

## KARAKTERISASI KROMIUM (III) ASKORBAT PRODUK INDUSTRI SEBAGAI UPAYA MENDAPATKAN DATA PEMBANDING BAGI PRODUK SINTESIS

**Kun Sri Budiasih**

Juridik Kimia FMIPA UNY

kunsb@uny.ac.id atau ks\_budiasih@yahoo.co.uk

### ABSTRAK

Kromium bervalensi tiga, Cr (III) berguna sebagai mikronutrien yang membantu proses mengaktifkan produksi hormon insulin. Karena sifat ini, kromium (III) dipakai dalam produk nutrisi yang dibuat khusus untuk diabetesi. Beberapa produk memakai kromium pikolinat (Cr Pic), bentuk garam dari asam pikolinat (asam piridin-2- karboksilat). Kromium pikolinat (CrPic) merupakan produk yang tergolong mahal. Ada pula alternatif pemanfaatan Cr (III) yang serupa dengan CrPic, dengan mengganti anion pikolinat dengan anion yang lebih murah, melimpah dan aman untuk dikonsumsi manusia, misalnya askorbat.

Sintesis Kromium (III) askorbat merupakan upaya yang sangat berguna. Produk dari sintesis perlu dikarakterisasi dan dibandingkan dengan suatu data tertentu yang berperan sebagai data pembanding. Data pembanding dapat diperoleh dari suatu tabel data (jika tersedia) atau dengan melakukan karakterisasi terhadap suatu produk standar. Karakterisasi secara kualitatif dan kuantitatif telah dilakukan dengan Spektrofotometer Inframerah (Infra Red Spectrophotometer) dan Spektrofotometer Serapan Atom (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS).

Analisis dengan Spektrofotometer inframerah terhadap sampel memberikan hasil berupa beberapa puncak karakteristik, antara lain puncak yang menunjukkan pemutusan ikatan hidrogen antarmolekul dalam asam askorbat ( $H_2A$ ) bebas, pergeseran puncak stretching  $C=C$  ke arah frekuensi yang lebih rendah (dari  $1670\text{ cm}^{-1}$ ), vibrasi ikatan  $C-O^+$ , vibrasi  $Cr-O$ , vibrasi cincin, dan air yang terkoordinasi. Munculnya serapan pada AAS berhasil menunjukkan adanya kromium dalam produk mineral askorbat ini. Dengan memasukkan data absorbansi pada persamaan  $y = 0,0287x$  (dari kurva standar), diperoleh konsentrasi Cr sebesar  $0.465\text{ ppm}$ .

Kata kunci: kromium (III) pikolinat, kromium (III) askorbat, FTIR

### PENDAHULUAN

Kromium bervalensi tiga, Cr (III) berguna sebagai mikronutrien yang membantu proses mengaktifkan produksi hormon insulin. Karena sifat ini, kromium (III) dipakai dalam produk nutrisi yang dibuat khusus untuk diabetesi. Beberapa produk memakai kromium pikolinat (Cr Pic), bentuk garam dari asam pikolinat (asam piridin-2- karboksilat). Ada pula suplemen yang mengandung Cr(III) klorida, namun kurang direkomendasikan karena absorpsinya di dalam tubuh kurang baik.

#### Permasalahan

Kromium pikolinat (CrPic) merupakan produk yang tergolong mahal. Merujuk pada fungsi penting kromium (III) dalam pembentukan *Glucose Tolerance Factor* bagi penderita *diabetes mellitus* dan keunggulan askorbat dalam mendukung metabolisme tubuh, dapat diidentifikasi masalah sebagai berikut :

1. Sebaiknya garam askorbat tersedia secara luas dan murah. Produk ini akan sangat berguna bagi penderita *diabetes mellitus*, sekaligus bagi orang yang membutuhkan asupan askorbat, tetapi menderita gangguan lambung (maag).
2. Upaya mensintesis kromium (III) askorbat sangat diperlukan untuk menyediakan produk suplemen Cr(III) yang murah dan aman bagi

- penderita *diabetes mellitus* sekaligus bagi penderita gangguan lambung (maag).
3. Rangkaian yang tak terpisahkan dari penggunaan sebuah produk adalah karakterisasi produknya.
  4. Penilaian atas produk tersebut haruslah dibandingkan dengan suatu data tertentu yang berperan sebagai data standar atau data pembanding. Data pembanding dapat diperoleh dari suatu tabel data (jika tersedia) atau dengan melakukan percobaan pendahuluan dengan suatu produk standar. Hal inilah yang perlu dilakukan terhadap kromium (III) askorbat.

