

ANALISIS RESIDU PESTISIDA ORGANOKLORIN PADA RIMPANG KUNYIT (*Curcuma domestica*) SECARA M SPEKTROFOTOMETRI ULTRAVIOLET VISIBEL

Wiranti Sri Rahayu, Dwi Hartanti, Agus Mulyono

Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto Jl Raya Dukuhwaluh PO BOX 202 Kembaran Purwokerto 53182 Telp. 0281 636751

Abstrak

Metode spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan untuk menetapkan kadar organoklorin dalam rimpang kunyit. Metode ini didasarkan pada pembentukan kompleks antara merkuri ion (II) tiosianat dan besi (III) dan diamati absorbansnya pada panjang gelombang 455,5 nm. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui penetapan kadar organoklorin dalam rimpang kunyit dan validasi metode analisis spektrofotometri UV-Vis.

Dari hasil penelitian didapatkan kadar rata-rata organoklorin sebesar 461,3 ppm. Hasil validasi metode analisis yang dilakukan didapatkan harga standar deviasi (SD), koefisien variasi, dan ketelitian alat pada uji presisi alat masing-masing sebesar $2,4835 \cdot 10^{-3}$, 0,778% dan 99,9922%. Harga persen perolehan kembali (recovery) rata-rata dan kesalahan sistematis masing-masing sebesar 109,662% dan 9,662%. Sedangkan pada uji linearitas didapatkan persamaan kurva baku $y = 0,00345x + 0,127$ dengan nilai r adalah 0,9855. Limit deteksi dan kuantitasi diperoleh harga sebesar 21,565 ppm dan 71,884 ppm.

Kata kunci: organoklorin, rimpang kunyit, spektrofotometri UV-Vis

Abstract

Ultraviolet-visible spectrophotometry can be used for determination of organochlorin in turmeric rhizome. This method is based on its complex formation between iron (III) dan thiocyanate ions and the absorption was monitored at 455.5 nm. The aim of this research is to know the validity of UV-Vis spectyrophotometry methods to determinate in turmeric rhizome.

The result of analysis was mean organochlorin content in turmeric rhizome is 461.3 ppm. Result of validation analysis standard deviation (SD), coefficient variation (CV) and correctness of appliance at precesion test appliance are $2.4835 \cdot 10^{-3}$, 0.778% and 99.9922% respectively. Method accuration test are recovery and systematically error are 108.984% and 8.984% respectively. For linearity test the equation of standard curve linear regression $y=0.00345x + 0.127$. Limit detection and limit quantitation are 21.565 ppm and 71.884 ppm respectively.

Keywords: organochlorin, turmeric rhizome, spektrophotometry UV-Vis.

Pendahuluan

Rimpang kunyit (*Curcuma domestica* Val.) merupakan salah satu tanaman temu-temuan asli Indonesia yang banyak dimanfaatkan sebagai obat, bumbu dapur, dan pewarna alamiah. Rimpang kunyit atau lebih dikenal dengan nama kunir, koneng, atau koneng temen (Jawa) (Depkes RI, 1979) dapat ditanam dengan sistem pola tumpangsari dan tumbuh baik pada ketinggian tempat 240-1200 m diatas permukaan laut (dpl) dengan curah hujan 2000-4000 ml/tahun (Rahardjo dan Rostiana, 2005).

Untuk meningkatkan produksi kunyit biasanya petani menggunakan pestisida yang dapat mengendalikan hama, penyakit dan gulma namun pemberian pestisida juga dapat menimbulkan dampak negative terhadap lingkungan pertanian dan kesehatan manusia karena dampak penerapannya, ternyata tidak semua pestisida mengenai sasaran dan akan terjadi akumulasi residu pestisida tersebut mengakibatkan pencemaran lahan pertanian. Apabila masuk ke dalam rantai makanan, sifat beracun bahan pestisida dapat menimbulkan berbagai penyakit seperti kanker, mutasi, bayi lahir cacat, CAIDS

(Chemically Acquired Deficiency Syndrom) dan sebagainya (Sa'id, 1994).

