

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA ORGANOKLORIN PADA SIMPLISIA KUNYIT (*Curcuma domestica* Val.) SECARA SPEKTROFOTOMETRI ULTRAVIOLET VISIBEL**

Wiranti Sri Rahayu, Dwi Hartanti, Riyad Khomsidin

*Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto Jl Raya Dukuh Waluh PO BOX 202, Kembaran, Purwokerto 53182 Telp. 0281 637718*

**ABSTRAK**

Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi kadar organoklorin dalam simplisia kunyit dan validasi metode analisis spektrofotometri UV-Vis untuk identifikasi organoklorin. Metode ini didasarkan pada pembentukan kompleks antara ion (II) tiosianat dan besi (III) dan diamati absorbansinya pada panjang gelombang 455,5 nm.

Dari hasil penelitian didapatkan kadar rata-rata organoklorin sebesar 324,879 µg/g. Hasil validasi metode analisis yang dilakukan didapatkan harga standar deviasi (SD), koefisien variasi, dan ketelitian alat pada uji presisi alat masing-masing sebesar  $2,4835 \cdot 10^{-3}$ , 0,7780%, dan 99,9922%. Harga persen perolehan kembali (Recovery) rata-rata dan kesalahan sistemik masing-masing sebesar 108,984 % dan 8,984%.. Sedangkan pada uji linearitas didapatkan harga intersep, slope dan r masing-masing sebesar 0,127, 0,00345 and 0,9855. Sehingga diperoleh persamaan regresi linier kurva baku  $y = 0,00345x + 0,127$ . Limit deteksi dan limit kuantitasi diperoleh harga sebesar 21,565 ppm dan 71,884 ppm.

**Kata kunci :** Organoklorin, Simplisia kunyit, Spektrofotometri UV-Vis.

**ABSTRACT**

*The aim of this research are to know the validity of UV-Vis spectrophotometry methods and to determinate organochlorine detection in turmeric simplisia. This metode is based on the complex formation of iron(III) and thiocyanate ions and the absorption was measured at 455,5 nm.*

*The result of analysis was the mean of organochlorine content in turmeric simplisia is 324,879 µg/g. Result of validation analysis standard deviation (SD), coefficient variation (CV) and correctness of appliance at precesion test appliance are  $2,4835 \cdot 10^{-3}$ , 0,7780%, dan 99,9922% respectively. Method accuration test recovery and systematical error are 108,984 % and 8,984% respectively. Linearity test intersep, slope and r are 0,127, 0,00345 and 0,9855 respectively. The equation of standard curve linear regression  $y = 0,00345x + 0,127$ . Limit of detection and limit quantitation test are got price equal to 21,565 ppm dan 71,884 ppm respectively.*

*Keyword: Organochlorine, Simplisia Turmeric, Spectrophotometry Uv-Vis.*

## Pendahuluan

Kunyit (*Curcuma domestica* Val.) merupakan salah satu tanaman obat potensial, selain sebagai bahan baku obat juga dipakai sebagai bumbu dapur dan zat pewarna alami. Kebutuhan simplisia kunyit berdasarkan jumlahnya yang diserap oleh industri obat tradisional mempunyai peringkat besar dan pengembangan budidaya kunyit mempunyai potensi besar untuk dikelola secara intensif dan skala komersial. Dan, mutu simplisia kunyit yang baik harus memenuhi parameter standar spesifik dan non spesifik diantaranya residu pestisida (Rahardjo & Rostiana, 2005).

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. Beberapa sungai di Indonesia dan produk-produk hasil pertanian telah tercemar oleh pestisida organoklorin, Seperti yang diungkapkan oleh Theresia (1993), di Indonesia kasus pencemaran oleh pestisida menimbulkan berbagai kerugian. Di Lembang dan Pengalengan, tanah disekitar kebun wortel, tomat, kubis

dan buncis telah tercemar oleh residu organoklorin yang cukup tinggi. (Sofia; 2001).

Pestisida yang paling banyak menyebabkan kerusakan lingkungan dan mengancam kesehatan manusia adalah pestisida golongan 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 terlalu lama dan dapat terakumulasi dalam jaringan (Sofia; 2001).