#### **Perumusan Masalah**

Bagaimana menyediakan data pembanding untuk karakterisasi kromium (III) askorbat jika terlaksana suatu sintesis ?

#### **Tujuan Penelitian**

Melakukan karakterisasi kromium (III) askorbat produk industri sebagai upaya menyediakan data pembanding bagi kromium (III) askorbat yang akan disintesis, dengan spektrofotometer inframerah (Infra Red Spectrophotometer) dan spektrofotometer serapan atom (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS).

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **1. Kromium sebagai nutrisi**

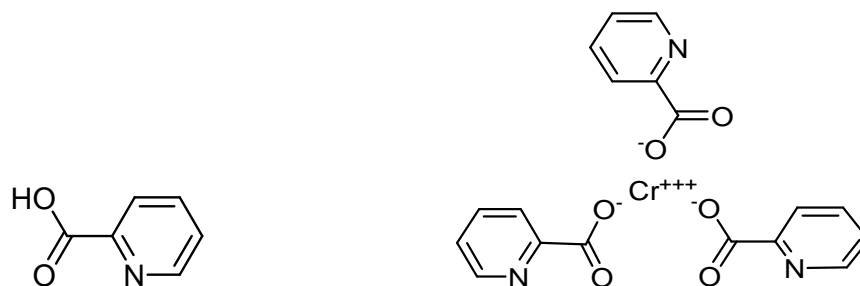
Di dalam tubuh manusia persenyawaan krom dapat berguna atau beracun tergantung spesies dan konsentrasinya. Cr(VI) dikenal sebagai bahan yang bersifat toksik (beracun). Pada penemuan Cr(VI) sebesar 10 mg/kg berat badan menimbulkan nekrosis (kerusakan sebagian sel/jaringan). Masukan krom ke dalam tubuh rata-rata sebesar 0,05 mg per hari dalam makanan dan minuman. Sebagian sisa krom akan dikeluarkan dalam sistem ekskresi.

Cr(III) dalam konsentrasi kecil dapat berguna sebagai mineral mikro (mikronutrien) yang mendukung proses metabolisme tubuh. Unsur ini dapat membantu pembentukan faktor antidiabetogenik yang mendukung aktivitas hormon insulin. Kerja hormon insulin yang tidak efektif menyebabkan munculnya penyakit *diabetes mellitus*.

Sesuai karakternya terhadap metabolisme tubuh manusia, krom yang dimanfaatkan untuk konsumsi manusia adalah spesies trivalen, Cr(III). Dalam tubuh, Cr ditransformasikan menjadi bentuk aktif biologis yang disebut Glucose Tolerance Factor (GTF) yang dikomplekskan dengan asam nikotinat. Kompleks itu memfasilitasi interaksi insulin dengan reseptornya. Aktivitas ini akan memberi kontribusi pada peningkatan efektivitas kerja insulin.

Krom ditambahkan sebagai suplemen pada penderita diabetes mellitus dengan fungsi sebagai pengaktif hormon insulin, umumnya dalam bentuk kromium pikolinat (CrPic). Kromium pikolinat adalah bentuk krom yang saat ini dianggap cocok untuk sistem hidup (bioavailable). Senyawa ini sering digunakan sebagai suplemen diet karena melancarkan pengolahan lemak, menurunkan kadar kolesterol dan membentuk otot. Kromium pikolinat adalah garam kromium dari asam pikolinat (HPic) [HPic = asam pikolinat = asam piridin-2-karboksilat] (Cefalu, 1999).

Struktur asam pikolinat dan kromium pikolinat adalah sebagai berikut:



Asam pikolinat

Kromium pikolinat

Gambar 1. Struktur asam pikolinat dan kromium pikolinat

Penggunaan krom (III) pada pasien diabetes telah banyak dilaporkan. Uji terhadap 29 responden (14 pria, 15 wanita) dilakukan secara random dengan kromium pikolinat (CrPic) 1,0  $\mu\text{g}$  / hari dan kontrol plasebo selama 8 bulan pengujian (Cefalu, 1999). Hasil penelitian menunjukkan kelompok yang mendapatkan kromium pikolinat mengalami peningkatan sensitivitas insulin dibandingkan dengan kelompok kontrol. Tak ada pengaruh dari CrPic terhadap kenaikan berat badan dan distribusi lemak.

## 2. Asam Askorbat dan Garam Askorbat

Asam askorbat, juga dikenal sebagai Vitamin C, berguna untuk pembentukan dan perawatan kolagen, protein yang mendukung struktur tubuh dan berperan dalam pembentukan dan perawatan tulang, gigi, gusi dan pembuluh darah. Vitamin C juga meningkatkan serapan besi dari makanan dari tubuhan dan meningkatkan daya tahan tubuh dari infeksi.