Pestisida berdasarkan ketahanannya di lingkungan, dapat dikelompokkan atas dua golongan yaitu yang resisten dimana meninggalkan pengaruh terhadap lingkungan dan yang kurang resisten. Pestisida yang termasuk organoklorin termasuk pestisida yang resisten pada lingkungan dan meninggalkan residu yang terlalu lama dan terakumulasi dalam jaringan rantai makanan, contohnya DDT, cyclodienes, hexachlorocyclohexana, endrin. Pestisida kelompok organofosfat adalah pestisida yang mempunyai pengaruh efektif sesaat saja dan cepat terdegradasi dalam tanah, contohnya disulfoton, parathion, diazinon, azodrin, gophacide, dan lain-lain (Sudarmo, 1991).

Pestisida yang bersifat resisten mempunyai resiko keracunan lebih besar daripada yang tidak resisten, oleh karena itu perlu dilakukan identifikasi residu pestisida organoklorin yang terdapat pada rimpang kunyit dengan metode spektrofotometri UV-Vis.

Metode

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah merkuri (II) tiosianat (pa, Merck), merkuri (II)

klorida (pa; Merck), besi (III) nitrat (pa; Merck), asam nitrat 70% (pa; Merck), asetonitril (pa; Merck), aquabidest (Otsuka), asam klorida (pa; Merck). Sampel yang digunakan adalah rimpang kunyit dari pasar Ajibarang.

Alat yang digunakan adalah spektrofotometer UV-Vis merek Shimadzu, alat-alat gelas, neraca analitik Shimadzu AY 220, kertas saring whatman berpori 0,45 μm .

Prosedur penelitian

Pembuatan pereaksi

Pereaksi yang digunakan adalah campuran larutan antara merkuri (II) tiosianat 0,2 mmol/100 mL, merkuri (II) klorida 0,08 mmol/100 mL, besi (II) nitrat 2 mmol/100 mL.

Penentuan panjang gelombang maksimum

Dari larutan NaCl yang konsentrasi 60 ppm diambil 0,1 mL dan ditambahkan dengan 10 mL larutan pereaksi. Campurkan dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit. kemudian dibaca absorbansinya pada 360-550 nm.

Operating time

Dari seri larutan standar dengan konsentrasi 40 ppm diambil 0,1 mL dan ditambahkan dengan 10 mL larutan pereaksi. Campurkan dan dipanaskan

pada suhu 37°C selama 5 menit. kemudian dibaca absorbansinya pada menit ke 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 dan 10 menit pada panjang gelombang maksimum.

Pembuatan kurva baku

Dari seri konsentrasi larutan standar yaitu 20, 40, 60, 80, 100 dan 120 ppm diambil 0,1 mL dan ditambahkan dengan 10 mL larutan pereaksi. Campurkan dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit. kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Dari data absorbansi selanjutnya dibuat kurva standar sehingga diperoleh persamaan garis $y=bx+a$.

Presisi

Larutan baku dengan konsentrasi 60 ppm diambil 0,1 mL dan ditambahkan dengan 10 mL larutan pereaksi. Campurkan dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit dan didiamkan selama *operating time*. Kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dan dilakukan replikasi sebanyak enam kali.

Uji akurasi

Sampel dihaluskan kemudian diambil sebanyak 10 gram sampel ditimbang secara duplo. Untuk sampel yang pertama tidak ditambah larutan

standar, sedangkan sampel yang kedua ditambah larutan stok NaCl 60 ppm sebanyak 1 mL ke dalam Erlenmeyer, kemudian zat yang diinginkan diambil menggunakan pelarut (acetonitril:aquabidest 6,5:3,5) setelah itu disaring. Filtrate 100 mL ditambahkan HCl pekat 25 mL. Selanjutnya didestruksi selama 2 jam dengan asam nitrat sebanyak 5 mL berulang kali hingga larutan jernih, kemudian disaring. Diambil 0,1 mL dan ditambahkan dengan 10 mL larutan pereaksi. Campurkan dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit dan didiamkan selama *operating time*. Kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum.

