Jurnal Kimia Andalas, ISSN 0853-8018
Volume 4, Nomor 2, Tahun 1998 (104-110)

KESTABILAN METODA PRUSSIAN BLUE DALAM ANALISIS TANIN

Umiati Lukman, Eva Milyati, Indrawati

Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas, Padang 25163

INTISARI

Gum arabic dan gelatin telah digunakan sebagai penstabil koloid besi (III) heksasianoferat (II) dalam analisis tanin secara Prussian Blue. Disamping itu asam fosfat dan natrium EDTA juga digunakan untuk mengomplekskan besi (III) klorida sisa.

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan ternyata pasangan asam fosfat dan gum arabic memberikan hasil yang cukup baik untuk menganalisis tanin secara spektrofotometri. Metoda ini telah dicobakan untuk sampel dimana standar deviasi relatif 2.068 % (n = 5) dan rekoveri 96,72 %. Penggunaan gelatin sebagai penstabil koloid didapatkan standar deviasi relatif 2,77 % (n = 5) dan recoveri 91,05 %.

ABSTRACT

Gum Arabic and gelatine had been used to stability iron (III) hexacyanoferat (II) colloid for tannin analysis by spectrophotometric method. In addition, phosphoric acid and sodium ethylene diamine tetra acetate formed complexes with the excess of iron (III) chloride.

The result showed that gum arabic-phosphoric acid combination was good for determination tannin. At optimum condition, relative standard deviation of 2.068 % (n = 5) and recovery of 96.72 % were obtained. The use of gelatine as colloid stabilizer gave the relative standard deviation and recovery were 2.77 % (n = 5) and 91.05 %, respectively.

PENDAHULUAN

Tanin merupakan suatu senyawa organik yang termasuk senyawa polifenol dan kadang-kadang terdapat dalam bentuk glikosida. Dalam kehidupan sehari-hari tanin mempunyai banyak kegunaan. Dalam bidang farmasi, tanin berfungsi sebagai obat disentri, batuk, radang gusi, kudis dan eksim[1]. Disamping itu tanin banyak sekali digunakan dalam industri penyamak kulit dan pewarna dalam industri tekstil[2,3].

Beberapa metoda analisis telah dikembangkan untuk penentuan kandungan tanin seperti metoda kolorimetri vanilin-HCl, 1-butanol-HCl, H_2SO_4 dan prussian blue. Salah satu metoda analisis yang cepat dan sederhana adalah metoda prussian blue[4]. Pada metoda ini, tanin direaksikan dengan kalium heksasianoferat (III), produk yang dihasilkan merupakan tanin yang teroksidasi dan kalium heksasianoferat (II). Kemudian kalium heksasianoferat (II) dikomplekskan dengan larutan besi (III) klorida. Kompleks besi (III) heksasianoferat (II) (prussian blue) yang terbentuk sebanding dengan jumlah tanin yang terkandung dalam sampel. Analisis dilakukan secara spektrofotometri pada panjang gelombang 680 nm. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

$$\text{Tanin} + K_3[Fe(CN)_6] \rightarrow \text{Tanin teroksidasi} + K_4[Fe(CN)_6]$$

$$3\,K_4[Fe(CN)_6] + 4\,FeCl_3 \rightarrow \underset{\text{Prussian Blue}}{Fe_4[Fe(CN)_6]_3} + 12\,KCl$$

Kelemahan dari metoda ini adalah tidak stabilnya koloid besi (III) heksasianoferat (II) yang terbentuk dan adanya gangguan dari sisa larutan besi (III) klorida. Untuk mengatasi kesalahan ini dicobakan menambahkan zat penstabil koloid dan zat pengompleks yang bertujuan untuk menghilangkan sisa dari besi (III) klorida.

Beberapa zat penstabil koloid yang digunakan adalah gum Arabic dan gelatin, sedangkan zat pengompleks besi (III) klorida sisa dapat digunakan asam fosfat dan natrium EDTA[5].

