Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi, Vol. 12, No. 1, 2007, halaman 50-52
Akreditasi DIKTI Depdiknas RI No. 49/DIKTI/Kep/2003

ISSN : 1410 – 0177

Pemeriksaan Kadar Oksalat dalam Daun Singkong (*Manihot utilissima* Pohl) dengan Metoda Spektrofotometri Kinetik

Mardius Syarif, Harrizul Rivai dan Faizal Fahmi
Fakultas Farmasi Universitas Andalas

Diterima tanggal : 07 Februari 2007 disetujui : 26 Maret 2007

Abstract

Determination of oxalate in cassava leaves (*Manihot utilissima* Pohl) by kinetic spectrophotometric method at wavelength 352 nm has been carried out. This method able to determine oxalate at concentration range of 10 – 15 µg/ml. The method possessed the detection limit 4.225 µg/ml and quantitation limit 14.084 µg/ml the recovery 99.96%, standar of deviation 0.058 and coefficient of variance 0.302%, respectively. Result of oxalate determination was 17.11 mg/g on fresh leaves and 57.73 mg/g on dry leaves.

Keywords : oxalate, *Manihot utilissima* Pohl, kinetic spectrophotometric method

Pendahuluan

Sayuran banyak mengandung vitamin A, B, C, mineral dan kalsium, serta banyak mengandung kalori, protein, lemak dan karbohidrat (Smith, 1992). Selain mengandung gizi, sayuran juga mengandung zat anti gizi yang salah satunya oksalat. Oksalat yang terdapat dalam berbagai jenis sayuran dan buah-buahan ternyata menimbulkan masalah dalam penyerapan kalsium (Deddy, 1993). Oksalat dapat mengendapkan kalsium dan membentuk kalsium oksalat yang tidak dapat diserap oleh tubuh, sehingga terbentuk endapan garam yang tidak dapat larut yang menyebabkan munculnya penyakit batu ginjal. Oksalat sering ditemukan dalam berbagai macam sayuran seperti bayam, jamur, kacang-kacangan dan belimbing (Winarno, 1997).

Pengikatan kalsium yang terjadi di dalam tubuh dapat menyebabkan hilngnya kalsium sehingga mengganggu aktifitas elektrik jantung, otot-otot dan syaraf. Disamping itu asam oksalat juga dapat menghambat penyerapan zat besi sehingga mempersulit penyerapannya, padahal zat besi merupakan komponen yang sangat diperlukan oleh tubuh. Kekurangan zat besi dapat menyebabkan seseorang menderita anemia dan gangguan pada pertumbuhan (Weafer, 1997).

Dalam penelitian ini telah ditentukan kadar oksalat dari daun singkong (*Manihot utilissima* Pohl) yang sering dikonsumsi oleh masayarakat. Hasil penelitian ini bermanfaat sebagai informasi bagi orang yang memerlukan diet rendah oksalat. Kadar oksalat ditentukan dengan metode spektrofotometri kinetik. Metoda ini didasarkan pada perubahan absorban dan I_3^- yang dihasilkan dari reaksi iodida dan bromat dengan menggunakan katalis besi (II). Oksalat dalam hal ini betindak sebagai aktivator. Perubahan dari triodida (I_3) pada panjang gelombang 352 nm sebanding dengan konsentrasi oksalat. Pengukuran dilakukan pada waktu 0,5 menit dan 4 menit (Chamjangali, 2006).

Metodologi Penelitian

Alat dan Bahan

Spektrofotometer UV Mini Shimadzu 1240, lumpang dan alu, alat-alat gelas, timbangan analitik (Ohaus), pH meter, termometer, stopwatch, sentrifuge.

Daun singkong segar, besi (II) ammonium sulfat pa (Merck), asam sulfat pa (Merck), kalium iodida pa (Merck), asam asetat pa (Merck), natrium asetat pa (Merck), natrium oksalat pa (Merck).

Pembuatan larutan sampel (Chamjangali, 2006)

Ambil daun muda dari singkong (pucuknya), dicuci dengan air dan ditiriskan, kemudian dipotong kecil-kecil dan ditimbang 2,5 gram. Digerus dalam lumpang sampai terbentuk pasta. Pasta tersebut dimasukkan ke dalam labu reflu dan ditambah dengan aquabidestlat sebanyak 250 ml, didihkan selama 20 menit, dinginkan, sentrifus pada 1700 rpm selama 15 menit kemudian disuring dengan kertas saring whatman No. 1 ke dalam labu 500 ml. Filtrat yang diperoleh ditambah aqua bidestilata sampai tanda batas.

