

**STUDI ANALISIS Pb(II) MENGGUNAKAN ASAM TANAT EKSTRAK  
GAMBIR (*Uncaria gambir Roxb.*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI  
ULTRAUNGU-TAMPAK**

**Skripsi**

**DINDA MEZIA PHYSKA**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

## ABSTRAK

### STUDI ANALISIS Pb(II) MENGGUNAKAN ASAM TANAT EKSTRAK GAMBIR (*Uncaria gambir Roxb.*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI ULTRAUNGU-TAMPAK

Oleh

**Dinda Mezia Physka**

Penelitian mempelajari reaksi kordinasi logam Pb(II) dari senyawa  $Pb(NO_3)_2$  dengan asam tanat ekstrak gambir. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan metode analisis mengarah kepada kimia hijau dengan memanfaatkan bahan alam dan mendapatkan kondisi optimum dari senyawa kompleks yang terbentuk secara spektrofotometri ultraungu-tampak; serta dapat memperkirakan reaksi yang terbentuk. Metode analisis digunakan untuk mencari maksimum, pH optimum, konsentrasi optimum, volume optimum, dan waktu kestabilan optimum. Asam tanat diperoleh 10 mM panjang gelombang maksimum sebesar 275 nm, sedangkan panjang gelombang maksimum logam Pb(II) diperoleh 277,5 nm. Kondisi optimum pembentukan kompleks Pb-asam tanat ekstrak gambir pada kondisi maksimum 450 nm, pH 9, perbandingan stokiometri konsentrasi (4:1), perbandingan stokiometri volume (2:1), dan waktu kestabilan pada menit ke 30-60 menit. Uji linearitas Pb(II) diperoleh nilai  $R^2$  sebesar 0,9996. Uji presisi memberikan nilai SD dan RSD sebesar 0,012161 dan 1,1488 %. Nilai persen *recovery* Pb(II) sebesar 109,998%. Hasil perhitungan dari limit deteksi memberikan nilai 0,03 dan nilai limit kuantitasi sebesar 0,1.

Kata Kunci: Asam Tanat, Logam Pb(II), Senyawa Kompleks, Spektrofotometri Ultraungu-tampak

## ABSTRACT

### STUDY ANALYSIS Pb(II)-TANNIC ACID OF GAMBIER EXTRACT (*Uncaria gambir Roxb.*) BY USING SPECTROPHOTOMETRY ULTRAVIOLET-VISIBLE

By

**Dinda Mezia Physka**

This study aims to developed green chemistry method in formation of complex Pb(II)-tannic acid of gambier extract; optimum conditions complex formation was conducted by using spectrophotometry ultraviolet-visible. The maximum wavelength, optimum pH, optimum concentration, optimum volume, and optimum time-stability was determined. The maximum wavelength of tannic acid obtained at 275 nm, whereas the optimum wavelength of Pb(II) achieved 277,5 nm. The result showed that the optimum condition of complex Pb(II)-tannic acid was obtained at 450 nm, pH 9, with the ratio of stoichiometry concentration was (4:1),with the ratio stoichiometry volume was (2:1), and stability time after 30-60 minutes. The linearity test toward Pb(II) was achieved with the correlation coefficient ( $R^2$ )of 0,9996. The precision was conducted in SD and RSD test, it is 0,012161 and 1,1488 % respectively for Pb(II). The recovery value of Pb(II) was 109,998 %. The LoD and LoQ for this method was 0,03 and 0,1.

*Keywords:* Tannic acid, Pb(II), Complex-formation, Ultraviolet-visible Spectrophotometry.

**STUDI ANALISIS Pb(II) MENGGUNAKAN ASAM TANAT EKSTRAK  
GAMBIR (*Uncaria gambir Roxb.*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI  
ULTRAUNGU-TAMPAK**

**Skripsi**

**DINDA MEZIA PHYSKA**

**Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Mencapai Gelar  
SARJANA SAINS**

**Pada**

**Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS LAMPUNG  
BANDAR LAMPUNG  
2018**

Judul Skripsi : **STUDI ANALISIS Pb(II) MENGGUNAKAN ASAM TANAT EKSTRAK GAMBIR (*Uncaria gambir Roxb.*) SECARA SPEKTROFOTMETRI ULTRAUNGU-TAMPAK**

Nama Mahasiswa : **Dinda Mezia Physka**

No. Pokok Mahasiswa : 1417011028

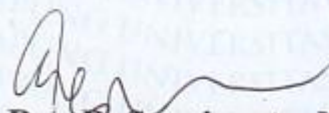
Jurusan : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

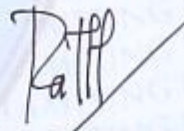


**MENYETUJUI**

1. Komisi Pembimbing



**Drs. R. Supriyanto, M.S.**  
NIP 19581111 199003 1 001



**Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si.**  
NIP 19770713 200912 2 002

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

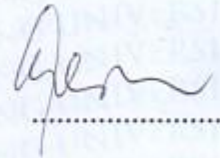


**Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T.**  
NIP 19740705 200003 1 001

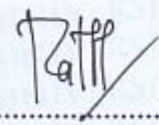
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

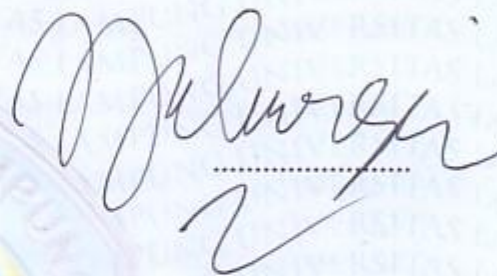
Ketua : **Drs. R. Supriyanto, M.S.**



Sekretaris : **Dr. Ni Luh Gede Ratna Juliasih, M.Si.** .....



Penguji  
Bukan Pembimbing : **Prof. Suharso, Ph.D.**



Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



**Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D.**  
NIP. 19710212 199512 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **07 Agustus 2018**

## RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Bandar Lampung, Lampung pada tanggal 03 Januari 1997 sebagai anak pertama dari tiga bersaudara. Putri dari Bapak Dedy Sunardi dan Ibu Sundari Balga. Jenjang Pendidikan penulis diawali dari Taman Kanak-kanak TK. Aisyah Bustanul Atfhal, Bandar Lampung yang diselesaikan pada tahun 2002. Sekolah dasar SDN 6 Gedong Air, Bandar Lampung, yang diselesaikan pada tahun 2008. Sekolah menengah pertama SMP N 04 Bandar Lampung, yang diselesaikan pada tahun 2011, dan Sekolah Menengah Atas di SMA N 1 Bandar Lampung yang diselesaikan pada tahun 2014. Pada tahun 2014, penulis terdaftar sebagai mahasiswa jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung melalui jalu SNMPTN (Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri).

Pada bulan Mei 2017 penulis menyelesaikan Praktek Kerja Lapangan (PKL) di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung. Penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) selama 39 hari di Desa Sidomulyo, Kecamatan Sumberejo, Kabupaten Tanggamus, Lampung pada tahun 2017.

Pengalaman Organisasi penulis dimulai sebagai kader muda himpunan mahasiswa kimia (KAMI) Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA)

Universitas Lampung Periode 2014/2015. Penulis juga pernah menjadi anggota bidang Kaderisasi Pengembangan Organisasi (KPO) di Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung Periode 2015/2016, dan menjadi anggota Biro Penerbitan (BP) pada periode 2016. Penulis juga pernah menjadi asisten praktikum Kimia Dasar untuk Jurusan Kehutanan, Fisika, dan Kimia.



# **MOTTO**

*"Maka apabila engkau telah selesai dari suatu urusan, tetaplah bekerja keras untuk urusan yang lainnya" (QS Al Insyirah:7)*

**If you can't make it good, at least make  
it look good (Bill Gates)**

"Time Change, People Change, but  
Memory Remain the Same" (DMP)

*PERSEMBAHAN*

*KUPERSEMBAHKAN SKRIPSI INI UNTUK*

*KEDUA ORANG TUA*

- 1. DEDY SUNARDI*
- 2. SUNDARI BALGA*

*ADIK-ADIKKU*

- 1. DEGA LARA PUTRI*
- 2. M. BINTANG PUTRA SUNARDI*

*PEMBIMBING DAN PEMBAHAS PENELITIAN*

- 1. Drs. R. Supriyanto, M.S.*
- 2. Dr. Ni Luh G.R.J., M.Si.*
- 3. Prof. Suharso, Ph.D.*

**KUPERSEMBAHKAN**  
**KARYA KECIL INI**  
**UNTUK KEDUA**  
**ORANG TUA-KU,**  
**KELUARGA-KU,**  
**PEMBIMBING**  
**PENELITIAN-KU**  
**YANG SELALU**  
**MENDUKUNG DAN**  
**MENYAYANGIKU**

## SANWACANA

Puji Syukur penulis haturkan kepada Allaah SWT. atas segala rahmat, karunia, dan kasih sayang-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Studi Analisis Pb(II) Menggunakan Asam Tanat Ekstrak Gambir (*Uncaria gambir Roxb.*) Secara Spektrofotometri Ultraungu-Tampak**”. Atas segala bantuan dalam menyelesaikan skripsi ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Allaah SWT. atas limpahan rahmat dan karunia-Nya yang telah diberikan, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
2. Pem (Dedi Sunardi), Mem (Sundari Balga), dan adik-adikku Dega Laura Putri; Muhammad Bintang Putra Sunardi selaku keluarga kecil yang selalu memberikan kasih sayang yang sayang melimpah dan tiada hentinya, mendukung, memberikan motivasi, arahan, saran, dan mendoakan penulis.
3. Bapak Drs. R. Supriyanto, M.S. selaku Pembimbing I penelitian juga sebagai sosok orang tua di kampus, terima kasih atas segala bimbingan, bantuan, nasihat, dan saran sehingga skripsi ini terselesaikan.
4. Ibu Dr. Ni Luh Gede R.J., M.Si. selaku pembimbing II penelitian terima kasih atas segala bimbingan, bantuan, nasihat, dan saran sehingga skripsi ini terselesaikan.
5. Prof. Suharso, Ph.D. selaku pembahas pada penelitian terima kasih atas segala bimbingan, bantuan, nasihat, dan saran sehingga skripsi ini terselesaikan.

6. Ibu Noviany selaku Pembimbing Akademik yang telah memberi segala motivasi, dukungan, nasihat, dan saran sehingga skripsi ini terselesaikan.
7. Bapak Dr. Eng Suropto Dwi Yuwono., M.T. selaku ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah menyetujui skripsi ini.
8. Bapak Prof. Warsito, S.Si., D.E.A., Ph.D selaku dekan fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
9. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah mendidik dan memberikan ilmu pengetahuan yang sangat bermanfaat kepada penulis selama kuliah. Semoga ilmu yang diberikan dapat bermanfaat dan berguna bagi penulis dan orang di sekitar penulis, juga dapat mengamalkannya dalam kehidupan sehari-hari.
10. Pak Gani, mas Nomo, mba Umi, mba Iin, mas Udin, mba Liza, mba Widya, serta segenap staff administrasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
11. Muhammad Alfarizi thank you for being my second home, place for me to share everything. I hope all we want comes true.
12. Untuk Pak Pri Tercinta's *Group* Fergina, Rizka, Nova, Shifa. Terima kasih atas kerjasama, bantuan, konflik, saran, kritik, nasihat, dukungan, motivasi, dan doa terhadap penulis dalam menyelesaikan penelitian dan skripsi ini.
13. *All of my boyfriends*, Daus, Angga, Fendi, Agung, Bayu terima kasih atas segala bimbingan, bantuan, nasihat, dan saran sehingga skripsi ini terselesaikan.
14. Untuk seluruh penghuni Oven Hidup terima kasih atas segala bimbingan, bantuan, nasihat, dan saran sehingga skripsi ini terselesaikan.

