

PENGARUH WAKTU PEMBENTUKAN DAN KESTABILAN HIDRINDANTIN SERTA KONSENTRASI NINHIDRIN PADA PEMBUATAN TES KIT SIANIDA

Novy Lailatuz Zulfah, Hermin Sulistyarti, Atikah*

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145*

*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835
Email:hermin@ub.ac.id

ABSTRAK

Sianida (CN⁻) merupakan senyawa yang berpotensi mengganggu kesehatan bahkan menyebabkan kematian. Metode analisis sianida yang sudah ada tidak bisa dilakukan oleh semua masyarakat karena memerlukan keahlian khusus, biaya yang mahal dan waktu yang tidak singkat. Pada penelitian ini, telah dibuat metode alternatif berupa tes kit untuk penentuan kadar sianida berdasarkan pembentukan hidrindantin yang berwarna biru. Kinerja tes kit sianida dioptimasi terhadap waktu pembentukan dan kestabilan hidrindantin serta konsentrasi ninhidrin. Optimasi dilakukan dengan cara pengukuran absorbansi hidrindantin biru menggunakan Spectronic-20 pada panjang gelombang maksimum 590 nm dan suasana basa (pH 12). Hidrindantin berwarna biru terbentuk secara spontan dan stabil pada 0-30 menit. Setelah 30 menit warna hidrindantin memudar. Sehingga, waktu 5 menit dipilih sebagai waktu optimum yang cukup untuk pengukuran sianida menggunakan tes kit ini. Konsentrasi ninhidrin yang diteliti adalah 0,5-3,5 % (b/v). Konsentrasi optimum ninhidrin adalah 1,0 %. Pada waktu dan konsentrasi ninhidrin optimum, komparator warna tes kit sianida yang dibuat dapat digunakan untuk mendeteksi konsentrasi sianida 0,5-6,0 ppm karena warna hidrindantin pada konsentrasi sianida 7,0-10,0 ppm tidak dapat dibedakan.

Kata kunci: Hidrindantin, ninhidrin, optimasi, sianida, tes kit.

ABSTRACT

Cyanide is a compound which has a potential to harm human health even causes to death. The existing methods for cyanide analysis can't be done by all societies because they require certain expertise, expensive, and time consuming. Alternative method in the form of a test kit has been developed for cyanide determination by the formation of a blue hydrindantin in the presence of ninhydrin. The performance of test kit were optimized towards the time of formation and stability hydrindantin as well as the concentration of ninhydrin. Optimization was done by measuring the absorbance using Spectronic-20 at maximum wavelength of 590 nm under alkaline condition (pH 12). The blue hydrindantin was formed spontaneously and stable for 0-30 minutes. After 30 minutes, color of hydrindantin was faded. Thus, 5 minutes was chosen as optimum time suits to measure cyanide using this test kit. Ninhydrin concentration studied was 0.5-3.5 % (w/v), and performed optimum absorbance of hydrindantin at 1.0 %. Under the optimum time and ninhydrin of concentration, the cyanide test kit standard color can be used to determine cyanide at the concentration range of 0.5-6.0 ppm because the color of hydrindantin at concentration range of cyanide 7.0-10.0 ppm was indistinguishable.

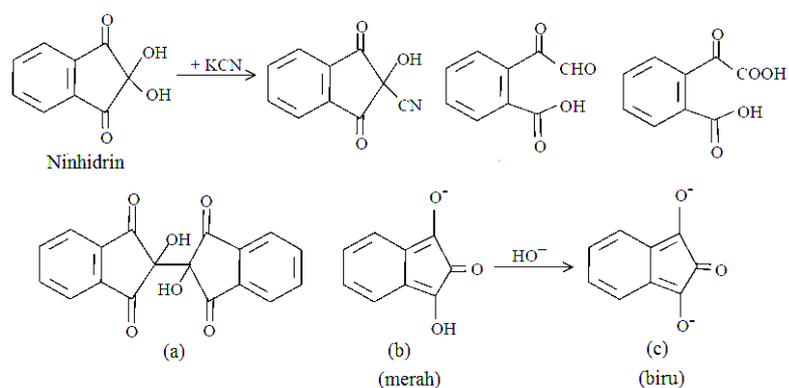
Keywords: Hydrindantin, ninhydrin, optimization, cyanide, test kit.

