

Optimasi Metode Spektrofotometri Untuk Penentuan Kadar Iodida Berdasarkan Pembentukan Kompleks I₂-amilum Menggunakan Oksidator Persulfat

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh:

ASDA'UNA ZAHROTUN NISA'

0910923032



JURUSAN KIMIA

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

MALANG

2013

LEMBAR PENGESAHAN

**Optimasi Metode Spektrofotometri Untuk Penentuan
Kadar Iodida Berdasarkan Pembentukan Kompleks
I₂-amilum Menggunakan Oksidator Persulfat**

oleh:

ASDA'UNA ZAHROTUN NISA'
0910923032

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

DR. Atikah, Apt. M.Sc
NIP. 19570208 198601 2 001

Dr. Hermin Sulistyarti
NIP. 19640529 19802 2 001

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia

Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS

NIP. 19630404 198701 1 001

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Asda'una Zahrotun Nisa'

NIM : 0910923032

Jurusan : Kimia

Penulisan tugas akhir berjudul :

Optimasi Metode Spektrofotometri Untuk Penentuan Kadar Iodida Berdasarkan Pembentukan Kompleks I_2 -amilum Menggunakan Oksidator Persulfat

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Januari 2013

Yang menyatakan,

(Asda'una Zahrotun Nisa')

NIM. 0910923032

Optimasi Metode Spektrofotometri Untuk Penentuan Kadar Iodida Berdasarkan Pembentukan Kompleks I₂-amilum Menggunakan Oksidator Persulfat

ABSTRAK

Penelitian ini mengkaji tentang penentuan kadar iodida menggunakan teknik spektrofotometri sinar tampak dengan menggunakan oksidator persulfat ($S_2O_8^{2-}$) berdasarkan pembentukan I₂-amilum yang berwarna biru yang menyerap pada panjang gelombang 614 nm. Tahapan penelitian ini meliputi: penentuan waktu optimum, variasi konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ dan penentuan range konsentrasi I pengaruh terhadap absorbansi kompleks I₂-amilum. Kompleks I₂-amilum dapat terbentuk dengan mengoksidasi I menggunakan $S_2O_8^{2-}$, kemudian I₂ yang terbentuk direaksikan dengan amilum. Secara spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 614 nm. Kadar iodida terkecil yang dapat diukur dengan menggunakan teknik spektrofotometri sinar tampak adalah 20,3 ppm dengan konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ 300 ppm dan pada waktu 90 menit

Kata kunci: Iodida, kompleks I₂-amilum, persulfat, spektrofotometri

Optimization Of Spectrophotometry Method For Iodide Determination Based On The Formation Of Starch-Iodine With Oxidator Persulfate

ABSTRACT

This study was to examine determination of iodide using persulfate visible spectrophotometry method based on complex formation of blue colour starch-iodine determined at 614 nm wavelengths. Stages of the study include: determining the optimum time, determine the effect of concentration variations persulfate ($S_2O_8^{2-}$) and range concentration iodide (I_2) on the iodine-starch complexes formation. Preparation of starch-iodide complex to do by reacting I with $S_2O_8^{2-}$ as an oxidator and starch as an indicator. The resulting color will be analyzed by visible spectrophotometry at a wavelength of 614 nm . Smallest iodide levels can be measured by spectrophotometric method at concentration of 20,3 ppm and $S_2O_8^{2-}$ 300 ppm and optimum time of 90 minutes.

Key word: Iodide, Iodine-Amylum Complex, Persulfate, Spectrophotometry

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis haturkan kehadirat Allah SWT, karena hanya dengan rahmatNya penulis dapat menyelesaikan tugas akhir yang berjudul **“Optimasi Metode Spektrofotometri Untuk Penentuan Kadar Iodida Berdasarkan Pembentukan Kompleks I₂-amilum Menggunakan Oksidator Persulfat”** sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia, di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.

Penulisan tugas akhir ini tidak lepas dari dukungan dan bantuan berbagai pihak. Oleh sebab itu, penulis memberikan penghargaan dan terima kasih yang sebesar – besarnya kepada:

1. Dr. Atikah, Apt, M.Sc, selaku dosen pembimbing I dan dosen penasehat akademik yang telah banyak meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan, arahan, dukungan, serta nasehat dalam penyelesaian tugas akhir ini.
2. Dr. Hermin Sulistyarti selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan bimbingan, arahan, dukungan, serta nasehat selama masa studi penulis dan dalam penyelesaian tugas akhir ini.
3. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS, selaku Ketua Jurusan Kimia, serta segenap Staf Pengajar dan Karyawan Jurusan Kimia untuk semua perhatian yang telah diberikan pada penulis.
4. Ayah, Ibu, Adik, dan seluruh keluarga yang selalu mendoakan, memberikan dukungan, semangat dan kasih sayang kepada penulis dalam mengerjakan tugas akhir ini.
5. Ridho, Suci, Sita, Putri, Vivi, Bety teman –teman kertoleksono 80 ,serta semua pihak yang telah banyak membantu hingga terselesaikannya tugas akhir ini.

Tugas akhir ini tentunya masih terdapat banyak kesalahan dan kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran demi penyempurnaan tugas akhir ini. Akhirnya, penulis berharap agar tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Januari 2013

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	ix

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Iodida	4
2.2 Reaksi Iodida.....	5
2.3 Kalium Iodida.....	7
2.4 Indikator Amilum	7
2.3 Metode Spektrofotometri.....	8
2.4 Penentuan Kadar Iodida dengan Spektrofotometri.....	9
2.5 Oksidator	12
2.6 Hipotess	14

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	15
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	15
3.2.1 Alat Penelitian.....	15
3.2.2 Bahan Penelitian.....	15
3.3 Tahapan Penelitian	15
3.4 Cara Kerja Penelitian.....	16

3.4.1	Preparasi Larutan.....	16
3.4.1.1.	Preparasi Larutan Induk I	16
3.4.1.2	Preparasi Larutan Induk $S_2O_8^{2-}$	16
3.4.1.3.	Pembuatan Variasi Larutan Baku I	16
3.4.1.4.	Pembuatan Variasi Larutan Induk $S_2O_8^{2-}$	16
3.4.1.5.	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	17
3.4.2	Penentuan Waktu Optimum	17
3.4.3	Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan $S_2O_8^{2-}$	17
3.4.4	Penentuan Range Konsentrasi Larutan I	18

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1	Penentuan Panjang Gelombang Kompleks Iod-amilum.....	19
4.2	Penentuan Waktu Optimum	20
4.2	Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan $S_2O_8^{2-}$	22
4.3	Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan I	23

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1	Kesimpulan.....	26
5.2	Saran	26

DAFTAR PUSTAKA	27
-----------------------------	----

LAMPIRAN	31
-----------------------	----

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Struktur Amilosa..... 7
Gambar 2.2	Struktur Amilopektin..... 8
Gambar 2.3	Diagram Spektrofotometri 9
Gambar 2.4	Kurva Hubungan Antara Konsentrasi dengan Waktu 11
Gambar 4.1.	Spektra Hubungan Panjang Gelombang (nm) Dengan Absorbansi..... 20
Gambar 4.2	Kurva Hubungan Absorbansi dengan Waktu 21
Gambar 4.3	Kurva Hubungan Konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ dengan waktu 23
Gambar 4.4	Kurva Hubungan Konsentrasi I dengan Waktu 24
Gambar D.1	Kurva Hubungan Absorbansi dengan Waktu 44
Gambar D.2	Kurva Hubungan Konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ dengan waktu 45
Gambar D.3	Kurva Hubungan Konsentrasi I dengan Waktu 46