Pembuatan kurva kalibrasi (Chamjangali, 2006)

Seluruh reagen dan larutan standar yang telah disiapkan dimasukan dalam pengas air dengan suhu 20°C selama 30 menit sebelum digunakan. Pipet larutan standar oksalat 100 µg/ml masing-masing sebanyak 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 ml, lalu masukan dalam labu 10 ml. Ke dalam masing-

masingnya tambahkan 2 ml larutan buffer asetat (pH 5), 1 ml Fe (II) 7 µg/ml, 1 ml KI 0,12 mol/L, 1 ml larutan kalium bromat 0,1 mol dan teakhir encerkan dengan aquabidestilata sampai batas. Absorbannya diukur pada panjang gelombang 352 nm. Serapan pertamanya pada waktu 0,5 menit dan kemudian pada 4 menit sehingga Δ As = A4 – A0,5. Pengukuran absorban tanpa ada oksalat dilakukan untuk mendapatkan perubahan absorban reaksi yang terjadidiaktivasi oleh oksalat (Δ Ab). Sinyal analitik = Δ As – Δ Ab.

Pengukuran kadar oksalat pada sampel C

Pipet larutan sampel yang telah disiapkan sebanyak 2 ml dan masukkan pada labu 10 ml. Lakukan penambahan reagen dan pengukuran absorban sama dengan perlakuan pada pembuatan kurva kalibrasi. Kadar oksalat dalam sampel dihitung melalui persamaan regresi dari kurva kalibrasi (Chanjangali, 2006). Selanjutnya dilakukan validasi metoda analisis melalui penentuan ketepatan metoda (*accuracy*) yang dinyatakan sebagai perolehan kembali (*recovery*) dan penentuan ketelitian metoda (*precision*) (Sukandar, 1997).

Hasil dan Diskusi

Sampel dan reagen yang telah disiapkan dimasukkan dalam tangas air selama 30 menit dan diatur suhu 20°C supaya reaksi berjalan lambat sehingga dapat dilihat perubahannya pada spektrofotometer. Reaksi yang terjadi adalah :

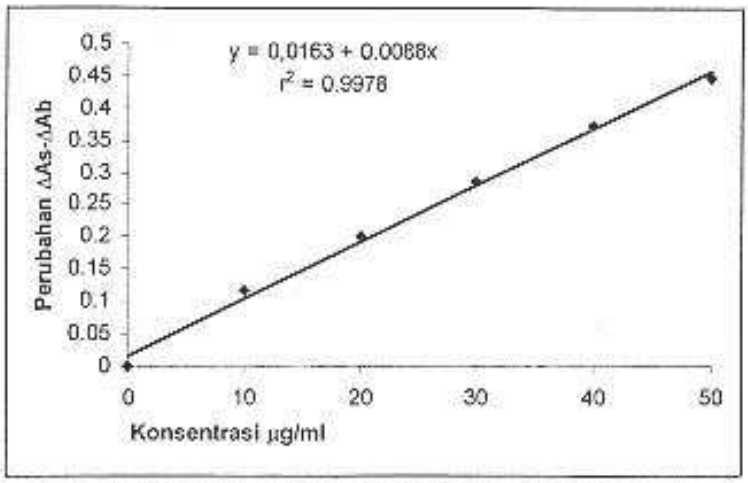
$$KBrO_3 + KI + 6OH^- \xrightarrow[\text{Oksalat}]{\text{Fe(II)}} I_3^- + 3H_2O$$

Larutan besi(II) bertindak sebagai katalis dan oksalat sebagai activator (pengaktivasi reaksi) dan I_3^- merupakan hasil reaksi yang sebanding jumlahnya dengan konsentrasi oksalat.