PENDAHULUAN

Sianida (CN⁻) merupakan senyawa yang berpotensi menyebabkan kematian dan mengganggu kesehatan serta mengurangi bioavailabilitas nutrien di dalam tubuh, sehingga keberadaan sianida perlu dimonitor. Metode yang banyak digunakan untuk penentuan sianida adalah spektrofotometri karena memiliki tingkat ketelitian yang tinggi [1]. Telah

dikembangkan metode penentuan sianida menggunakan ninhidrin sebagai pereaksi dalam suasana basa sehingga dihasilkan hidrindantin berwarna yang kemudian dianalisis secara spektrofotometri pada panjang gelombang sinar tampak [2]. Namun, metode ini tidak bisa dilakukan oleh semua masyarakat karena memerlukan keahlian khusus, biaya yang mahal dan waktu yang tidak singkat.

Tes kit merupakan suatu alat yang dapat digunakan untuk mendeteksi kadar suatu senyawa dengan cukup akurat yang mudah digunakan dan dioperasikan oleh berbagai kalangan. Tes kit sianida yang dibuat didasarkan pada pembentukan hidrindantin berwarna biru yang terbentuk dari reaksi sianida dengan ninhidrin. Reaksi ninhidrin dengan sianida membentuk hidrindantin dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Reaksi ninhidrin dengan sianida [3]

Ninhidrin bereaksi dengan sianida pada larutan netral membentuk hidrindantin tidak berwarna (Gambar 1a). Hidrindantin akan stabil pada warna merah dalam media natrium karbonat. Hidrindantin yang berwarna merah terbentuk pada kisaran pH 8-12 (Gambar 1b). Ketika natrium hidroksida ditambahkan pada larutan yang berwarna merah, maka larutan berubah warna menjadi biru pekat dalam media natrium hidroksida yang strukturnya ditunjukkan pada Gambar 1c. Hidrindantin berubah warna menjadi biru pada pH di atas 12. Penelitian ini dilakukan pada kondisi optimum yaitu pH 12 dan diukur menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang maksimum 590 nm [2].

Waktu pembentukan dan kestabilan hidrindantin serta konsentrasi ninhidrin sangat berpengaruh terhadap kesempurnaan reaksi pembentukan hidrindantin. Reaksi pembentukan hidrindantin tersebut mempengaruhi kinerja tes kit, sehingga pada penelitian ini dilakukan pembuatan tes kit sianida yang kinerjanya dioptimasi terhadap waktu pembentukan dan kestabilan hidrindantin serta konsentrasi ninhidrin.

METODA PENELITIAN

Bahan dan Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, botol sampel, kamera digital, neraca analitik, pH-universal, bola hisap, kuvet, dan Spectronic-20.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah KCN p.a (Merck), ninhidrin p.a (Merck), Na₂CO₃ p.a (Merck), NaOH p.a (Merck), dan akuadem.

Prosedur

Preparasi Larutan

Larutan induk sianida 1000 ppm dibuat dengan cara melarutkan KCN 0,25 gram dalam larutan Na₂CO₃ yang dikondisikan pada pH 11. Larutan induk ninhidrin 1% dibuat dengan melarutkan ninhidrin sebanyak 1 gram ke dalam 100 mL akuadem. Larutan NaOH 1 M dibuat dengan melarutkan 4 gram kristal NaOH dalam 100 mL akuadem.

