

ANALISIS RESIDU PESTISIDA ORGANOKLORIN PADA RIMPANG TEMULAWAK (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) SECARA METODE SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL

Wiranti Sri Rahayu, Retno Wahyuningrum, Muslim Sukri

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

ABSTRAK

Temulawak merupakan salah satu jenis tanaman obat yang mempunyai prospek cerah untuk dikembangkan. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui ada tidaknya residu pestisida organoklorin pada rimpang temulawak. Penelitian dilakukan dengan menggunakan metode destruksi basah. Sampel yang diambil adalah rimpang temulawak yang diambil dari pasar Ajibarang. Sampel kemudian ditambah asam nitrat pekat. Pengujian kadar organoklorin pada rimpang temulawak dilakukan dengan alat Spektrofotometer UV-Vis Merk Shimadzu pada panjang gelombang 455,5 nm. Berdasarkan hasil penelitian pada rimpang temulawak terdeteksi adanya pencemaran organoklorin dengan kadar (550 ppm) dan hasil validasi analisis yang dilakukan didapat harga *standard deviation* (SD), *relative standard deviation* (RSD), dan ketelitian alat pada uji presisi alat pada sampel sebesar $2,48 \times 10^{-6}$; 0,2440% dan 99,99%. Nilai persen perolehan kembali (*Recovery*) rata-rata dan kesalahan sistematik pada uji akurasi sampel sebesar 107,43 % dan 7,43 %. Uji linieritas didapatkan harga koefisien korelasi (*r*) sebesar 0,9907 dan persamaan regresi linier kurva baku $y = 0,0429x + 0,0105$ dengan limit deteksi dan limit kuantitasi 21,56 ppm dan 71,88 ppm. Berdasarkan penelitian ini dapat disimpulkan bahwa pada metode analisis identifikasi residu organoklorin pada simplisia temulawak menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis adalah valid.

Kata kunci: Organoklorin, Spektrofotometri, Rimpang Temulawak

ABSTRACT

*Temulawak is an important simplisia. The purpose of this research are to know whether Organochlorin pesticide residue present in temulawak rhizome and to validate the analisis method of UV-Vis spektrophotometry. Research done by using wet destructive method. Sample was taken from Ajibarang market traditional. Sample then added concentrated nitrate acid. Determination of organochlorie in temulawak rhizome was done by Shimadzu UV-Vis Spectrophotometry at wavelength 455.5 nm. Based on result of the research at temulawak rhizome, organochlorine was detected (550 ppm). Result of analysis validation shows that value of standard deviation (SD), relative standard deviation (RSD), and correctness of equipment precision test at sample respectively 2.48×10^{-3} ; 0.77% and 99.99%. Average recovery percentage and systematical error at accuration test of sample 107.43 % and 7.43 %. Linearity test got the value of correlation coefficient (*r*) 0.98 and of standard curve linear regression $y = 0,0429x + 0,0105$ with detection limit and quantitative limit 21.56 ppm and 71.88 ppm.*

Based on this research inferential that identification analysis of organochlorine residue at simplicia of temulawak using UV-VIS spectrophotometry method is valid.

Keyword: *Organochlorine, Spectrophotometry UV-Vis, Temulawak Rhizome.*

Pendahuluan

Temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) merupakan tanaman obat potensial dan tanaman asli Indonesia. Secara empiris tanaman ini digunakan untuk pelancar pencernaan, penurun kolesterol, dan penambah nafsu makan (Sudarsono, 1996). Disamping itu rimpang ini juga telah diteliti manfaatnya dan terbukti secara ilmiah untuk mencegah pembentukan batu empedu (Rukmana, 1995), antibakterio (Wiryawan, 2005), dan menurunkan sekresi empedu (Sudarsono, 1996). Kebutuhan simplisia temulawak sebagai bahan baku obat tradisional di Jawa tengah dan Jawa timur tahun 2003 menduduki peringkat pertama dilihat dari jumlah serapan industry obat tradisional (Rahardjo, 2005).

Temulawak merupakan tanaman budidaya. Pada tanaman budidaya meskipun pada penanamannya tidak menggunakan pestisida, akan tetapi tanaman tersebut dapat tercemar oleh residu pestisida. Pestisida bergerak dari lahan pertanian

menuju aliran sungai dan danau yang dibawa oleh hujan atau penguapan, tertinggal atau larut dalam aliran permukaan, terdapat pada lapisan tanah dan larut bersama dengan aliran tanah. Di Indonesia beberapa sungai dan produk-produk hasil pertanian telah tercemar oleh pestisida organoklorin, selain itu kasus pencemaran oleh pestisida menimbulkan berbagai kerugian. Di Lembang, tanah sekitar kebun wortel, tomat, kubis, dan buncis telah tercemar oleh residu pestisida organoklorin yang cukup tinggi (Sofia, 2001).