Penetapan kadar

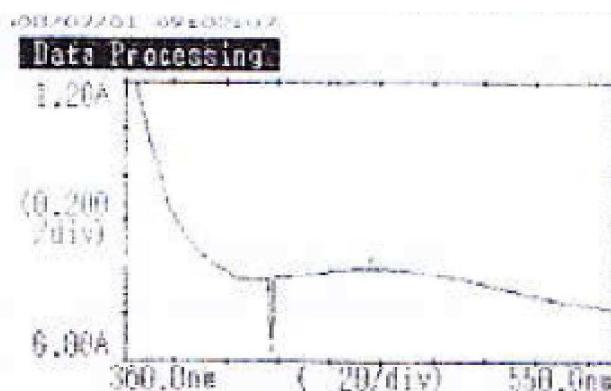
Rimpang diparut dan ditimbang 10 g, kemudian zat yang diinginkan diambil menggunakan pelarut

(acetonitril:aquabidest 6,5:3,5) setelah itu disaring. Filtrate 100 mL ditambahkan HCl pekat 25 mL. Selanjutnya didestruksi selama 2 jam dengan asam nitrat sebanyak 5 mL berulang kali hingga larutan jernih, kemudian disaring. Diambil 0,1 mL dan ditambahkan dengan 10 mL larutan pereaksi. Campurkan dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit dan didiamkan selama *operating time*. Kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum.

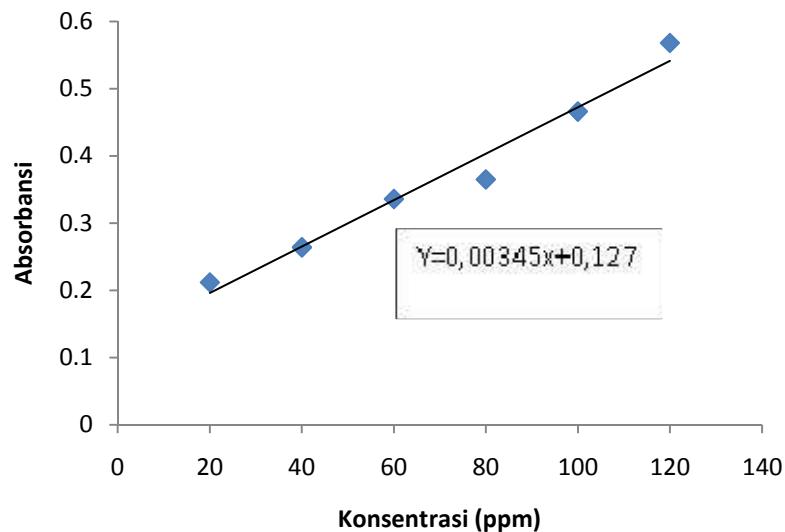
Hasil dan Pembahasan

Penentuan panjang gelombang maksimum

Dari hasil penelitian yang dilakukan diperoleh panjang gelombang maksimum sebesar 455,5 nm. Panjang gelombang ini digunakan untuk mengukur serapan larutan standar pada pembuatan kurva baku dan penetapan kadar.



Gambar 1. Scanning kompleks $(\text{Fe}(\text{SCN}))^{2+}$ dengan NaCl



Gambar 2. Kurva baku hubungan konsentrasi NaCl dengan absorbansi komplek Fe(SCN)²⁺

Operating time

Tujuan ditetapkan operating time adalah untuk mengetahui pada menit keberapa reaksi stabil dan ditandai dengan angka absorbansi yang konstan, dan reaksi yang stabil diperoleh pada menit ke 5-6, sehingga ditetapkan operating time pada menit ke-5.

Kurva baku

Persamaan yang diperoleh adalah $y = 0,00345x + 0,127$ dan nilai r menunjukkan 0,9855 (Gambar 1). Dari persamaan yang diperoleh dapat digunakan sebagai dasar perhitungan kadar dengan memasukkan harga absorbansi terukur.

Presisi

Dari hasil perhitungan diperoleh serapan rata-rata 0,3192, dan nilai SD sebesar $2,4835 \cdot 10^{-3}$ serta nilai RSD sebesar 0,778%. Menurut Mulja dan Suharman (1995) RSD dapat dikatakan baik apabila mempunyai nilai $< 2\%$. Dari data yang tersaji menunjukkan bahwa alat yang digunakan mempunyai harga ketelitian yang baik yaitu 99,9922%.

