

Fotolisis Senyawa Parasetamol Yang Berpotensi Dalam Penanganan Limbah Obat

Sandra Tri Juli Fendri, Dedi Nofiandi, Epi Supri Wardi, Aprilia Reza Yuris*

Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia Yayasan Perintis Padang

Detail Artikel

Diterima Redaksi : 13 September 2018

Direvisi : 30 Oktober 2018

Diterbitkan : 31 Oktober 2018

Kata Kunci

Parasetamol, fotolisis; Spektrofotometer UV-Vis; HPLC

Penulis Korespondensi

Sandra Tri Juli Fendri
epi.supriwardi@gmail.com

ABSTRAK

Parasetamol merupakan salah satu obat analgetik dan antipiretik paling populer dan banyak digunakan. Konsentrasi parasetamol dalam air limbah akan naik dengan meningkatnya produksi parasetamol yang menyebabkan meningkat pula jumlah limbahnya. Suatu alternatif dalam menjawab permasalahan tersebut adalah dengan proses pengolahan limbah secara kimia menggunakan metoda fotolisis. Proses pengolahan limbah secara degradasi parasetamol telah dilakukan dengan metoda fotolisis menggunakan lampu UV 10 watt ($\lambda = 253\text{nm}$) dan ($\lambda = 352\text{ nm}$). Analisis hasil degradasi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dan HPLC pada panjang gelombang 256 nm. Pengukuran dengan Spektrofotometer UV-Vis dan HPLC ini menunjukkan penurunan absorban dari senyawa parasetamol setelah didegradasi. Degradasi parasetamol 8 mg/L setelah dilakukan fotolisis selama 180 menit menggunakan lampu UV ($\lambda = 253\text{nm}$) dan gabungan ($\lambda = 253\text{nm}$ dan 352 nm) menghasilkan persentase degradasi berturut-turut sebesar 75,57 % dan 80,53 %. Sedangkan dengan menggunakan lampu UV ($\lambda = 352\text{ nm}$) menghasilkan sedikit peningkatan nilai absorban. Analisis dengan HPLC menunjukkan adanya puncak dari senyawa intermediat larutan parasetamol yang terbentuk selama proses degradasi.

PENDAHULUAN

Beberapa macam limbah obat-obatan telah ditemukan di perairan, termasuk analgetik, antibiotik, dan lain sebagainya. Beberapa penelitian telah menunjukkan bahwa banyak limbah obat-obatan yang tidak diproses selama proses pengolahan air limbah dan sebagai akibatnya limbah tersebut terdeteksi dan terkandung dalam air sungai, danau, dan air tanah (Miege *et al.*, 2009).

Salah satu senyawa obat yang terkandung dalam limbah perairan adalah Parasetamol. Parasetamol merupakan salah satu obat analgetik paling populer dan dijual dalam jumlah besar. Produksi dunia tahunan parasetamol diperkirakan sekitar 145.000 ton (Sebastine & Wakeman, 2003). Konsentrasi parasetamol dalam air limbah akan naik dengan meningkatnya produksi parasetamol. Jika dalam kadar yang banyak akan memberikan efek buruk untuk lingkungan perairan terutama organisme akuatik dan makhluk hidup disekitarnya. Berdasarkan dampak tersebut, maka diperlukan perlakuan terhadap air limbah obat sebelum dibuang agar tidak memberikan dampak terhadap kesehatan makhluk hidup dan lingkungan sekitar.

Berbagai upaya telah dilakukan untuk pengolahan limbah, seperti pengendapan dan metoda lumpur aktif. Namun metoda tersebut memiliki kekurangan, diantaranya diperlukan areal instalasi pengolahan limbah yang relatif luas, proses lumpur aktif berlangsung dalam waktu yang cukup lama, timbulnya limbah baru yang memerlukan proses lanjutan.

Suatu alternatif dalam menjawab permasalahan tersebut adalah dengan proses kombinasi metoda biologis dan proses kimia. Proses kombinasi ini akan menguraikan senyawa organik berbahaya dan menghasilkan limbah baru. Salah satu proses pengolahan limbah secara biologis dan kimia bisa dengan menggunakan metoda biosorpsi dan fotolisis (Vogelpohl & Kim, 2004).

Pada penelitian ini digunakan metoda fotolisis. Fotolisis merupakan suatu proses pemecahan yang dibantu oleh adanya cahaya (UV). Kebanyakan polutan organik dapat dioksidasi menjadi karbondioksida dan air dengan pencahayaan UV (Gunlazuardi, 2001).