15. Untuk *Chemistry* 2014 “Kami Bersatu, Satu yang Solid” Agnesa, Ainun, Angga, Anna, Aniza, Arra, Asdini, Asrul, Astriva, Audina, Ayisa, Ayuning, Bayu, Berliana, Bidari, Bunga, Cindy, Clodina, Daus, Dellania, Deni, Devi, Dhia, Diani, Dicky, Dira F, Dira, Edith, Elisabeth, Erien, Erika, Erwin, Fendi, Ferita, Fergina, Fernando, Fikri, Firza, Fitrah, Fitria, Gabriel, Ganjar, Grace, Hafid, Hamidin, Heny, Herda, Hesty, Hidayatul, Hot Asi, Ilham, Ilhan, Ismi, Ismi, Kartika, Khasandra, Khumil, Laili, Leony, Liana, Lilian, Lucia, Luthfi, Mahliani, Matthew, Meliana, Michael, Nella, Nindi, Novi, Nur Laelatul, Putri, Rahma, Rahma Hanifah, Renaldi, Reni, Rica, Richa, Riri, Risa, Riza, Riza U, Rizka, Rizky, Rizky F, Sifha, Sola, Teguh, Tia, Tika, Viggi, Wahyu, Widya, Windi, Yola, Yunita, Yusuf. Terima kasih atas segala bimbingan, bantuan, nasihat, dan saran sehingga skripsi ini terselesaikan.
16. Kating kusayang Nurma, Eky, Derry yang selalu membantu skripsi ini sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
17. Terima kasih kepada Mak Lambe Dewi Retno Sari, Amalia Dwiningtyas, Fitri Rendana, Dila Anjelika, Resty Rahmawanti, dan Olivia Cindowarni atas segala masukan, bantuan moril maupun materil, dan doa sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
18. Tim Hore (Ani, Beli, Pa’i, Adit, Dani, Wendi) yang tidak membantu namun selalu ada disaat penulis butuh, terimakasih atas rasa kekeluargaan yang kalian berikan.
19. Terima kasih kepada sepupu-sepupu pencitraanku (yosi, meli,sasa, pipi, ses, mulya) yang telah memberi motivasi dan dukungan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.

20. Keluarga Hamzah dan Keluarga Sirona terima kasih atas segala bimbingan, bantuan, nasihat, dan saran sehingga skripsi ini terselesaikan.
21. Lab Bawah yang dulunya rame sekarang sepi, kak Paul, kak Dicky, kak Lulu, kak Riski, kak Vica, kak Fera, kak Anita, kak Ubay, kak Azies, kak Arik, kak Febita, kak Rio terima kasih atas segala bimbingan, bantuan, nasihat, dan saran sehingga skripsi ini terselesaikan.
22. Kepada Kakak dan adik tingkat Kimia angkatan 2017, 2016, 2015, 2013,2012,2011 terima kasih atas segala bimbingan, bantuan, nasihat, dan saran sehingga skripsi ini terselesaikan.
23. Kepada Keluarga Besar HIMAKI FMIPA Universitas Lampung yang telah memberikan dukungan moril dan semangat terhadap penulis.
24. Almamater tercinta Universitas Lampung.
25. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu yang secara tulus dan ikhlas memberikan bantuan moril dan materil kepada penulis.

Atas segala kebaikan yang telah diberikan, semoga Allaah SWT. membalasnya dengan pahala yang berlipat ganda, Aamiin.. penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak kekurangan, namun penulis berharap bahwa skripsi ini dapat bermanfaat dan berguna bagi rekan-rekan khususnya mahasiswa/i kimia dan pembaca pada umumnya.

Bandar Lampung, Agustus 2017

Dinda Mezia Physka

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	i
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	iii
<b>I. PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang.....	1
B. Tujuan Penelitian.....	4
C. Manfaat Penelitian.....	5
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
A. Gambir.....	6
B. Tanin.....	8
C. Logam Timbal (Pb) .....	13
D. Senyawa Kompleks.....	18
E. Spektrofotometri.....	19
F. Spektrofotometer Ultraungu-tampak.....	22
G. Instrumen Spektrofotometri Ultraungu-tampak.....	23
H. Validasi Metode.....	28
<b>III. METODOLOGI PENELITIAN</b>	
A. Waktu dan Tempat.....	32
B. Alat dan Bahan.....	32



C. Prosedur Kerja.....	33
1. Isolasi Tanaman Gambir Yang Mengandung Asam Tanat.....	33
2. Preparasi Larutan Induk.....	33
3. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	34
4. Penentuan Variasi pH Optimum Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II).....	35
5. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	35
6. Penentuan Waktu Kestabilan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	36
D. Validasi Metode.....	36
1. Penentuan Linearitas Kurva Kalibrasi Pb(II) .....	36
2. Penentuan Akurasi.....	37
3. Penentuan Presisi.....	37
4. Penentuan Limit Dereksi (LoD) dan Limit Kuantifikasi (LoQ).....	37
E. Diagram Alir	

#### **IV. HASIL DAN PEMBAHASAN**

A. Pengantar.....	39
B. Preparasi Larutan Stok.....	40
C. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	40
1. Panjang Gelombang Maksimum Ekstrak Gambir Yang Mengandung Asam Tanat.....	40
2. Panjang Gelombang Maksimum Stok Pb(II) .....	41

3. Panjang Gelombang Maksimum Reaksi Kompleks Ekstrak Gambir Yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	42
D. Pengaruh Variasi pH Terhadap Kompleks Ekstrak Gambir Yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	43
E. Penentuan Stokiometri Variasi Konsentrasi.....	45
F. Penentuan Stokiometri Variasi Volume.....	48
G. Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks Ekstrak Gambir Yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II).....	49
H. Validasi Metode.....	51
1. Linearitas.....	51
2. Ketepatan (Akurasi) .....	52
3. Ketelitian (Presisi) .....	53
4. Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi.....	54
<b>V. SIMPULAN DAN SARAN</b>	
A. Kesimpulan.....	56
B. Saran.....	57

## **VI. DAFTAR PUSTAKA**

## **LAMPIRAN**

## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
<b>Gambar 1.</b> Tanaman Gambir .....	7
<b>Gambar 2.</b> Struktur Inti Tanin.....	9
<b>Gambar 3.</b> Struktur <i>epiccatechin</i> dan <i>catechin</i> .....	11
<b>Gambar 4.</b> Struktur Asam Galat.....	12
<b>Gambar 5.</b> Struktur Galotanin.....	12
<b>Gambar 6.</b> Logam Timbal (Pb).....	13
<b>Gambar 7.</b> Diagram Alir Percobaan.....	38
<b>Gambar 8.</b> Panjang Gelombang Maksimum Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat.....	41
<b>Gambar 9.</b> Panjang Gelombang Maksimum Pb(II) .....	42
<b>Gambar 10.</b> Panjang Gelombang Reaksi Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	44
<b>Gambar 11.</b> Pengaruh Variasi pH Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	47
<b>Gambar 12.</b> Pengaruh Variasi Konsentrasi Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	47
<b>Gambar 13</b> Struktur Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	47
<b>Gambar 14.</b> Pengaruh Variasi Volume Asam Tanat dan Pb(II) .....	49
<b>Gambar 15.</b> Waktu Kestabilan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat dan Pb(II) .....	50
<b>Gambar 16.</b> Kurva Regresi Larutan Pb(II) .....	52

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
<b>Tabel 1.</b> Klasifikasi Ilmiah Tanaman Gambir .....	7
<b>Tabel 2.</b> Komponen Penyusun Tanaman Gambir .....	8
<b>Tabel 3.</b> Sifat-sifat Fisika Timbal (Pb) .....	14
<b>Tabel 4.</b> Spektrum Tampak dan Warna-Warna Komplementer .....	23
<b>Tabel 5.</b> Pengaruh Variasi pH Antara Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	44
<b>Tabel 6.</b> Pengaruh Variasi Konsentrasi Ekstrak Gambir yang Asam Tanat-Pb(II) .....	46
<b>Tabel 7.</b> Pengaruh Variasi Konsentrasi Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	48
<b>Tabel 8.</b> Penentuan Waktu Kestabilan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) .....	50
<b>Tabel 9.</b> Tabel Nilai Uji Linearitas Larutan Pb(II) .....	52
<b>Tabel 10.</b> Nilai Asorbansi Uji Ketelitian .....	53

## I. PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang

Dewasa ini, dunia industri di Indonesia berkembang pesat. Seiring perkembangan tersebut dapat memberikan dampak negatif, yaitu meningkatnya konsentrasi bahan-bahan pencemar, salah satunya logam berat. Hal ini disebabkan karena logam berat bersifat toksik dan karsinogenik meskipun pada konsentrasi yang rendah dan umumnya bersifat akumulatif sebagai polutan bagi lingkungan (Saputra, 2016). Salah satu logam berat yang sangat berbahaya dan mencemari lingkungan ialah timbal (Pb).

Timbal (Pb) adalah logam lunak berwarna abu-abu kebiruan, mengkilat, secara alami terdapat pada lapisan kerak bumi. Timbal (Pb) jarang ditemukan dalam bentuk logam tunggal tetapi biasanya ditemukan bergabung dengan dua atau lebih logam lainnya dalam satu komposisi. Timbal (Pb) pada awalnya adalah logam berat yang terbentuk secara alami. Timbal (Pb) juga bisa berasal dari kegiatan manusia bahkan mampu mencapai jumlah 300 kali lebih banyak dibandingkan timbal (Pb) alami (Widowati dan Jusuf, 2008). Timbal (Pb) terdapat pada bensin dalam bentuk *tetra ethyl lead*  $(C_2H_5)_4Pb$  yang berfungsi sebagai zat penambah untuk meningkatkan bilangan oktan mesin kendaraan (Palar, 1994).

Timbal (Pb) atau timah hitam merupakan salah satu zat yang dapat diukur sebagai *Total Suspended Particulate* (TSP). Keberadaan timbal (Pb) di udara diketahui dapat menyebabkan dampak buruk bagi kesehatan manusia, diantaranya mengganggu biosintesis hemoglobin, menyebabkan anemia, menyebabkan kenaikan tekanan darah, kerusakan ginjal, gangguan sistem saraf merusak otak, dan menurunkan IQ manusia (Irianto, 2013).