Penentuan Waktu Pembentukan dan Kestabilan Hidrindantin Optimum

Optimasi waktu kestabilan hidrindantin dilakukan dengan mereaksikan KCN 10 ppm sebanyak 2 mL dengan 1 mL larutan ninhidrin 1%, dikondisikan pada pH 12 dengan penambahan NaOH 1 M, kemudian ditambahkan dengan larutan Na₂CO₃ hingga volume akhir 10 mL dan diukur absorbansinya pada waktu 0-120 menit dengan interval 30 menit menggunakan Spectronic-20 pada λ maksimum 590 nm. Hasil deretan warna yang diperoleh segera difoto.

Penentuan Konsentrasi Ninhidrin Optimum

Penentuan konsentrasi ninhidrin optimum dilakukan menggunakan KCN 10 ppm sebanyak 2 mL, dikondisikan pada pH 12, dan menggunakan waktu kestabilan hidrindantin optimum 5 menit. Namun konsentrasi larutan ninhidrin divariasikan dengan beberapa konsentrasi yaitu 0,5; 1,5; 2; 2,5; 3% (b/v). Hasil deretan warna yang diperoleh segera difoto.

Pembuatan Komparator Warna Tes Kit Sianida

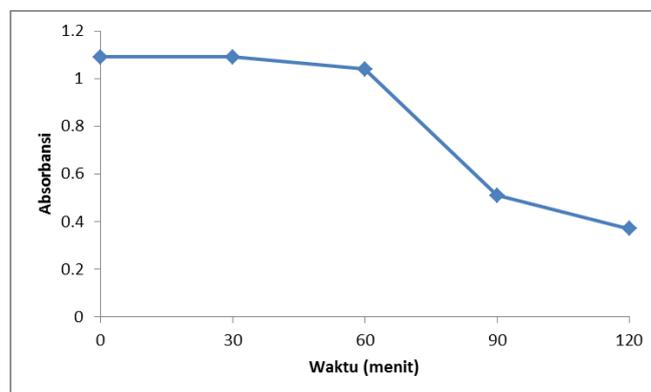
Penentuan konsentrasi larutan sianida optimum menggunakan KCN 10 ppm sebanyak 2 mL, dikondisikan pada pH 12, dan menggunakan waktu kestabilan hidrindantin optimum 5

menit serta konsentrasi ninhidrin optimum 1 % hasil percobaan sebelumnya. Namun konsentrasi larutan sianida divariasi dengan beberapa konsentrasi yaitu 0,5-10,0 ppm. Hasil deretan warna yang diperoleh segera difoto.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Waktu Pembentukan dan Kestabilan Optimum Hidrindantin

Analisis sianida didasarkan oleh pembentukan hidrindantin biru pada suasana sangat basa sesuai dengan reaksi pada Gambar 1. Sianida bereaksi dengan ninhidrin membentuk hidrindantin dimana sianida berperan sebagai katalis [3]. Penentuan waktu pembentukan dilakukan untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan untuk membentuk hidrindantin. Penentuan waktu kestabilan optimum dilakukan untuk mengetahui kestabilan hidrindantin terhadap perubahan waktu dan mengetahui waktu yang tepat untuk pengukuran absorbansi hidrindantin. Hidrindantin berwarna biru terbentuk secara spontan pada waktu 0 menit. Optimasi waktu kestabilan hidrindantin dilakukan pada menit ke 0, 30, 60, 90 dan 120 dari hidrindantin berwarna biru dengan konsentrasi sianida 2 ppm, sehingga diperoleh hasil pada Gambar 2.



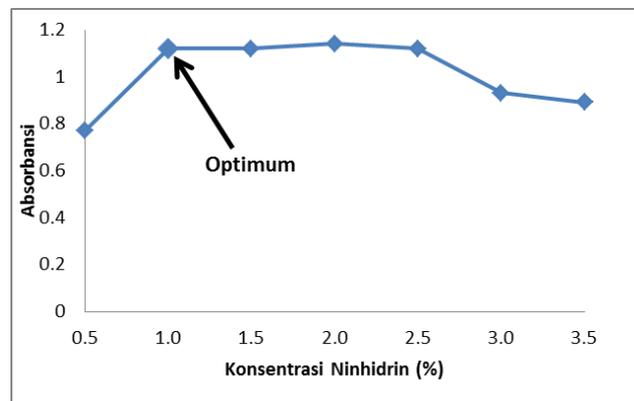
Gambar 2. Grafik hubungan antara absorbansi hidrindantin dengan waktu.