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 2.1	Reaksi KI dengan oksidator	6
Tabel 2.2	Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer	10
Tabel 2.3	Range Nilai Ekstingsi Molar	12
Tabel 2.4	Tabel Potensial Standart	13
Tabel B.1	Penentuan Waktu Optimum	43
Tabel B.2	Pengaruh Variasi Konsentrasi $S_2O_8^{2-}$	44
Tabel B.3	Penentuan Range Konsentrasi I	45



DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran A.	Perhitungan dan Pembuatan Larutan	31
A.1	Perhitungan dan Pembuatan Larutan Γ	31
A.2	Perhitungan dan Pembuatan Larutan $S_2O_8^{2-}$	31
A.3	Pembuatan Larutan Γ	33
A.4	Pembuatan Larutan $S_2O_8^{2-}$	33
A.5	Perhitungan Ekstingsi Molar	36
A.6	Perhitungan Fhitung	39
Lampiran B.	Data Hasil Penelitian.....	41
B.1	Penentuan Waktu Optimum.....	43
B.2	Pengaruh Variasi konsentrasi $S_2O_8^{2-}$	44
B,3	Pengaruh Variasi konsentrasi Γ	45



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Gangguan akibat kekurangan iodium (GAKI) menjadi kendala utama untuk meningkatkan kualitas kesehatan manusia. Kualitas kesehatan penduduk di Indonesia dapat ditentukan dari faktor makanan yang dikonsumsi sehari-hari. Iodium merupakan salah satu unsur penting dalam makanan yang sebagian besar terdapat dalam bentuk senyawa kalium iodida (KI) dan kalium iodat (KIO_3) [1]. Kebutuhan harian iodium orang dewasa telah ditetapkan sekitar 1 sampai 2 μg perkilogram berat badan. Angka kecukupan iodium Amerika Serikat (RDA) tahun 1980 berkisar antara 40 sampai 120 μg untuk anak – anak sampai usia 10 tahun dan 150 μg untuk anak – anak yang lebih tua dan orang dewasa. Suatu tambahan sebanyak 25 μg dan 50 μg dianjurkan selama masa hamil dan menyusui [2]. Oleh karena itu diperlukan suatu metode yang dapat digunakan untuk penentuan kadar iodida.

Penentuan kadar iodida sangat penting karena untuk mengetahui kelainan fungsi kelenjar tiroid sehingga gejala yang timbul akibat GAKI dapat diketahui lebih awal [3]. Kelainan kelenjar tiroid terjadi jika iodida dalam urin berada dalam ambang batas 0,4 ppm iodida [4]. Organ utama yang mengikat iodida adalah kelenjar tiroid yang berfungsi untuk membuat hormon tiroksin dan ginjal akan mengekskresikannya ke dalam urin sebagai ion iodida.

Metode umum yang digunakan untuk penentuan kadar iodida diantaranya metode kromatografi. Metode kromatografi cair kinerja tinggi pasangan ion memiliki keunggulan yaitu dapat menentukan dan memisahkan spesi-spesi iodium yaitu iodat/iodida secara spesifik, cermat dan seksama, tetapi prosedur analisisnya rumit dan peralatannya kurang praktis untuk analisa lapang [5]. Oleh karena itu, dibutuhkan suatu metode alternatif dalam penentuan kadar iodida seperti metode spektrofotometri yang telah ditetapkan oleh WHO sebagai metode baku penentuan kadar iodida yang didasarkan pada terjadinya reaksi reduksi-oksidasi katalisis yang dikembangkan oleh Kolthoff – Sandell. Metode spektrofotometri memiliki keunggulan dalam hal selektivitas dan sensitivitas [6].

A. Black (1967) telah mengembangkan metode spektrofotometri untuk analisa iodida dengan menggunakan oksidator KHSO_5 dan indikator *leuco crystal violet* [7]. Penggunaan indikator *leuco crystal violet* kurang maksimal untuk suatu penelitian karena bahan sulit didapat. Penentuan kadar iodida berdasarkan metode spektrofotometri Kolthoff- Sandell melibatkan Arsenit (As^{3+}). Arsenit bila digunakan sebagai bahan penelitian cukup berbahaya sehingga dibutuhkan pengoksidator lain untuk mengoksidasi iodida[8]. Iodida dapat dioksidasi menjadi I_2 yang membentuk kompleks biru dengan amilum yang bisa digunakan sebagai dasar pembuatan metode analisa iodida. Oksidator yang biasa digunakan untuk mengoksidasi iodida diantaranya permanganat dan persulfat. Permanganat tidak dapat digunakan pada penelitian ini sebagai oksidator karena larutan permanganat memberikan warna ungu, sehingga pada penelitian ini digunakan persulfat sebagai oksidar [6].

Menyimpulkan dari uraian di atas maka pada penelitian ini dilakukan optimasi metode spektrofotometri untuk penentuan kadar iodida, yang didasarkan pada pembentukan I_2 -amilum dengan digunakan persulfat ($\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$) sebagai bahan oksidator. Intensitas warna I_2 -amilum yang terbentuk pada larutan tergantung waktu optimum pengukuran, konsentrasi oksidator yang digunakan, dan konsentrasi iodida yang digunakan, sehingga dalam penelitian ini dilakukan penentuan waktu optimum pengukuran, penentuan panjang gelombang maksimum, variasi konsentrasi oksidator dan variasi konsentrasi iodida untuk mendapatkan range konsentrasi yang dapat diukur dengan menggunakan metode spektrofotometri berdasarkan pembentukan kompleks I_2 -amilum.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian yang telah dikemukakan di atas maka permasalahan yang timbul adalah:

1. Berapakah waktu optimum yang digunakan untuk melakukan pengukuran kadar iodida berdasarkan pembentukan I_2 -amilum dengan menggunakan metode spektrofotometri ?
2. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ terhadap kecepatan pembentukan kompleks I_2 -amilum untuk

- penentuan kadar iodida dengan menggunakan metode spektrofotometri ?
3. Bagaimana range konsentrasi larutan I⁻ pada penentuan kadar iodida dengan menggunakan metode spektrofotometri ?

1.3 Batasan Masalah

1. Konsentrasi awal larutan I⁻ sebesar 203 ppm
2. Spektrofotometer yang digunakan adalah spektronic-20 merk Spectronic Educator Thermo Spectronic

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut

1. Menentukan waktu optimum yang digunakan untuk melakukan pengukuran kadar iodida dengan menggunakan metode spektrofotometri
2. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi larutan S₂O₈²⁻ terhadap kecepatan pembentukan kompleks I₂-amilum yang akan diukur menggunakan metode spektrofotometri
3. Mengetahui range konsentrasi larutan I⁻ pada penentuan kadar iodida dengan menggunakan metode spektrofotometri

1.5 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan penggunaan oksidator S₂O₈²⁻ pada metode spektrofotometri yang didasarkan pada pembentukan I₂-amilum dapat digunakan untuk penentuan kadar iodida akurat menggunakan pereaksi yang mudah didapat dan tidak berbahaya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Iodida

Iodium adalah sejenis mineral yang terdapat di alam, baik di tanah maupun di air, Iodium merupakan zat gizi mikro yang sangat diperlukan untuk pertumbuhan dan perkembangan makhluk hidup, terutama manusia. Bila tanah kekurangan iodium maka semua tanaman (termasuk sayuran dan buah-buahan) yang tumbuh di atasnya juga kekurangan iodium. Ternak yang hidup di daerah tersebut juga akan mengalami kekurangan iodium. Sebagai dampaknya, manusia yang hidup di lingkungan demikian dapat dipastikan juga akan mengalami kekurangan iodium [9]

Keberadaan iodium di alam tidak ditemukan dalam keadaan bebas melainkan ditemukan dalam bentuk persenyawaan, antara lain sebagai kalium iodida dan kalium iodat. Iodida juga didapar di air laut yang terasimilasi dengan rumput laut, senyawa chili mengandung 0,25 natrium iodat (NaIO_3) [10], tanah kaya nitrat (dikenal sebagai kalis, yakni batuan sedimen kalsium karbonat yang keras), air garam dari air laut yang disimpan, dan di dalam air payau dari sumur minyak dan garam. Kalium iodida tidak stabil terutama untuk waktu penyimpanan yang lama [11].