Timbal masuk ke dalam tubuh melalui tiga cara yaitu absorpsi di kulit, absorpsi melalui pernafasan, dan absorpsi melalui pencernaan. Jika hal tersebut terbatas hanya pada area kontak, maka disebut sebagai efek lokal, namun jika zat-zat tersebut diabsorpsi masuk ke dalam sirkulasi darah, maka zat itu akan dibawa ke berbagai organ yang terdapat di dalam tubuh, sehingga menyebabkan efek sistemik. Selain itu timbal yang masuk ke tubuh manusia selanjutnya dapat menimbulkan berbagai macam gangguan, seperti gangguan hematologi, gangguan saraf, gangguan kardiovaskuler, dan gangguan reproduksi (Almunijat dkk, 2016).

Metode yang sering dilakukan untuk menganalisis logam timbal (Pb) ialah spektrofotometri serapan atom (Kumalawati, 2016). Spektrofotometri serapan atom sangat spesifik untuk mengetahui kadar timbal (Pb) dalam suatu sampel. Metode lain untuk analisis logam timbal (Pb) adalah spektrofotometri ultraungu-tampak dengan cara pembentukan kompleks Pb(II) dengan ligan tertentu. Analisis spektrofotometri ultraungu-tampak pada pembentukan kompleks Pb(II) dengan ligan asam tartarat pada panjang gelombang 430 nm dan absorbansi diperoleh sebesar 0,449 (Fajriati dan Endah, 2010). Kompleks antara asam tanat dengan  $\text{CaCO}_3$  memperoleh panjang gelombang 320 nm (Zhang dkk, 2017).

Berdasarkan acuan pada penelitian sebelumnya, metode spektrofotometri ultraungu-tampak sangat tepat digunakan untuk analisis pembentukan senyawa kompleks Pb(II) dan asam tanat secara spektrofotometri ultraungu-tampak.

Asam tanat bila ditinjau dari strukturnya merupakan senyawa yang memiliki pasangan elektron bebas, baik pada gugus keton (keadaan polimer) maupun pada gugus hidroksil. Asam tanat mudah membentuk senyawa kompleks apabila digunakan pada pH diatas 8. Hal ini disebabkan, karena asam tanat bila dibawah pH 8 belum terpecah menjadi molekul asam galat, sehingga senyawa akan mengendap jika ditambahkan dengan senyawa yang berperan sebagai atom pusatnya. Salah satu kelebihan penggunaan asam tanat sebagai ligan yakni asam tanat berupa senyawa organik yang mudah mendonorkan elektron bebas, kemudian dengan mudah membentuk ikatan koordinasi dengan Pb(II) yang berperan sebagai ion pusat.

Spektrofotometer ultraungu-tampak adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu (Day dan Underwood, 2002).

Sinar ultraungu (UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (*visible*) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm. Pengukuran spektrofotometri menggunakan alat spektrofotometer yang melibatkan energi elektronik pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer ultraungu-tampak lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Spektrum ultraungu-tampak sangat berguna untuk pengukuran secara kuantitatif. Konsentrasi dari analit di dalam larutan bisa ditentukan dengan mengukur

absorban pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan hukum Lambert-Beer (Underwood, 2002).

Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks antara ekstrak gambir yang mengandung asam tanat dengan Pb(II) berbagai macam variasi konsentrasi dan volume yang dipelajari dengan metode spektrofotometri ultraungu-tampak. Penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai metode alternatif baru dalam analisis logam Pb(II) yang efektif, efisien, mudah, dan murah penggunaannya.

## **B. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengembangkan metode analisis mengarah kepada kimia hijau (*Green Chemistry*) dengan memanfaatkan bahan alam
2. Mendapatkan kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) secara spektrofotometri ultraungu-tampak
3. Memperkirakan senyawa kompleks yang terbentuk dari reaksi ekstrak gambir yang mengandung asam tanat dengan Pb(II).



### **C. Manfaat Penelitian**

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini dapat memberikan informasi ilmiah tentang metode analisis kompleks Pb(II) dengan asam tanat ekstrak gambir menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak, serta bermanfaat sebagai metode alternatif baru dalam analisis logam Pb(II) dengan menggunakan konsep kimia hijau "*Green Chemistry*".

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### A. Gambir

Di Indonesia gambir pada umumnya digunakan untuk menyirih. Kegunaan yang lebih penting adalah sebagai bahan penyamak kulit dan pewarna. Gambir juga mengandung katekin (*catechin*), suatu bahan alami yang bersifat antioksidan (Sutrisno, 1974). Gambir merupakan tanaman perdu dengan tinggi 1 - 3 m. Batangnya tegak, bulat, percabangan simpodial, dan warna cokelat pucat. Pada tanaman yang sudah tua, lingkaran batang pohon dapat berukuran hingga 36 cm. Daunnya tunggal, berhadapan, berbentuk lonjong, tepi bergerigi, panjang bulat, ujung meruncing, panjang 8 - 13 cm, lebar 4 - 7 cm, dan berwarna hijau. Bunga gambir adalah bunga majemuk, berbentuk lonceng, terletak di ketiak daun, panjang lebih kurang 5 cm, memiliki mahkota sebanyak 5 helai yang berbentuk lonjong, dan berwarna ungu. Buahnya berbentuk bulat telur, panjang lebih kurang 1,5 cm, dan berwarna hitam (Sudibyo, 1988).

**Tabel 1.** Klasifikasi Ilmiah Tanaman Gambir

Kerajaan	Plantae
Divisi	Magnoliophyta
Kelas	Magnoliopsida
Ordo	Gentianales
Famili	Rubiaceae
Genus	Uncaria
Spesies	Uncaria gambir
Nama binomial	<i>Uncaria gambir</i>
Sinonim	<i>Ourouparia gambir Roxb</i>

Ciri-ciri tanaman gambir yaitu tumbuhan perdu setengah merambat dengan percabangan memanjang. Daun oval, memanjang, ujung meruncing, permukaan tidak berbulu (licin), dengan tangkai daun pendek. Bunganya tersusun majemuk dengan mahkota berwarna merah muda atau hijau, kelopak bunga pendek, mahkota bunga berbentuk corong seperti bunga kopi, benang sari lima, dan buah berupa kapsula.

Tanaman perdu tinggi 1-3 cm, batang tegak, bulat, percabangan simpodial, warna cokelat pucat. Daun tunggal, berhadapan, berbentuk lonjong, tepi bergerigi, pangkal bulat, ujung meruncing, panjang 8-13 cm, lebar 4-7 cm, warna hijau, licin (tidak berbulu). Bunga majemuk, bentuk lonceng, di ketiak daun, panjang kurang lebih 5 cm, mahkota berbentuk lonjong, warna ungu, buah berbentuk bulat telur, panjang kurang lebih 1,5 cm, dan berwarna hitam.

**Gambar 1.** Tanaman Gambir

Kandungan utama gambir adalah asam *catechutannat* (20-50%), katekin (7-33%), dan *pyrocatechol* (20-30%), sedangkan yang lainnya dalam jumlah terbatas (Thorpe dan Whiteley, 1921). Kandungan kimia gambir yang paling banyak dimanfaatkan adalah katekin dan tanin (Bakhtiar, 1991).

Komponen-komponen yang terdapat dalam gambir dapat dilihat pada tabel berikut.

**Tabel 2.** Komponen penyusun tanaman Gambir

Nama komponen	Jumlah (%)
Katekin	7-33
Asam <i>catechutannat</i>	20-55
<i>Pyrocatechol</i>	20-30
Gambir <i>flouresensi</i>	1-3
<i>Red Catechu</i>	3-5
<i>Quersetin</i>	2-4
<i>Fixed Oil</i>	1-2
Lilin	1-2
Alkaloid	Sedikit

Sumber: Thorpe dan Whiteley (1921)

## B. Tanin

Tanin merupakan senyawa aktif metabolit sekunder yang diketahui mempunyai beberapa khasiat yaitu sebagai astringen, antidiare, antibakteri dan antioksidan.

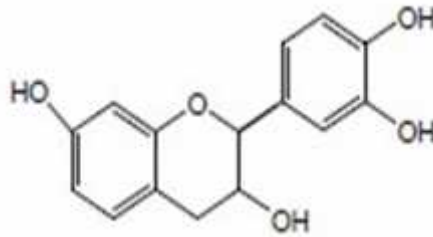
Senyawa tanin merupakan senyawa polifenol yang berada di tumbuhan, makanan dan minuman. Dapat larut dalam air dan pelarut organik (Mukhriani, 2014).

Secara struktural tanin adalah suatu senyawa fenol yang memiliki berat molekul besar yang terdiri dari gugus hidroksi dan beberapa gugus yang bersangkutan seperti karboksil untuk membentuk kompleks kuat yang efektif dengan protein dan beberapa makromolekul (Horvart, 1981). Tanin ditemukan hampir di setiap

bagian dari tanaman; kulit kayu, daun, buah, dan akar (Hagerman dkk, 1998).

Tanin dibentuk dengan kondensasi turunan flavan yang ditransportasikan ke jaringan kayu dari tanaman, tanin juga dibentuk dengan polimerisasi unit kuinon.

Struktur inti tanin disajikan pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Struktur inti tanin (Robinson, 1995)

Secara kimia sifat utama tanin tumbuhan tergantung pada gugusan fenolik -OH yang terkandung dalam tanin, dan sifat tersebut secara garis besar dapat diuraikan sebagai berikut (Risnasari, 2002):

1. Tanin memiliki sifat umum, yaitu memiliki gugus phenol dan bersifat koloid.
2. Semua jenis tanin dapat larut dalam air, metanol, etanol, aseton dan pelarut organik lainnya. Kelarutannya besar, dan akan bertambah besar apabila dilarutkan dalam air panas.
3. Dengan garam besi memberikan reaksi warna. Reaksi ini digunakan untuk menguji klasifikasi tanin, karena tanin dengan garam besi memberikan warna hijau dan biru kehitaman.
4. Tanin akan terurai menjadi *pyrogallol*, *pyrocatechol* dan *phloroglucinol* bila dipanaskan sampai suhu (99 -102 °C).

Secara fisik sifat tanin adalah sebagai berikut:

1. Umumnya tanin mempunyai berat molekul tinggi dan cenderung mudah dioksidasi menjadi suatu polimer, sebagian besar tanin bentuknya amorf dan tidak mempunyai titik leleh
2. Tanin berwarna putih kekuning-kuningan sampai coklat terang, tergantung dari sumber tanin tersebut
3. Tanin berbentuk serbuk atau berlapis-lapis seperti kulit kerang, berbau khas dan mempunyai rasa sepat (astrigent)
4. Warna tanin akan menjadi gelap apabila terkena cahaya langsung atau dibiarkan di udara terbuka
5. Tanin mempunyai sifat atau daya bakterostatik, fungistatik dan merupakan racun bagi beberapa spesies cacing parasit

(Risnasari, 2002).