Kebutuhan vitamin C akan meningkat pada saat sakit, sesudah operasi, terluka bakar atau terpapar panas yang berlebihan. Para perokok dan mereka yang bekerja di lingkungan terpolusi karbon monoksida juga memerlukan vitamin C lebih banyak. Sumber vitamin C meliputi buah-buahan seperti jeruk, strobery, nanas, dan jambu biji dan sayuran seperti brokoli, tomat, bayam, kubis, dan kecambah. Vitamin C mudah rusak oleh pemanasan baik oleh pemasakan maupun cahaya (Microsoft® Encarta Encyclopedia, 2004).

Asam askorbat berperan sebagai antioksidan, nutrien yang secara kimia mengikat dan menetralkan kerusakan jaringan yang disebabkan oleh komponen zat yang disebut sebagai radikal bebas. Sebagai antioksidan, vitamin ini dapat mencegah katarak dan kanker pada lambung, mulut dan pankreas. Vitamin C juga mencegah oksidasi kolesterol LDL dan menurunkan risiko penyakit hati. Dengan berbagai fungsinya, vitamin C menjadi penting bagi tubuh kita. Kekurangan vitamin C menyebabkan scurvy, yang muncul sebagai gejala kerusakan kulit dan gigi goyah / mudah tanggal. Asam askorbat juga mencegah pembentukan nitrosamin, senyawa yang membentuk tumor pada hewan percobaan yang telah terbukti di laboratorium.

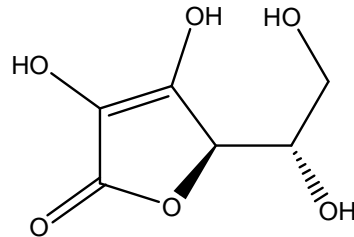
Asam askorbat juga berperan dalam dunia peternakan unggas. Pemberian asam askorbat dan kromium dilaporkan mampu meningkatkan retensi mineral dan nitrogen dalam ayam percobaan. Pemberian ini mampu meningkatkan kemampuan ayam untuk mengatasi stress dingin dan pada gilirannya dapat meningkatkan produksi Hasil terbaik diperoleh pada pemberian kromium pikolinat (400  $\mu\text{g}/\text{kg}$  makanan) dan asam askorbat (250  $\text{mg}/\text{kg}$  makanan) secara bersamaan, dibanding dengan pemberian secara terpisah maupun kelompok kontrol (Sahin & Sahin, 2002).

Standeven (1992) melaporkan aktivitas askorbat sebagai reduktor bagi Cr(VI) dalam paru-paru tikus. Askorbat menghambat terjadinya ikatan antara DNA -Cr yang merupakan gejala awal terjadinya kanker. Sifat reduktor anion

askorbat terhadap Cr (VI) juga dilaporkan oleh Stearns & Wetterhahn (1994) dari penelitian reduksi kalium bikromat oleh natrium askorbat. Stearns et al (1995) juga melaporkan reduksi Cr(VI) di dalam sistem kultur sel binatang oleh askorbat. Penelitian ini berpijak pada kenyataan bahwa Cr(VI) bersifat karsinogen.

Secara kimia, asam askorbat adalah asam organik yang tersusun oleh karbon, hidrogen dan oksigen. Asam askorbat murni berbentuk padatan berwarna putih, dan dapat disintesis dari gula dekstrosa. Struktur asam askorbat adalah sebagai berikut:

Gambar 2. Struktur asam askorbat



asam askorbat

Askorbat juga dapat dikonsumsi sebagai mineral askorbat atau garam askorbat. Dalam bentuk garam, askorbat menjadi berkurang sifat asamnya. Oleh karena itu, mineral askorbat lebih disarankan bagi penderita gangguan lambung karena kelebihan asam (maag). Konsumsi askorbat dan mineral akan memberi sinergi yang baik bagi terpenuhinya kebutuhan tubuh akan mineral. Natrium, kalsium, kalium, magnesium, seng dan kromium adalah ion-ion yang diperlukan tubuh, yang dapat membentuk garam dengan askorbat (Higdon, J., 2007)

## B. KERANGKA BERPIKIR

Dalam penggunaan suatu bahan, perlu diketahui karakter bahan tersebut agar sesuai dengan peruntukannya. Sebagai bahan yang diusulkan untuk penggunaan tertentu, kromium askorbat perlu dianalisis untuk mengetahui karakter fisik dan kimianya. Sifat fisik suatu bahan dapat dilihat dari wujud, warna, tekstur dan sebagainya. Karakterisasi kimia suatu bahan yang mengandung senyawa organik dapat dilakukan dengan spektrofotometri infra merah. Penggunaan instrumen Resonansi Magnetik Inti ( Nuclear Magnetic Resonance, NMR) akan memperjelas posisi gugus fungsi tertentu dan dapat mendukung interpretasi strukturnya.