Iodium dalam bentuk iodida ialah bahan dasar yang penting untuk sintesis hormon tiroid [12]. Semua iodium yang masuk ke dalam tubuh baik berasal dari makanan maupun minuman, dalam bentuk kimia yang akan diubah menjadi iodida. Iodida yang akan masuk ke dalam sirkulasi darah yang selanjutnya diikat oleh kelenjar tiroid, dipakai sebagai bahan dasar pembentukan hormon tiroksin (T_3 dan T_4) dan ginjal, yang mengekresikannya ke dalam urin [8]. Kelainan kelenjar tiroid terjadi jika iodida dalam urin berada dalam ambang batas 0,4 ppm iodida [4]. Bila lebih banyak hormon tiroid dalam darah, laju metabolisme meningkat, bila iodin tidak sesuai dengan apa yang dibutuhkan, maka akan memunculkan masalah tubuh yang lain. Iodium dalam alkohol, digunakan sebagai antiseptik luka agar tidak terkena infeksi [13]. Kekurangan iodium dalam tubuh dapat menyebabkan penyakit yang sering disebut dengan Gangguan Akibat Kekurangan Iodium (GAKI).

Gangguan akibat kekurangan iodium (GAKI) menjadi kendala utama untuk meningkatkan kualitas kesehatan manusia. Kualitas kesehatan penduduk di Indonesia dapat ditentukan dari faktor makanan yang dikonsumsi sehari-hari. Diperkirakan 37% penduduk masih dalam resiko berupa kretinisme (hipotiroid konginetal) dengan ciri antara lain keterbelakangan mental. Selain itu GAKI juga menyebabkan terjadinya gondok, dan rendahnya Intelligence Quotient (IQ) [10].

Kelainan akibat GAKI dalam tubuh dapat di deteksi dengan menentukan jumlah iodium dalam urin. Kandungan iodium dalam urin untuk penderita GAKI berat adalah < 2 µg/dL, untuk GAKI moderat 2,0-4,9 µg/dL, dan untuk GAKI ringan yaitu 5,0-9,9 µg/dL [6] [14][15].

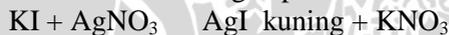
2.2 Reaksi Iodida

Iodida dalam bentuk senyawa kalium iodida dapat bereaksi dengan beberapa senyawa diantaranya sebagai berikut [16] :

1. KI direaksikan dengan Asam Sulfat pekat



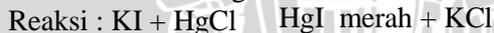
2. KI direaksikan dengan perak nitrat



3. KI direaksikan dengan kupri sulfat



4. KI direaksikan dengan Merkuri Klorida



Iodida dapat membentuk kompleks berwarna jika direaksikan dengan amilum atau kloroform, pemilihan indikator ini tidak terpengaruh oleh naik turunnya bilangan oksidasi atau potensial larutan, melainkan berdasarkan pembentukan kompleks dengan iodium [17].

1. Amilum



Penggunaan Indikator amilum berdasarkan pembentukan kompleks Iod-Amilum yang larut dengan Iodium (I_2) yang berwarna

biru cerah. Mekanisme pewarnaan biru ini karena terbentuknya suatu senyawa dari amilum dan atom iod. Fraksi amilosa-amilum mempunyai bentuk helikal dan dengan itu membentuk celah berbentuk saluran. Dalam saluran itu terdapat suatu rantai iod linear, Warna biru disebabkan oleh ketujuh elektron luar atom Iod yang mudah bergerak. Sehingga terbentuk warna biru.

2. Kloroform

Kloroform digunakan sebagai indikator untuk titrasi Iodometri, berdasarkan fungsi kloroform sebagai pelarut organik yang melarutkan iodium dalam fase organik (fase nonpolar). Melarutnya Iodium dalam kloroform memberi warna violet. Hal ini karena Iodium sukar larut dalam air, larut hanya sekitar 0,0013 mol perliter pada suhu 25° C. Tetapi sangat mudah larut dalam larutan KI karena membentuk Ion TriIodida (I₃⁻) dan dalam kloroform memberikan warna violet.

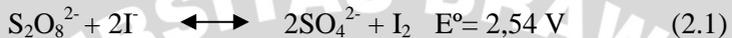
Reaksi iodida juga dapat terjadi dengan beberapa oksidator yang dapat mengoksidasi iodida menjadi iodium diantaranya [9],[17], [18]:

Tabel 2.1 Reaksi KI dengan oksidator

Oksidator	Reaksi
O ₂ diudara	$4 H^+ + 4 I^- + O_2 \rightarrow 2 I_2 + 2 H_2O$
Cu (II)	$2 Cu^{2+} + 4 I^- \rightarrow 2 CuI + I_2$
S ₂ O ₈ ²⁻	$S_2O_8^{2-} + 2I^- \rightarrow 2SO_4^{2-} + I_2$
NO ₂ ⁻	$HNO_2^- + 3I^- + 2H^+ \rightarrow 2NO + I_3^- + 2H_2O$
Cr ₂ O ₃ ²⁻	$Cr_2O_3^{2-} + 6I^- + 14H^+ \rightarrow 3I_2 + 2Cr^{3+} + 7H_2O$
MnO ₂	$MnO_2 + 4H^+ + 2I^- \rightarrow 2Mn^{2+} + 2H_2O + I_2$
Cl ₂	$Cl_2 + I^- \rightarrow 2Cl^- + I_2$

2.3 Kalium Iodida

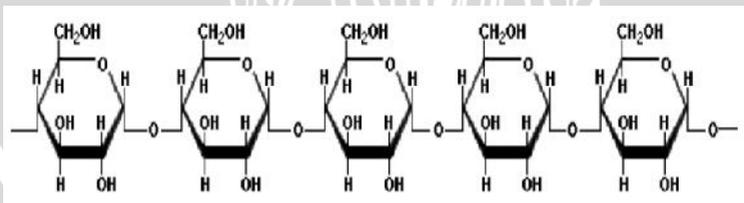
Kalium iodida bersifat higroskopis, berwarna putih, memiliki berat molekul relative sebesar 166 g/mol, mudah larut dalam air terutama air yang mendidih, larut dalam teanol (95%) dan juga gliserol [19]. Kalium iodida tidak stabil terutama untuk waktu penyimpanan yang lama [11]. Kalium iodida dapat terdekomposisi menjadi iodium melibatkan suatu reaksi redoks dengan bantuan suatu oksidator. Reaksi tersebut dapat dilihat pada persamaan 2.1:



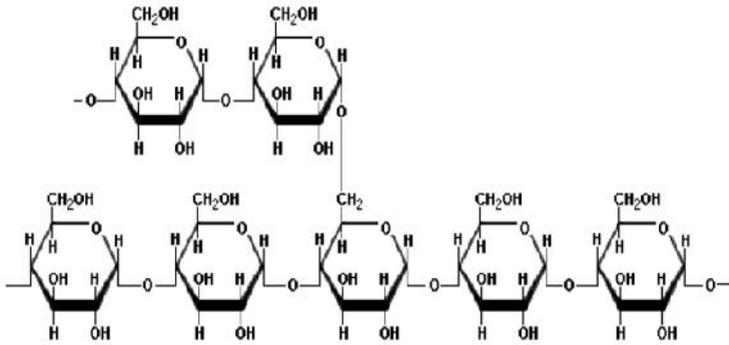
Harga potensial reduksi (E°) 2,54 V persamaan 2.1 menunjukkan bahwa iodida sangat mudah tereduksi menjadi iodium (I_2) oleh suatu zat yang bersifat oksidator seperti ion $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ dan senyawa lain yang memiliki sifat oksidator kuat.