Kegunaan tanin adalah sebagai berikut:

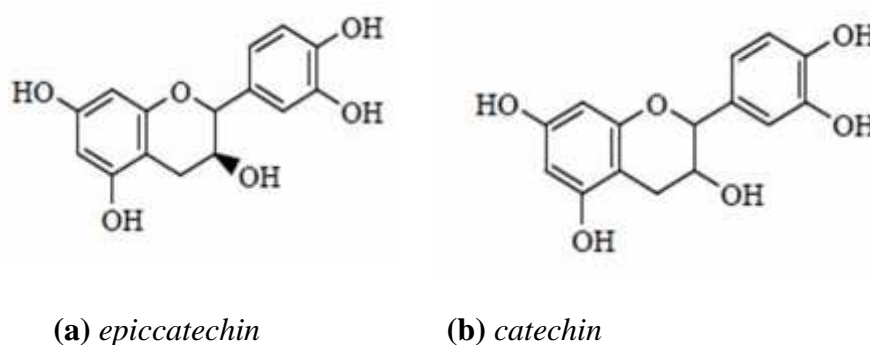
1. Sebagai pelindung pada tumbuhan pada saat masa pertumbuhan bagian tertentu pada tanaman.
2. Tanin juga dipergunakan pada industri pembuatan tinta dan cat karena dapat memberikan warna biru tua atau hijau kehitam-hitaman dengan kombinasi- kombinasi tertentu.
3. Pada industri minuman tanin juga digunakan untuk pengendapan serat-serat organik pada minuman anggur atau bir.

Secara kimia tanin diklasifikasikan menjadi dua golongan metabolisme, yaitu tanin terkondensasi (proantosianidin) dan tanin terhidrolisis (galotanin)

(Howell,2004). Tanin terkondensasi terdapat di dalam paku-pakuan gimnospermae serta tersebar luas dalam angiospermae, terutama pada jenis tumbuh-tumbuhan berkayu. Sebaliknya tanin terhidrolisis penyebarannya terbatas pada angiospermae (Harbone, 1987).

### 1. Tanin terkondensasi

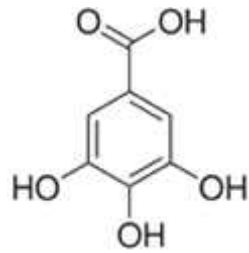
Tanin jenis ini biasanya tidak dapat dihidrolisis. Tanin jenis ini kebanyakan terdiri dari polimer flavonoid yang merupakan senyawa fenol. Nama lain dari tanin ini adalah proantosianidin. Proantosianidin adalah polimer dari flavonoid (Tanner dkk, 1999). Salah satu contohnya adalah *Sorghum procyanidin* senyawa ini merupakan trimer yang tersusun dari (a) *epiccatechin* dan (b) *catechin* (Hagerman, 2002).



**Gambar 3.** Struktur *epiccatechin* dan *catechin*

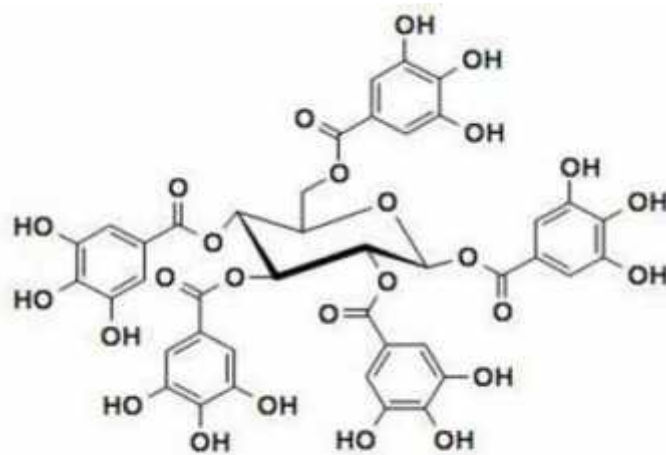
### 2. Tanin terhidrolisis

Tanin ini biasanya berikatan dengan karbohidrat dengan membentuk jembatan oksigen, maka dari itu tanin ini dapat dihidrolisis dengan menggunakan asam sulfat atau asam klorida (Hagerman, 2002). Tanin terhidrolisis adalah turunan dari asam galat (Tanner dkk, 1999). Struktur asam galat ditunjukkan pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Struktur asam galat (Hagerman, 2002)

Salah satu contoh jenis tanin ini adalah galotanin yang merupakan senyawa gabungan karbohidrat dan asam galat seperti yang terlihat pada Gambar 5.



**Gambar 5.** Struktur galotanin (Hagerman, 2002)

Selain membentuk galotanin, dua asam galat akan membentuk tanin terhidrolisis yang disebut elagitanin. Elagitanin sederhana disebut juga ester asam *hexahydroxydiphenic* (HHDP) (Hagerman, 2002). Tanin terhidrolisis biasanya berupa senyawa amorf, higroskopis, dan berwarna coklat kuning yang larut dalam air (terutama air panas) membentuk larutan koloid bukan larutan sebenarnya (Harborne, 1996).



### C. Logam Timbal (Pb)

Timbal (Pb) merupakan salah satu jenis logam berat yang sering juga disebut dengan istilah timah hitam. Timbal memiliki titik lebur yang rendah, mudah dibentuk, memiliki sifat kimia yang aktif sehingga biasa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan. Timbal adalah logam yang lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat dan memiliki bilangan oksidasi +2 (Sunarya, 2007).



**Gambar 6.** Logam Timbal (Pb)

Timbal (Pb) merupakan salah satu logam berat yang sangat berbahaya bagi makhluk hidup karena bersifat karsinogenik, dapat menyebabkan mutasi, terurai dalam jangka waktu lama dan toksisitasnya tidak berubah (Brass dan Strauss, 1981). Timbal (Pb) dapat mencemari udara, air, tanah, tumbuhan, hewan, bahkan manusia. Masuknya timbal (Pb) ke tubuh manusia dapat melalui makanan dari tumbuhan yang biasa dikonsumsi manusia seperti padi, teh dan sayur-sayuran. Logam timbal (Pb) terdapat di perairan baik secara alamiah maupun sebagai dampak dari aktivitas manusia. Logam ini masuk ke perairan melalui pengkristalan timbal (Pb) di udara dengan bantuan air hujan. Selain itu, proses korofikasi dari batuan mineral juga merupakan salah satu jalur masuknya sumber Pb ke perairan (Palar, 1994).

**Tabel 3.** Sifat-sifat fisika Timbal (Pb)

Sifat Fisika Timbal (Pb)	Keterangan
Nomor atom	82
Densitas (g/cm <sup>3</sup> )	11,34
Titik lebur (°C)	327,46
Titik didih (°C)	1.749
Kalor peleburan (kJ/mol)	4,77
Kalor penguapan (kJ/mol)	179,5
Kapasitas pada 25 °C (J/mol.K)	26,65
Konduktivitas termal pada 300K (W/m K)	35,5
Ekspansi termal 25 °C (µm/ m K)	28,9
Kekerasan (skala Brinell=Mpa)	38,6

Timbal (Pb) secara alami terdapat sebagai timbal sulfida, timbal karbonat, timbal sulfat dan timbal klorofosfat (Faust dan Aly, 1981). Kandungan Timbal Pb dari beberapa batuan kerak bumi sangat beragam. Batuan eruptif seperti granit dan riolit memiliki kandungan Pb kurang lebih 200 ppm.

Timbal (Pb) merupakan logam yang bersifat neurotoksin yang dapat masuk dan terakumulasi dalam tubuh manusia ataupun hewan, sehingga bahayanya terhadap tubuh semakin meningkat (Kusnoputranto, 2006). Timbal (Pb) biasanya dianggap sebagai racun yang bersifat akumulatif dan akumulasinya tergantung levelnya. Hal itu menunjukkan bahwa terdapat pengaruh pada ternak jika terdapat pada jumlah di atas batas ambang (Underwood dan Shuttle, 1999). Batas ambang untuk ternak unggas dalam pakannya, yaitu: batas ambang normal sebesar 1 – 10 ppm, batas ambang tinggi sebesar 20 – 200 ppm dan batas ambang toksik sebesar lebih dari 200 ppm. Timbal (Pb) dapat diserap dari usus dengan

sistem transport aktif. Transport aktif untuk memindahkan molekul melalui membran berdasarkan perbedaan kadar atau jika molekul tersebut merupakan ion. Pada saat terjadi perbedaan muatan transport, maka terjadi pengikatan dan membutuhkan energi untuk metabolisme (Rahde, 1991).

Selain terdapat dalam batuan kerak bumi dan ternak unggas dalam pakannya kandungan timbal (Pb) juga banyak ditemukan pada kosmetik, seperti contoh bedak. Untuk kadar timbal (Pb) dalam sampel bedak tabur yang terdaftar BPOM dengan merk A;B sebesar 18,9 mg/kg dan 19,1 mg/kg. Sedangkan sampel bedak tabur yang tidak terdaftar di BPOM C;D sebesar 23,47mg/kg dan 28,9 mg/kg (Kumalawati, 2016).

Logam Timbal (Pb) dalam pertambangan berbentuk sulfida logam (Pbs) yang disebut *galena*. Logam timbal (Pb) digunakan dalam industri baterai, kabel, penyepuhan, pestisida, sebagai zat antiletup pada bensin, bahan untuk penyolderan, sebagai formulasi penyambung pipa (Widowati dkk, 2008).

Kemampuan timbal (Pb) membentuk *alloy* dengan berbagai jenis logam lain sehingga banyak digunakan, seperti :

- 1) Pb + Sb sebagai kabel telepon
- 2) Pb + As + Sn + Bi sebagai kabel listrik
- 3) Pb + Ni senyawa azida sebagai bahan peledak
- 4) Pb + Cr + Mo +Cl sebagai pewarnaan cat
- 5) Pb + asetat untuk mengkilapkan keramik dan bahan anti api
- 6) Pb + Te sebagai pembangkit listrik tenaga panas

7) *Tetrametil-Pb* dan *Tetraetil Pb* sebagai bahan aditif pada bahan bakar kendaraan bermotor.

Timbal (Pb) sebagai salah satu zat yang dicampurkan ke dalam bahan bakar, yaitu  $(C_2H_5)_4Pb$  atau TEL (*Tetra Ethylene Lead*) yang digunakan sebagai bahan *aditif*, yang berfungsi meningkatkan angka oktan (Widowati dkk, 2008).

Keberadaan *octane booster* dibutuhkan dalam bensin agar mesin bisa bekerja dengan baik.

#### 1. Pb di udara

Timbal (Pb) di udara dapat berbentuk gas dan partikel. Di daerah tanpa penghuni dipegunungan California (USA), kadar Timbal (Pb) sebesar 0,008  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  sedangkan baku mutu di udara adalah 0,025 - 0,04  $\text{g}/\text{Nm}^3$  (Mukono, 2002).

#### 2. Pb di air

Timbal (Pb) dapat berada dalam badan perairan secara alami dan sebagai dampak dari aktivitas manusia. Secara alami, timbal (Pb) dapat masuk ke badan perairan melalui pengkristalan. Timbal (Pb) di udara dengan bantuan air hujan dan proses korosifikasi dari batuan mineral akibat hempasan gelombang dan angin. Timbal (Pb) dari aktivitas manusia terdapat pada limbah industri yang mengandung timbal (Pb) yang dibuang ke badan air (Palar, 1994). Secara alami timbal (Pb) juga ditemukan di air permukaan. Kadar timbal (Pb) pada air telaga dan air sungai adalah sebesar 1 – 10  $\mu\text{g}/\text{liter}$ . Dalam air laut kadar timbal (Pb) lebih rendah dari dalam air tawar (Sudarmaji, 2006).

