

DESAIN ELEKTRODA SELEKTIF ION (ESI)- SALISILAT UNTUK ANALISIS ASPIRIN

Abd.Wahid Wahab, Ahyar, dan Maria Leri
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin
Jl.Perintis Kemerdekaan Km-10 Makassar,90245.Fax.0411-588551

e-mail :wahidwhb@yahoo.com

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian desain Elektroda Selektif Ion (ESI) Salisilat untuk analisis Aspirin. Tujuan penelitian ini (1). Mendesain ESI-Salisilat tipe kawat berlapis untuk sensor potensiometrik, (2) menguji kinerja ESI-salisilat tipe kawat berlapis untuk sensor potensiometrik,(3) menentukan kandungan senyawa salisilat dalam aspirin. Sampel aspirin diambil dari apotek di Makassar, dan dianalisis dengan menggunakan ESI-Salisilat dan spektrofotometer sebagai pembanding. ESI-Salisilat tipe kawat berlapis dengan menggunakan bahan aktif tertraoktilamonium salisilat yang dimobilisasi dalam polivinilklorida(PVC) dengan pelarut Tetrahidrofuran(THF). Hasil penelitian menunjukkan bahwa ESI-Salisilat diperoleh Slope yang Nernstian 51,27 mV/decade dan batas linier $1,0 \times 10^{-4}$ - 10^{-1} M untuk salisilat. Limit deteksi : $5,25 \times 10^{-4}$ M dan waktu respon 77 -119 detik dan dapat digunakan selama 1,5 bulan. Koefisien selektivitas ditentukan dengan menggunakan metode MPM pada batas pH 4-9. ESI-salisilat cukup baik digunakan untuk menentukan kandungan salisilat dalam aspirin.

Kata Kunci : Elektroda Selektif Ion, salisilat, aspirin.

PENDAHULUAN

Bahan makanan merupakan kebutuhan pokok terpenting manusia selain air. Sebagian besar bahan makanan merupakan produk hasil pertanian yang di dalamnya mencakup perkebunan.

Kemajuan teknologi sekarang ini, selain memberikan dampak positif juga dapat mengakibatkan dampak negatif terutama dapat menimbulkan pencemaran terhadap bahan makanan (Eddy, 2002).

Aspirin atau asam salisilat (asetosal) adalah suatu jenis obat dari turunan salisilat yang sering digunakan sebagai analgesik, antipiretik, dan anti-inflamasi. Aspirin juga memiliki efek antikoagulan dan digunakan dalam dosis rendah dalam tempo lama untuk mencegah serangan jantung (Gabriel, 2002).

Beberapa kasus yang pernah ditemukan adalah penyalahgunaan asam salisilat yang merupakan bahan dasar pembuatan aspirin pada produksi buah dan sayur. Asam salisilat disemprotkan pada buah untuk mencegah jamur, sedangkan pada sayuran asam salisilat digunakan untuk mencegah hama (Setiadi, 2007). Penyalahgunaan asam salisilat (aspirin) pada bahan makanan dapat memberikan dampak negatif bagi kehidupan masyarakat, sehingga dibutuhkan pengontrolan kualitas bahan makanan sebelum dipasarkan. Oleh karena itu,

dibutuhkan suatu metode analisis aspirin yang handal dengan biaya yang relatif murah, sensitif, selektif dan mudah dibawa ke lapangan sebagai kit.

METODE PENELITIAN

Bahan

Tabung tip bir, kawat platina, kawat tembaga, plastic polietilen, natrium salisilat, tablet aspirin, polivinil klorida (PVC), tetraoktil ammonium bromide, tetrahidrofuran (THF), eter, AgCl, KCl, HCl 0,1N, NaOH 0,1N, NaOH 1M, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 0,025M, FeCl_3 , aquadest dan parafilm.

Alat

pH meter/potensiometer, spektrofotometer UV-Vis, elektroda pembanding Ag/AgCl, magnetic stirrer, neraca analitik, solder listrik, stopwatch, kabel koaksial, lumpang porselen dan peralatan gelas yang umum digunakan dalam laboratorium.

Prosedur Penelitian

Sampel diperoleh dari apotek dan supermarket yang terdapat di kota Makassar, Sulawesi Selatan.