Dari pembuatan kurva kalibrasi didapatkan persamaan regresi y = 0.0163 + 0.0088x, dengan harga koefisien korelasi (Ω) = 0,9978. Hasil ini menunjukkan korelasi yang erat yang menyatakan hubungan absorban dengan konsentrasi. Dari kurva kalibrasi didapatkan batas deteksi = 4,2254 dan batas kuantisasi 14,084 µg/ml. Dari persamaan regresi didapatkan konsentrasi larutan sampel, sehingga didapatkan kadar oksalat dalam daun singkong 17,1098 mg/g dengan standar deviasi 0,0537 dan koefisien variasi 0,3138%. Juga dilakukan penentuan kadar air dari daun singkong yaitu 70,36% hingga didapat kadar oksalat dalam daun kering 57,725 mg/g dengan standar deviasi 0,181 dan koefisien variasi 0,314%. Validasi metoda analisis dilakukan untuk menjamin bahwa metoda spektrofotometri kinetik yang digunakan mampu memberikan hasil yang cermat dimana hasil perolehan kembali (*recovery*) 100,32% dan 99,60%. Ketelitian diukur sebagai standar deviasi dan koefisien variasi dari masing-masing pengukuran dimana ditemukan standar deviasi 0,0579 dan koefisien variasi 0,302%.

Tabel 1. Hasil Pengukuran dan Perubahan Absorban pada absorbsi maksimum 352 nm dalam Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar ksalat dengan Metoda Spektrofotometri Kinetik

No	Kosentrasi Standar Oksalat (µ/ml)	Absorban 0,5 menit	Absorban 4 menit	Perubahan Δ As 4 – 0,5	ΔAs – ΔAb	Rata-rata
1	0	0.1014 0.1038 0.1125	0.3261 0.3302 0.3342	0.2247 0.2264 0.2217	0.0000 0.0000 0.0000	0
2	10	0.1242 0.1378 0.1260	0.4620 0.4795 0.4697	0.3378 0.3417 0.3437	0.1131 0.1153 0.1220	0.1168
3	20	0.1439 0.1395 0.1470	0.5677 0.5703 0.5694	0.4238 0.4308 0.4224	0.1991 0.2044 0.2007	0.2014
4	30	0.1540 0.1602 0.1635	0.6629 0.6673 0.6748	0.5089 0.5071 0.5113	0.2842 0.2807 0.2896	0.2848
5	40	0.1803 0.1764 0.1852	0.7850 0.7743 0.7759	0.6047 0.5979 0.5907	0.3800 0.3715 0.3690	0.3735
6	50	0.2070 0.2110 0.2058	0.8836 0.8814 0.8769	0.6766 0.6704 0.6711	0.4519 0.4440 0.4494	0.4484



Gambar 1. Kurva kalibrasi larutan standar natrium oksalat pada panjang gelombang 352 nm dengan metoda spektrofotometri kinetik

Kesimpulan

Dari hasil pemeriksaan kadar oksalat dalam daun singkong (*Manihot utilissima* Pohl) dengan metoda spektrofotometri kinetik ditemukan 17,11 mg/g pada daun segar atau 57,73 mg/g pada daun kering.

Daftar Pustaka

Chamjangali, M.A., V. Keley and G. Bagherian, Kinetic Spectrophotometric Method for the Determination of Trace Amounts of Oxalate by an Activation Effect, *Analytical Sciences*, The Japan Society for Analityeal Chemistry, 2006.

Deddy, M., Metabolisme Zat Gizi Sumber, Fungsi dan Kebutuhan Bagi Tubuh Manusia, Jilid II, Pustaka Sinar Harapan, Jakarta, 1993.

Smith, E.Y., Terapi Sayuran, Prestasi Pustaka, Jakarta, 1992.

Sukandar, E.Y. dan Kusmadiyanti S., Penggunaan Statistika dalam Validasi Metoda Analitik dan Penerapannya, Prosiding Temu Ilmiah Nasional Bidang Farmasi, Vol. 1 Jurusan Farmasi Fakultas MIPA, ITB, Bandung, 1997.

Weafer, C.M., R.P. Heaney, K.P. Nickel, P.I. Poetard, Calcium Bioavailability from High Oxalate Vegetables : Chinese Vegetables, Sweet Potatos and Rhubard, Jurnal of Food Science, 62(3), 524 – 525, 1997.

Winarno, F.G., Kimia Pangan dan Gizi, PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta, 1997.