Gambar 2 menunjukkan bahwa pada menit ke-0 hingga menit ke-30 tidak terjadi penurunan absorbansi yang signifikan, hal ini menunjukkan bahwa hingga menit ke-30 hidrindantin masih stabil. Namun pada menit ke-60 mulai terjadi penurunan absorbansi, karena hidrindantin yang terbentuk terdekomposisi yang disebabkan reagen ninhidrin mudah terdekomposisi jika terpapar cahaya sehingga warna hidrindantin pudar dengan bertambahnya waktu.

Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa pengukuran hidrindantin secara spektrofotometri dan pencocokan warna larutan pada komparator warna tes kit tidak boleh melebihi waktu 30 menit setelah hidrindantin berwarna biru terbentuk. Hal ini dikarenakan hingga menit ke-30 merupakan waktu yang memberikan absorbansi maksimum dan masih berada dalam kisaran waktu yang umum untuk pengukuran dengan nilai absorbansi yang konstan. Sehingga, waktu 5 menit dipilih sebagai waktu optimum yang cukup untuk pengukuran sianida menggunakan tes kit ini.

Penentuan Konsentrasi Optimum Ninhidrin

Menurut Nagaraja, dkk [2], perbandingan mol sianida dengan ninhidrin adalah 1:1, namun menurut reaksi kesetimbangan reagen yang digunakan harus berlebih untuk memastikan sianida telah bereaksi seluruhnya. Optimasi konsentrasi ninhidrin dilakukan untuk mengetahui kecukupan reaksi ninhidrin yang dibutuhkan oleh sianida untuk membentuk hidrindantin. Pada penelitian ini pengukuran dilakukan pada kondisi optimum dengan konsentrasi sianida 2 ppm dan waktu 5 menit serta digunakan larutan ninhidrin dengan variasi konsentrasi 0,5; 1,1,5; 2; 2,5; 3 dan 3,5 % (b/v) sebanyak 1 mL secara spektrofotometri, sehingga diperoleh hasil pada Gambar 3.



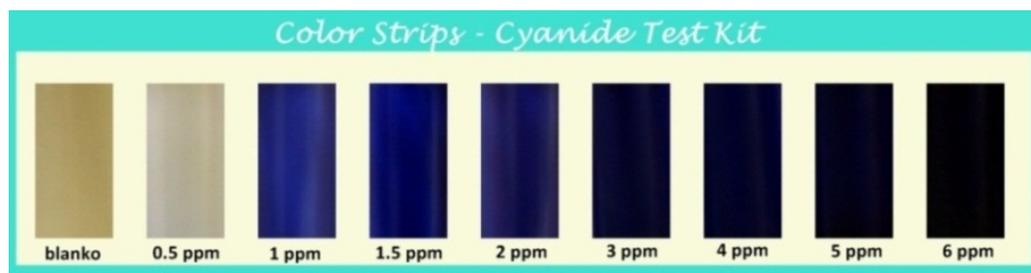
Gambar 3. Grafik hubungan antara absorbansi hidrindantin dengan konsentrasi ninhidrin.

Pada Gambar 3 terlihat peningkatan nilai absorbansi yang cukup signifikan pada konsentrasi ninhidrin 0,5-1,0 %. Peningkatan nilai absorbansi tersebut dikarenakan adanya peningkatan reaktan sehingga hidrindantin yang terbentuk meningkat. Pada konsentrasi ninhidrin 1,0 - 2,5 %, absorbansi larutan konstan karena jumlah ninhidrin mencukupi kebutuhan, sehingga sianida yang ada mampu mengkatalisis reaksi pembentukan hidrindantin secara maksimal. Namun, pada peningkatan konsentrasi ninhidrin 3,0-3,5 % terjadi penurunan absorbansi yang signifikan, hal ini dikarenakan dikarenakan kecepatan reaksi dekomposisi

hidrindantin semakin meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi ninhidrin. Konsentrasi optimum ninhidrin untuk membentuk hidrindantin adalah 1,0 % yang menunjukkan bahwa jumlah ninhidrin telah mencukupi kebutuhan untuk mencapai kesetimbangan. Konsentrasi ninhidrin 1 % digunakan dalam pembuatan komparator warna tes kit sianida pada percobaan berikutnya.