Preparasi Sampel

Tablet aspirin ($n = 18$) digerus hingga halus dengan menggunakan lumpang dan alu porselin, direfluks dengan 50 ml NaOH 1 M selama sejam, disaring dan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 ml kemudian diencerkan dengan aquadest hingga tepat volumenya. Larutan sampel siap diukur dengan potensiometer dan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 300 nm, sebagai instrumen pembanding.

Pembuatan Larutan Standar Salisilat

Ditimbang dengan teliti 1,6012 g natrium salisilat, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, diatur pH = 7, ditambahkan larutan $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 0,025M dan dilarutkan dengan aquades hingga tepat volumenya. Terhadap larutan ini dilakukan pengenceran bertingkat dari 10^{-1} – 10^{-6} M.

Pembuatan Tetraoktil Amonium Salisilat (TOAS)

0,5002 g tetraoktilamonium bromide dilarutkan dalam 25 mL air dan dipanaskan hingga larut sempurna (larutan I). Kemudian 5,0001 g natrium salisilat dilarutkan dengan 25 mL air (larutan II). Selanjutnya larutan I dan larutan II dicampur ke dalam gelas piala 150 mL,

dihomogenkan dan dimasukkan ke dalam corong pemisah. Ditambahkan 50 mL eter ke dalam corong tersebut, kemudian dikocok sampai terjadi pertukaran anion Br^- dari tetraoktilamonium bromide dengan salisilat. Ekstraksi dilakukan hingga pertukaran anion terjadi secara sempurna. Ekstrak diuji dengan FeCl_3 (apabila tidak terbentuk warna ungu berarti sudah terjadi pertukaran anion secara sempurna dan terbentuk TOAS).

Penyiapan Membran cair Berbasis PVC

Sejumlah bahan dicampurkan dengan perbandingan berat 125 mg TOAS, 70 mg PVC, dilarutkan dalam 2 mL THF, lalu dihomogenkan. Selanjutnya kawat platina dicelupkan ke dalam larutan membrane tersebut hingga diperoleh tebal membrane yang diinginkan, kemudian dikeringkan pada suhu kamar selama semalam agar pelarutnya menguap sehingga terbentuk lapisan tipis membrane.

Desain Elektroda Kawat Terlapis

Kawat tembaga (Cu) dengan panjang 5 cm, diameter 1,5 mm disambungkan dengan kawat Pt ukuran panjang 3 cm, diameter 0,4 mm dengan cara pateri menggunakan kawat timah. Tip biru ukuran 1 mL digunakan sebagai badan elektroda. Pada masing-masing ujung badan elektroda dililitkan plastik parafilm. Elektroda siap digunakan untuk pengukuran potensial.

Pengamatan Potensial

Pengamatan potensial (E, mV) dilakukan dengan pengukuran larutan standar salisilat konsentrasi $10^{-6} - 10^{-1}$ M. Sebelum pengukuran, ESI dikondisikan terlebih dahulu dengan larutan standar natrium salisilat 0,1 M selama 1 malam atau sampai pada potensial yg ditunjukkan konstan.

UJI KINERJA ESI-SALISILAT

Faktor Nernst dan Kisaran Pengukuran

Dibuat larutan natrium salisilat dengan konsentrasi $10^{-1} - 10^{-6}$ M. Potensial sel dalam larutan ini diukur dari larutan yang paling encer ke larutan yang lebih pekat konsentrasinya hingga diperoleh potensial sel yang konstan. Grafik E (mV) terhadap logaritma konsentrasi salisilat dibuat dari data yang diperoleh. Grafik tersebut merupakan garis lurus pada selang konsentrasi tertentu, Kurva yang berupa garis lurus menunjukkan daerah kisaran pengukuran dari ESI.

Limit Deteksi

Cara penentuan limit deteksi elektroda adalah dengan menentukan fungsi bagi kurva linear dan non linearnya dari perpotongan kedua fungsi tersebut didapatkan harga E_i dan $\log a_i$ (Sokalski, 1999).

Waktu Tanggap

Waktu tanggap dilakukan melalui pengukuran berbagai larutan standar salisilat antar 10^{-6} – 10^{-1} M. Hasil pengukurannya dimasukkan ke dalam kurva kalibrasi.

Pengaruh pH

Pengaruh pH larutan ditentukan melalui pengamatan potensial E (mV) berbagai larutan standar salisilat antara 10^{-6} – 10^{-1} M. Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan larutan NaOH 0,1 N dan HCl 0,1 N masing-masing dengan pH 3-12.