2.4 Indikator Amilum

Indikator amilum tersusun dari senyawa amilosa dan amilopektin. Amilosa merupakan bagian dari amilum yang larut dalam air dan bila direaksikan dengan iodium akan memberikan warna biru sedangkan amilopektin merupakan polisakarida bercabang bagian dari amilum yang terdiri atas molekul-molekul glukosa yang terikat satu sama lain melalui ikatan 1,4-glikosidik dengan percabangan melalui ikatan 1,6-glikosidik pada setiap 20-25 unit molekul glukosa. Amilopektin tidak larut dalam air dan bila direaksikan dengan iodium memberikan warna ungu hingga merah [20]. Struktur dari amilosa dan amilopektin dapat dilihat pada gambar 2.1 dan gambar 2.2 [21].



Gambar 2.1. Struktur amilosa



Gambar 2.2. Struktur amilopektin

Perubahan warna menjadi warna biru tua kompleks amilum karena berikatan dengan iod. Molekul iod diikat pada permukaan beta mylase, yang merupakan suatu konstituen dari amilum. Beta mylase inilah yang membentuk adanya warna biru tua [22].

2.5 Metode Spektrofotometri

Spektrofotometri merupakan suatu metoda analisa yang didasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh suatu lajur larutan berwarna pada panjang gelombang spesifik dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dengan detektor fototube. Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittan atau absorbansi suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Sedangkan pengukuran menggunakan spektrofotometer ini, metoda yang digunakan sering disebut dengan spektrofotometri [23].

Metode spektrofotometri merupakan metode yang sederhana, lebih cepat analisisnya dan sampel yang digunakan dalam jumlah kecil dapat ditentukan dengan metode ini [8]. Metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara energi radiasi elektromagnetik dengan molekul. Interaksi tersebut menyebabkan terjadinya penyerapan energi radiasi elektromagnetik, dimana serapan ini karakteristik atau spesifik untuk setiap molekul tersebut [24].

Spektrofotometer terdiri dari beberapa bagian penting (Gambar 2.1) antara lain sumber cahaya (lampu deuterium atau

lampu tungsten) yang berfungsi memberikan radiasi elektromagnetik pada daerah UV, monokromator berfungsi untuk menguraikan gelombang cahaya menjadi panjang gelombang yang sesuai dan detector yang akan mencatat intensitas cahaya yang ditransmisikan [25].



Gambar 2.3 Diagram Spektrofotometer

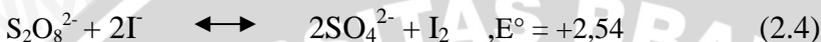
2.4 Penentuan Kadar Iodida dengan Spektrofotometri

Penentuan kadar iodida berdasarkan metode spektrofotometri yang telah dikembangkan A. Black dengan menggunakan oksidator KHSO_5 dan indikator *leuco crystal violet* [7]. Penggunaan indikator *leuco crystal violet* kurang maksimal untuk suatu penelitian karena bahan sulit didapat. Metode spektrofotometri juga telah dikembangkan oleh Kolthoff- Sandell berdasarkan reaksi reduksi katalisis. Pada metode spektrofotometri Kolthoff- Sandell digunakan ion Ce (IV) sebagai bahan oksidator, kemudian digunakan Arsenit (As^{3+}) yang akan mereduksi iodium yang akan menghasilkan warna kuning [8]. Penggunaan Cerium dan arsenit sebagai bahan penelitian cukup berbahaya sehingga dibutuhkan pengoksidator lain untuk mengoksidasi iodida misalnya bisa digunakan permanganat dan persulfat. Pada penelitian ini digunakan bahan oksidator persulfat karena tidak mengganggu jalannya reaksi. Agar terbentuk warna digunakan amilum sebagai indikator yang akan membentuk kompleks dengan iodida membentuk kompleks I_2 -amilum yang berwarna biru

Adapun prinsip metode ini adalah berdasarkan pembentukan kompleks I_2 -amilum dengan menggunakan oksidator persulfat yang didasarkan pada reaksi reduksi-oksidasi reaksi. Reaksi reduksi dan oksidasi terjadi antara ion iodida (I^-) dengan oksidator persulfat

($S_2O_8^{2-}$), dimana akan terjadi reaksi oksidasi dari iodida menghasilkan iodium.

Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan 2.2, 2.3, dan 2.4 [26].



Setelah terbentuk iodium (I_2) ditambahkan amilum sebagai indikator yang akan membentuk senyawa kompleks Iod-amilum. Kompleks I_2 -amilum apabila telah terbentuk akan ditandai dengan terbentuknya warna biru. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan 2.5.



Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi untuk mengetahui kadar iodida yang terdapat dalam larutan tersebut. Pada pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang warna biru yang sesuai dengan tabel 2.2 [33].

Tabel 2.2 Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer

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

Analisa kuantitatif pada penelitian ini didasarkan pada hukum Lambert-Beer yang menyatakan hubungan antara serapan, tebal cuplikan dan konsentrasi yang dinyatakan dalam persamaan 2.6 [27].

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c = \log I_0/I_t = \log 1/T = -\log T \quad (2.6)$$

Dimana I_0 = Intensitas cahaya yang masuk

I_t = Intensitas cahaya yang ditransmisikan

T = Transmittansi

ϵ = absorpsivitas molar ($\text{mol L}^{-1} \text{cm}^{-1}$)

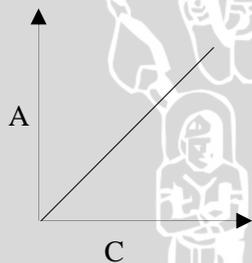
b = tebal kuvet (cm)

c = konsentrasi (mol L^{-1})

A = absorbansi

Secara teori terdapat hubungan linier antara serapan terhadap konsentrasi apabila pengukuran serapan beberapa larutan standar pada konsentrasi tertentu, maka dibuat kurva hubungan antara absorbansi versus konsentrasi [34].

Kurva hubungan antara absorbansi (A) dan konsentrasi (C) terlihat pada Gambar 2.2 [28].



Gambar 2.4 Kurva hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi

Dari kurva hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi dapat pula ditentukan nilai ekstingsi molar. Berikut rincian harga terhadap puncak grafik

Tabel 2.3 Range nilai ekstingsi molar

Ekstingsi molar (Mcm^{-1})	Keterangan
1 – 10	Sangat lemah
10 – 100	Lemah
100 – 1000	Sedang
1000 – 10000	Kuat
10000 – 1000000	Sangat kuat

Dari tabel tersebut dapat ditarik kesimpulan bahwa semakin tinggi nilai ekstingsi molar yang diperoleh dalam suatu penelitian maka tingkat sensitivitasnya kan semakin baik.

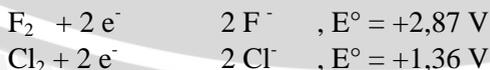
Dalam hukum Lambert-Beer hal yang harus diperhatikan [22] :

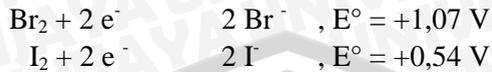
1. Radiasi yang masuk harus monokromatis
2. Spesies penyerap yang satu dengan yang lain tidak saling mempengaruhi pada proses penyerapan
3. Penyerapan terjadi pada volume dan luas penampang yang sama
4. Larutan harus jernih

2.5 Oksidator

Oksidator yaitu zat yang dapat menyebabkan zat lain mengalami oksidasi sehingga dirinya sendiri akan mengalami reduksi [29]. Umumnya unsur-unsur nonlogam merupakan oksidator yang baik karena memiliki keelektronegatifan tinggi sehingga mudah menangkap atau menarik elektron kearah dirinya. Walaupun demikian tidak selalu digunakan unsur dalam semua reaksi kimia.