Kajian mengenai degradasi parasetamol telah diteliti oleh beberapa peneliti seperti degradasi parasetamol 8 mg/L menggunakan metoda fotolisis dengan penambahan katalis ZnO menunjukkan persentase degradasi sebesar 12,24 % setelah 240 menit (Kaneva et al., 2013), degradasi parasetamol 15 mg/L dan kloramfenikol 8 mg/L secara fotokatalitik menggunakan ZnO sebagai katalis telah memperoleh persentase degradasi berturut-turut sebesar 3 % dan 36,08 % selama 4 jam degradasi (Kaneva et al., 2013).

Berdasarkan hal tersebut, maka akan dilakukan penelitian untuk melihat kemampuan metoda fotolisis dalam mendegradasi senyawa parasetamol. Untuk mendeteksi hasil degradasi digunakan Spektrofotometer UV-Vis dan HPLC.

METODOLOGI PENELITIAN

Pembuatan Larutan NaOH 0,5 N

NaOH ditimbang sebanyak 2 g, setelah itu dilarutkan dalam 100 ml aquadest untuk mendapatkan larutan NaOH 0,5 N.

Pembuatan dan Pengukuran Spektrum Serapan dari Beberapa Variasi Konsentrasi Larutan Parasetamol

Sebanyak 0,1 g parasetamol dilarutkan dalam 100 ml NaOH 0,5 N untuk mendapatkan larutan induk parasetamol 1000 mg/L. Larutan induk parasetamol 1000 mg/L diencerkan menjadi 100 mg/L. Larutan parasetamol 100 mg/L diencerkan menjadi 2, 4, 6, 8, dan 10 mg/L. Kemudian diukur spektrum serapan dari masing-masing larutan dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-400 nm.

Pembuatan Larutan Deret dan Kurva Kalibrasi Parasetamol

Larutan parasetamol 100 mg/L diencerkan menjadi 2, 4, 6, 8, dan 10 mg/L. Kemudian diukur absorbansi dari masing-masing larutan dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 200-400 nm serta kurva kalibrasinya.

Degradasi Parasetamol secara Fotolisis Menggunakan Lampu UV Panjang Gelombang 253nm

Larutan parasetamol 8 mg/L dimasukkan ke dalam 7 buah petridish dengan volume masing-masing 15 ml. Setelah itu masing-masingnya difotolisis dengan memakai lampu UV panjang gelombang 253nm dengan beberapa variasi waktu yaitu 0, 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit. Selanjutnya larutan yang telah difotolisis diukur absorbansinya dengan Spektrofotometer UV-Vis.

Degradasi Parasetamol secara Fotolisis Menggunakan Lampu UV Panjang Gelombang 352 nm

Larutan parasetamol 8 mg/L dimasukkan ke dalam 7 buah petridish dengan volume masing-masing 15 ml. Setelah itu masing-masingnya difotolisis dengan memakai lampu UV panjang gelombang 352 nm dengan beberapa variasi waktu yaitu 0, 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit. Selanjutnya larutan yang telah di fotolisis diukur absorbannya dengan Spektrofotometer UV-Vis.

Degradasi Parasetamol secara Fotolisis Menggunakan Lampu UV Panjang Gelombang 253nm dan 352 nm

Larutan parasetamol 8 mg/L dimasukkan ke dalam 7 buah petridish dengan volume masing-masing 15 ml. Setelah itu masing-masingnya difotolisis dengan memakai lampu UV panjang gelombang 253 nm dan 352 nm dengan beberapa variasi waktu yaitu 0, 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit. Selanjutnya larutan yang telah di fotolisis diukur absorbannya dengan Spektrofotometer UV-Vis.

Pengukuran Spektrum Serapan Parasetamol setelah Degradasi Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Larutan parasetamol 8 mg/L pada waktu awal diukur spektrum serapannya pada panjang gelombang maksimum dengan Spektrofotometer UV-Vis. Setelah itu larutan parasetamol 8 mg/L pada waktu akhir proses pendegradasian secara fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm, 352 nm, dan gabungan diukur spektrum serapannya masing-masing pada panjang gelombang maksimum dengan Spektrofotometer UV-Vis.

