

**ANALISIS RESIDU PESTISIDA ORGANOFOSFAT PADA SIMPLISIA TEMULAWAK (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL****Wiranti Sri Rahayu, Dwi Hartanti, Handoyo***Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto Jl Raya Dukuwaluh PO BOX  
202 Kembaran Purwokerto 53182 Telp. 0281 636725***ABSTRAK**

Temulawak merupakan salah satu jenis tanaman obat yang mempunyai prospek cerah untuk dikembangkan. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui ada tidaknya residu pestisida organofosfat pada simplisia temulawak dan melakukan validasi metode analisis residu organofosfat dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Penelitian dilakukan dengan menggunakan metode destruksi basah, sampel yang diambil adalah simplisia temulawak yang diambil dari pasar Wage. Sampel kemudian ditambah asam nitrat pekat. Pengujian kadar organofosfat pada simplisia temulawak dilakukan dengan alat Spektrofotometer UV-Vis Merk Shimadzu pada panjang gelombang 722 nm. Berdasarkan hasil penelitian pada simplisia temulawak terdeteksi adanya pencemaran organofosfat dengan kadar (72,678 µg/g) 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  $1,4219 \times 10^{-6}$ ; 0,2440% dan 99,997%. Nilai persen perolehan kembali (*Recovery*) rata-rata dan kesalahan sistemik pada uji akurasi sampel sebesar 87,72 % dan 12,28 % Uji linieritas didapatkan harga intersep sebesar  $9,325 \cdot 10^{-4}$ , slope sebesar 0,020, koefisien korelasi (r) sebesar 0,9907 sehingga didapatkan persamaan regresi linier kurva baku  $y = 0,0429x + 0,0105$  dengan limit deteksi dan limit kuantitasi 2,1468 ppm dan 7,1142 ppm. Berdasarkan penelitian ini dapat disimpulkan bahwa pada metode analisis identifikasi residu organofosfat pada simplisia temulawak menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis adalah valid.

**Kata kunci:** Organofosfat, Spektrofotometri, Simplisia Temulawak, Pasar Wage.

**ABSTRACT**

*Temulawak is an important simplisia. The purpose of this research are to know whether Organophosphate pesticide residue present at simplicia of temulawak and to validate the analisis method of UV-Vis spectrophotometry. Research done by using wet destructive method, sample was taken from Pasar Wage. Sample then added concentrated nitrate acid. Determination of organophosphate in simplicia of temulawak was done by Shimadzu UV-Vis Spectrophotometry at wavelength 722 nm. Based on result of the research at simplicia of temulawak, Organophosphate was detected (72,678 µg/g). Result of analysis validation shows that value of standard deviation (SD), relative standard deviation (RSD), and correctness of equipment precision test at sample respectively  $1,4219 \times 10^{-6}$ ; 0,2440% and 99,997%. Average recovery percentage and systematical error at accuration test of sample 87,72 % and 12,28 %. Linearity test got*

*the price of intercept  $9,325 \cdot 10^{-4}$ , slope 0,020, correlation coefficient (r) 0,9907 that equation of standard curve linear regression  $y = 0,0429x + 0,0105$  with detection limit and quantitative limit 2,1468 ppm and 7,1142 ppm. Based on this research inferential that identification analysis of Organophosphate residue at simplicia of temulawak using UV-VIS spectrophotometry method is valid.*

**Keywords:** Organophosphate, Spectrophotometry, Simplicia of Temulawak; Pasar Wage.

## Pendahuluan

Temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) merupakan komponen penyusun hampir setiap jenis obat tradisional yang dibuat di Indonesia. Kebutuhan simplisia temulawak yang diserap oleh industri obat tradisional mempunyai potensi besar untuk dikelola secara intensif dan skala komersial (Rukmana,1994).