BAHAN DAN METODA

Bahan

Zat kimia yang digunakan adalah kalium heksasianoferat (III) p.a, besi (III) klorida p.a, asam fosfat p.a, dinatrium EDTA p.a, keluaran E. Merck (Darmstadt, Jerman) serta gum Arabic, gelatin, tanin dan akuades.

Metoda

Penentuan panjang gelombang serapan maksimum
Dimasukan 3 ml larutan standar tanin 14 ppm kedalam labu ukur 25 ml, ditambahkan 1 ml larutan kalium heksasianoferat (III) 0,016 M dan 1 ml besi (III) klorida 0,012 M. Larutan dikocok dan dibiarkan 15 menit. Selanjutnya ditambahkan 3 ml asam fosfat 6,03 M dikocok dan dibiarkan 2 menit kemudian ditambahkan 2 ml gum arabic 1%, larutan dikocok dan diencerkan sampai tanda batas. Diukur absorbannya dengan memvariasikan panjang gelombang dalam rentangan 650 nm - 750 nm.

Penentuan waktu kestabilan kompleks

a. Tanpa penambahan asam fosfat dan gum arabic
Prosedur kerja sama dengan yang dikerjakan di atas tetapi tidak ditambahkan pereaksi asam fosfat dan penstabil koloid gum arabic. Diukur absorbannya dengan memvariasikan waktu antara 0, 1, 2, 3, 4 dan 5 jam.

b. Tanpa penambahan larutan asam fosfat tetapi ditambah gum arabic.
Prosedur kerja sama dengan yang di atas, tetapi tidak ditambahkan asam fosfat. Selanjutnya ditambahkan 2 ml gum arabic 1%. Larutan dikocok dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades. Diukur absorbannya pada panjang gelombang dengan memvariasikan waktu antara 0, 1, 2, 3, 4 dan 5 jam.

c. Dengan penambahan larutan asam fosfat
Prosedur kerja sama dengan yang di atas tetapi tidak ditambahkan gum arabic. Diukur absorbannya pada panjang gelombang serapan maksimum dengan memvariasikan waktu 0, 1, 2, 3, 4 dan 5 jam.

d. Dengan penambahan larutan asam fosfat dan gum arabic
Prosedur kerja sama dengan prosedur penentuan panjang gelombang serapan maksimum. Diukur absorbannya pada panjang gelombang serapan maksimum dengan memvariasikan waktu 0, 1, 2, 3, 4 dan 5 jam.

e. Dngan penambahan asam fosfat dan gelatin
Prosedur kerja sama dengan yang di atas, tetapi gum arabic diganti dengan gelatin.

f. Dengan penambahan larutan natrium etilen diamin tetra asetat dan gum arabic
Prosedur kerja sama dengan yang di atas, tetapi asam fosfat diganti dengan etilen diamin tetra asetat.

g. Dengan penambahan natrium etilen diamin tetra asetat dan gelatin
Prosedur kerja sama dengan yang di atas, tetapi gum arabic diganti dengan gelatin.

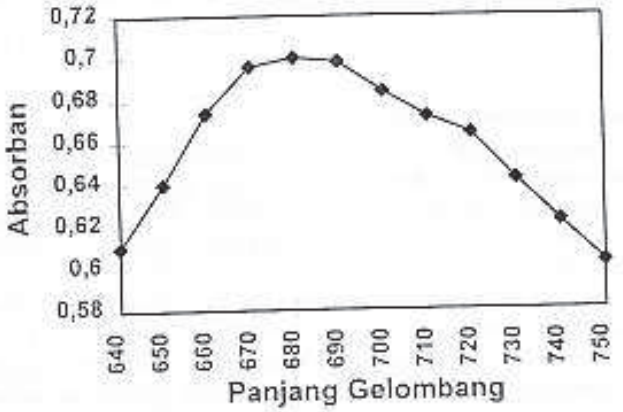
Penentuan tanin dalam sampel salak
Sampel ditimbang sebanyak 5 gram kemudian dimasukan ke dalam gelas piala, ditambah 150 ml akuades, dipanaskan sampai mendidih selama 30 menit. Kemudian disaring, residu dihaluskan dimasukan ke dalam gelas piala ditambah akuades dipanaskan lagi 15 menit. Larutan disaring dimasukan ke dalam labu ukur 250 ml yang berisi filtrat pertama dan diencerkan sampai tanda batas dengan akuades. 25 ml larutan hasil ekstrak diencerkan dalam labu ukur 100 ml. Kemudian 3 ml larutan dimasukan ke dalam labu ukur 25 ml. Kemudian dilakukan analisis seperti prosedur di atas dengan penambahan asam fosfat dan gum arabic sebagai pengompleks sisa besi (III) klorida dan penstabil koloid. Analisis berikutnya dengan memperlakukan gelatin sebagai penstabil koloid.