Penelitian tentang residu pestisida organoklorin pada simplisia kunyit belum pernah dilakukan. Oleh karena itu, Penulis ingin mengidentifikasi adanya kemungkinan residu organoklorin pada simplisia kunyit menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis.

## Metode Penelitian

### Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah *Mercury (II) thiocyanate* (pro analisis Merck). *Mercury (II) chloride* (pro analisis Merck). *Ferric (III) nitrate* (pro analisis Merck). *Nitric acid* (pro analisis Merck). *Acetonitrile* (pro analisis

Merck). *Aquabidest* otsuka. *Asam klorida* (teknis Merck). *Asam nitrat* (teknis Merck). Sampel percobaan yang digunakan adalah berupa serbuk simplisia kunyit (*Curcuma domestica* Val.) serbuk simplisia tersebut diperoleh dari Pasar Ajibarang.

Alat yang digunakan adalah Spektrofotometer UV-Vis Merk Shimadzu. Alat-alat gelas. Neraca analitik Shimadzu AY 220. Kertas saring Whatman berpori 0,45  $\mu\text{m}$ .

Prosedur Penelitian

Bahan Pereaksi

Bahan pereaksi yang digunakan dibuat dengan cara *mercury (II) thiocyanate* (0,2 mmol/100) ditimbang 0,0634 g, *mercury (II) chloride* (0,08 mmol/100) 0,0217 g, *ferric (III) nitrate* (2 mmol/100) 0,484 g, tambahkan 6,25 mL *nitrate acid 70%* (2,8 mmol/100), kemudian dilarutkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan *aquabidest* sampai garis tanda.

Pemilihan panjang gelombang maksimum

Larutan standar yang konsentrasinya 60 ppm diambil 0,1 mL dan ditambahkan dengan 10 mL reagen. Campurkan, dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit. Kemudian dibaca absorbansinya pada 360-550 nm.

*Operating time*

Seri larutan standar dengan konsentrasi 40 ppm diambil 0.1 mL dan ditambahkan dengan 10 mL reagents. Campurkan, dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit. Kemudian dibaca absorbansinya pada menit 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 dan 10 Pada panjang gelombang maksimum.

Penentuan kurva baku

Seri konsentrasi larutan standar diambil 0.1 mL dan ditambahkan dengan 10 mL reagents. Campurkan, dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit. Dan di diamkan selama waktu *operating time* kemudian dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Dari data hasil absorbansi, selanjutnya dibuat kurva standar sehingga diperoleh persamaan garis  $y = a + bx$ .

*Recovery*

Sampel diserbuk kemudian diambil sebanyak 10 gram sampel dibuat duplo dengan berat yang sama. Untuk sampel yang pertama tidak ditambah larutan standar, sedangkan sampel yang kedua ditambah larutan standar 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. Filtrat 100 mL ditambahkan HCl 25 mL. Selanjutnya didekstruksi 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 reagents. Campurkan, dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit. Dan di diamkan selama waktu *operating time*. Kemudian dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum sebanyak tiga kali dan hasil serapan digunakan untuk menghitung harga perolehan kembali.

#### Presisi

Larutan baku dengan konsentrasi 60 ppm sebanyak 0,1 mL dan ditambahkan dengan 10 mL reagen. Campurkan, dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit. Dan di diamkan selama waktu *operating time*. Kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum kemudian diulangi sebanyak 6 kali.

#### Penetapan kadar

Serbuk di timbang 10 g, kemudian zat yang diinginkan diambil menggunakan pelarut (*acetonitril* :

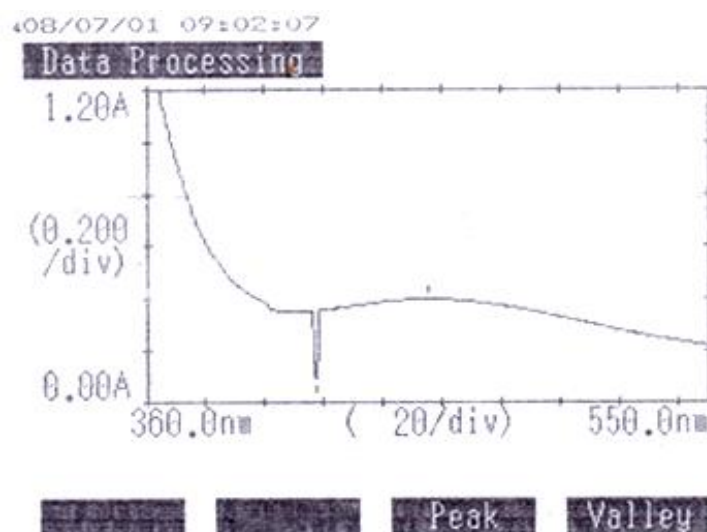
*aquabidest* 6,5 : 3,5) setelah itu disaring. Filtrat 100 mL ditambahkan HCl 25 mL. Selanjutnya didekstruksi selama 2 jam dengan asam nitrat sebanyak 5 mL berulang kali hingga larutan jernih, kemudian disaring.