Iodida termasuk dalam golongan unsur halogen, dimana dalam satu golongan dari atas ke bawah iodida merupakan unsur yang lebih mudah mengalami oksidasi dibandingkan dengan unsur-unsur halogen lain. Hal ini didasarkan pada nilai potensial reduksi dalam satu golongan dari atas kebawah semakin kecil. Berikut merupakan nilai potensila reduksi dari golongan unsur halogen [30]:





Dari data diatas dapat dilihat bahwa nilai potensial iodida terkecil dalam satu golongan sehingga mudah teroksidasi jika direaksikan dengan oksidator kuat.

Larutan yang biasa digunakan sebagai oksidator adalah ion permanganat (MnO_4^-), ion kromat (CrO_4^{2-}), ion kromat ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$). Ketiga zat tersebut merupakan oksidator yang kuat dan mudah melepas oksigen sehingga penanganannya perlu berhati-hati [19]. Ion permanganat berwarna ungu demikian pula larutan yang mengandung ion permanganat. Warna tersebut merupakan ciri khas dari ion permanganat. Biasanya dalam laboratorium ion permanganat diperoleh dari garam kalium permanganat (KMnO_4). KMnO_4 merupakan suatu kristal berwarna hitam keunguan [32]. Suatu oksidator dapat dikatakan oksidator kuat ditinjau dari nilai potensial reduksinya, semakin besar nilai potensial reduksi yang dimiliki oleh suatu senyawa maka akan semakin kuat senyawa tersebut mengoksidasi (mengalami reduksi) senyawa yang memiliki nilai potensial rendah. Berikut merupakan data potensial reduksi dari beberapa oksidator yang dapat mengoksidasi iodida menjadi iodium [33]

Tabel 2.4 Tabel Potensial Standart

Oksidator	Reaksi	E° (V)
NO_3^-	$\text{NO}_3^- + 3\text{H}^+ + 2e^- \rightarrow \text{HNO}_2 + \text{H}_2\text{O}$	+ 0,94
Ce^{4+}	$\text{Ce}^{4+} + e^- \rightarrow \text{Ce}^{3+}$	+ 1,44
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 6 e^- \rightarrow 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$	+1,33
IO_3^-	$\text{IO}_3^- + 6\text{H}^+ + 5e^- \rightarrow \frac{1}{2} \text{I}_{2(\text{aq})} + 3\text{H}_2\text{O}$	+1,178
MnO_4^-	$\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5e^- \rightarrow \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$	+1,51
$\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$	$\text{S}_2\text{O}_8^{2-} + 2e^- \rightarrow 2\text{SO}_4^{2-}$	+2,01

Keberhasilan pembentukan iodida bebas tergantung pada oksidator [30]. Oksidator yang dapat digunakan yaitu persulfat,

permanganat, arsenit, cerium Pada penelitian ini digunakan kalium persulfat. Penggunaan kalium persulfat sebagai oskidator sangat dianjurkan namun harus dilakukan pada konsentrasi iodida yang tinggi agar reaksi tidak berjalan lambat. Penggunaan oksidator seperti kalium kromat, hidrogen peroksida, natrium hipoklorit, serta kalium persulfat pernah dilakukan namun belum diperoleh keterangan oksidator yang terbaik untuk mengubah iodida menjadi iodium [30] .

2.6 Hipotesis

Hipotesis yang diajukan dalam penelitian ini adalah :

1. Waktu pengukuran yang optimum dapat meberikan hasil pengukuran yang maksimal
2. Adanya pengaruh penambahan konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ yang digunakan sebagai bahan oksidator dalam penentuan kadar iodida berdasarkan pembentukan kompleks I_2 -amilum dengan menggunakan metode spektrofotometri
3. Waktu pembentukan kompleks Iod-amilum berpengaruh terhadap penentuan kadar iodida dengan menggunakan metode spektrofotometri

BAB III

METODOLOGI

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang. Penelitian dilaksanakan pada bulan 24 September 2012 – 24 November 2012.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

Peralatan yang dibutuhkan dalam penelitian ini antara lain : neraca analitik merk Adventrer Model AR 2130, gelas kimia, labu ukur, spatula, pipet tetes, pipet ukur, pipet volume, kaca arloji, botol semprot, bola hisap, dan spektronik 20 merk (Spectronic Educator Thermo Spectronic), dan peralatan gelas yang umum digunakan dalam laboratorium.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan adalah kalium iodida (Merck), kalium persulfat (Merck), indikator amilum 1%, aquadem.

3.3 Tahapan Penelitian

Metode penelitian yang dilakukan adalah metode percobaan di laboratorium berdasarkan prinsip spektrofotometri. Penelitian dilakukan dengan pembentukan kompleks I_2 -amilum yang ditandai dengan terbentuknya warna biru dengan menggunakan bahan oksidator $S_2O_8^{2-}$. Tahapan penelitian ini antara lain:

1. Preparasi larutan

- Pembuatan larutan induk I 203 ppm
- Pembuatan larutan induk $S_2O_8^{2-}$ 1000 ppm
- Pembuatan larutan $S_2O_8^{2-}$ dengan berbagai variasi konsentrasi 100, 200, 300, 400, 500 ppm
- Pembuatan larutan baku I
- Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Iod-amilum.

2. Penentuan waktu optimum
3. Pengaruh variasi konsentrasi larutan $S_2O_8^{2-}$
4. Penentuan range konsentrasi larutan I terhadap pembentukan kompleks I_2 -amilum

3.4 Cara Kerja Penelitian

3.4.1 Preparasi Larutan

3.4.1.1 Preparasi Larutan Induk I 203 ppm

Larutan I 203 ppm dibuat dari padatan kalium iodida yang dikeringkan terlebih dahulu pada suhu 50°C selama 2 jam dalam oven, setelah itu KI didiamkan dalam desikator selama 30 menit. Padatan KI dengan BM = 166 g/mol dan Ar I = 127 g/mol ditimbang sebanyak 0,2656 gram dan dilarutkan dengan akuadem dalam beaker glass. Kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif dan ditambah akuadem hingga tanda batas.

3.4.1.2 Preparasi Larutan Induk $S_2O_8^{2-}$ 1000 ppm

Larutan $S_2O_8^{2-}$ 1000 ppm dibuat dari pelarutan padatan $K_2S_2O_8^{2-}$ dengan BM $K_2S_2O_8^{2-} = 270$ g/mol ditimbang sebanyak 0,1404 gram dan dilarutkan dalam beaker glass. Kemudian dipindahkan ke labu ukur 100 ml secara kuantitatif dan ditambah akuadem hingga tanda batas

3.4.1.3 Pembuatan Larutan Baku I

Larutan I 203 ppm dipipet sebanyak 1 mL ke labu ukur 10 ml. Kemudian ditambah akuadem hingga tanda batas secara kuantitatif. Larutan dikocok hingga homogen. Pembuatan larutan I dilakukan pada berbagai konsentrasi diantaranya 20,3 ppm, 40,6 ppm, 60,9 ppm, 81,2 ppm, dan 101,5 ppm dibuat dengan prosedur yang sama dipipet dari larutan I 203 ppm hanya saja pemipetan berurut mulai dari 2 ml untuk larutan I 40,6 ppm hingga 5 ml untuk larutan I 101,5 ppm.

3.4.1.4 Pembuatan Larutan $S_2O_8^{2-}$ 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm

Larutan $S_2O_8^{2-}$ 100 ppm dibuat dari larutan $S_2O_8^{2-}$ 1000 ppm. Larutan $S_2O_8^{2-}$ 1000 ppm dipipet sebanyak 1 mL ke labu ukur 10 ml. Kemudian ditambah akuadem hingga tanda batas secara kuantitatif.