Pada media air, Timbal (Pb) juga banyak terkandung dalam biota air. Salah satu contoh biota air yang mengandung Pb ialah kerang. Telah dilakukan analisis

kadar Pb dalam kerang, dan diperoleh untuk kerang darah hasil sebesar 3,75 mg/kg ; 3,875 mg/kg. Kerang bakau diperoleh hasil sebesar 5 mg/kg dan 5,25 mg/kg (Rahmawati dkk, 2015). Menurut Tatik,dkk (2015) kadar Timbal (Pb) pada air laut disekitar wilayah tesebut berkisar antara 0,35 mg/L – 0,433 mg/L. Sehingga dapat diketahui bahwa air laut tersebut tercemar oleh logam Timbal (Pb).

### 3. Timbal (Pb) di Tanah

Rata-rata timbal (Pb) yang terdapat di dalam tanah adalah sebesar 5 – 25 mg/kg. Keberadaan timbal di dalam tanah dapat berasal dari emisi kendaraan bermotor, dimana partikel timbal yang terlepas ke udara, secara alami dengan adanya gaya gravitasi, maka timbal tersebut akan turun ke tanah (Widowati dkk, 2008).

### 4. Timbal di Batuan

Timbal secara alami terdapat sebagai timbal sulfida, timbal karbonat, timbal sulfat, dan timbal klorofosfat (Faust dan Aly, 1981). Kandungan Timbal (Pb) dari beberapa batuan kerak bumi sangat beragam. Batuan eruptif seperti granit dan riolit memiliki kandungan Pb kurang lebih 200 ppm. Bumi kita mengandung timbal (Pb) sekitar 13 mg/kg (Mukono, 2002). Menurut *study Weaepohl* (1961), dinyatakan bahwa kadar timbal (Pb) pada batuan sekitar 10 – 20 mg/kg.

### 5. Timbal di Tumbuhan

Pencemaran udara terhadap tanaman dapat mempengaruhi: pertumbuhan, yaitu dengan mengurangi pertumbuhan kambium, akar dan bagian reproduktif, termasuk pertumbuhan akar dan pertumbuhan daun (Kozlowski dkk, 1991). Sedangkan menurut Mukono (2002), secara alami tumbuhan dapat mengandung

timbal (Pb). Kadar timbal (Pb) pada dedaunan adalah 2,5 mg/kg berat daun kering.

#### 6. Timbal di Makanan

Semua bahan pangan alami mengandung Timbal (Pb) dalam konsentrasi kecil, dan selama persiapan makanan mungkin kandungan timbal (Pb) akan bertambah. Timbal (Pb) pada makanan dapat berasal dari peralatan masak, alat-alat makan, dan wadah-wadah penyimpanan yang terbuat dari *alloy* Pb atau keramik yang dilapisi *glaze* (Fardiaz, 1992). Dalam air minum juga dapat ditemukan senyawa timbal (Pb) bila air tersebut disimpan atau dialirkan melalui pipa yang merupakan *alloy* dari logam timbal (Pb) (Palar, 2008).

#### D. Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks merupakan senyawa yang tersusun dari suatu ion logam pusat dengan satu atau lebih ligan yang mendonorkan pasangan elektron bebas kepada ion logam pusat. Donasi pasangan elektron ligan kepada ion logam pusat menghasilkan ikatan kovalen koordinasi sehingga senyawa kompleks juga disebut senyawa koordinasi (Cotton dan Wilkinson, 1989). Senyawa kompleks atau senyawa koordinasi adalah senyawa yang terjadi karena adanya ikatan kovalen koordinasi antara logam transisi dengan satu atau lebih ligan (Sukardjo, 1992). Senyawa kompleks berhubungan dengan asam dan basa lewis, dimana asam lewis adalah senyawa yang dapat bertindak sebagai penerima pasangan bebas elektron, sedangkan basa lewis adalah senyawa yang bertindak sebagai penyumbang pasangan elektron (Shriver dan Langford, 1990). Logam yang dapat membentuk senyawa kompleks biasanya merupakan logam transisi, alkali atau alkali tanah.

Senyawa kompleks memiliki bilangan koordinasi dan struktur bermacam-macam. Mulai dari bilangan koordinasi dua sampai delapan dengan struktur linear, tetrahedral, segiempat planar, trigonal bipyramidal, dan oktahedral (Effendy, 2007).

Ion pusat merupakan bagian dari senyawa koordinasi yang berada dipusat (bagian tengah) berperan sebagai penerima pasangan elektron sehingga dapat disebut sebagai asam lewis, umumnya berupa logam transisi. Ligan atau gugus pelindung merupakan bagian dari senyawa koordinasi yang berada di bagian luar berperan sebagai pemberi pasangan elektron disebut juga sebagai basa lewis (Chang, 2005). Ligan dapat berupa anion atau molekul netral. Sebagian besar ligan adalah zat netral atau anionik tetapi kation, seperti kation tropylium. Ligan netral lainnya ialah ammonia ( $\text{NH}_3$ ) atau karbon monoksida ( $\text{CO}_2$ ), dalam keadaan bebas tetap merupakan molekul yang stabil. Ligan anionik seperti  $\text{Cl}^-$  dan  $\text{C}_5\text{H}_5^-$  akan stabil jika dikoordinasikan ke ion logam pusat. Jumlah atom yang diikat pada atom pusat disebut dengan bilangan koordinasi.

### **E. Spektrofotometri**

Spektrofotometri adalah ilmu yang mempelajari tentang penggunaan spektrofotometer. Spektrofotometer adalah alat yang terdiri dari spektrofotometer dan fotometer. Spektrofotometer adalah alat yang digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan, atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang. Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu, dan

fotometer adalah alat yang mengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Kelebihan spektrofotometer dibandingkan fotometer adalah panjang gelombang dari sinar putih dapat terseleksi dan ini diperoleh dengan alat pengurai seperti prisma, *grating*, atau celah optis. Pada fotometer *filter* sinar dengan panjang gelombang yang diinginkan diperoleh dengan *filter* yang menghasilkan warna yang mempunyai trayek pada panjang gelombang tertentu. Pada fotometer *filter*, tidak mungkin diperoleh panjang gelombang yang benar-benar monokromatis, melainkan suatu trayek panjang gelombang 30-40 nm. Sedangkan pada spektrofotometer, panjang gelombang yang benar-benar terseleksi dapat diperoleh dengan bantuan alat pengurai cahaya seperti prisma. Suatu spektrofotometer tersusun dari sumber spektrum tampak yaitu kontinyu, monokromator, sel pengabsorpsi untuk melarutkan sampel atau blanko dan suatu alat untuk mengukur perbedaan absorpsi antar sampel dan blanko ataupun pembandingan.

Komponen-komponen pokok dari spektrofotometer meliputi:

1. Sumber tenaga radiasi yang stabil, sumber yang biasa digunakan adalah lampu *wolfram*;
2. Monokromator untuk memperoleh sumber sinar monokromatis;
3. Sel absorpsi, pada pengukuran ini daerah *visible* menggunakan kuvet kaca atau kuvet kaca *corex*, tetapi untuk pengukuran pada *UV* menggunakan sel kuarsa karena gelas tidak tembus cahaya pada daerah ini;
4. Detektor radiasi yang dihubungkan dengan sistem meter atau pencatat.

Peranan detektor penerima adalah memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang (Khopkar, 1990).



Cara kerja spektrofotometer secara singkat adalah sebagai berikut: tempatkan larutan pembanding, misalnya blangko dalam sel pertama sedangkan larutan yang akan dianalisis pada sel kedua. Kemudian pilih foto sel yang cocok 200 nm -650 nm (650 nm – 1100 nm) agar daerah yang diperlukan dapat terliputi. Dengan ruang foto sel dalam keadaan tertutup “no1” galvanometer didapat dengan menggunakan tombol dark-current. Pilih yang diinginkan, buka fotosel dan lewatkan berkas cahaya pada blangko dan “no1” galvanometer didapat dengan memutar tombol sensitivitas. Dengan menggunakan tombol transmitansi, kemudian atur besarnya pada 100%. Lewatkan berkas cahaya pada larutan sampel yang akan dianalisis. Skala absorbansi menunjukkan absorbansi larutan sampel (Khopkar, 1990).

Keuntungan dari spektrofotometer adalah yang pertama penggunaannya luas, dapat digunakan untuk senyawa anorganik, organik dan biokimia yang diabsorpsi di daerah ultra lembayung atau daerah tampak. Kedua, sensitivitasnya tinggi, batas deteksi untuk mengabsorpsi pada jarak  $10^{-4}$  sampai  $10^{-5}$  M. Jarak ini dapat diperpanjang menjadi  $10^{-6}$  sampai  $10^{-7}$  M dengan prosedur modifikasi yang pasti. Ketiga, selektivitasnya sedang sampai tinggi, jika panjang gelombang dapat ditemukan dimana analit mengabsorpsi sendiri, persiapan pemisahan menjadi tidak perlu. Keempat, ketelitiannya baik, kesalahan relatif pada konsentrasi yang ditemui dengan tipe spektrofotometer UV-Vis ada pada jarak dari 1% sampai 5%. Kesalahan tersebut dapat diperkecil hingga beberapa puluh persen dengan perlakuan yang khusus. Dan yang terakhir mudah, spektrofotometer mengukur dengan mudah dan kinerjanya cepat dengan instrumen modern, daerah pembacaannya otomatis (Skoog, 1996).

## F. Spektrofotometer Ultraungu-tampak

Spektrofotometri ini merupakan gabungan antara spektrofotometri UV dan *Visible* yang menggunakan dua buah sumber cahaya berbeda, sumber cahaya UV dan sumber cahaya *visible*. Meskipun untuk alat yang lebih canggih sudah menggunakan hanya satu sumber sinar sebagai sumber UV dan Vis, yaitu photodiode yang dilengkapi dengan monokromator. Spektrum absorpsi dalam daerah-daerah *ultraviolet* dan sinar tampak terdiri dari satu atau beberapa pita absorpsi.

Untuk sistem spektrofotometri, ultraungu-tampak paling banyak tersedia dan paling populer digunakan. Kemudahan metode ini adalah dapat digunakan baik untuk sampel berwarna juga untuk sampel tak berwarna seperti senyawa organik yang berdasarkan transisi atau dan karena itu memerlukan kromofor di dalam molekulnya. Transisi ini terjadi dalam daerah spektrum kira – kira 200-700 nm.

Spektrokopi *ultraviolet-visible* atau spektrofotometri *ultraviolet-visible* (UV-Vis atau UV/Vis) melibatkan spektroskopi dari foton dalam daerah UV-terlihat.

