah metode SSA. Spektrofotometer serapan atom digunakan untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam dalam jumlah kecil karena dapat menentukan kadar logam dengan kepekaan yang tinggi.

Penelitian ini diawali dengan preparasi baku standar timbal, dengan melarutkan timbal nitrat dengan pelarut asam nitrat (HNO_3). Asam nitrat pekat digunakan sebagai larutan pengoksidasi yang bisa digunakan untuk melarutkan logam. Kemudian dilakukan preparasi sampel dimana sampel asam askorbat dilarutkan menggunakan akuades, akuades digunakan sebagai pelarut asam askorbat karena dalam Farmakope Indonesia V asam askorbat memiliki sifat kelarutan mudah larut dalam air. Setelah sampel

asam askorbat dilarutkan, kemudian di adisi dengan larutan timbal dengan konsentrasi 5 bpj; 10bpj; 15 bpj; 20 bpj; 25 bpj; 30 bpj; 35 bpj; 40 bpj; 45 bpj; dan 50 bpj.

Pada pengujian cemaran logam timbal dengan cara FI V, dilakukan dengan mereaksikan logam berat dengan ion sulfida, dimana pengujian ini dimaksudkan untuk menunjukkan bahwa cemaran logam yang dengan ion sulfida menghasilkan warna pada kondisi penetapan, tidak melebihi batas logam berat yang tertera pada masing-masing monografi.

Pengujian ini diawali dengan membuat pereaksi khusus yaitu larutan persediaan timbal (II) nitrat dan larutan baku timbal. Setelah itu dibuat larutan baku, larutan monitor, dan larutan uji untuk membandingkan secara visual. Larutan baku, larutan monitor dan larutan uji disiapkan dengan perlakuan yang sama. Setelah preparasi larutan baku, larutan monitor dan larutan uji, masing- masing larutan direaksikan dengan hidrogen sulfida LP dan dilihat perubahan reaksi warna yang terjadi. Hasil pengujian dengan membandingkan secara visual dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Pengujian Larutan Baku Timbal dengan Metode FI V

Konsentrasi Pb (bpj)	Hasil
5	-
10	-
15	-
20	+
25	+
30	+
35	+
40	+
45	+
50	+

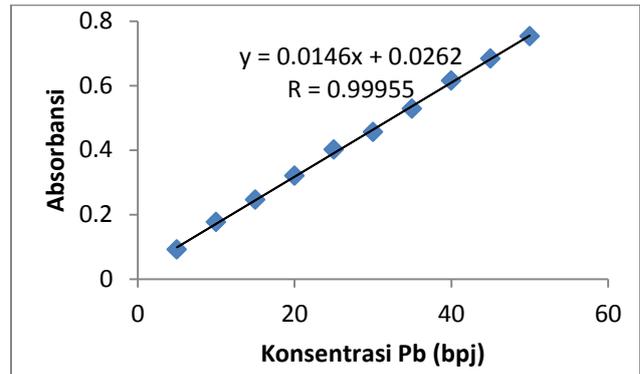
Ket : (-) tidak berwarna, (+) coklat

Dari Tabel 1 menunjukkan bahwa warna coklat timbul pada konsentrasi Pb 20 bpj sehingga dapat disimpulkan bahwa batas deteksi metode FI V ini sebesar 20 bpj.

Selanjutnya, dilakukan pengujian dengan menggunakan metode SSA. Pengujian pertama adalah validasi metode dengan parameter kelinieran, yaitu dibuat kurva kalibrasi Pb dengan hasil sesuai dengan Tabel 2.

Tabel 2. Pengujian Larutan Baku Timbal dengan Metode SSA

Konsentrasi Pb (bpj)	Absorbansi
5	0,0912
10	0,1769
15	0,2461
20	0,3200
25	0,4015
30	0,4560
35	0,5278
40	0,6156
45	0,6839
50	0,7531



Gambar 1. Kurva kalibrasi Pb

Data Tabel 2 dibuat kurva kalibrasi larutan baku timbal sesuai Gambar 1, didapat persamaan regresi linearitas $y = 0.0146x + 0.0262$ dengan nilai $r = 0.9995$. Menurut AOAC 2013, Koefisien korelasi r mempunyai persyaratan $> 0,990$ mendekati 1 berarti memenuhi persyaratan uji linearitas, maka hasil r yang diperoleh menunjukkan respon dari instrumen (absorban) memiliki korelasi yang baik terhadap perubahan kadar analit dalam sampel.

