

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
KROMIUM (III) ASKORBAT
DENGAN METODE REFLUKS
BERATMOSFER NITROGEN**

Kun Sri Budiasih

Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY

LATAR BELAKANG

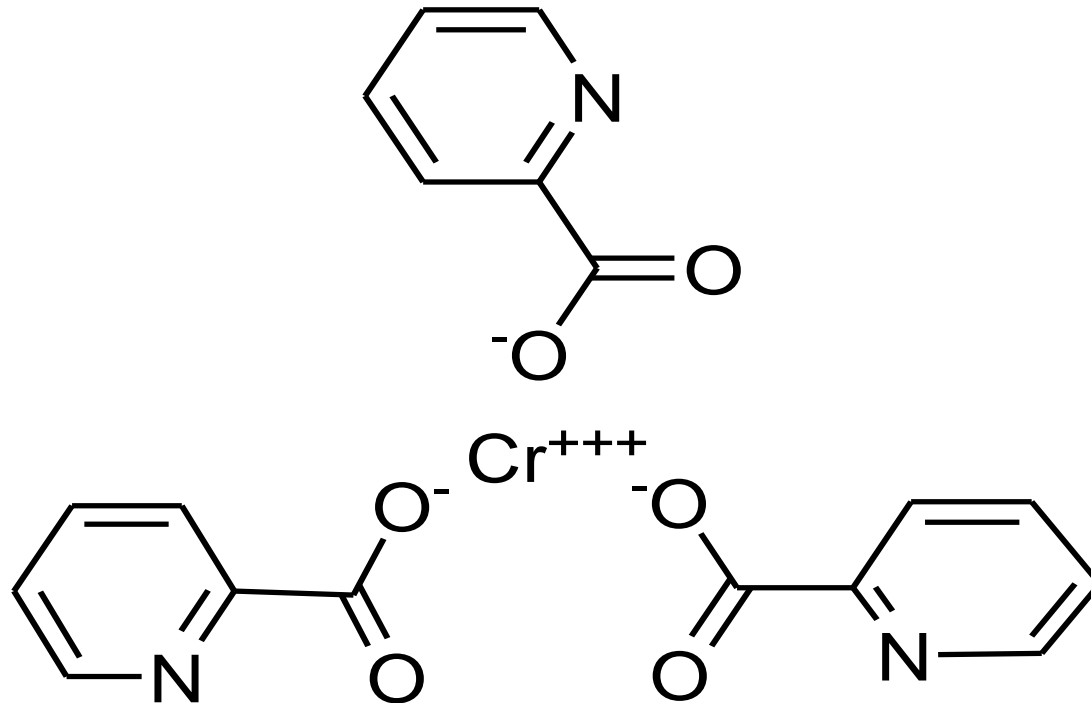
- pentingnya spesies anorganik dalam metabolisme tubuh, termasuk dalam pertumbuhan dan pengobatan penyakit.
- kasus diabetes mellitus : adanya peranan spesies anorganik kromium (III) dalam membantu proses metabolisme glukosa.
- Cr (III) digunakan sebagai mikronutrien bagi bagi penyandang penyakit degeneratif diabetes mellitus.

LATAR BELAKANG

- Pada produk komersial, krom ditambahkan sebagai kromium pikolinat (Cr Pic), sebuah bentuk garam dari asam pikolinat (HPic = asam pikolinat = asam piridin-2-karboksilat).
- Produk CrPic dijual sebagai kapsul atau ditambahkan dalam produk nutrisi seperti susu khusus diabetesl.
- Penelitian terbaru menunjukkan bahwa CrPic dalam metabolismenya melibatkan kerusakan DNA (Yang,2005).
- Ada pula suplemen yang mengandung Cr (III) klorida. Namun demikian CrCl_3 kurang direkomendasikan karena absorpsinya kurang baik.

GAMBAR

- Cr Pic



PERUMUSAN MASALAH

- Perlu dilakukan alternatif pemanfaatan Cr (III) yang serupa dengan CrPic, dengan mensintesis bentuk senyawa kromium yang lain.
- Yang perlu dipertimbangkan adalah kemampuan anion/ligan itu untuk bersenyawa dengan Cr (III), dan aman untuk dikonsumsi manusia (bioavailabel).
- Salah satu pilihan yang potensial adalah ion dari kelompok turunan asam tetronat. Salah satu senyawa turunan asam tetronat adalah asam askorbat. /vitamin C.