Akurasi

Menurut Mulja dan Suharman (1995) persyaratan perolehan kembali metode analisis adalah 80-120%. Berdasarkan hasil recovery diperoleh nilai rata-rata recovery sebesar 107,43% sehingga hasil tersebut telah memenuhi persyaratan, sedangkan kesalahan

Tabel 2. Data hasil uji recovery

Sampel (g)	NaCl ppm	60 Vol (mL)	pelarut	Absorbansi	Kadar (ppm)	Recovery (%)
10			125	0,246	34,492	111,112
10	1		125	0,476	101,159	
10			125	0,252	36,231	108,213
10	1		125	0,476	101,159	
10			125	0,251	35,942	109,661
10	1		125	0,476	101,739	

Tabel 3. Hasil penetapan kadar organoklorin pada rimpang temulawak

Sampel	Berat penimbangan (g)	Pelarut (mL)	absorbansi	Kadar (ppm)
1	10	125	0,256	467,3
2	10	125	0,253	456,5
3	10	125	0,254	460,1

sistematik untuk masing-masing konsentrasi diperoleh rata-rata sebesar 7,439% sehingga menunjukkan metode tersebut memenuhi criteria akurat.

LOD dan LOQ

Berdasarkan perhitungan menunjukkan bahwa batas deteksi untuk LOD adalah 21,565 ppm sedangkan batas kuantitas LOQ adalah 71,884 ppm.

Penetapan kadar

Dari tabel 3 diperoleh kadar rata-rata residu organoklorin sebesar 461,3 ppm. Kadar yang diperoleh menunjukkan bahwa kadar yang terkandung dalam simplisia temulawak terdapat diatas batas maksimum residu pestisida organoklorin menurut BPOM RI 2004 yaitu $< 0,005$ ppm, sehingga kunyit tersebut kurang aman untuk

dikonsumsi. Kadar organoklorin dalam rimpang kunyit dapat ditimbulkan oleh penggunaan pestisida secara langsung dan tak langsung (akibat pencemaran pestisida di sekitarnya). Pestisida bergerak dari lahan pertanian menuju aliran sungai dan danau yang dibawa oleh hujan atau penguapan tertinggal atau larut pada aliran permukaan, terdapat pada lapisan tanah dan larut bersama dengan aliran air tanah.

Kesimpulan

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa terdapat kadar rata-rata residu organoklorin pada rimpang kunyit sebesar 461,3 ppm. Kadar residu pestisida tersebut berada diatas batas maksimum menurut BPOM RI (2004) yaitu $< 0,005$ ppm.

Daftar Pustaka

- Anonim, 1979, *Farmakope Indonesia* Edisi tiga, Departemen Kesehatan RI, Jakarta
- (BPOM) Badan Pengawasan Obat dan Makanan, 2004, *Ekstrak Tumbuhan Obat Indonesia*, Volume ke-1, Jakarta
- Harmita, 2004, *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*, Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol. I., No. 3: Jakarta
- Mulja, M. & Suharman, 1995, *Analisis Instrumental*, Surabaya: Erlangga University Press
- Rahardjo, M dan Otih R., 2005, Budidaya Tanaman Temulawak, <http://www.balitro.go.id> (29 Maret 2008)
- Sa'id, EG., 1994, *Dampak Negatif Pestisida*, Sebuah catatan Bagi kita
- Sudarmo, S, 1990, *Pestisida*, Kanisius, Yogyakarta.
- Sudarsono, 1996, *Tumbuhan Obat*, Pusat Penelitian Obat Tradisional Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta
- Sofia D, 2001, *Pengaruh Pestisida Dalam Lingkungan Pertanian*, Bandung <http://www.sumutprov.go.id/download.php>. (15 September 2008)
- Wiryawan KG, 2005, *Kajian Anti Bakteri Temulawak, Jahe dan Bawang Putih Terhadap Salmonella Typhimurium Serta Pengaruh Bawang Putih Terhadap Performans dan Respon Imun Ayam, Pedaging*, Departemen Ilmu Nutrisi dan Teknologi Pakan Fakultas Peternakan IPB, Bogor