Usia Pemakaian

Usia pemakaian suatu ESI dilakukan melalui pengamatan potensial E (mV) berbagai larutan standar salisilat yang menunjukkan kestabilan potensial ESI-salisilat. Pengaturan lama waktu pengukuran dilakukan terhadap beberapa ESI-salisilat secara terus menerus menggunakan membrane dengan komposisi yang sama.

Koefisien Selektifitas

Koefisien selektifitas ditentukan melalui pengamatan potensial E (mV) terhadap berbagai larutan standar ion-ion utama dan larutan standar ion-ion pengganggu (M^{n+}).

Hasil dan Pembahasan

Uji kualitas ESI-salisilat tipe kawat berlapis dengan bahan aktif Tetraoktilamonium salisilat (TOAS) dapat dilihat dari harga faktor Nernst dan kisaran pengukuran, limit deteksi, waktu tanggap, pengaruh pH, usia pemakaian elektroda dan selektifitasnya terhadap ion asing.

Kondisi Optimum Pembuatan Membran

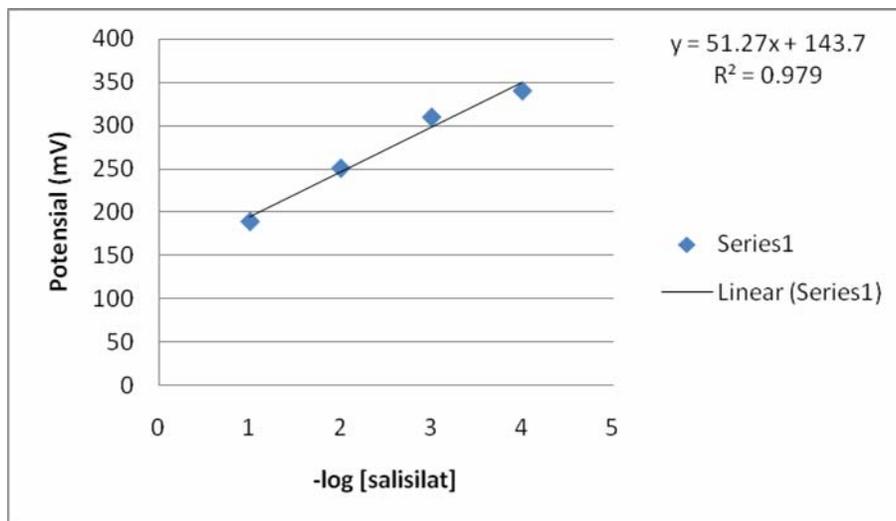
Komposisi membran yang baik digunakan sehingga menghasilkan elektroda dengan kinerja yang optimum dalam penelitian ini adalah komposisi dengan perbandingan 125 mg TOAS; 70 mg PVC dan 2 mL THF (McClain, 2002).

Faktor Nernst dan Kisaran Pengukuran

Penentuan faktor Nernst dan kisaran pengukuran diperoleh dengan cara mengalurkan potensial E (mV) terhadap (-log [salisilat]).

Tabel 1. Faktor Nernst dan Kisaran Pengukuran.

No	[salisilat] (M)	-log [salisilat]	Potensial (mV)
1	10^{-6}	6	367,5
2	10^{-5}	5	300,4
3	10^{-4}	4	339,7
4	10^{-3}	3	309,2
5	10^{-2}	2	250,1
6	10^{-1}	1	188,5
Faktor Nernst		51,27 mV/decade	
R^2		0,9794	
Kisaran Pengukuran		$10^{-4} - 10^{-1}$	