Pestisida yang banyak menyebabkan kerusakan lingkungan dan mengancam kesehatan manusia adalah pestisida organoklorin. Tingkat kerusakan yang disebabkan oleh senyawa organoklorin lebih tinggi dibandingkan senyawa lain, karena senyawa ini peka terhadap sinar matahari dan tidak mudah terurai dan meninggalkan residu yang cukup lama dan dapat terakumulasi dalam jaringan (Sofia, 2001).

Berdasarkan data tersebut residu pestisida organoklorin berbahaya, sehingga perlu dilakukan penelitian tentang residu pestisida organoklorin pada rimpang temulawak dengan metode spektrofotometri UV-Vis.

Metode Penelitian

Alat dan Bahan

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

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 temulawak dari pasar Ajibarang.

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.

Pembuatan larutan stok

Membuat larutan stok NaCl 5844 ppm dengan menimbang 0,5844 g NaCl dan dimasukkan labu takar 100 ml dan dilarutkan aquabidest sampai tanda batas.

Penentuan panjang gelombang maksimum

Dari larutan NaCl yang konsentrasinya 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 dan akurasi

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.

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 (asetonitril: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 dan dilakukan replikasi sebanyak tiga kali.

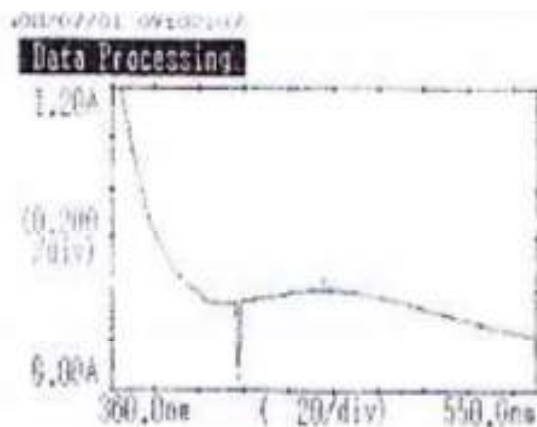
Penetapan kadar

Rimpang diparut dan ditimbang 10 g, kemudian zat yang diinginkan diambil menggunakan pelarut (asetonitril: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.



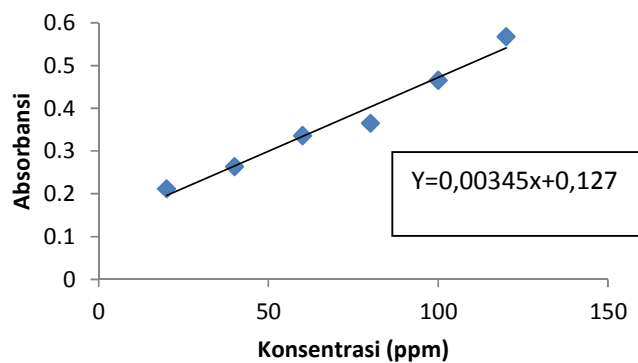
Gambar 1. Scanning kompleks $(Fe(SCN))^{2+}$ dengan NaCl

Operating time

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

Kurva baku

Persamaan yang diperoleh adalah $y = 0,00345x + 0,127$ dan nilai r menunjukkan 0,9855. Dari persamaan yang diperoleh dapat digunakan sebagai dasar perhitungan kadar dengan memasukkan harga absorbansi terukur. Dari persamaan regresi linear maka dapat dibuat kurva pada gambar 2.



Gambar 2. Kurva baku hubungan konsentrasi NaCl dengan absorbansi kompleks $Fe(SCN)^{2+}$

Presi

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 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.

Tabel 2. Data hasil uji recovery

Sampel (g)	NaCl 60 ppm	Vol pelarut (mL)	Absorbansi	Kadar (ppm)	Recovery (%)
10		125	0,293	48,115	107,248
10	1	125	0,515	112,464	
10		125	0,288	46,667	106,132
10	1	125	0,518	110,288	
10		125	0,298	49,650	109,037
10	1	125	0,524	115,072	

Tabel 3. Hasil penetapan kadar organoklorin pada rimpang temulawak

Sampel	Berat penimbangan (g)	Pelarut (mL)	absorbansi	Kadar (ppm)
1	10	125	0,272	525,0
2	10	125	0,283	562,5
3	10	125	0,283	562,5

Penetapan kadar

Dari tabel 3 diperoleh kadar rata-rata residu organoklorin sebesar 550 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

temulawak tersebut kurang aman untuk dikonsumsi. Kadar organoklorin dalam rimpang temulawak 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 temulawak sebesar 550 ppm. Kadar residu pestisida tersebut berada di atas batas maksimum menurut BPOM RI (2004) yaitu < 0,005 ppm.

Daftar Pustaka

- (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 Oti R., 2005, *Budidaya Tanaman Temulawak*, <http://www.balitro.go.id> (29 Maret 2008)
- 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)
- Wiryanan 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.