Spektroskopi Inframerah dari asam askorbat memberikan puncak serapan khas pada bilangan gelombang  $1670\text{ cm}^{-1}$  (vibrasi C=C), dua puncak pada daerah  $1125\text{ cm}^{-1}$  dan  $1115\text{ cm}^{-1}$  serta puncak tajam pada  $1020\text{ cm}^{-1}$ . Ikatan O-H ditunjukkan dengan puncak lebar pada daerah  $3000\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$  (Auterhoff, 1987) Terbentuknya ikatan dengan kromium akan mengurangi / menghilangkan puncak pada daerah O-H, tergantung bagaimana krom terikat.

Karan (2005) melaporkan tentang karakter kromium askorbat, berupa data spektra inframerah (IR) dan resonansi magnetik inti (NMR). Spektra IR menunjukkan karakter khas berupa puncak lebar pada  $2600\text{-}3550\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan pemutusan beberapa ikatan hidrogen antarmolekul yang ada sebelumnya dalam asam askorbat (H2A) bebas. Puncak dari stretching C=C bergeser ke arah frekuensi yang lebih rendah (dari  $1670$  menjadi sekitar  $1609\text{-}1633\text{ cm}^{-1}$ ). Ada puncak lebar pada daerah  $1380\text{ cm}^{-1}$  yang berhubungan dengan vibrasi ikatan C-O<sup>+</sup>. Puncak tajam pada  $1325\text{ cm}^{-1}$  dari ikatan O-H

pada  $H_2A$  menghilang. Vibrasi Cr-O diduga diwakili oleh sejumlah puncak pada daerah  $1000-400\text{ cm}^{-1}$ , yang berhubungan dengan vibrasi cincin, air yang terkoordinasi (menjadi ligan pada bentuk kompleksnya) dan air kristal.

#### METODE PENELITIAN

1. Uji kualitatif sampel kromium (III) askorbat dengan Spektrofotometer Inframerah
2. Pembuatan larutan standar kromium dan diukur konsentrasinya dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Hasil pengukuran digunakan sebagai data pembuatan kurva standar. Kurva standar ini dipakai sebagai pembanding bagi sampel kromium dari kromium (III) askorbat.
3. Analisis konsentrasi Cr dari sampel kromium (III) askorbat produk industri dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

#### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Kromium askorbat yang digunakan dalam penelitian ini adalah produk industri dari *Alacer Corp*, USA dan diperoleh dari distributor *Holland & Barret*. Produk kromium askorbat dalam kondisi murni telah ditelusuri melalui beberapa katalog dan situs internet namun belum berhasil diperoleh.

Data yang diperoleh dari produk yang diteliti adalah sebagai berikut :

Tabel 1. Data fisik kromium (III) askorbat

Bentuk	Serbuk
Warna	Putih kekuningan
Berat produk	5 gram
Konsentrasi Cr (label)	8%

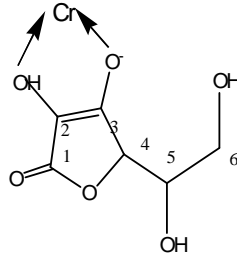
##### a. Penelitian kualitatif dari data Spektra Inframerah (IR)

Analisis dengan Spektrofotometer inframerah terhadap sampel memberikan hasil berupa beberapa puncak karakteristik yang dapat disarikan sebagai berikut:

Tabel 2. Data puncak spektra inframerah

Spektra dari data penelitian ( $\text{cm}^{-1}$ )	Pembanding ( $\text{cm}^{-1}$ ) (Karan, 2005)	Keterangan
2400 – 2500 (lebar)	2600-3550 $\text{cm}^{-1}$ (lebar)	Menunjukkan pemutusan ikatan hidrogen antarmolekul dalam asam askorbat ( $H_2A$ ) bebas
1571,9	1609-1633 $\text{cm}^{-1}$	Pergeseran puncak stretching C=C ke arah frekuensi yang lebih rendah (dari $1670\text{ cm}^{-1}$ )
1355-1400 $\text{cm}^{-1}$ (lebar)	1380 $\text{cm}^{-1}$ (lebar)	vibrasi ikatan C-O <sup>+</sup> .
443-1000 $\text{cm}^{-1}$	1000-400 $\text{cm}^{-1}$	Vibrasi Cr-O, vibrasi cincin, air yang terkoordinasi (menjadi ligan pada bentuk kompleksnya) dan air kristal.