Standar mutu simplisia temulawak yang baik harus memenuhi parameter standar spesifik dan non spesifik diantaranya residu pestisida (Rahardjo & Rostiana, 2005). Pemakaian simplisia temulawak sebagai obat, ternyata secara farmakologis memberikan pengaruh positif terhadap kandung empedu dan hati. Pengaruhnya terhadap kandung empedu dapat mencegah pembentukan batu empedu dan kolesistitis, sementara pengaruh terhadap hati dapat merangsang sel hati membuat empedu serta berpengaruh baik

terhadap pengobatan penyakit hati menahun. Dengan adanya manfaat yang cukup potensial untuk dikembangkan tersebut maka perlu dilakukan penelitian-penelitian secara mendalam, terutama segi fitokimia dan pengujian farmakologis guna mendukung pemakaian temulawak secara tradisional (Rukmana,1994).

Lingkungan tumbuh yang cocok untuk budidaya temulawak adalah pada ketinggian 100 – 900 m di atas permukaan laut (dpl) dan memerlukan tanah yang gembur dan banyak mengandung bahan organik. Pestisida merupakan bahan berbahaya yang dapat menimbulkan pengaruh negatif terhadap kesehatan manusia dan kelestarian lingkungan hidup. Namun demikian, pestisida juga dapat memberikan manfaat, sehingga pestisida banyak digunakan dalam pembangunan di berbagai sektor, termasuk pertanian. Memperhatikan manfaat dan dampak negatifnya, maka

pestisida harus dikelola dengan sebaik-baiknya sehingga dapat diperoleh manfaat yang sebesar-besarnya dengan dampak negatif yang sekecil-kecilnya (<http://www.sinartani.com>).

Pestisida organofosfat yang disemprotkan pada tanaman akan meninggalkan residu. Residu pestisida golongan organofosfat pada berbagai jenis sayuran seperti bawang merah (1,167–0,565 ppm), kentang (0,125–4,333 ppm), cabe dan wortel ditemukan : profenofos (6,11 mg/kg, detalmetrin 7,73 mg/kg). 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. Residu pestisida ini akan termakan oleh manusia dan tentunya dapat menimbulkan efek dan berbahaya terhadap kesehatan manusia (Rahardjo & Rostiana, 2005).

Berdasarkan data tersebut organofosfat berbahaya sehingga perlu dilakukan penelitian pada simplisia temulawak dengan menggunakan metode spektrofotometri visibel. Kelebihan metode spektrofotometri visibel dibanding metode lain seperti KCKT adalah memiliki detektor

ultraviolet yang merupakan detektor yang paling luas digunakan karena sensitivitas dan reprodukelitasnya yang tinggi serta mudah operasinya dibandingkan dengan KCKT yang memiliki keterbatasan yaitu jika sampelnya sangat kompleks, maka resolusi yang baik sulit diperoleh. Analisis dengan spektrofotometri visibel juga dapat digunakan untuk menunjukkan ada atau tidak adanya ikatan rangkap terkonjugasi yang lebih sensitif dibandingkan dengan metode KCKT (Gandjar & Rohman, 2007).

#### **Metode Penelitian**

##### **Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan adalah Spektrofotometer UV-Vis Merk Shimadzu, alat-alat gelas, neraca analitik Shimadzu AY 220, kertas saring Whatman berpori 0,45 µm.

Bahan yang digunakan adalah Kalium dihidrogen fosfat (pro analisis Merck), ammonium molibdat (pro analisis Merck), akuabides otsuka, asam askorbat (teknis Merck), bismuth subnitrat (teknis Merck), asam perklorat (pro analisis Merck), asetonitril (pro analisis Merck), asam klorida (teknis Merck), asam nitrat (teknis Merck). Sampel percobaan yang digunakan

adalah berupa simplisia temulawak, yang diperoleh dari Pasar Wage.

### Prosedur Penelitian

#### Bahan pereaksi

Bahan pereaksi yang digunakan adalah asam askorbat 10.000 ppm, .

ammonium molibdat 0,12 M, asam perklorat 5 M, bismuth subnitrat 1460 ppm.