Larutan sampel diambil 0,1 dan ditambahkan 10 mL reagen. Campurkan, dan dipanaskan pada suhu 37°C selama 5 menit. Dan di diamkan selama waktu *operating time* kemudian dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

#### Hasil dan Pembahasan

Penentuan panjang gelombang maksimum

Diperoleh panjang gelombang maksimum sebesar 455,5 nm yang merupakan puncak tertinggi dengan serapan sebesar 0,338 nm (Gambar 1)



**Gambar 1.** Scanning kompleks  $(\text{Fe}(\text{SCN}))^{2+}$  dengan penambahan larutan NaCl 60 ppm.

#### Penentuan *operating time*

Dari tabel 1 dibawah menunjukkan NaCl mencapai serapan yang konstan pada menit ke 5 sampai 6.

Sehingga untuk prosedur selanjutnya *operating time* dilakukan setelah 5 menit.

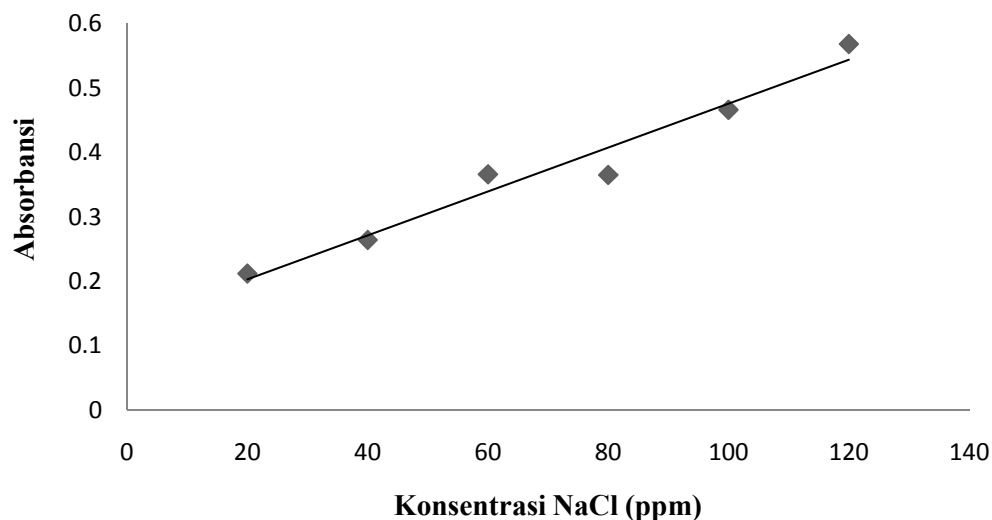
**Tabel 1.** Hasil absorbansi *operating time* larutan baku NaCl dengan konsentrasi 40 ppm

Waktu (menit)	Absorbansi
0	0,283
1	0,280
2	0,277
3	0,273
4	0,271
5	0,268
6	0,268
7	0,265
8	0,257

#### Penentuan kurva baku

Diperoleh persamaan kurva baku yaitu,  $y = 0,00345x + 0,127$  dengan nilai  $r$  sebesar 0,9855. Dari persamaan yang diperoleh dapat digunakan sebagai

dasar perhitungan kadar (sumbu  $x$ ) dengan memasukkan harga absorbansi terukur (sumbu  $y$ ). (Gambar 2).