Ini berarti menggunakan cahaya dalam terlihat dan berdekatan (dekat *ultraviolet* (UV) dan dekat dengan inframerah (NIR) kisaran. Penyerapan dalam rentang yang terlihat secara langsung mempengaruhi warna bahan kimia yang terlibat.

Di wilayah ini dari spektrum elektromagnetik, molekul mengalami transisi elektronik. Teknik ini melengkapi fluoresensi spektroskopi, di fluoresensi berkaitan dengan transisi dari *ground state* ke *eksited state*.

Semua molekul dapat mengabsorpsi radiasi daerah UV-Vis karena mengandung elektron, baik sekutu maupun menyendiri, yang dapat dieksitasikan ke tingkat

energi yang lebih tinggi. Cahaya yang diserap oleh suatu zat berbeda dengan cahaya yang ditangkap oleh mata manusia. Cahaya yang tampak atau cahaya yang dilihat dalam kehidupan sehari-hari disebut warna komplementer. Misalnya suatu zat akan berwarna orange bila menyerap warna biru dari spektrum sinar tampak dan suatu zat akan berwarna hitam bila menyerap semua warna yang terdapat pada spektrum sinar tampak. Untuk lebih jelasnya perhatikan tabel berikut :

**Tabel 4.** Spektrum Tampak dan Warna-warna Komplementer

Panjang Gelombang (nm)	Warna	Warna Komplementer
400-435	Violet	Kuning-Hijau
435-480	Biru	Kuning
480-490	Hijau-Biru	Orange
490-500	Biru-Hijau	Merah
500-560	Hijau	Ungu
560-580	Kuning-	Violet
580-595	Hijau Kuning	Biru
595-610	Orange	Hijau-Biru
610-750	Merah	Biru-Hijau

(Sumber: Underwood, A.L dan R.A. Day, 1986)

### G. Instrument Spektrofotometri Ultraungu-tampak

Adapun instrumen dari spektrofotometri ultraungu-tampak yaitu:

#### 1. Sumber radiasi

Sumber radiasi pada spektrofotometer harus memiliki pancaran radiasi yang stabil dan intensitasnya tinggi. Sumber radiasi pada spektrofotometer UV-Vis ada tiga macam:

a. Sumber radiasi Tungsten (*Wolfram*)

Lampu ini digunakan untuk mengukur sampel pada daerah tampak. Bentuk lampu ini mirip dengan bola lampu pijar biasa. Memiliki panjang gelombang antara 380-900 nm. Spektrum radiasinya berupa garis lengkung. Umumnya memiliki waktu 1000 jam pemakaian.

b. Sumber radiasi Deuterium

Lampu ini dipakai pada panjang gelombang 190-380 nm. Spektrum energi radiasinya lurus, dan digunakan untuk mengukur sampel yang terletak pada daerah uv. Memiliki waktu 500 jam pemakaian.

c. Sumber radiasi merkuri

Sumber radiasi ini memiliki panjang gelombang 365 nm.

## 2. Monokromator

Monokromator adalah alat yang akan memecah cahaya polikromatis menjadi cahaya tunggal (monokromatis) dengan komponen panjang gelombang tertentu.

Bagian-bagian monokromator, yaitu :

a. Prisma

Prisma akan mendispersikan radiasi elektromagnetik sebesar mungkin supaya di dapatkan resolusi yang baik dari radiasi polikromatis. Dispersi sinar akan disebarkan merata, dengan pendispersi yang sama, hasil dispersi akan lebih baik. Selain itu kisi difraksi dapat digunakan dalam seluruh jangkauan spektrum.

b. Celah optis

Celah ini digunakan untuk mengarahkan sinar monokromatis yang diharapkan dari sumber radiasi. Apabila celah berada pada posisi yang tepat, maka radiasi

akan dirotasikan melalui prisma, sehingga diperoleh panjang gelombang yang diharapkan.

c. Filter

Berfungsi untuk menyerap warna komplementer sehingga cahaya yang diteruskan merupakan cahaya berwarna yang sesuai dengan panjang gelombang yang dipilih.

d. Kuvet

Kebanyakan spektrofotometri melibatkan larutan dan karenanya kebanyakan kuvet adalah sel untuk menaruh cairan ke dalam berkas cahaya spektrofotometer. Sel itu haruslah meneruskan energi cahaya dalam daerah spektra yang diminati, jadi sel kaca melayani daerah tampak, sel kuarsa atau kaca silika tinggi istimewa untuk daerah *ultraviolet*. Dalam instrumen, tabung reaksi silindris kadang-kadang digunakan sebagai wadah sampel. Penting bahwa tabung-tabung semacam itu diletakkan secara reproduibel dengan membubuhkan tanda pada salah satu sisi tabung dan tanda itu selalu tetap arahnya tiap kali ditaruh dalam instrument. Sel-sel lebih baik bila permukaan optisnya datar. Sel-sel harus diisi sedemikian rupa sehingga berkas cahaya menembus larutan. Umumnya sel-sel ditahan pada posisinya dengan desain kinematik dari pemegangnya atau dengan jepitan berpegas yang memastikan bahwa posisi tabung dalam ruang sel dari instrument itu reproduibel.

e. Detektor

Detektor akan menangkap sinar yang diteruskan oleh larutan. Sinar kemudian diubah menjadi sinyal listrik oleh amplifier dan dalam rekorder dan ditampilkan dalam bentuk angka-angka pada komputer. Detektor dapat memberikan respon terhadap radiasi pada berbagai panjang gelombang. Ada beberapa cara untuk

mendeteksi substansi yang telah melewati kolom, metode umum yang mudah dipakai untuk menjelaskan yaitu penggunaan serapan ultra-violet. Banyak senyawa-senyawa organik menyerap sinar UV dari beberapa panjang gelombang. Jika anda menyinarakan sinar UV pada larutan yang keluar melalui kolom dan sebuah detektor pada sisi yang berlawanan, anda akan mendapatkan pembacaan langsung berapa besar sinar yang diserap. Jumlah cahaya yang diserap akan bergantung pada jumlah senyawa tertentu yang melewati melalui berkas pada waktu itu. Misalnya metanol, menyerap pada panjang gelombang dibawah 205 nm dan air pada gelombang dibawah 190 nm. Jika anda menggunakan campuran metanol-air sebagai pelarut, anda sebaiknya menggunakan panjang gelombang yang lebih besar dari 205 nm untuk mencegah pembacaan yang salah dari pelarut.

#### f. Rekorder

Fungsi rekorder mengubah panjang gelombang hasil deteksi dari detektor yang diperkuat oleh amplifier menjadi radiasi yang ditangkap detektor kemudian diubah menjadi sinyal-sinyal listrik dalam bentuk spektrum. Spektrum tersebut selanjutnya dibawa ke monitor sehingga dapat dibaca dalam bentuk transmittan maupun absorbansi.

Mekanisme kerja alat spektrofotometer ultraungu-tampak adalah sinar dari sumber sinar dilewatkan melalui celah masuk, kemudian sinar dikumpulkan agar sampai ke prisma untuk didifraksikan menjadi sinar-sinar dengan panjang gelombang tertentu. Selanjutnya sinar dilewatkan ke monokromator untuk menyeleksi panjang gelombang yang diinginkan. Sinar monokromatis melewati sampel dan akan ada sinar yang diserap dan diteruskan. Sinar yang diteruskan

akan dideteksi oleh detektor. Radiasi yang diterima oleh detektor diubah menjadi sinar listrik yang kemudian terbaca dalam bentuk transmisi (Harjadi, 1990).

Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum *ultraviolet* dan *visible* tergantung pada struktur elektronik dari molekul. Serapan *ultraviolet* dan *visible* dari senyawa-senyawa organik berkaitan erat transisi-transisi diantara tingkatan-tingkatan tenaga elektronik. Disebabkan karena hal ini, maka serapan radiasi *ultraviolet* atau terlihat sering dikenal sebagai spektroskopi elektronik. Transisi-transisi tersebut biasanya antara orbital ikatan antara orbital ikatan atau orbital pasangan bebas dan orbital non ikatan tak jenuh atau orbital anti ikatan. Panjang gelombang serapan merupakan ukuran dari pemisahan tingkatan-tingkatan tenaga dari orbital yang bersangkutan. Spektrum *ultraviolet* adalah gambar antara panjang gelombang atau frekuensi serapan lawan intensitas serapan (transmitasi atau absorbansi). Sering juga data ditunjukkan sebagai gambar grafik atau tabel yang menyatakan panjang gelombang lawan serapan molar atau log dari serapan molar,  $E_{max}$  atau  $\log E_{max}$  (Sastrohamidjojo, 2001).

Sumber tenaga radiasi terdiri dari benda yang tereksitasi menuju ke tingkat yang lebih tinggi oleh sumber listrik bertegangan tinggi atau oleh pemanasan listrik.

Monokromator adalah suatu piranti optis untuk radiasi dari sumber berkesinambungan. Digunakan untuk memperoleh sumber sinar monokromatis menggunakan alat berupa prisma (Khopkar, 1990).

Pengukuran pada daerah ultraungu harus menggunakan sel kuarsa karena gelas tidak tembus cahaya pada daerah ini. Sel yang biasa digunakan berbentuk persegi maupun berbentuk silinder dengan ketebalan 10 mm. Sel tersebut adalah sel

pengabsorpsi, merupakan sel untuk meletakkan cairan ke dalam berkas cahaya spektrofotometer. Sel haruslah meneruskan energi cahaya dalam daerah yang diminati. Sebelum sel dipakai dibersihkan dengan air atau dapat dicuci dengan larutan detergen atau asam nitrat panas apabila dikehendaki (Sastrohamidjojo, 2001).

## **H. Validasi Metode**

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan dilaboratorium. Validasi metode digunakan untuk pembuktian apakah suatu metode pengujian sesuai untuk maksud atau tujuan tertentu dan untuk jaminan mutu hasil uji yang dievaluasi secara objektif.

Validasi metode dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis bersifat akurat, spesifik, dan tahan pada kisaran analitik yang akan dianalisis. Secara singkat validasi merupakan aksi konfirmasi bahwa metode analisis yang akan digunakan sesuai dengan tujuan yang diinginkan. Suatu metode analisis harus divalidasi untuk melakukan verifikasi bahwa parameter-parameter kinerjanya cukup mampu untuk mengatasi problem analisis karenanya suatu metode harus divalidasi ketika:

1. Metode baru dikembangkan untuk mengatasi problem analisis tertentu.
2. Metode yang sudah baku direvisi untuk menyesuaikan perkembangan atau ketika munculnya suatu problem yang mengarah bahwa metode baku tersebut harus direvisi.
3. Penjaminan mutu yang mengindikasikan bahwa metode baku telah berubah seiring berjalannya waktu.



4. Untuk mendemonstrasikan kesetaraan antara 2 metode.

Hasil dari validasi metode dapat digunakan untuk menilai kualitas, tingkat kepercayaan (*reliability*), dan konsistensi hasil analisis, itu semua menjadi bagian dari praktek analisis yang baik. Parameter yang digunakan adalah sebagai berikut:

#### 1. Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima. Linearitas dapat diukur dengan melakukan pengukuran dengan konsentrasi yang berbeda-beda. Uji linearitas dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi larutan standar, dari kurva kalibrasi diperoleh persamaan garis lurus atau regresi dan koefisien korelasi yang digunakan untuk mengetahui hubungan antara korelasi yang digunakan untuk mengetahui hubungan antara korelasi larutan standar dengan nilai absorbansi yang dihasilkan.