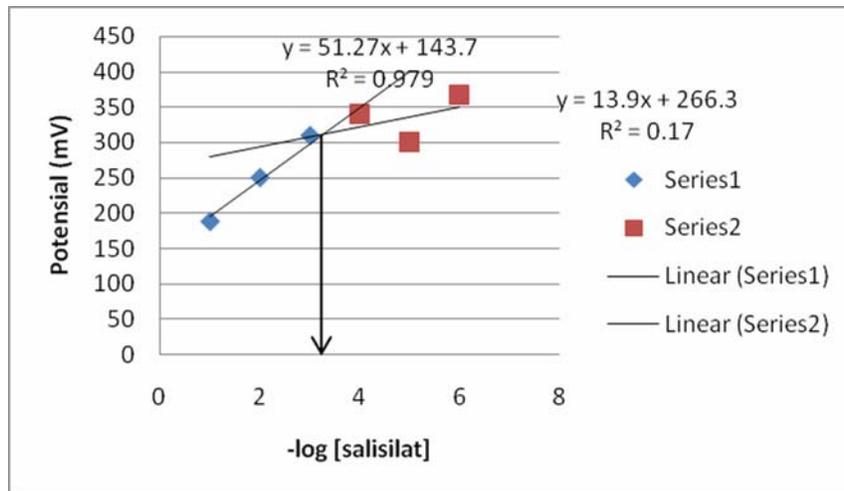


Gambar 1. Grafik Pengukuran Potensial terhadap -log [salisilat].

Plot antara -log [salisilat] dengan potensial (mV) dalam hal ini dari 4-1 atau sama dengan konsentrasi $10^{-4} - 10^{-1}$ M menunjukkan garis linear dengan kemiringan kruva (slope) 51,27 mV/decade. ESI-salisilat yang didesain dengan komposisi TOAS : PVC : THF (125 : 70 : 2) dengan kisaran pengukuran $10^{-4} - 10^{-1}$ M mempunyai harga faktor Nernst 51,27 mV/decade dengan nilai korelasi (R) atau linearitas yang tinggi (mendekati 1). Pada kisaran konsentrasi ini dianggap paling baik untuk pengukuran karena harga faktor Nernst paling mendekati nilai teoritis (59 mV/decade).

Limit Deteksi

Limit deteksi ditentukan dengan membuat garis singgung pada fungsi linear yang Nernstian dan non Nernstian. Titik potong kedua garis diekstrapolasikan ke sumbu x sehingga dapat diperoleh konsentrasi limit deteksi. Dari hasil ekstrapolasi terhadap sumbu x : $-\log [\text{salisilat}]$ diperoleh limit deteksi pada 3,28 atau setara $5,25 \times 10^{-4}$ M.



Gambar 2. Penentuan Limit Deteksi ESI-Salisilat.

Waktu Tanggap

Waktu tanggap adalah waktu yang diperlukan suatu ESI untuk memberikan respon potensial yang konstan disebabkan oleh terjadinya kesetimbangan reaksi pada ESI.

Tabel 2. Waktu Tanggap ESI-salisilat untuk Konsentrasi 10^{-6} – 10^{-1} M.

No	[salisilat] (M)	$-\log [\text{salisilat}]$	Waktu tanggap (detik)
1	10^{-6}	6	119,54
2	10^{-5}	5	79,91
3	10^{-4}	4	108,65
4	10^{-3}	3	98,93
5	10^{-2}	2	97,90
6	10^{-1}	1	77,48

Waktu tanggap elektroda dimulai dari 77 detik sampai 119 detik. Makin besar konsentrasi ion salisilat dalam larutan, maka waktu yang diperlukan ion salisilat untuk mencapai kesetimbangan pada permukaan membrane semakin kecil. Namun grafik yang diperoleh bahwa waktu tanggap tiap kenaikan konsentrasi berbeda-beda.

Pengaruh pH

Pengaruh pH merupakan salah satu faktor penting dalam menentukan kinerja ESI-salisilat. Pada penelitian ini ESI-salisilat diuji dengan larutan natrium salisilat pada konsentrasi $10^{-6} - 10^{-1}$ M dengan variasi pH 3-12 dengan menggunakan larutan HCl dan NaOH sebagai larutan pengatur pH.

Tabel 3. Faktor Nernst dengan Variasi pH.

pH	Faktor Nernst (mV/decade)	R ²
3	48,28	0,9609
4	52,32	0,9664
5	51,41	0,9136
6	51,27	0,9794
7	50,1	0,9332
8	49,51	0,901
9	51,31	0,9206
10	46,87	0,882
11	42,29	0,9097
12	37,97	0,9363

ESI-salisilat tidak dapat bekerja dengan baik pada pH yang terlalu tinggi dan juga pH yang terlalu rendah. ESI yang didesain akan bekerja dengan baik pada range pH 4-9 dan bekerja secara optimum pada pH 6 harga faktor Nernst yang diperoleh paling mendekati nilai teoritis (59 mV/decade), yaitu 51,27 mV/decade dengan linearitas yang tinggi sebesar 0,9794.