**Gambar 2.** Kurva baku hubungan konsentrasi NaCl dengan absorbansi.

#### LOD dan LOQ

Diperoleh nilai limit deteksi sebesar 21,565 ppm. Sedangkan untuk limit kuantitasi diperoleh nilai sebesar 71,884 ppm.

#### Presisi

Dari hasil perhitungan pada uji presisi ini diperoleh serapan rata-rata 0,3192 dan nilai SD sebesar  $2,4835 \cdot 10^{-3}$ . Standart deviation (SD) dapat dikatakan baik apabila nilai SD < 2 (Mulja &

Anwar, 2003: 7). Tabel 2 menunjukkan nilai RSD sebesar 0,7780%. Serta ketelitian alat sebesar 99,9922%, ketelitian alat dikatakan baik apabila nilai RSD < 2 % (Harmita, 2004: 122). Nilai tersebut menunjukkan bahwa metode yang digunakan mempunyai harga ketelitian yang cukup baik sehingga metode ini layak digunakan dalam analisis penetapan kadar residu pestisida organoklorin.

**Tabel 2.** Data hasil absorbansi uji presisi alat

Ulangan	Absorbansi
1	0,318
2	0,318
3	0,317
4	0,319
5	0,319
6	0,324
Serapan rata-rata	0,3192
SD	$2,4835 \cdot 10^{-3}$
%RSD	0,7780%
Ketelitian alat	99,9922%

**Recovery**

Uji akurasi metode ini digunakan untuk membuktikan kedekatan antara hasil analisis dengan nilai sebenarnya. Parameter yang digunakan adalah *recovery* yang merupakan tolak ukur efisiensi analisis (Tahid & Sekarwati, 2005:15). Harga % *recovery* rata-rata yang didapat adalah sebesar 108,984 %

seperti yang dilihat pada tabel 4.4, harga ini dapat diterima karena masuk dalam rentang yang diterima yaitu 80 %-120 % (Mulja & Suharman, 1995: 6).

**Penetapan kadar sampel**

Dari tabel 4 diperoleh kadar rata-rata residu organoklorin sebesar 324,879 ppm.

**Tabel 3.** Data hasil absorbansi *recovery*

Ulangan Ke	Berat Sampel	VP (mL)	Absorbansi	Kadar (ppm)	Recovery
1 a	10 g Sampel + 1 mL NaCl 60 ppm	125	0,458	95,942	111,112 %
b	10 g Sampel		0,228	29,275	
2 a	10 g Sampel + 1 mL NaCl 60 ppm	125	0,457	95,652	105,213 %
b	10 g Sampel		0,239	32,464	
3 a	10 g Sampel + 1 mL NaCl 60 ppm	125	0,456	95,362	110,627 %
b	10 g Sampel		0,227	28,986	

**Table 4** Hasil penetapan kadar organoklorin pada sampel simplisia kunyit

Sampel	Berat penimbangan	Volume Pelarut	Fp	Absorbansi	Kadar
1	10 g	125 mL	1	0,212	307,971 ppm
2	10 g	125 mL	1	0,219	333,334 ppm
3	10 g	125 mL	1	0,219	333,334 ppm
Rata-rata					324,879 ppm

**Kesimpulan**

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa terdapat residu organoklorin pada simplisia kunyit dengan kadar sebesar 324,879 µg/g.

**Daftar Pustaka**

- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian. Vol. 1, No. 3, Departemen Farmasi. MIPA-UI. P.117-135.
- Mulja, M. & Anwar, D., 2003. *Prinsip-Prinsip Cara Berlaboratorium Yang Baik*. Majalah Farmasi. Erlangga. Surabaya. P. 7
- Mulja, M. & Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya:

Erlangga University Press. P.6, 26-28

- Rahardjo M. & Rostiana O. 2005. *Budidaya Tanaman Kunyit*. Bogor. <http://balitro.litbang.deptan.go.id>

- Sofia D. 2001. *Pengaruh Pestisida Dalam Lingkungan Pertanian*. Bandung <http://www.sumutprov.go.id/download.php>.

- Tahid & Sekarwati, W., 2005. Studi Kasus: *Validasi Metode Kromatografi Gas Untuk Analisis Eugenol dari Krim Analgesik*. Warta Kimia Analitik. No.14. tahun XI, Jakarta: Pusat Penelitian-LIPI. P.14-15.