Dari hasil persamaan regresi linier kurva kalibrasi, dapat dihitung batas deteksi dan kuantisasi berturut-turut dengan cara statistic sebesar 1,44 dan 4,79 bpj.

Setelah itu, dilanjutkan pengujian akurasi dan presisi pada metode SSA dengan metode adisi, yaitu menambahkan baku Pb pada sampel asam askorbat. Uji akurasi ditunjukkan dari nilai persen perolehan kembali yang harus memenuhi persyaratan, yaitu 80 – 110 % (Harmita, 2004) dan hasil pengukuran menunjukkan persen perolehan kembali sebesar 83,39 % sedangkan uji presisi atau keterulangan dihitung dari nilai SBR atau KV yang

tidak boleh lebih dari 5% dan hasil pengukuran pun memenuhi syarat presisi karena nilai kV nya sebesar 0,49%.

KESIMPULAN

Untuk cemaran logam timbal pada larutan asam askorbat menggunakan metode pengujian Farmakope Indonesia V batas deteksi yang dapat diamati oleh mata atau visual pada konsentrasi 20 bpj. Pada konsentrasi 20 bpj yang ditunjukkan larutan asam askorbat yang di tambahkan larutan timbal berwarna coklat.

Sedangkan menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA) dapat disimpulkan nilai batas deteksi yang diperoleh adalah 1.44 bpj, nilai batas kuantisasi 4.79 bpj, % perolehan kembali 83.39%, dan % KV 0,49%, yang dinilai lebih akurat dan sensitif dari metode FI V.

DAFTAR PUSTAKA

- Brass, G.M., and W. Strauss. (1981). *Air Pollution Control*. John Willey & Sons. New York.
- Connel, D.W., and G.J Miller. (1995). *Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran*. Y. Koestoer [Penerjemah]; Terjemahan dari: *Chemistry and Ecotoxicology of Pollution*. UI-Press, Jakarta.
- Darmono. (1995). *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. UI-Press, Jakarta.
- Darmono. (2001). *Lingkungan Hidup dan Pencemaran (Hubungan dengan Toksikologi Senyawa Logam*. Universitas Indonesia Press. Jakarta.

- Harmita, (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol. I, No. 3, Desember 2004.
- Kemenkes. (2014). *Farmakope Indonesia Edisi V*. Kementrian Kesehatan RI. Jakarta
- Kumar V., Robbins SL., dan Cotran RS. (2011). *Buku ajar Patologi, edisi-7*. EGC. Jakarta
- Linster, C.L. dan Schaftingen. (2006). *Review Article Vitamin C: Biosynthesis, Recycling and regulation in Mammals*. the FEBS journal, University Cathoulice de Louvaian, Belgium.
- Padayatty SJ et all. (2003). *Review Vitamin C as an Antioxidant: Evaluation of Its Role in Disease Prevention*. Journal of the American College of Nutrition.
- Saeni, (1997). *Penentuan Tingkat Pencemaran Logam Berat Dengan Analisis Rambut*. Orasi Ilmiah. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alaam IPB. Bogor.
- Skoog, A.D., (2000) *Analytical Chemistry (A Introduction)*, 7th ed.Saunder Collage Publishing, London.
- Skoog, A.D. (1998) *Principles of Instrumental Analysis*, 5th ed. Saunder Collage Publishing, Londong.
- Subowo, Kurniansyah AM, Sukristiyonubowo. (1999). *Pengaruh Logam Berat Pb dalam*

- Tanah terhadap Kandungan Pb, Pertumbuhan dan asil Tanam Caisem (Brassica rapa).* Prosiding Seminar Sumber Daya Tanah, Iklim dan Pupuk. Puslittanak. Bogor.
- Sunarya, Y. (2007). *Kimia Umum*. Grahisindo. Bandung.
- Tannenbaum, S.R., V.R Young dan M.C Archer. (1985). *Vitamins and Minerals di dalam Fennema, O.R. (ed.) Principles of Food Science.* Marcel Dekker, Inc., NewYork.
- Widowati, W. (2008). *Efek Toksik Logam Pencegahandan Penanggulangan Pencemaran.* Penerbit Andi. Yogyakarta.