Tinjauan Pustaka

- Diabetes mellitus :
- Penyakit degeneratif
- Ciri : kadar gula pasca puasa mencapai 126 mg/dl (7 mmol/dl)
- Gejala : banyak buang air kecil, cepat haus, cepat lapar, lemas.
- Pengurangan berat badan

Tinjauan pustaka

- Diabetesi memerlukan suplemen kromium. Cr (III) berperan sebagai GTF (Glucose tolerance factor. (Vincent 2001)
- Banyak dipakai Cr Pic (kromium pikolinat) = garam kromium dari asam piridin-2-karboksilat]
- Cr Pic dilaporkan memengaruhi kerusakan DNA (Yang 2005)

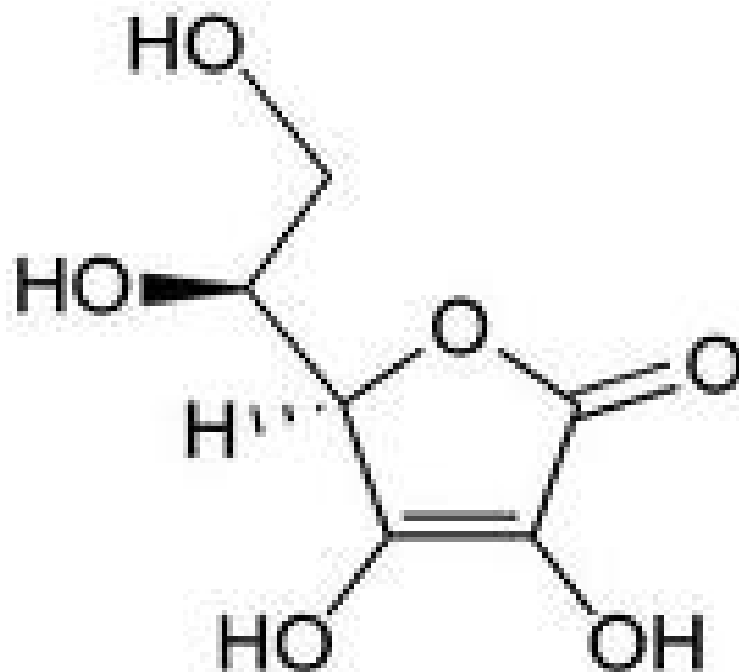
Tinjauan pustaka

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

Tinjauan pustaka

- Sintesis M-askorbat (Co, Zn, Ni) telah dilakukan (Obaleye, 2002)
- Sintesis kromium askorbat harus memperhatikan kemungkinan oksidasi Cr (III) menjadi Cr (VI) (Karan, 2005)

Asam askorbat



Perkiraan reaksi

- $ML_6X_n + 2Asc - 4 ML_2(Asc)_2 + L_4 + nX$

Metode Penelitian

- Sejumlah 20 mL garam Cr(III) nitrat 0.05 M dan 20 ml asam askorbat 0.01 M disiapkan dalam erlenmeyer 25 mL terpisah.
- Alat refluk yang dihubungkan dengan *nitrogen bubbling apparatus* dirangkai.
- 20 mL asam askorbat 0.01 M dimasukkan ke dalam labu leher tiga, kemudian gas N₂ dialirkan secara perlahan selama ± 5menit.
- Larutan kromium nitrat dimasukkan ke dalam labu leher tiga, kemudian gas N₂ dialirkan secara perlahan selama ± 5menit. Larutan NaOH 1 M ditambahkan sampai pH larutan tersebut 8 diukur menggunakan pH meter.
- refluk dengan suhu 50⁰C selama ± 4 jam.