Penentuan rekoveri
Dalam percobaan ini ke dalam larutan sampel dimasukan larutan tanin standar yang diketahui konsentrasinya. Kemudian dilakukan analisis seperti di atas.

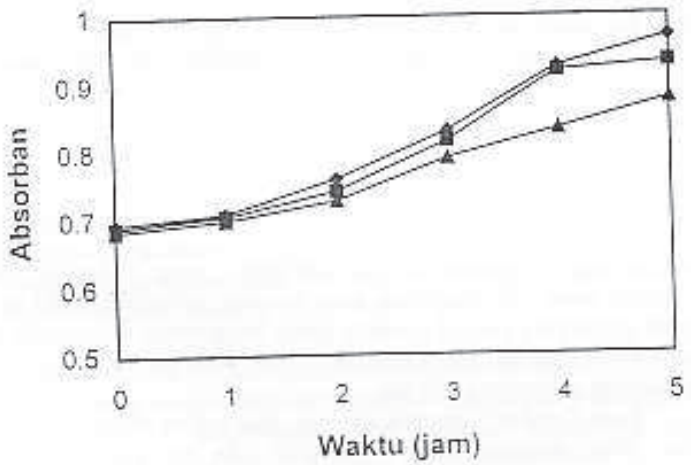
HASIL DAN DISKUSI

Dari Gambar 1 terlihat bahwa kompleks yang terbentuk menyerap maksimum sinar monokromatis pada panjang gelombang 680 nm. Jadi panjang gelombang yang digunakan untuk pengukuran selanjutnya terhadap analisis kestabilan kompleks dan kandungan tanin dalam sampel dilakukan pada panjang gelombang 680 nm.

Pada Gambar 2 tampak dengan jelas bahwa dengan bertambahnya waktu, nilai absorban akan meningkat jika ke dalam larutan tidak ditambahkan asam fosfat sebagai pengompleks besi (III) klorida yang tersisa. Hal ini disebabkan karena besi (III) klorida sisa yang berwarna akan meningkatkan kepadatan warna dari zat yang dianalisis. Juga terlihat tanpa adanya zat penstabil koloid absorban akan cendrung meningkat dengan bertambahnya waktu, dimana komplek besi (III) heksa sianoferat (II) yang terbentuk merupakan koloid yang tidak stabil selama selang waktu tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.



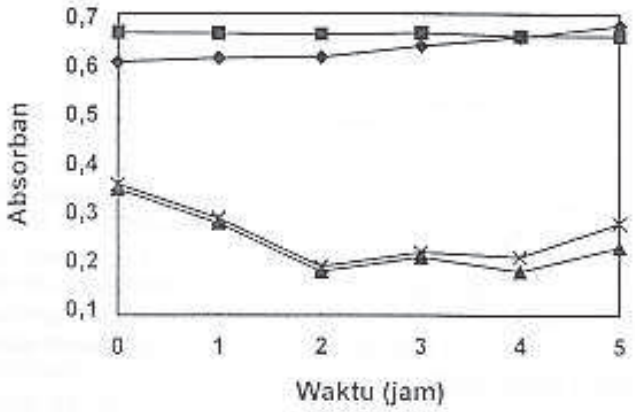
Gambar 1. Kurva penentuan panjang gelombang serapan maksimum



Gambar 2. Kurva kestabilan kompleks tanpa penambahan asam fosfat dan penstabil koloid. (▲) = Tanpa penambahan asam fosfat dan gum arabic; (■) = Tanpa penambahan asam fosfat dan penambahan gum arabic; (◆3) = Dengan penambahan asam fosfat, tanpa penambahan gum arabic.