#### 2. Ketelitian (Presisi)

Presisi merupakan ukuran derajat keterulangan dari metode analisis, yang memberikan hasil yang sama pada beberapa pengulangan. Keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi).

Keseksamaan dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*) atau ketertiruan (*reproducibility*). Keterulangan adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi yang sama dan

interval waktu yang pendek. Ketertiruan adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Hasil analisis dinyatakan sebagai simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD), metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan SD <math>10\%</math>. Standar deviasi dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n-1}} \quad RSD = \frac{SD}{x} \times 100$$

Keterangan :

SD = standar deviasi

RSD = simpangan baku relative

x = kadar sampel yang diperoleh

$\bar{x}$  = kadar rata-rata

n = jumlah pengulangan analisis

### 3. Batas Deteksi (*Limit of Detection*) dan Batas Kuantifikasi (*Limit of Quantification*)

Limit deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih meberikan respon signifikan. Penentuan batas deteksi suatu metode berbeda-beda tergantung pada analisis itu menggunakan instrumen atau tidak. Pada analisis yang tidak menggunakan instrumen batas tersebut ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sampel pada pengenceran bertingkat. Pada analisis menggunakan instrumen limit deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blangko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku respon blangko. Limit deteksi merupakan parameter tes kuantitatif untuk tingkat rendah senyawa

dalam matriks sampel dan digunakan terutama untuk penentuan produk terintegritas batas deteksi dapat ditentukan dengan persamaan berikut:

$$\text{LoD} = \frac{3 \times \text{Sb}}{\text{SI}} \text{ dan } \text{LoQ} = \frac{10 \times \text{Sb}}{\text{SI}}$$

Keterangan:

Sb = Simpangan baku respon analit dari blanko

SI = Arah garis linear (kepekaan arah) dari kurva antara respon terhadap konsentrasi sama dengan slope

#### 4. Ketepatan (Akurasi )

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. *Recovery* dihitung dengan membandingkan kadar yang terukur dengan penambahan baku terhadap kadar teoritis.

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{(C_F - C_A)}{C_S} \times 100\%$$

$C_F$  = Konsentrasi total sampel yang diperoleh

$C_A$  = Konsentrasi sampel sebenarnya

$C_S$  = Konsentrasi standar yang ditambahkan

Untuk mencapai akurasi yang tinggi hanya dapat dilakukan dengan cara mengurangi galat sistematis tersebut seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pelaksanaannya yang cermat sesuai dengan prosedur yang ada (Harmita, 2004).

### **III. METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Waktu dan Tempat**

Penelitian ini dilakukan bulan Februari sampai bulan Mei tahun 2018. Preparasi larutan dan analisis Spektrofotometer ultraungu-tampak bertempat di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

#### **B. Alat dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain neraca analitik, pH meter, spektrofotometer ultraungu-tampak, mikro pipet, pipet tetes, labu ukur, gelas ukur, *beaker glass*, oven, dan kuvet.

Bahan yang digunakan dalam percobaan ini terdiri dari ekstrak gambir yang mengandung asam tanat, aluminium foil, etanol, akubides, akuades,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , NaOH, dan tisu kering.

## **C. Prosedur Kerja**

### **1. Isolasi Tanaman Gambir Yang Mengandung Asam Tanat**

Tanaman gambir terlebih dahulu dikeringkan ke dalam oven, lalu memotong kecil-kecil. Setelah itu dimaserasi dengan metanol proanalisis 1500mL selama 3 hari. Setelah 3 hari, hasil maserasi disaring sehingga terpisah antara filtrat dan endapan. Filtrat dipekatkan menggunakan rotary evaporator, lalu dipartisi dengan etil asetat. dipisahkan dengan corong pisah terdapa 2 fase; yakni fase metanol dan etil asetat. Fase metanol ditambahkan  $\text{FeCl}_3$  1% untuk mendapatkan fraksi ekstrak gambir yang mengandung asam tanat, lalu dipekatkan kembali menggunakan rotary evaporator.

### **2. Preparasi Larutan Induk**

#### **a. Pembuatan Larutan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat 10 mM.**

Larutan induk ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 10 mM dibuat dengan cara menimbang 1,7012 g bubuk ekstrak gambir yang mengandung asam tanat, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL lalu ditambahkan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan.

#### **b. Pembuatan Larutan Pb(II) 10 mM.**

Larutan induk Pb(II) dibuat dengan cara menimbang bubuk  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  sebanyak 0,3312 g, dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL lalu ditambahkan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan.

**c. Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M**

Membuat larutan NaOH 0,1 M dengan cara menimbang 4 g NaOH yang dilarutkan dalam labu takar 100 mL lalu ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

**3. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum****a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat.**

Memasukan sebanyak 4 mL larutan ekstrak gambir yang mengandung asam tanat ke dalam kuvet, kemudian mengukur panjang gelombang menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

**b. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Pb(II).**

Memasukan sebanyak 4 mL larutan Pb(II) ke dalam kuvet, kemudian mengukur panjang gelombang menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

**c. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reaksi Larutan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II).**

Penentuan panjang gelombang maksimum reaksi ekstrak gambir yang mengandung asam tanat dan Pb(II) dilakukan dengan menambahkan masing-masing 2 mL larutan Pb(II) 0,01 mM dan ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 1 mM, dimasukan ke dalam kuvet, kemudian diukur menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

#### **4. Penentuan Variasi pH Optimum Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II)**

Penentuan variasi pH dilakukan dengan cara mereaksikan Pb(II)-ekstrak gambir yang mengandung asam tanat dengan skala kenaikan pH 7; 8; 9; 10; dan 11.

Setelah itu dilakukan optimasi pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

#### **5. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II)**

##### **a. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) dengan Variasi Konsentrasi Pb(II) (mM)**

Pengukuran ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) dilakukan pada pH optimum dan panjang gelombang maksimum dengan perbandingan konsentrasi Pb(II)-ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5. Absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

##### **b. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) dengan Variasi Konsentrasi Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat (mM)**

Pengukuran ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) dilakukan pada pH optimum dan panjang gelombang maksimum dengan perbandingan konsentrasi Pb(II)-ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1. Absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

##### **c. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) dengan Variasi Volume Pb(II) (mL)**

Pengukuran ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) dilakukan menggunakan pH optimum, perbandingan konsentrasi optimum, pada panjang

gelombang maksimum dengan memvariasikan volume dengan perbandingan 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5. Absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

**d. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) dengan Variasi Volume Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat (mL)**

Pengukuran ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) dilakukan pada pH optimum, perbandingan konsentrasi optimum, pada panjang gelombang maksimum dengan memvariasikan volume dengan perbandingan 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1. Absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

**6. Penentuan Waktu Kestabilan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II)**

Penentuan waktu kestabilan dilakukan dengan memilih pH optimum, perbandingan konsentrasi optimum, dan volume optimum, kemudian diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak pada panjang gelombang maksimum dari 0 menit sampai 60 menit dengan skala kenaikan 10 menit.

**D. Validasi Metode**

**1. Penentuan Linearitas Kurva Kalibrasi Pb(II)**

Uji linearitas dilakukan dengan membuat larutan Pb(II) dengan konsentrasi berbeda yaitu 1, 3, 5, 7, 9 mM yang diencerkan dari larutan standar 10 mM, diukur absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.



Nilai absorbansi yang diperoleh dicatat kemudian diproses dengan metode kuadrat terkecil untuk menentukan nilai kemiringan (slope), intersep, dan koefisien korelasi. Setelah itu dibuat persamaan linear antara konsentrasi dengan absorbansi. Nilai  $r$  yang diperoleh menggambarkan linearitas.

## **2. Penentuan Akurasi**

Uji akurasi dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit murni kedalam campuran. Kemudian campuran di analisis dan hasilnya dibandingkan terhadap kadar analit yang ditambahkan (kadar sebenarnya). Jumlah analit yang ditambahkan ke dalam sampel atau selisih antara rata-rata dan nilai sebenarnya yang dapat ditunjukkan ketepatannya. Ketepatan dihitung sebagai persen recovery (perolehan kembali).

## **3. Penentuan Presisi**

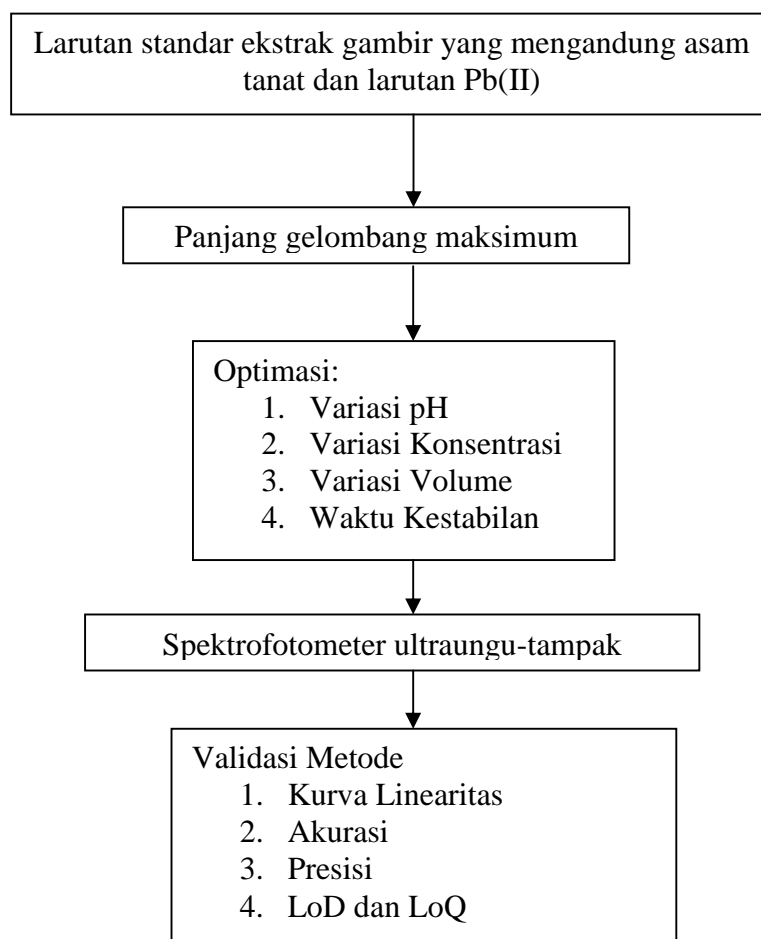
Uji presisi ini dilakukan dengan cara mengukur konsentrasi sampel dengan melakukan 6 kali pengulangan. Nilai absorbansi yang diperoleh dapat ditentukan simpangan baku (SD) dan nilai relatif standar deviasi (RSD). Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan relatif standar deviasi (RSD) < 5%.