Usia Pemakaian

Usia pemakaian elektroda diuji dengan mengukur potensial sejumlah larutan standar salisilat, hingga diperoleh faktor Nernst/slope yang mengikuti hukum Nernst. Faktor Nernst/slope (kemiringan kurva) yang tidak lagi mengikuti hukum Nernst menunjukkan bahwa ESI sudah mengalami perubahan kemampuan untuk merespon analit. Selama 3 bulan nilai slope ESI-salisilat masih Nernstian dan relative konstan.

Selektifitas Elektroda

Tabel 4. Nilai Koefisien Selektifitas ESI-salisilat dari Ion Asing Sitrat.

No	[sitrat] (M)	K_{ij}^{Pot}
1	10^{-4}	$7,1023 \times 10^{-1}$
2	10^{-3}	$1,4551 \times 10^{-2}$
3	10^{-2}	$3,3698 \times 10^{-3}$
4	10^{-1}	$2,1727 \times 10^{-3}$

Dari tabel 4 besarnya nilai koefisien selektifitas (K_{ij}^{Pot}) dari ion asing sitrat pada konsentrasi $10^{-4} - 10^{-1}$ M rata-rata < 1 . Hal ini berarti ion asing sitrat pada konsentrasi $10^{-4} - 10^{-1}$ M belum mengganggu kinerja ESI-salisilat (Arthalina, 2001).

HASIL ANALISIS SAMPEL

Tabel 5. Hasil Analisis Salisilat metode ESI dan Spektrofotometer pada Kondisi Optimum.

No	Sampel	ESI (M)	Spektrofotometer (M)
1	Aspirin	0,0823	0,0658

Dari tabel 5 dapat dilihat bahwa ada perbedaan kandungan salisilat yang terdapat pada aspirin sebesar 0,0823 M dengan menggunakan metode ESI sedangkan 0,0658 M dengan metode spektrofotometer.

KESIMPULAN

ESI-salisilat telah dibuat pada komposisi membrane optimum dengan menggunakan bahan aktif 125 mg TOAS ; 70 mg PVC, dan 2 mL THF. Faktor Nernst 51,27 mV/decade; kisaran konsentrasi $10^{-4} - 10^{-1}$ M; limit deteksi $5,25 \times 10^{-4}$, waktu respon 77 – 119 detik; pH kerja 4 – 9, usia pemakaian 1,5 bulan, selektifitas kerjanya untuk ion sitrat $10^{-4} - 10^{-1}$ M. Penerapan sampel aspirin diperoleh 0,0823 M.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Arthalina, 2001, *Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion Benzoat Tipe Kawat Terlapis*, Skripsi Kimia, ITB, Bandung.
- [2] Eddy, 2002, *Waspada! Bahan Kimia dalam Makanan* (Online), (<http://www.kompas.com/kirimberita/print.cfm?nnum>).
- [3] Gabriel, A. K., 2002, *Asam Asetil Salisilat Berpotensi mencegah Kanker* (online), (<http://www.kompas.com/kirimberita/print.cfm?nnum>).
- [4] McClain, 2002, *Salicylate Ion Selective Electrode*, University of Wisconsin.
- [5] Mazloun, A., 2005. *Determination of Salicylate by Selective Poly(vinylchloride) Membrane Electrode Based on N,N-1,4 Butylene Bis(3-methyl salicylidene iminato) Copper (II)*. Journal Bull. Korea Chem. Soc. 2006. Vol 27, No.8.
- [6] Sokalski, T., Ceresa, A., Fibbioli, M., Zwickl, T., Bakker, E. dan Pretsch, 1999, Lowering the Detection Limit of Solvent Polymeric Ion Selective Electrode. 2. Influence of Composition of Sample and Internal Electrolyte Solution, *Anal. Chem*, 71, 1210-1214.
- [7] Wahab, W., 2006. *Pembuatan Esi-Cd(II), Esi-Zn(II) dan ESi-Hg(II) untuk Sensor Potnsiometrik dalam Menentukan Kandungan kation Cd, Zn, Hg dalam Sampel Air Laut, Biota Laut dan Sedimen Laut*, Universitas Hasanuddin, Makassar.

[KEMBALI KE DAFTAR ISI](#)