Dari Gambar 3 terlihat bahwa zat pengomplek natrium EDTA dan penstabil koloid gelatin maupun gum arabic kondisi kompleks yang dianalisis tidak stabil, dimana tampak nilai absorban berfluktuasi dengan bertambahnya

waktu. Dari gambar ini juga terlihat asam fosfat sebagai pengompleks akan menstabilkan nilai absorban dengan gum arabic sebagai penstabil koloid. Asam fosfat merupakan asam yang paling cocok karena reaksinya cepat menghasilkan kompleks yang stabil dan tidak berwarna dengan besi (III) klorida.



Gambar 3. Kurva kestabilan kompleks dengan penambahan beberapa zat penstabil, (■) = Penambahan asam fosfat dan gelatin; (◆) = Penambahan asam fosfat dan gum arabic; (✕) = Penambahan larutan natrium etilen diamin tetra asetat dan gum arabic; (▲) =. Penambahan larutan natrium etilen diamin tetra asetat dan gelatin.

Metoda ini diaplikasikan untuk penentuan kadar tanin dalam salak. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 1. Dari Tabel 1 terlihat bahwa kandungan tanin dalam sampel salak rata-rata 0,548 %, dimana gum arabic sebagai penstabil koloid. Sedangkan gelatin sebagai penstabil koloid kandungan tanin dalam sampel didapatkan 0,494 %.

Tabel 1. Analisis kandungan tanin dalam sampel salak

No.	Gum Arabic sebagai penstabil koloid tanin (%)	Gelatin sebagai penstabil koloid tanin (%)
1	0,54	0,48
2	0,54	0,50
3	0,56	0,49
4	0,54	0,49
5	0,56	0,51

Tabel 2. Hasil rekoveri dalam analisis tanin

No.	Gum Arabic sebagai penstabil rekoveri (%)	Gelatin sebagai penstabil koloid rekoveri (%)
1	96,94	90,27
2	96,53	92,08
3	97,22	89,72
4	95,28	91,39
5	97,64	91,81

Dari Tabel 2 di atas terlihat bahwa rekovery analisis tanin secara metoda prussian blue dengan penstabil koloid gum arabic dan pengompleks asam fosfat rata-rata 96.72 % dengan standar deviasi realtif 2,068 %. Sedangkan dengan mempergunakan gelatin sebagai penstabil koloid rekoveri rata-rata 91,05 % dengan standar deviasi relatif 2,77 %. Dari angka ini menunjukan bahwa metoda ini cukup baik untuk menentukan kandungan tanin dalam sampel. Disamping itu ketelitian dari metoda di atas dapat dilihat dengan menghitung standar deviasi relatif.

DAFTAR PUSTAKA

1. Tyler, V.E., Lynn R.B., Rober J.E., *Pharmacognosy*, 7th ed., 1997, pp. 168-178.
2. Winarno, F.G., *Kimia pangan dan Gizi*, PT. Gramedia, Jakarta, 1982, hal 181-182.
3. Anonim, *Tanaman Industri*, Proyek Sumber Daya Ekonomi, LBN-LIPI, Bogor, 1978 hal 22-25.
4. Hee-Dong Bae, Mc. Allister Tim A. Muir Allister D., Yanke Jay, Bassendowske Ken A, and Kuo-Joan Cheng, Selection of a Methode of Condesed Tannin Analysis for Studies with Rumen Bacteria, *J. Agric. Food Chem.*, 41, 1256-1260, 1993.
5. Graham Horace D, Stabilizatin of the Prussian Blue Color in the Determination of Polyphenols, *J. Agric. Food Chem*, 40, 801-805, 1992.