Metode penelitian(2)

- Endapan yang dihasilkan disaring dengan kertas saring, lalu dicuci dengan larutan 80% metanol-20% akuades (v/v),.
- endapan hasil pencucian dikeringkan dalam *vacum desikator*.
- Variasi dilakukan untuk Suhu, waktu refluks dan komposisi Cr : ligan

Hasil Penelitian

- Produk : kristal berwarna hijau
- Spektra IR
- Umum : dibandingkan dgn asam askorbat
- O-H lebih tajam dan bergeser ke kanan daripada asam

- $[\text{Cr}] = 0.4 - 0.8 \text{ ppm}$

Hasil penelitian

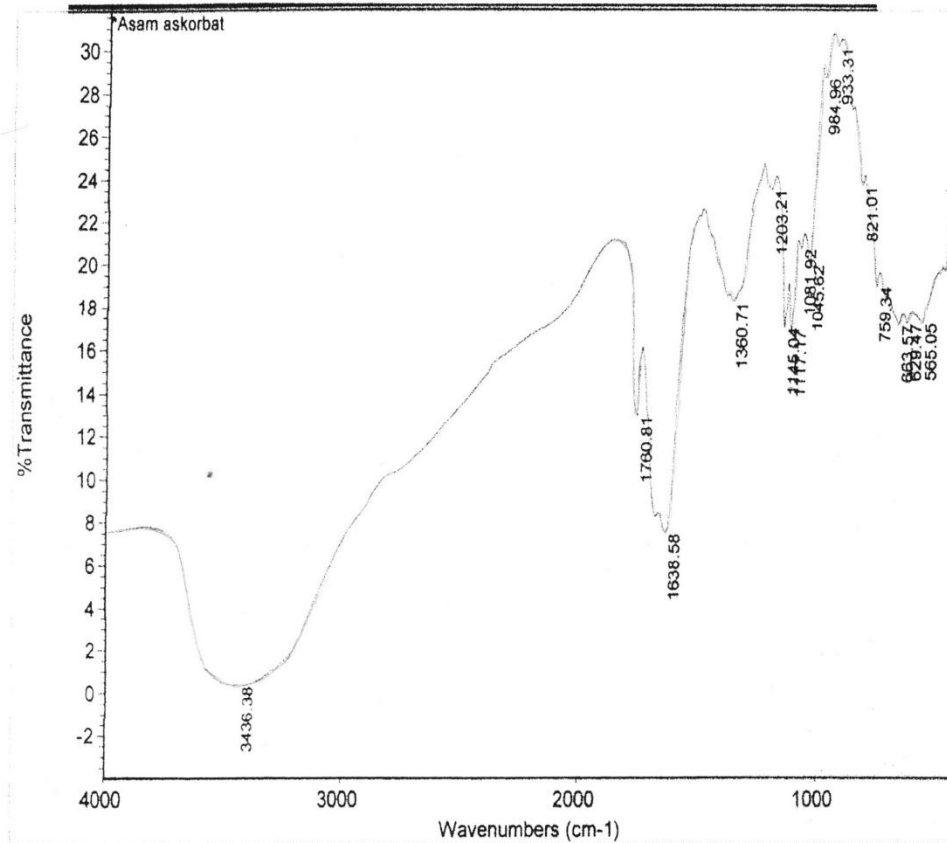
Variabel	variasi	randemen
Mol	1:2	5.58
	1:3	5.64
	1:4	15.095
	2:3	4.84
Suhu (°C)	30-40	3, 73%
	40-50	3.86%
	50-60	4.84%
	60-70	4.32%
Waktu (jam)	2	Tidak berpengaruh
	3	
	4	
	5	