Pembuatan Larutan Standar  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  439,4 ppm

$\text{KH}_2\text{PO}_4$  ditimbang sebanyak 0,2197 gram kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dilarutkan dengan aquabidest sampai tanda batas, sehingga diperoleh konsentrasi 439,4 ppm. Dari konsentrasi 439,4 ppm diambil 0,5; 0,75; 1; 1,25; 1,5 dan 1,75 mL menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan aquabides sampai garis tanda, sehingga diperoleh konsentrasi 5 ; 7,5 ; 10 ; 12,5 ; 15 dan 17,5 ppm.

Pemilihan Panjang Gelombang Maksimal

Larutan standar yang konsentrasinya 10 ppm diambil 1 mL dan ditambahkan dengan 2,5 mL asam

perklorat, 1 mL ammonium molibdat, 2 mL bismuth subnitrat, 5 mL asam askorbat menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan aquabides sampai garis tanda. Kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 400-800 nm.

#### Operating Time

Seri larutan standar dengan konsentrasi 10 ppm diambil 1 mL dan ditambahkan dengan 2,5 mL asam perklorat, 1 mL ammonium molibdat, 2 mL bismuth subnitrat, 5 mL asam askorbat menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan aquabides sampai garis tanda. Kemudian dibaca absorbansinya pada menit 1, 5, 10, 15, dan 20 pada panjang gelombang maksimum.

#### Pembuatan Kurva Baku

Seri konsentrasi larutan standar diambil 1 mL dan ditambahkan dengan 2,5 mL asam perklorat, 1 mL ammonium molibdat, 2 mL bismuth subnitrat, 5 mL asam askorbat menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan aquabides sampai garis tanda. 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  $y = a + bx$ .

#### Presisi

Larutan baku dengan konsentrasi 12,5 ppm diambil 1 mL dan ditambahkan dengan 2,5 mL asam perklorat, 1 mL ammonium molibdat, 2 mL bismuth subnitrat, 5 mL asam askorbat menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan aquabides sampai garis tanda. Diamkan selama waktu *operating time*. Kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum kemudian diulangi sebanyak 6 kali.

#### 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 KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 12,5 ppm sebanyak 1 mL ke dalam Erlenmeyer, kemudian zat yang diinginkan diambil menggunakan

pelarut (asetonitril : akuabides 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 1 mL dan ditambahkan dengan 2,5 mL asam perklorat, 1 mL ammonium molibdat, 2 mL bismuth subnitrat, 5 mL asam askorbat menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan aquabides sampai garis tanda. 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. Nilai rata-rata perolehan kembali (*recovery*) analit antara 80-120 % (Gandjar, 1985).

#### Penetapan Kadar

Serbuk simplisia di timbang 10 gram, kemudian zat yang diinginkan diambil menggunakan pelarut (asetonitril : akuabides 6,5 : 3,5) setelah itu disaring. Filtrat 100 mL ditambahkan HCl 25 mL. Selanjutnya didekstruksi selama 2 jam dengan asam nitrat

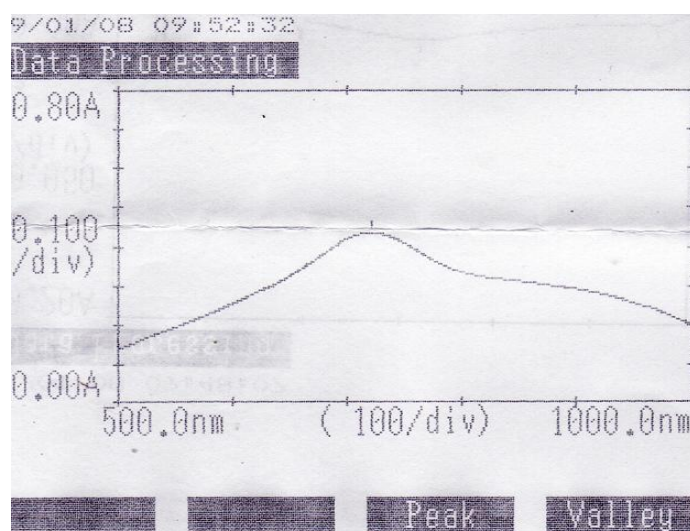
sebanyak 5 mL berulang kali hingga larutan jernih, kemudian disaring.