Memperkirakan struktur kromium askorbat berdasarkan data spektra inframerah saja, tentu kurang memadai. Rujukan dari literatur yang melibatkan data tambahan dari spektra NMR dan kromatografi gas - spektrometri massa (GC-MS ) memberikan perkiraan struktur kromium askorbat sebagai berikut (Karan, 2005)

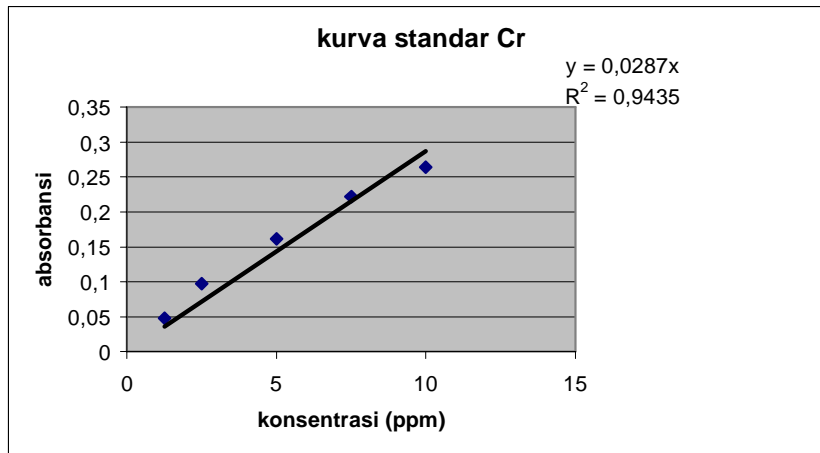


Gambar 3. Perkiraan Struktur Kromium askorbat (Karan, 2005)

Berdasarkan data tersebut, pergeseran puncak inframerah dari sampel mengikuti pola spektra inframerah kromium askorbat yang ditemukan oleh peneliti sebelumnya dan telah mengarah pada data yang diharapkan. Dengan demikian data ini diharapkan dapat memenuhi kriteria sebagai data pembanding, jika proses dilakukan proses sintesis dan memerlukan karakterisasi.

b. Penelitian kuantitatif dari data spektrofotometri serapan atom (AAS)

Kurva standar :



Gambar 4. Kurva Standar

### Perhitungan

Perhitungan konsentrasi Cr dalam sampel dilakukan dengan memasukkan nilai absorbansi (y) ke dalam persamaan garis  $y = 0,0287x$ . Adapun nilai absorbansi sampel adalah sebagai berikut :

Tabel 3. Data Absorbansi Sampel

No / kode	Absorbansi (1)	Absorbansi (2)	Absorbansi (3)	Rata-rata
S	0.013	0.013	0.014	0.0133

Dengan memasukkan data absorbansi pada persamaan  $y = 0,0287x$ , diperoleh konsentrasi Cr = 0,465 ppm. Hasil pengukuran ini cukup berbeda dengan nilai pada label. Perbedaan data kuantitatif ini tidak akan banyak berpengaruh terhadap kebutuhan data pembanding bagi produk sintesis, karena data kuantitatif bagi produk sintesis tergantung pada jumlah bahan baku dalam

proses sintesisnya. Namun demikian, munculnya serapan pada AAS berhasil menunjukkan adanya kromium dalam produk mineral askorbat ini.

c. Pengamatan titik leleh dan analisis NMR tidak dapat dilakukan karena produk yang tersedia tidak dalam keadaan murni.

## **KESIMPULAN DAN SARAN**

### **Kesimpulan**

Hasil penelitian memberikan data spektra inframerah yang menunjukkan adanya pemutusan ikatan hidrogen antarmolekul dalam asam askorbat ( $H_2A$ ) bebas, dan pergeseran puncak stretching C=C ke arah frekuensi yang lebih rendah dibandingkan dengan asam askorbat. Analisis kuantitatif menunjukkan konsentrasi Cr sebesar 0.465 ppm. Data ini menunjukkan adanya kromium askorbat, yang diharapkan dapat menjadi data pembanding bagi produk sintesis. Namun, data akan menjadi lebih kuat jika dilengkapi dengan hasil analisis dengan instrumen lainnya.

### **Saran**

1. Perlu dilakukan karakterisasi terhadap lebih dari satu produk untuk mendapatkan data yang lebih komprehensif tentang kromium askorbat.
2. Perlu penelusuran lebih lanjut terhadap penelitian yang terkait dengan instrumen uji yang lebih teliti dan lengkap.