Hasil Penelitian

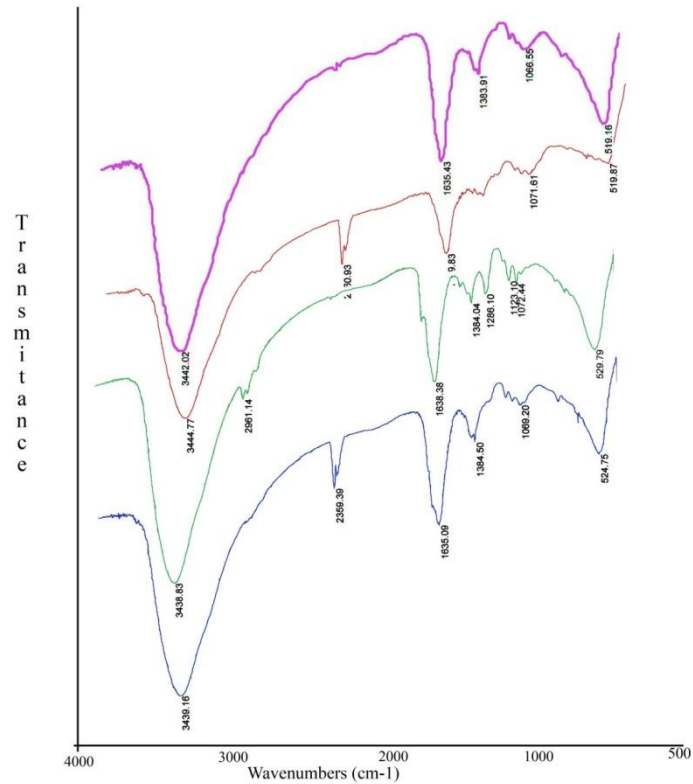
- Pengaruh aliran gas nitrogen:

Hasil dari	Dengan aliran gas nitrogen	Tanpa aliran gas nitrogen
Randemen (%)	0,48	0.41
Tes dengan difenil karbazid	negatif	Positif Cr (CVI)

Pembanding (Asam askorbat)



Hasil Penelitian

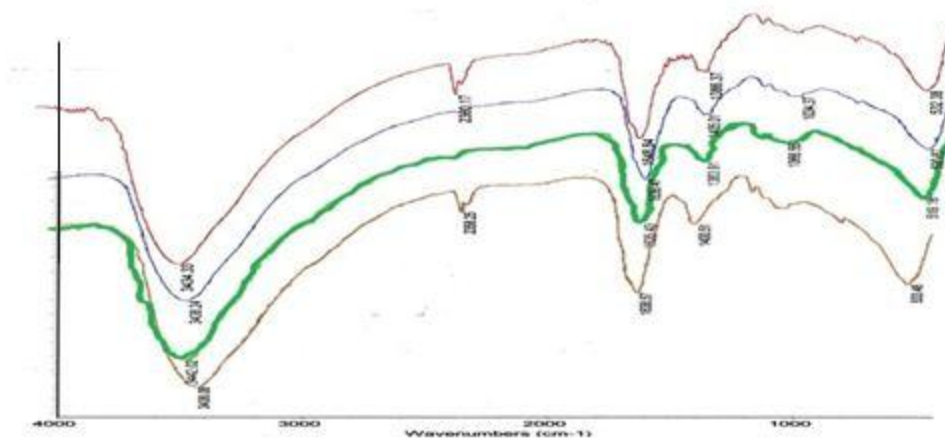


- Spektra kromium(III) askorbat pada perbandingan 2 : 3
- Spektra kromium(III) askorbat pada perbandingan 1 : 2
- Spektra kromium(III) askorbat pada perbandingan 1 : 3
- Spektra kromium(III) askorbat pada perbandingan 1 : 4

Pengaruh mol reaktan

- Pengaruh mol reaktan

Hasil Penelitian



Keterangan :