Pengolahan Data

Untuk melakukan perhitungan nilai persentase degradasi dari hasil pengukuran spektrum serapan parasetamol digunakan persamaan :

$$\text{Persentase degradasi} = \frac{A_o - A_t}{A_o} \times 100 \%$$

Keterangan :

A_o = absorban awal

A_t = absorban akhir

Pendeteksian Hasil Degradasi Parasetamol Menggunakan HPLC

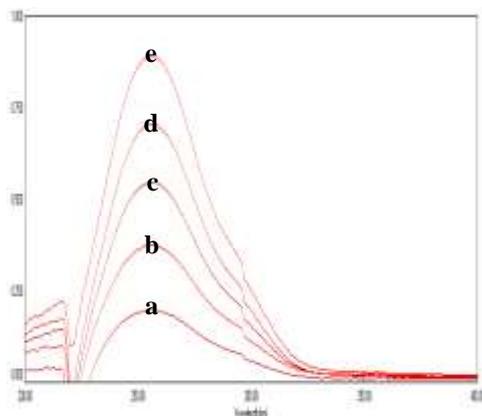
Larutan parasetamol 8 mg/L pada waktu awal dan akhir proses pendegradasian secara fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm, 352 nm, dan gabungan dianalisis menggunakan HPLC dengan kondisi : Fase gerak: metanol : aquabidest (70:30) (v/v), Fase diam: kolom C₁₈ (4,6 mmid x 250 mm), Laju alir : 1,0 ml/menit, Volume injeksi: 20 µL, Detektor : UV pada panjang gelombang 256 nm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Spektrum Serapan Larutan Parasetamol

Larutan parasetamol dibuat dengan variasi konsentrasi 2, 4, 6, 8, dan 10 mg/L dalam pelarut NaOH 0,5 N kemudian dilakukan pengukuran spektrum serapannya dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang antara 200-400 nm. Dari

hasil pengukuran spektrum serapan larutan parasetamol didapatkan puncak serapan maksimum pada panjang gelombang 256 nm sebagai mana terlihat pada Gambar 1.

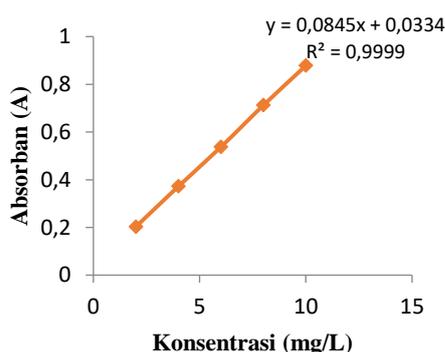


Gambar 1. Spektrum serapan larutan parasetamol dalam pelarut NaOH 0,5 N pada variasi konsentrasi (a) 2 mg/L (b) 4 mg/L (c) 6 mg/L (d) 8 mg/L (e) 10 mg/L

Dari Gambar 1 dapat dilihat pada kelima variasi konsentrasi yang digunakan serapan maksimum larutan parasetamol tetap berada pada panjang gelombang 256 nm. Nilai serapan maksimum dari hasil pengukuran spektrum serapan larutan parasetamol ini hampir mendekati nilai serapan maksimum parasetamol sesuai literatur dimana serapan maksimum parasetamol pada daerah ultraviolet di dalam larutan asam adalah 254 nm dan dalam larutan basa adalah 257 nm (Clarke, 1986).

Kurva Kalibrasi Parasetamol

Dari hasil pengukuran spektrum serapan larutan parasetamol, didapatkan pula nilai absorban dari masing-masing konsentrasi larutan parasetamol. Berdasarkan nilai absorban dari masing-masing konsentrasi larutan parasetamol, maka dapat dibuat kurva kalibrasi standar sebagai mana terlihat pada Gambar 2.

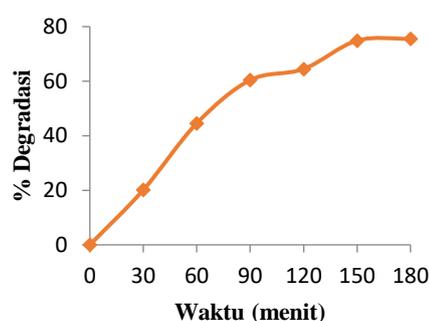


Gambar 2. Kurva kalibrasi standar parasetamol

Persamaan regresinya adalah $Y = 0,0334 + 0,0845X$ dengan nilai $R^2 = 0,9999$. Didapatkan hubungan yang linier antara konsentrasi larutan dengan absorban. Pengukuran absorban dari kelima variasi konsentrasi ini bertujuan untuk melihat nilai absorban yang baik dalam pengukuran dengan Spektrofotometer UV-Vis yang akan digunakan dalam pengerjaan selanjutnya. Maka berdasarkan hasil pengukuran absorban digunakan larutan parasetamol 8 mg/L sebagai larutan yang akan di fotolisis dalam pengerjaan selanjutnya.