Larutan dikocok hingga homogen. Pembuatan larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, dan 500 ppm dibuat dengan prosedur yang sama dipipet dari larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 1000 ppm hanya saja pemipetan berurut mulai dari 2 ml untuk larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 200 ppm hingga 5 ml untuk larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 500 ppm.

3.4.1.5 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Iod-amilum

Larutan I 203 ppm dipipet 1 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 10 mL, ditambah larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 1000 ppm sebanyak 1 mL, dan ditambah indikator amilum 1 mL. Selanjutnya ditambah akuades hingga tanda batas. Dan dikocok hingga homogen. Kemudian larutan yang terbentuk didiamkan hingga terbentuk warna biru. Kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 400 nm sampai 750 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh dari nilai absorbansi tertinggi dapat digunakan selama penelitian.

3.4.2 Penentuan Waktu Optimum

1 ml larutan I 203 ppm direaksikan dengan 1 ml larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 1000 ppm dimasukkan dalam labu ukur 10 ml, ditambah amilum 1%, selanjutnya ditanda bataskan dengan akuadem, dikocok, dan didiamkan hingga terbentuk warna biru. Setelah terbentuk warna dilakukan pengukuran dengan range waktu 5 menit untuk menit ke 1 hingga menit ke 60 dan range waktu 10 menit untuk menit ke 60 hingga menit ke 120. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektronic-20 pada panjang gelombang 614 nm. Hasil pengukuran kemudian dibuat grafik hubungan antara nilai absorbansi dengan waktu.

3.4.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$

Dipipet 1 ml larutan I 203 ppm direaksikan dengan larutan 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml dan 5 ml larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 1000 ppm pada labu ukur 10 ml yang berbeda. Kemudian ditambah amilum 1%, ditanda bataskan dengan akuadem dan didiamkan hingga terbentuk warna biru. Setelah terbentuk warna dilakukan pengukuran dengan menggunakan spektronic-20 pada panjang gelombang 614 nm hingga diperoleh nilai absorbansi. Dari pemipetan pada larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 1000

ppm diperoleh variasi konsentrasi sebesar 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm. Kemudian dibuat grafik hubungan antara nilai absorbansi dan konsentrasi.

3.4.4 Penentuan Range Konsentrasi Larutan I

Dipipet 1ml larutan $S_2O_8^{2-}$ 1000 ppm direaksikan dengan larutan 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml dan 5 ml larutan I 203 ppm pada labu ukur 10 ml yang berbeda. Kemudian ditambah amilum 1%, ditanda bataskan dengan akuadem, dikocok, dan didiamkan hingga terbentuk warna biru Setelah terbentuk warna dilakukan pengukuran dengan menggunakan spektronic-20 pada panjang gelombang 614 nm hingga diperoleh nilai absorbansi. Dari pipetan pada larutan I 203 ppm diperoleh variasi konsentrasi sebesar 20,3 ppm, 40,6 ppm, 60,9 ppm, 81,2 ppm, 101,5 ppm. Kemudian dibuat grafik hubungan antara nilai absorbansi dan konsentrasi.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

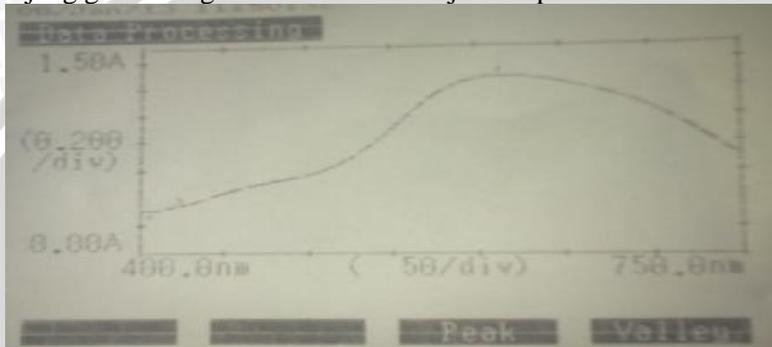
Metode standart yang sering digunakan untuk analisa kadar iodida adalah metode spektrofotometri. Penggunaan metode ini membutuhkan suatu bahan oksidator untum mengoksidasi iodida menjadi iodium dan tak jarang juga membutuhkan suatu indikator agar terbentuk kompleks berwarna. A. Black (1967) telah mengembangkan metode spektrofotometri untuk analisa iodida dengan menggunakan oksidator KHSO_5 dan indikator *leuco crystal violet*. Penggunaan indikator *leuco crystal violet* kurang maksimal untuk suatu penelitian karena bahan sulit didapat. Metode spektrofotometri juga telah dikembangkan oleh Kolthoff- Sandell berdasarkan reaksi reduksi katalisis. Pada metode sepektrofotometri Kolthoff- Sandell digunakan ion Ce (IV) sebagai bahan oksidator, kemudian digunakan Arsenit (As^{3+}) yang akan mereduksi iodium yang akan menghasilkan warna kuning. Penggunaan Cerium dan arsenit sebagai bahan penelitian cukup berbahaya sehingga dibutuhkan oksidator lain untuk mengoksidasi iodida. Pada penelitian ini digunakan persulfat sebagai bahan oksidator dan amilum sebagai indikator untuk penentuan kadar iodida dengan menggunakan metode spektrofotometri. Pada penelitian yang dilakukan meliputi penentuan panjang gelombang maksimum, penentuan waktu optimum pengukuran, variasi konsentrasi bahan oksidator, dan penentuan range konsentrasi larutan I.

1.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks I_2 -amilum

Pada suatu penelitian dengan menggunakan metode spektrofotometri yang didasarkan pada absorpsi sinar pada panjang gelombang tertentu dari suatu analit maka diperlukan penentuan panjang gelombang maksimum. Hal ini dikarenakan apabila suatu pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum akan memperkecil kesalahan dalam pengukuran atau meningkatkan kepekaan analisis. Penentuan panjang gelombang maksimum bertujuan memperoleh nilai absorbsivitas yang paling tinggi. Semakin tinggi nilai absorbsivitas diharapkan sensitivitas

pengukuran semakin baik. Pada penentuan panjang gelombang maksimum kompleks I_2 -amilum ini dilakukan dengan menggunakan konsentrasi larutan $S_2O_8^{2-}$ 100 ppm dan 1 ml amilum 1%. Penentuan panjang gelombang maksimum Iod-amilum dilakukan pada range panjang gelombang 400-750 nm yang sesuai dengan tabel 2.2.

Dari hasil penelitian diperoleh spektra hubungan antara panjang gelombang vs absorbansi ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Spektra hubungan panjang gelombang (nm) dengan absorbansi

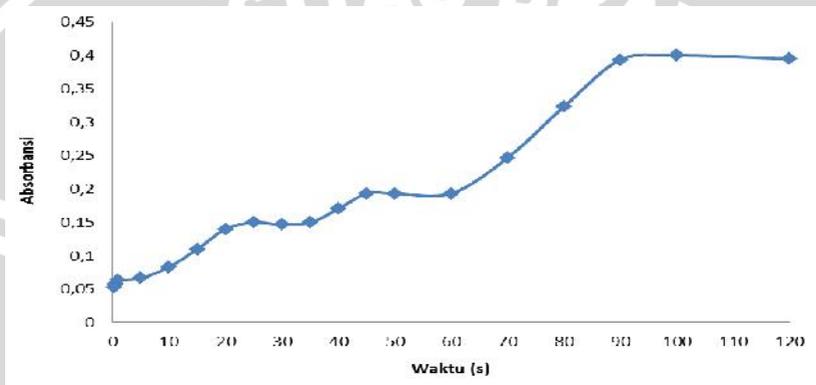
Berdasarkan spektra yang dihasilkan, didapatkan panjang gelombang maksimum sebesar 614 nm. Panjang gelombang yang didapatkan sudah sesuai dengan literatur. Hasil penentuan panjang gelombang maksimum ini akan digunakan untuk percobaan selanjutnya. Hal ini dikarena jika pengukuran dilakukan tidak pada panjang gelombang maksimum dikhawatirkan hasil serapan yang diberikan kurang optimum disebabkan karena adanya serapan dari zat lain yang ikut terserap pada panjang gelombang tersebut. Sehingga pengukuran harus dilakukan pada panjang gelombang maksimum

1.2 Penentuan Waktu Optimum

Pada saat I_2 hasil dari oksidasi oleh $S_2O_8^{2-}$ direaksikan dengan amilum maka akan terbentuk kompleks I_2 -amilum yang berwarna biru. Reaksi pembentukan Iod-amilum tidak terjadi secara cepat tetapi reaksinya berjalan lambat sehingga dibutuhkan penentuan waktu optimum. Penentuan waktu optimum ini bertujuan untuk mengetahui rentang waktu yang tepat untuk melakukan

pengukuran agar diperoleh hasil yang maksimal, karena ketepatan waktu pengukuran sangat berpengaruh dengan nilai absorbansi yang dihasilkan.