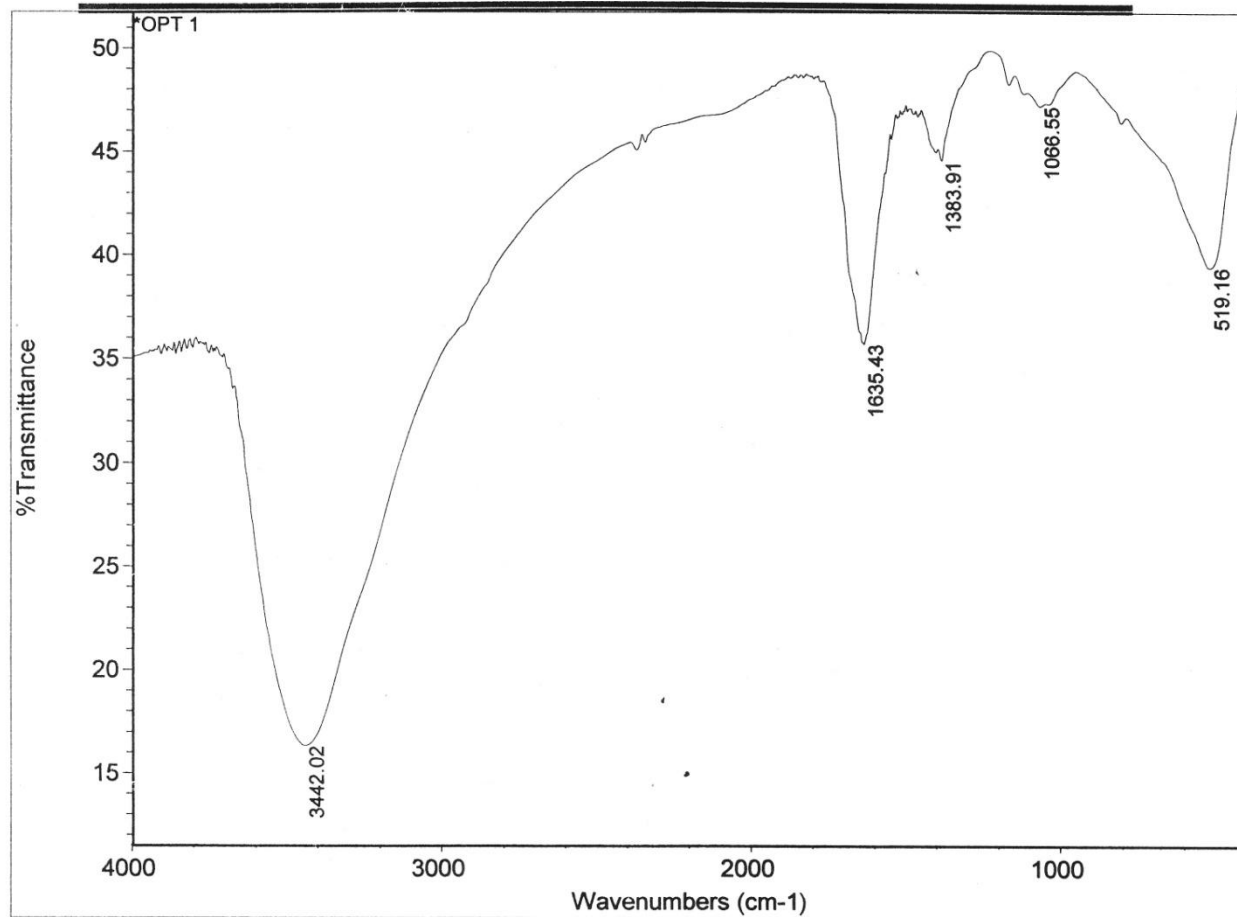
— = variasi suhu 30-40°C

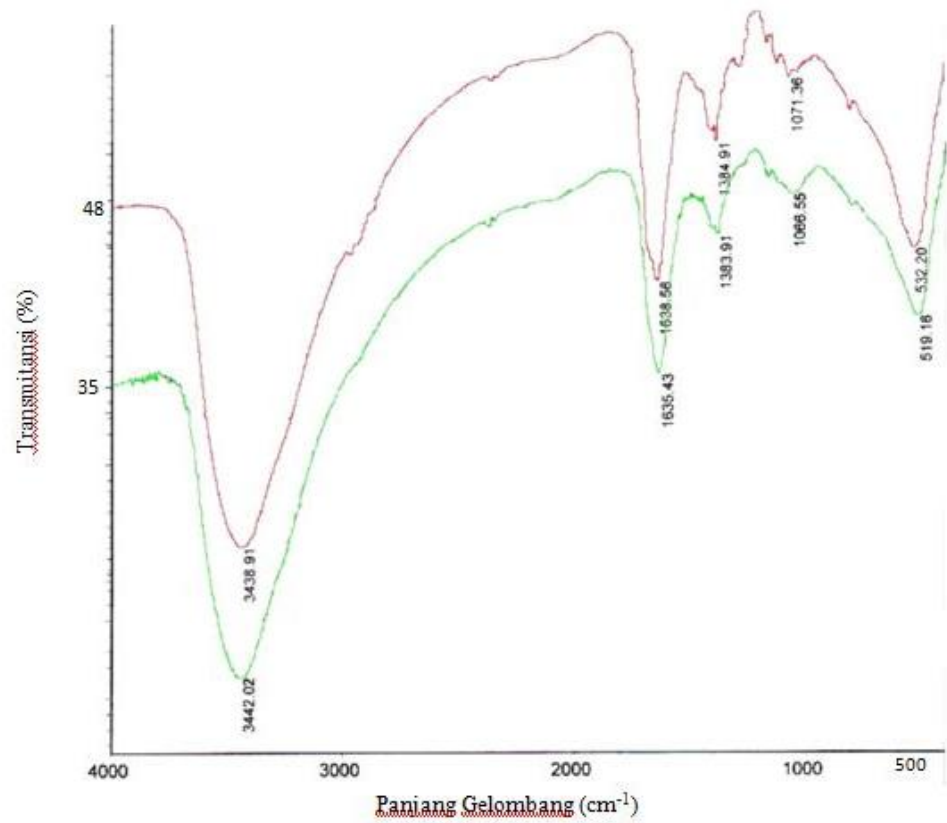
--- = variasi suhu 50-60°C

--- = variasi suhu 40-50°C

--- = variasi suhu 60-70°C

Pengaruh waktu refluks (4 jam)