Degradasi Parasetamol secara Fotolisis Menggunakan Lampu UV Panjang Gelombang 253nm

Larutan parasetamol 8 mg/L sebanyak 15 ml difotolisis dengan variasi waktu 0, 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm. Pengaruh waktu fotolisis terhadap persentase degradasi parasetamol dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Pengaruh waktu fotolisis terhadap persentase degradasi parasetamol 8 mg/L dengan menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm

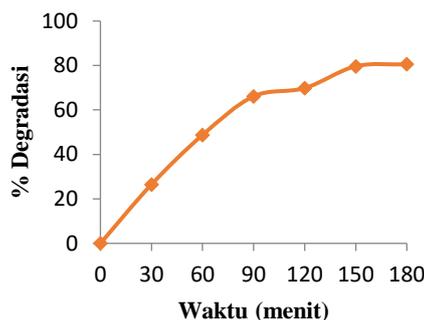
Dari Gambar 3 terlihat bahwa persentase degradasi parasetamol meningkat dengan bertambahnya waktu fotolisis. Semakin lama waktu fotolisis yang digunakan maka akan semakin besar persentase degradasi yang didapatkan. Waktu optimum untuk mendegradasi 15 ml larutan parasetamol 8 mg/L adalah 180 menit dengan persentase degradasi sebanyak 75,57 %.

Degradasi Parasetamol secara Fotolisis Menggunakan Lampu UV Panjang Gelombang 352 nm

Larutan parasetamol 8 mg/L sebanyak 15 ml difotolisis dengan variasi waktu 0, 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit menggunakan lampu UV panjang gelombang 352 nm. Pada fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 352 nm ini ternyata tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap perubahan nilai absorban setelah diukur dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Dimana nilai absorban setelah di fotolisis dengan variasi waktu yang digunakan menghasilkan sedikit peningkatan dari waktu awal. Oleh karena itu hasil yang didapatkan berbanding terbalik dengan hasil yang diharapkan untuk fotolisis larutan parasetamol. Dimana hasil yang diharapkan yaitu semakin lama waktu yang digunakan untuk fotolisis maka semakin kecil pula absorban yang dihasilkan. Sehingga dengan demikian tidak teramati adanya persentase degradasi pada larutan parasetamol setelah di fotolisis dengan menggunakan lampu UV panjang gelombang 352 nm.

Degradasi Parasetamol secara Fotolisis Menggunakan Lampu UV Panjang Gelombang 253 nm dan 352 nm

Larutan parasetamol 8 mg/L sebanyak 15 ml difotolisis dengan variasi waktu 0, 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm dan 352 nm. Pengaruh waktu fotolisis terhadap persentase degradasi parasetamol dapat dilihat pada Gambar 4.

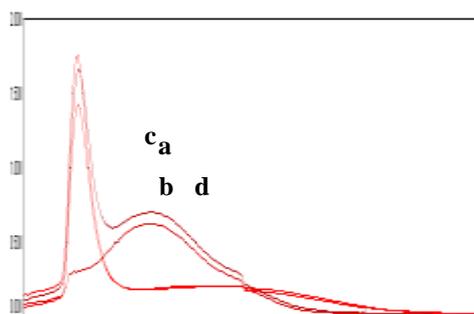


Gambar 4. Pengaruh waktu fotolisis terhadap persentase degradasi parasetamol 8 mg/L dengan menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm dan 352 nm

Dari Gambar 4 terlihat bahwa persentase degradasi parasetamol meningkat dengan bertambahnya waktu fotolisis. Semakin lama waktu fotolisis yang digunakan maka akan semakin besar persentase degradasi yang didapatkan. Persentase degradasi parasetamol dengan menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm dan 352 nm lebih besar bila dibandingkan dengan menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm saja. Pada waktu 180 menit, persentase degradasi parasetamol dengan menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm adalah 75,57 % sedangkan persentase degradasi parasetamol dengan menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm dan 352 nm adalah 80,53 %. Hal ini disebabkan karena nilai absorban pada waktu 0 menit dari fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm dan 352 nm lebih besar jika dibandingkan dengan nilai absorban pada waktu 0 menit dari fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm, sehingga memberikan pengaruh pada perhitungan persentase degradasinya.