## **4. Penentuan Limit Dereksi (LoD) dan Limit Kuantifikasi (LoQ)**

Penentuan LoD dan LoQ untuk logam Pb diperoleh dari pengukuran sampel dengan konsentrasi terendah namun masih memberikan respon yang signifikan, kemudian hasil pengukuran dihitung berdasarkan persamaan kurva kalibrasi yang diperoleh.

### E. Diagram Alir

Langkah-langkah yang dilakukan dalam penelitian ini dapat dilihat dalam diagram alir sebagai berikut pada Gambar 7.



**Gambar. 7** Diagram Alir Penelitian

## V. SIMPULAN DAN SARAN

### A. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Panjang gelombang maksimum ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) diperoleh pada sinar tampak sebesar 450 nm dengan konsentrasi Pb(II) 0,01 mM dan ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 1 mM, dimana terbentuk kompleks berwarna kuning kecoklatan.
2. Kondisi Optimum kompleks ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) pH 9, perbandingan stokiometri konsentrasi 4:1 (ekstrak gambir yang mengandung asam tanat : Pb(II)), perbandingan stokiometri volume 2:1 (ekstrak gambir yang mengandung asam tanat : Pb(II)), dengan waktu kestabilan kompleks pada waktu 30-60 menit.
3. Uji linearitas metode diperoleh nilai r sebesar 0,9996. Pada uji SD dan RSD diperoleh nilai sebesar 0,001053 dan 0,9%. Nilai persen *recovery* metode sebesar 109,998 %. Nilai limit deteksi dan limit kuantitasi berturut-turut sebesar 0,03 dan 0,1.

## **B. Saran**

Penulis menyarankan agar penelitian selanjutnya tetap memanfaatkan bahan alam yang belum banyak digunakan demi berlangsungnya "*Green Chemistry*", juga menambahkan beberapa variasi optimasi pada variasi stokiometri sehingga metode yang digunakan lebih efektif.

## DAFTAR PUSTAKA

- AOAC. 2002. *Peer Verified Methods Program, Manual on Policies and Procedures*. Arlington. USA.
- Almunjiat, E., Yusuf,S., dan Ainurafiq. 2016. Analisis Resiko Kesehatan Akibat Paparan Timbal (Pb) Melalui Jalur Inhalasi Pada Operator Di Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU) Di Kota Kendari. *Jurnal Akademik Kimia Universitas Halu Oleo*. Kendari.
- Bakhtiar, A. 1991. *Manfaat Gambir; Makalah Pada Penataran Petani dan Pedagang Pengumpul Gambir di Pangkalan*. FMIPA Unand. Padang.
- Brass, G.M. dan Strauss. 1981. *Air Pollution Control*. John Willey&Sons. New York.
- Cannell, R.J.P. 1998. *Natural Products Isolation*. Humana Press Inc. New Jersey. 4-5.
- Chang, R. 2005. *Kimia Dasar : Konsep-konsep Inti Jilid I*. Erlangga. Jakarta.
- Christian, G.D. 1994. *Analytical Chemistry; Fourth Edition*. John Willey and Sons Inc. University of Washington.
- Chowdurry, J. Mukherjee,K.M., dan Misra,T.N. 2000. A pH Dependent Surface Enhanced Raman Scattering Study of Hipoxantin. *J Raman Spectroscopy, Anal. Chem.* 427-431.
- Cotton, F.A. dan Wilkinson, G. 1989. *Kimia Anorganik Dasar. Diterjemahkan Oleh Suhati Suharto*. UI Pres. Jakarta.

- Day, R.A., dan Underwood, A.L. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Erlangga. Jakarta.
- Effendy. 2007. *Kimia Koordinasi Jilid I*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Malang.
- Endermoglu, S.B., dan Gucer, S. 2005. Selective Determination of Aluminium Bound with Tannin in Tea Infusion. *Analytical Sciences*. 1005-1008.
- Fajriati, I. dan Endah, E.A. 2010. Penetapan Logam Timbal Secara Spektrofotometri Sinar Tampak. *Makalah Pendamping: Kimia*. 72-76.
- Fardiaz, S. 1992. *Mikrobiologi Pangan I*. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.
- Faust, S.D. dan Aly, O.M. 1981. Chemistry of Natural Waters. *Ann Arbors Science Publishers, inch Michigan*. 399.
- Gandjar, L.G., dan Rohman, A. 2013. *Kimia Farmasi Analisis (Cetakan XI)*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- Grasel, F.S., Ferrao, M.F., dan Wolf, C.R. 2016. Ultraviolet Spectroscopy and Chemometrics for Identification of Vegetable Tannins. *Industrial Crops and Products*. 279-285
- Hagerman, A.E., Rice dan Richard, N.T. 1998. Mechanisms Of Protein Precipitation For Two Tannins, Pentagalloyl Glucose and Apicatechin Catechin (Procyanidin). *Oxford Journal of Agri. Food Chem. England*. 4-8.
- Hagerman, A.E. 2002. *Tannin Chemistry*. Department of Chemistry and Biochemistry Miami University. Miami.
- Harborne, J.B. 1987. *Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan*. ITB. Bandung.
- Harborne, J.B. 1996. *Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisa Tumbuhan. Terbitan Kedua*. ITB. Bandung.

- Harjadi. 1990. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. PT. Gramedia. Jakarta.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metoda dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 119-122.
- Horvart. 1981. *Tannins: Definition*. Animal Science Webmaster. Cornert University.
- Howell, A. B. 2004. *Hydrozable Tannins Extract from Plants Effective at Inhibiting Bacterial Adherence to Surfaces*. United States Patent Application. USA.
- Irianto, K. 2013. *Pencegahan dan Penanggulangan Keracunan Bahan Kimia Berbahaya*. CV Yrama Widya. Bandung.
- Kantasubrata, J. 2008. *Validasi Metode*. Pusat Penelitian LIPI. Bandung.
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Universitas Indonesia Press. Jakarta.
- Kumalawati, R.O. 2016. *Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Bedak Tabur Dengan Variasi Zat Pengoksidasi dan Metode Dekstruksi Basah Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (Skripsi)*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang.
- Kusnopranto, H. 2006. *Toksikologi Lingkungan, Logam Toksik dan Berbahaya*. FKM UI-Press dan Pusat Peneleitian Sumber Daya Manusia dan Lingkungan. Jakarta.
- Kozlowski, T.T., dkk. 1991. *The Physiological Ecology of Woody Plants*. Academic Press Inc. New York.
- Mangunwardoyo, W., Ismaini, L., dan Heruwati, E.S. 2008. Analisis Senyawa Bio Aktif Dari Ekstrak Bui Picung (Pangium edule Reinw.) Segar. *Jurnal Biologi FMIPA Universitas Indonesia*. 259-264.

- Mukono, H.J. 2002. *Pencemaran Udara dan Pengaruhnya Terhadap Gangguan Pernafasan; Cetakan Ketiga*. Airlangga University Press. Surabaya.
- Palar, Heryando. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. PT. Rineka Cipta. Jakarta.
- Rahde, A. F. 1991. Lead Inorganic. *IPCS INCHEM*. 1-24.
- Rahmawati, Hamzah, Baharuddin., dan Nuryanti, S. 2015. Analisis Kadar Timbal (Pb) dalam daging Kerang Bakau (Polimesoda erosa) dan Kerang Darah (Anadara granosa) di Perairan Salule Pasangkayu Sulawesi Barat. *Jurnal Akademik Kimia*. 78-83.
- Rahmadani, T., Sabang, S.M., dan Said, I. 2015. Analisis Kandungan Logam Zn dan Pb Dalam Air Laut Pesisir Pantai Mamboro Kecamatan Palu Utara. *Jurnal Akademik Kimia*. 197-203.
- Risnasari, Iwan. 2002. *Tanin*. Universitas Sumatera Utara. Medan.
- Riyanto. 2009. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*. Deepublish. Yogyakarta.
- Robinson, T. 1995. *Kandungan Senyawa Organik Tumbuhan Tinggi*. Diterjemahkan oleh Prof. Dr. Kosasih Padmawinata. ITB. Bandung.
- Saputra, M.B. 2016. *Pengaruh HNO<sub>3</sub> dan NaOH Pada Analisis Cr(III) Menggunakan Asam Tanat Secara Spektrofotometri Ultraungu-Tampak (Skripsi)*. Universitas Lampung. Lampung.
- Sastrohamidjojo, H. 2001. *Dasar – dasar Spektroskopi*. Liberty .Yogyakarta.
- Shriver, D.F., dan Langford, C. 1990. *Inorganic Chemistry*. Oxford. New York.
- Skoog, D.A. 2004. *Fundamental and Analytical Chemistry Eight Edition*. Brooks/Cole. Kanada.



- Sondakh, S. 2013. Validasi Metode Analisis Logam Berat Pb, Zn, dan Cu dalam Saus Tomat X dari Pasar Tradisional L di Kota Blitar dengan ICPS. *Jurnal Ilmiah Mahasiswa Surabaya*. 1-16.
- Sudarmaji, J.M. dan Corie, I.P. 2006. Toksikologi Logam Berat B3 dan Dampaknya Terhadap Kesehatan. *Bagian Kesehatan Lingkungan FKM Universitas Airlangga*. 129-142.
- Sudiby, Boredede, A.J.J., dan Suprpto. 1988. Pengaruh Vonet dan Cara Pengeringan Terhadap Rendemen dan Kadar Catechin Gambir (*Uncaria Gambir Roxb.*). *Warga Industri*. 28-31.
- Sukardjo. 1992. *Kimia Koordinasi*. Rineka Cipta. Jakarta.
- Sunarya, Y. 2007. *Kimia Umum*. Grafindo. Bandung.
- Supriyanto, R. 2010. Studi Analisis Ion Logam Cr(III) dan Cr(IV) dengan Asam Tanat dari Ekstrak Gambir Secara Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Sains MIPA*. 35-42.
- Tanner, G.J., Abrahams, S., dan Larkin, P.J. 1999. *Biosynthesis of Proanthocyanidins (Condensed Tannins)*. CSIRO Division of Plant Industry. Canberra.
- Thorpe, J. F. dan Whiteley, M.A. 1921. Thorpe's Dictionary of Applied Chemistry. Fourth edition. *Longmans, Green and Co. London*. 434-438.
- Underwood, A.L dan Day, R.A. 1986. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Erlangga. Jakarta.
- Underwood, E.J. dan Shuttle, N.F. 1999. The Mineral Nutrition of Livestock. *CABI Publishing. Third ed. London*. 185-212.
- Widowati, W., Sastiono, A., dan Jusuf, R. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. CV. Andi Offset. Yogyakarta.

Yulianti, S. 2002. *Pengaruh pH terhadap Pembentukan Senyawa Kompleks Kadmium-Xantin*. Universitas Dipenogoro. Semarang.

Zhang, C., Wei, S., dan Hu, C. 2017. Selective Adsorption of Tannic Acid on Calcite and Implications for Separation of Fluorite Minerals. *Journal of Colloid and Interface Science*. School of Mineral Processing and Bioengineering, Central South University. China.