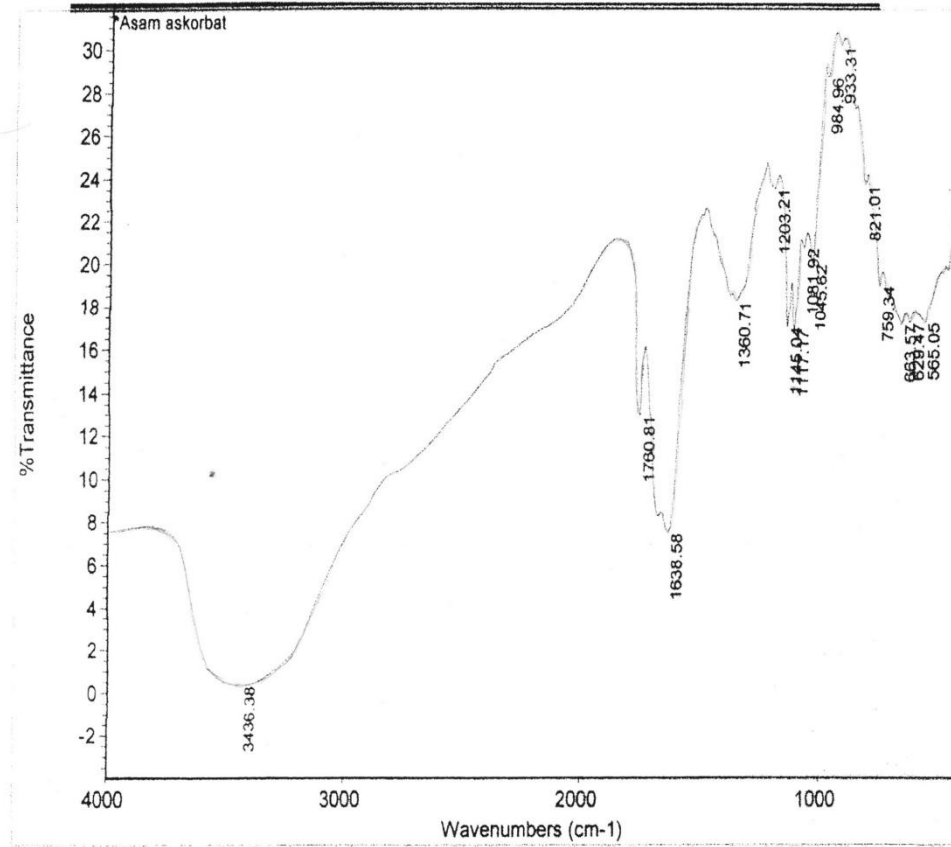




Hujau : aliran

merah : tanpa aliran

Pengaruh aliran gas nitrogen



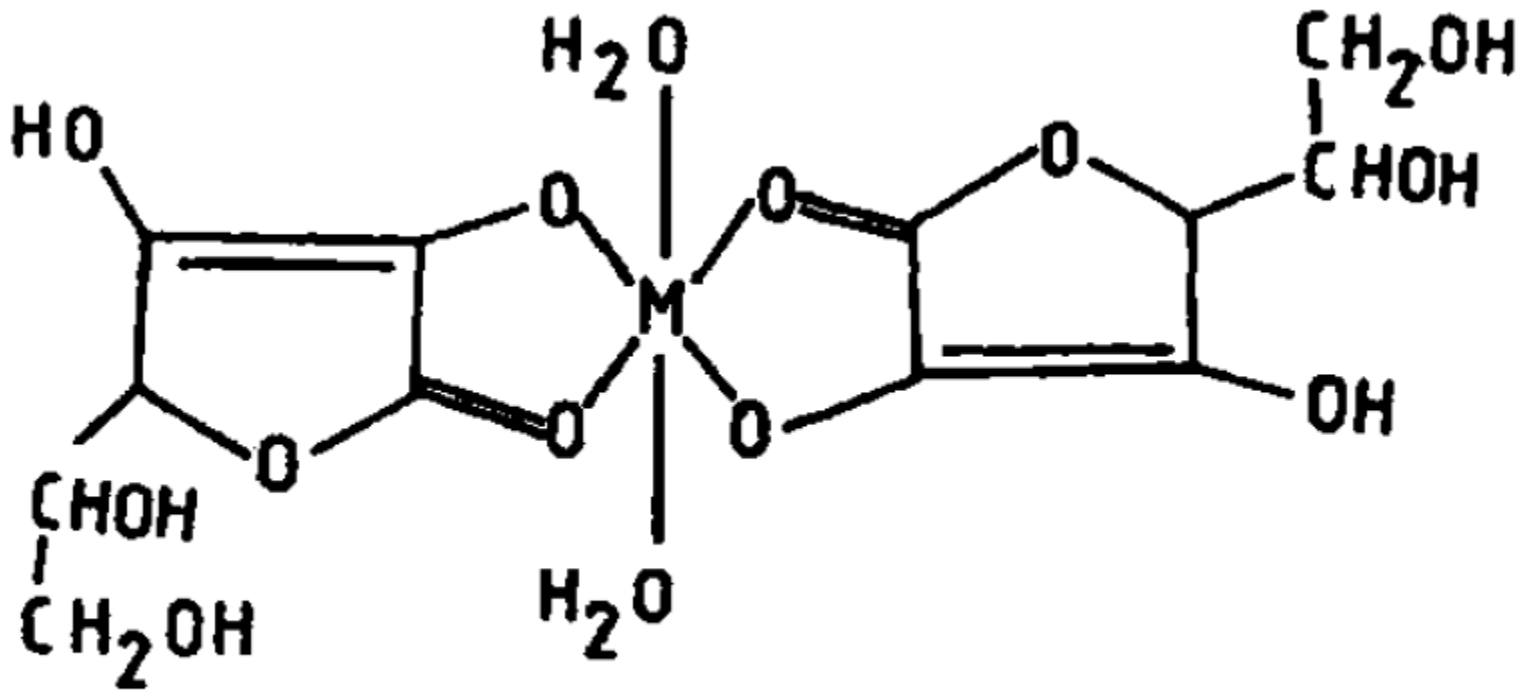
Spektra asam askorbat

Pembanding

Pembahasan

- Terdapat pergeseran beberapa puncak IR dibanding Asam askorbat
- Terjadi perubahan intensitas pada spektra IR
- Struktur Belum dapat ditentukan karena keterbatasan instrumen analisis

Perkiraan struktur (Obaleye, 2002)



Kesimpulan

- Sintesis kromium askorbat dengan metode refluks beraliran gas nitrogen dapat menghasilkan kromium askorbat dengan waktu optimum 4 jam, suhu 50-60oC dengan perbandingan 1:4
- Aliran gas nitrogen berpengaruh terhadap proses sintesis