Pengukuran Spektrum Serapan Parasetamol setelah Degradasi Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Larutan parasetamol 8 mg/L pada waktu awal (0 menit) dan akhir (180 menit) dari proses pendegradasian secara fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm, 352 nm, dan gabungan diukur spektrum serapannya masing-masing pada panjang gelombang maksimum dengan Spektrofotometer UV-Vis. Hal ini bertujuan untuk membandingkan efektivitas fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm, 352 nm, dan gabungan dalam proses pendegradasian. Hasil pengukuran spektrum serapan larutan parasetamol pada waktu awal (0 menit) dan akhir (180 menit) setelah fotolisis dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Spektrum serapan larutan parasetamol dengan Spektrofotometer UV-Vis (a) pada waktu awal (0 menit) dan pada waktu akhir (180 menit) setelah fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang (b) 253 nm (c) 352 nm (d) 253 nm dan 352 nm (gabungan)

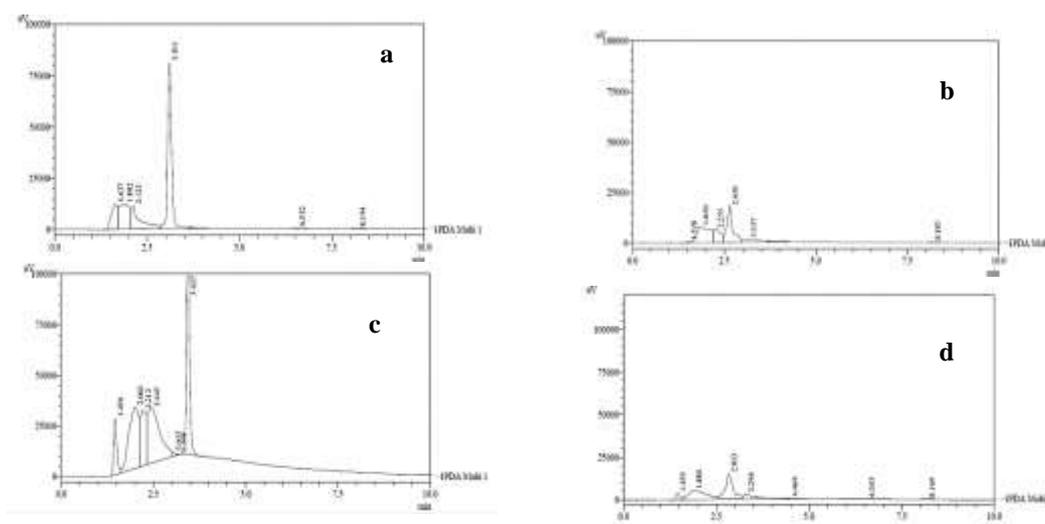
Dari Gambar 5 dapat dilihat penurunan spektrum serapan larutan parasetamol terjadi pada fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm dan gabungan. Hal ini dapat dilihat dari tinggi spektrum serapan larutan parasetamol pada waktu awal (0 menit) lebih tinggi daripada waktu akhir (180 menit) setelah fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm dan gabungan. Dari Gambar 5 juga dapat dilihat peningkatan spektrum serapan larutan parasetamol terjadi pada fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 352 nm. Hal ini dapat dilihat dari tinggi spektrum serapan larutan parasetamol pada waktu awal (0 menit) lebih rendah daripada waktu akhir (180 menit) setelah fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 352 nm. Sehingga didapatkan sedikit peningkatan dari waktu awal. Hal ini berarti fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 352 nm tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap perubahan spektrum serapan setelah diukur dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

Pendeteksian Hasil Degradasi Parasetamol Menggunakan HPLC

Analisis HPLC ini dilakukan pada larutan parasetamol 8 mg/L pada waktu awal dan akhir proses pendegradasian secara fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm, 352 nm, dan gabungan.

Sampel yang diinjeksikan pada alat HPLC sebanyak 20 μ L. Kondisi HPLC yang digunakan yaitu Fase gerak: metanol : aquabidest (70:30) (v/v), Fase diam: kolom C₁₈ (4,6 mmid x 250 mm), Laju alir : 1,0 ml/menit, dan Detektor : UV pada panjang gelombang 256 nm. Sebelum diinjeksikan ke alat HPLC, sampel harus disaring terlebih dahulu dengan membran filter 0,2 μ m, tujuannya untuk memisahkan pengganggu (pengotor) yang masih tertinggal selama proses degradasi.