Penentuan waktu optimum dilakukan dengan variasi waktu yaitu 15 s hingga 120 menit. Hal ini dapat dilihat pada gambar 4.2 yang menunjukkan waktu optimum untuk pengukuran dengan pada konsentrasi I^- yang digunakan sebesar 20,3, konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ yang digunakan sebesar 100 ppm dan amilum 1%.



Gambar 4.2. Kurva hubungan antara absorbansi dengan waktu

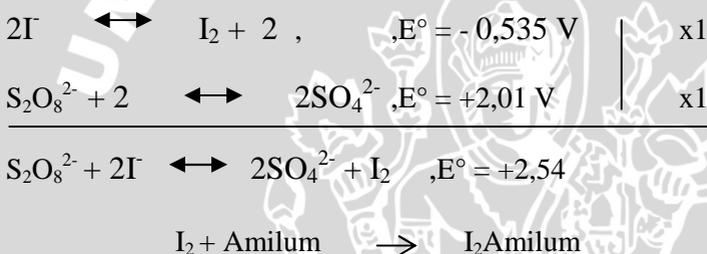
Reaksi pembentukan Iod-amilum terjadi sangat lambat sehingga dibutuhkan waktu yang lama agar dapat terbentuk kompleks I_2 -amilum secara sempurna. Gambar 4.1 menunjukkan pada menit ke-10 telah terjadi pembentukan kompleks I_2 -amilum dengan nilai absorbansi 0,08. Nilai absorbansi yang ditunjukkan pada gambar 4.1 semakin meningkat seiring dengan bertambahnya waktu. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa kompleks I_2 -amilum belum terbentuk semua dengan kata lain belum mencapai kesetimbangan, sehingga peningkatan nilai absorbansi masih ditunjukkan hingga menit 90. Pada menit ke-90 sampai menit ke-120 menunjukkan nilai absorbansi yang konstan seiring dengan bertambahnya waktu, dengan nilai serapan yaitu 0,4. Hal ini dimungkinkan karena kompleks I_2 -amilum yang terbentuk sudah mencapai kesetimbangan.

Berdasarkan gambar 4.1 didapatkan waktu optimum pengukuran pada menit ke-90. Kemudian dilakukan waktu

pengukuran dalam pembentukan kompleks I₂-amilum dengan menggunakan spektrofotometri pada menit ke-90. Hal ini dikarenakan untuk memperkecil tingkat kesalahan, karena pada menit ke-90 merupakan waktu aman dan masih berada dalam range waktu optimum untuk pengukuran.

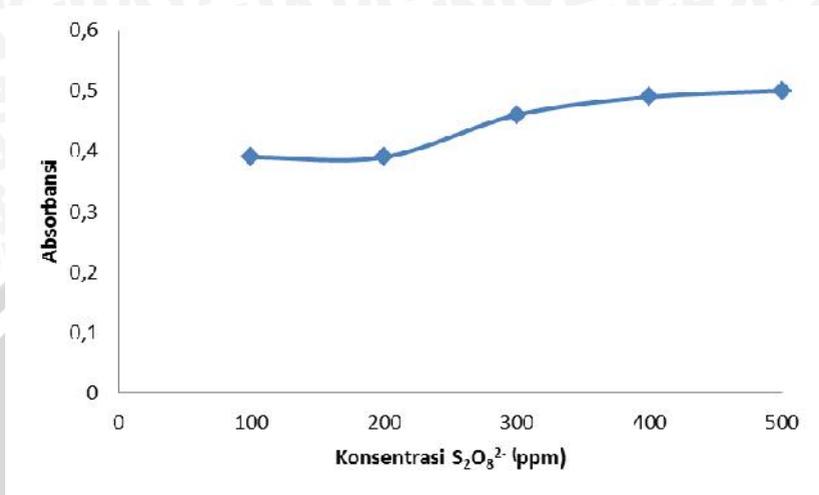
4.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan S₂O₈²⁻

Pada penelitian ini dilakukan variasi konsentrasi larutan S₂O₈²⁻. Hal ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi optimum oksidator dalam mengoksidasi iodida menjadi iodium untuk pembentukan kompleks I₂-amilum. Penentuan konsentrasi optimum larutan S₂O₈²⁻ yang bertindak sebagai oksidator didasarkan pada reaksi kesetimbangan berikut :



Dari persamaan (2.4) dapat dinyatakan bahwa semakin banyak reaktan yang ditambahkan maka akan semakin banyak pula produk yang dihasilkan, begitu pula sebaliknya. Reaksi akan terus bergeser jika dalam suatu reaksi kesetimbangan ada penambahan atau pengurangan reaktan hal ini dilakukan agar terjadi kesetimbangan.

Penentuan konsentrasi optimum larutan S₂O₈²⁻ dilakukan dengan variasi konsentrasi larutan S₂O₈²⁻ 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm. Konsentrasi S₂O₈²⁻ yang digunakan sudah berlebih untuk dapat mengoksidasi I dengan kadar 20,3 ppm. Pengukuran dilakukan pada waktu optimum 90 menit. Hal ini dapat dilihat pada gambar 4.3 yang menunjukkan konsentrasi optimum larutan S₂O₈²⁻ yang dapat bereaksi sempurna dengan larutan I dengan konsentrasi 20,3 ppm.



Gambar 4.3. Kurva hubungan konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ dengan absorbansi

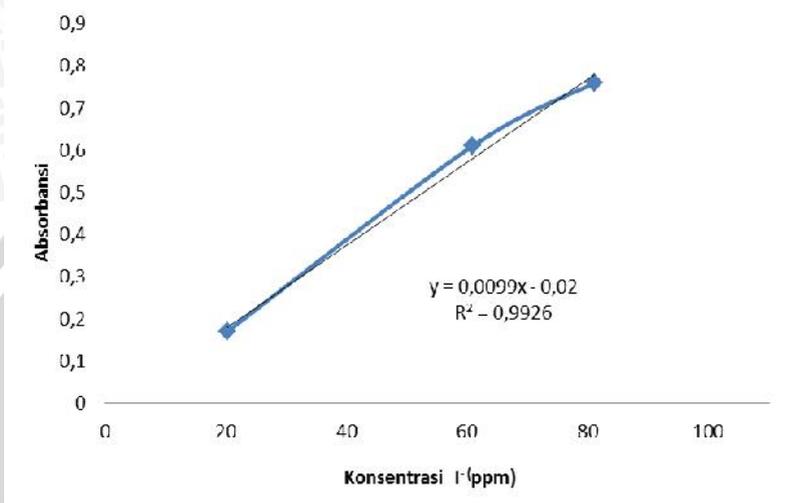
Pada Gambar 4.3 ditunjukkan semakin tinggi konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ yang digunakan maka nilai absorbansi yang diperoleh akan semakin tinggi pula hingga reaksi tersebut mencapai kesetimbangan. Dari gambar 4.3 ditunjukkan bahwa pada konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ 300 hingga 500 ppm telah mencapai kesetimbangan dengan nilai absorbansi sebesar 0,39 ppm.