Larutan sampel diambil 1 mL dan ditambahkan dengan 2,5 mL asam perklorat, 1 mL ammonium molibdat, 2 mL bismuth subnitrat, 5 mL asam askorbat menggunakan pipet ukur kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan aquabides sampai garis tanda. Dan di diamkan selama waktu operating time kemudian dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometer visibel pada panjang gelombang maksimum (Gandjar, 1985).

### Hasil dan Pembahasan

Penentuan panjang gelombang maksimum

Hasil penentuan panjang gelombang maksimum dari baku standar kurkumin diperoleh panjang gelombang 722 nm. Panjang gelombang ini digunakan untuk mengukur serapan larutan standar pada pembuatan kurva baku dan penetapan kadar. Konsentrasi yang digunakan pada penentuan panjang gelombang maksimum adalah 10 ppm. Dengan serapan sebesar 0,439 nm (Gambar 1).



**Gambar 1.** Scanning kompleks biru 18-MBiPA tereduksi konsentrasi  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  10 ppm

Penetapan *Operating Time*

Pembuatan *operating time* diperoleh dengan membaca absorbansi

$\text{KH}_2\text{PO}_4$  10 ppm pada menit ke 1, 5, 10, 15, dan 20. Absorbansi yang stabil pada menit ke 15. Hasil ini menunjukkan

bahwa semua pengukuran absorbansi 15 dari proses perlakuan. harus dilakukan pada waktu menit ke

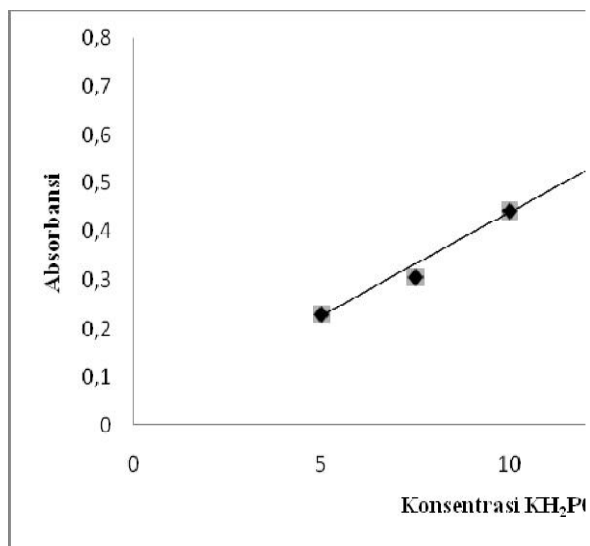
**Tabel 1** Hasil absorbansi *operating time* larutan baku KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> dengan konsentrasi 10 ppm

Waktu (menit)	Absorbansi
1	0,475
5	0,477
10	0,478
15	0,476
20	0,476

Penentuan kurva baku

Persamaan yang diperoleh adalah  $y = 0,0429x + 0,0105$  dengan nilai  $r$  sebesar 0,9907. Dari persamaan yang diperoleh

dapat digunakan sebagai dasar perhitungan kadar (sumbu  $x$ ) dengan memasukkan harga absorbansi terukur (sumbu  $y$ ).