Hasil pengukuran HPLC larutan parasetamol pada waktu awal (0 menit) dan akhir (180 menit) setelah fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm, 352 nm, dan gabungan dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Hasil pengukuran HPLC larutan parasetamol (a) pada waktu awal (0 menit) dan pada waktu akhir (180 menit) setelah fotolisis menggunakan lampu UV panjang gelombang (b) 253 nm (c) 352 nm (d) 253 nm dan 352 nm (gabungan)

Dari kromatogram yang terdapat pada Gambar 6 dapat dilihat pada kromatogram (a), senyawa parasetamol muncul pada waktu retensi 3,101 menit dan disertai munculnya puncak-puncak baru. Setelah dilakukan fotolisis selama 180 menit menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm, tinggi puncak mengalami penurunan dari puncak larutan parasetamol pada waktu awal dan disertai munculnya puncak-puncak baru seperti yang dapat dilihat pada kromatogram (b). Tetapi setelah dilakukan fotolisis selama 180 menit menggunakan lampu UV panjang gelombang 352 nm, tinggi puncak mengalami peningkatan dari puncak larutan parasetamol pada waktu awal dan disertai munculnya puncak-puncak baru seperti yang dapat dilihat pada kromatogram (c). Dan yang terakhir setelah dilakukan fotolisis selama 180 menit menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm dan 352 nm (gabungan), tinggi puncak mengalami penurunan dari puncak larutan parasetamol pada waktu awal dan disertai munculnya puncak-puncak baru seperti yang dapat dilihat pada kromatogram (d).

Puncak baru yang terbentuk diduga merupakan puncak dari senyawa intermediet larutan parasetamol. Pada penelitian ini, senyawa yang terbentuk setelah degradasi tidak diidentifikasi lebih lanjut.

SIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa parasetamol dapat didegradasi dengan menggunakan metoda fotolisis. Dari analisis dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis didapatkan hasil degradasi larutan parasetamol setelah dilakukan fotolisis selama 180 menit menggunakan lampu UV panjang gelombang 253 nm dan gabungan menghasilkan persentase degradasi berturut-turut sebesar 75,57 % dan 80,53 %. Sedangkan dengan menggunakan lampu UV panjang gelombang 352 nm tidak teramati adanya persentase degradasi. Selanjutnya dari analisis dengan menggunakan HPLC terdapat puncak baru yang merupakan puncak dari senyawa intermediet larutan parasetamol yang terbentuk selama proses degradasi.

SARAN

Disarankan untuk melakukan identifikasi lebih lanjut mengenai senyawa intermediet hasil degradasi larutan parasetamol yang terdeteksi pada HPLC dengan menggunakan HPLC-MS serta pengujian toksisitas dari senyawa intermediet tersebut.

UCAPAN TERIMAKASIH

Riset ini dibiayai melalui hibah Penelitian Dosen Pemula dari DP2M DIKTI pendanaan 2018.

DAFTAR PUSTAKA

- Clarke, E. G. C. (1986). *Isolation and Identification of Drugs* (2nd ed., pp. 234, 465, 538). London: The Pharmaceutical Press.
- Gunlazuardi. (2001). *Fotokatalis pada permukaan TiO₂*, Seminar Nasional Kimia Fisika II. Universitas Indonesia.
- Kaneva, N. V., Bojinova, A. S., Papazova, K., & Dimitrov, D. (2013). *Kinetic Study on the Photocatalytic Oxidation of Paracetamol and Choramphenicol in the Presence ZnO Sol-gel Films Annealed at Different Temperatures*.

- Kaneva, N. V., Krasteva, L. K., Bojinova, A. S., Papazova, K., & Dimitrov, D. (2013). Photocatalytic Oxidation of Paracetamol and Chloramphenicol by ZnO Nanowire. *Bulgarian Chemical Communication*, 45(special issue B), 110–114.
- Miege, C., Choubert, J. M., Ribeiro, L., Eusebe, M., & Coquery, M. (2009). Fate of Pharmaceuticals and Personal Care Products in Wastewater Treatment Plants- Conception of a Database and First Result. *Environmental Pollution*, 157, 1721–1726.
- Sebastine, I. M., & Wakeman, R. J. (2003). Consumption and environmental hazard of pharmaceutical substances in the UK. *Proc. Saf. Environ*, 81, 229–235.
- Vogelpohl, A., & Kim, S. M. (2004). Advanced Oxidation Process (AOPs) in Wastewater Treatment. *J. Ind. Eng. Chem.*, 10(1), 33–40.