Pembuatan Komparator Warna Tes Kit Sianida

Komparator warna tes kit sianida dibuat sebagai alat bantu dalam analisis sianida berbasis tes kit, dimana intensitas warna proporsional terhadap konsentrasi sianida. Komparator warna tes kit sianida dibuat dengan menggunakan waktu kestabilan hidrindantin (5 menit) dan konsentrasi ninhidrin optimum (1 %) pada konsentrasi sianida 0,5-10,0 ppm. Warna hidrindantin pada konsentrasi sianida 7,0-10,0 ppm tidak dapat dibedakan sehingga komparator tidak dapat digunakan pada kisaran konsentrasi tersebut. Komparator tes kit sianida dapat digunakan pada konsentrasi sianida 0,5-6,0 ppm yang ditunjukkan oleh Gambar 4.



Gambar 4. Komparator warna tes kit sianida.

Pada Gambar 4 terlihat bahwa perbedaan warna menunjukkan perbedaan konsentrasi sianida 0,5 dan 1,0 ppm. Deretan warna pada konsentrasi 4,0-6,0 ppm terlihat sulit dibedakan karena memiliki perbedaan intensitas warna yang sangat sedikit namun jika diamati secara langsung perbedaan warna dapat dibedakan.

Setelah diperoleh konsentrasi ninhidrin optimum waktu pembentukan dan waktu kestabilan hidrindantin serta komparator warna, selanjutnya diterapkan untuk pembuatan tes kit sianida yang dilakukan dengan membuat komposisi reagen dan peralatan untuk dikemas dalam satu set tes kit sianida yang ditunjukkan pada Gambar 5.



Gambar 5. Tes kit sianida.

Tes kit sianida dapat digunakan untuk mendeteksi kandungan sianida konsentrasi 0,5-6,0 ppm. Konsentrasi sianida maksimum dalam bahan pangan yang boleh dikonsumsi oleh manusia adalah 5 ppm, sehingga tes kit ini dapat digunakan untuk mendeteksi sianida dalam bahan pangan.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian disimpulkan bahwa konsentrasi ninhidrin optimum 1,0 % (b/v), hidrindantin terbentuk secara spontan dan stabil pada waktu 0-30 menit, tes kit sianida dapat digunakan untuk mendeteksi konsentrasi sianida 0,5-6,0 ppm.

UCAPAN TERIMAKASIH

Terimakasih ditujukan kepada Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi yang telah mendanai penelitian ini melalui PKM-P 2014, Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya atas fasilitas yang diberikan, Dr. Hermin Sulistyari dan Dr. Atikah, Apt., M.Si sebagai pembimbing.

DAFTAR PUSTAKA

1. Julistiana, 2009, R.A.E., *Pengembangan dan Validasi Metode Pengujian Kadar Sianida dalam Limbah Cair Secara Spektroskopi Uv-Vis*, Skripsi, Fakultas MIPA, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
2. Nagaraja, P., Kumar, M.S.H., Yathirajan, dan H.S.,Prakash, 2002, Novel Sensitive Spectrophotometric method for the Trace Determination of Cyanide in Industrial Effluent, *Analytical Sciences*, 18, 1027-1030.
3. Drochioiu, G., dkk, 2002, Ninhydrin-Based Forensic Investigations: II. Cyanide Analytical Toxicology, *International Journal of Criminal Investigation*, Vol. 1(4): 213-226.