**Gambar 2.** Kurva baku hubungan konsentrasi KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> dengan absorbansi

## Uji Presisi

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

Ulangan	Absorbansi
1	0,585
2	0,582
3	0,581
4	0,582
5	0,581
6	0,583
Serapan rata-rata	0,582
SD	$1,4219 \times 10^{-6}$
%RSD	0,2440%
Ketelitian alat	99,997%

**Tabel 3** Data hasil uji *recovery*

Ulangan Ke	Berat Sampel	VP (mL)	Absorbansi	Kadar (ppm)	Recovery
1 a	10 g Sampel + 1,25 ml KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> 12.5 ppm	125	0,7621	17,5198	75,04 %
b	10 g Sampel	125	0,3697	8,1398	
2 a	10 g Sampel + 1,25 ml KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> 12.5 ppm		0,7053	16,1958	93,8 %
b	10 g Sampel	125	0,2023	4,4708	
3 a	10 g Sampel + 1,25 ml KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> 12.5 ppm	125	0,7458	17,1398	94,32 %
b	10 g Sampel		0,2400	5,3496	

**Tabel 4** Hasil penetapan kadar organofosfat pada sampel simplisia temulawak

Sampel	Berat penimbangan	Volume Pelarut	Fp	Absorbansi	Kadar
1	10 g	125 mL	1	0,2892	81,20625 ppm
2	10 g	125 mL	1	0,2603	72,785 ppm
3	10 g	125 mL	1	0,2303	64,04375 ppm
Rata-rata					72,678 ppm

Dari hasil perhitungan pada uji presisi ini diperoleh serapan rata-rata 0,582 dan nilai SD sebesar  $1,4219 \times 10^{-6}$ . Standart deviation (SD) dapat dikatakan baik apabila nilai SD < 2 (Mulja & Anwar, 2003). Tabel 4.5 menunjukkan nilai RSD sebesar 0,2440%. Serta ketelitian alat sebesar 99,997%, ketelitian alat dikatakan baik apabila nilai RSD < 2 % (Harmita, 2004). Nilai tersebut menunjukkan bahwa metode yang digunakan mempunyai harga ketelitian yang cukup baik sehingga metode ini layak digunakan dalam analisis penetapan kadar residu pestisida organofosfat.

#### LOD dan LOQ

Diperoleh nilai limit deteksi sebesar 2,1468 ppm. Sedangkan untuk limit kuantitasi diperoleh nilai sebesar 7,1142 ppm.

#### Uji Akurasi

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 dan Sekarwati, 2005). Harga % *recovery* rata-rata yang didapat adalah sebesar 87,72 %.

#### Penetapan Kadar

Dari tabel 4 diperoleh kadar rata-rata residu organofosfat sebesar (72,678 ppm). Kadar yang diperoleh menunjukkan bahwa kadar yang terkandung dalam simplisia temulawak tersebut diatas batas maksimum residu pestisida organofosfat menurut BPOM RI,2004 yaitu < 0.005 ppm, sehingga temulawak tersebut kurang aman untuk dikonsumsi dan digunakan sebagai bahan obat.

#### Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa diperoleh kadar rata-rata residu organofosfat sebesar (72,678 ppm). Kadar yang diperoleh menunjukkan kadar yang terkandung dalam simplisia temulawak tersebut diatas batas maksimum residu pestisida organofosfat menurut BPOM RI,2004 yaitu < 0.005 ppm, sehingga temulawak tersebut kurang aman untuk dikonsumsi dan digunakan sebagai bahan obat.

#### Daftar Pustaka

- [BPOM] Badan Pengawasan obat dan Makanan. 2004. *Ekstrak Tumbuhan obat Indonesia*. Volume ke-1. Jakarta.
- Gandjar IG, Rohman A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. Volume ke-1. Departemen Farmasi. Terjemahan dari: *Majalah Ilmu Kefarmasian*. MIPA-UI. MIPA-UI. P.117
- Mulja M, Suharman.1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya: Erlangga University Press. Hlm 26-28
- Rahardjo M, Rostiana O. 2005. Budidaya Tanaman Kunyit. [terhubung berkala].<http://balittro.litbang.deptan.go.id>. [10 April 2008].
- Rukmana R.1994.*Temulawak*. Yogyakarta: Kanisius
- Tahid, Sekarwati W. 2005. Studi Kasus: Validasi Metode Kromatografi Gas Untuk Analisis Eugenol dari Krim Analgesik. Terjemahan dari :Warta Kimia Analitik. Jakarta: Pusat Penelitian-LIPI.