4.4 Penentuan Range Konsentrasi Larutan I Pada Penentuan Kadar iodida

Pada penelitian ini dilakukan penentuan range konsentrasi larutan I pada penentuan kadar iodida dengan menggunakan metode spektrofotometri berdasarkan pembentukan kompleks Iod-amilum. Penentuan range konsentrasi larutan I ini bertujuan agar dapat melihat linearitas pengukuran. Dimana dari linearitas tersebut dapat diketahui selektivitasnya dan range konsentrasi yang dapat diukur. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan variasi konsentrasi larutan I 10; 20,3; 60,9; 81,2; 101,5 ppm dan konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ 100 ppm dengan 1 ml indikator amilum 1%. Pengukuran dilakukan pada menit ke-90

Hasil penentuan range konsentrasi larutan I pada penentuan kadar iodida dengan menggunakan metode spektrofotometri

berdasarkan pembentukan kompleks I₂-amilum dapat dilihat dalam Gambar 4.4.



Gambar 4.4. Kurva hubungan konsentrasi I dengan Absorbansi

Data dalam Gambar 4.4 menyatakan semakin banyak jumlah konsentrasi larutan I yang digunakan maka akan semakin banyak kompleks Iod-amilum yang terbentuk, sehingga nilai absorbansinya juga meningkat. Reaksi akan berjalan semakin cepat seiring terbentuknya senyawa kompleks I₂-amilum.

Secara teori terdapat hubungan linier antara absorbansi terhadap konsentrasi apabila pengukuran serapan beberapa larutan standar pada konsentrasi tertentu, maka dibuat kurva hubungan antara absorbansi versus konsentrasi [34]. Pada gambar 4.4 menunjukkan adanya hubungan linier antara konsentrasi dengan nilai absorbansi yang diperoleh. Hal ini juga ditunjukkan dari nilai regresi sebesar 0,9926 dengan persamaan regresi linear $y = 0,0099x - 0,02$, dimana 0,0088 menyatakan slope atau kemiringan dan 0,0153 adalah nilai dari intersep. Dari nilai absorbansi yang diperoleh dapat dihitung nilai ekstingsi molar yang diperoleh. Nilai ekstingsi molar menunjukkan sensitivitas.

Pada penelitian ini diperoleh nilai ekstingsi molar pada kisaran 1000 hingga 10000. Dari hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa tingkat sensitivitasnya baik hal ini ditandai dengan sedikit perubahan konsentrasi maka akan menghasilkan perubahan nilai absorbansi yang besar. Jika sensitivitas nya besar maka kesalahan yang dihasilkan akan semakin kecil pada penentuan jumlah konsentrasi terkecil dari larutan I yang diukur secara tepat Selain itu dari hasil penentuan range konsentrasi larutan I pada penentuan kadar iodida dengan menggunakan metode spektrofotometri berdasarkan pembentukan kompleks Iod-amilum, pada range konsentrasi 20 hingga 80 ppm masih menunjukkan kenaikan. Sehingga belum diperoleh range konsentrasi terkecil hingga terbesar yang tidak dapat diukur dengan menggunakan metode ini. Sehingga diperlukan penelitian lebih lanjut untuk menentukan rentang konsentrasi larutan I yang dapat diukur, sehingga dapat ditentukan konsentrasi terkecil dan terbesar yang dapat diukur dengan menggunakan metode ini.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian optimasi metode spektrofotometri untuk penentuan kadar iodida berdasarkan pembentukan kompleks I_2 -amilum menggunakan oksidator persulfat dapat disimpulkan bahwa:

1. Waktu pengukuran optimum pada menit ke-90
2. Konsentrasi optimum dari oksidator persulfat yang digunakan adalah 300 ppm
3. Range konsentrasi larutan I masih menunjukkan linieritas pada konsentrasi 10 ppm hingga 101,5 ppm dengan nilai regresi sebesar 0,9926 dengan persamaan regresi linear $y = 0,0099x - 0,02$, dan nilai ekstingsi molar yang menunjukkan bahwa sensitivitasnya baik.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dalam penentuan linieritas pengukuran, sehingga dapat ditentukan konsentrasi terkecil dan terbesar yang dapat diukur dengan menggunakan metode ini, perlu dilakukan penentuan kadar iodida dari suatu sampel, sehingga kebenaran dan keberhasilan suatu metode dapat diuji dengan menentukan ketepatan dan ketelitian metode tersebut dalam pengukuran.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]Hapsari, Amelia, 2000, **Pembuatan dan Karakterisasi Elektroda Selektif Ion Iodida Menggunakan Campuran AgI, Grafit,dan Parafin Cair**, Universitas Diponegoro, Semarang
- [2]Matovionic, 1998, **Hipotiroid di Daerah Defisiensi Iodium, Kumpulan NaskahSimposium GAKY,35-46**, Badan Penerbit Universitas Diponegoro, Semarang
- [3]Iswani, S., Yusuf Syah, 1996, **Pengujian Kadar Iodium Total dalam Urin dengan Metode Destruksi Basah dan Destruksi Kering**, Berkala Ilmu Kedokteran, Vol. 28, No. 1, 19-26
- [4]Depkes, RI, 2000, **Mengenal Kretin yang Disebabkan Gangguan Akibat Kurang Yodium (GAKY)**, Direktorat Gizi Masyarakat, Jakarta
- [5]Cahyadi, W., Kurnia F., Slamet I., dan Embit K., 2004, **Penentuan Kadar Iodida Dan Iodat Dalam Garam Beriodium Dengan Metode Kromatografi Kinerja Tinggi Pasangan Ion**, Jurnal Teknologi dan Indutri Pangan , Vol 15, No. 1, 20-27
- [6]Atikah, 1997, **Rekayasa Pembuatan ESI Idida Tipe Kawat Terlapis Yang Sederhana Untuk Monitoring kadar Iodium Dalam Urine Pada GAKI**, Laporan Penelitian, Universitas Brawijaya, Malang
- [7]Black. A.P., Whittle, G.P., 1967, **New Method for The Colorimetric Determination of Halogen residuals Iodine, Iodide and Iodate**, J. Amer. Works Assoc, vol.59, 471

- [8]Kholthof., Sandel, 1969, **Quantitative Chemical Analysis 4th Edition**, Mac.Millan PublishingCo, Inc., New York, 842-852
- [9]Gelines, Y., Krushevsk, A. and Barnes, R.M., 1998, **Determination of Total Iodine in Nutritional and Biological Samples by ICP-MS Following Their Combustion within an Oxygen Stream**, Journal Anal. Chem, Vol. 70, 1021-1025
- [10]Sunardi, 2006, **Unsur Kimia**, Deskripsi dan Pemanfaatannya, Yrama Widya, Bandung
- [11]Henry, Y.D., 2010, **Pengembangan Metode Analisis Spesi Iodat Berbasis Analisis Injeksi Alir**, Institut Teknologi Bandung, Bandung
- [12]Depkes, RI, 2001, **Pedoman Pelaksanaan Garam Beriodium di Tingkat Masyarakat**, Pusat Penyuluhan Kesehatan Masyarakat, Jakarta
- [31]Dirjen, POM., 1979, **Farmakope Indonesia**, edisi III, Departemen Kesehatan RI., Jakarta. 143, 581, 587, 714
- [14]Dunn, T.H., 1993, **Methods for Measuring Iodine in Urine**, **International Council of Iodine Deficiency**, Disorders, UNICEF, WHO, Netherland
- [15]Garry, P.J., Iashley, D.W., and Owen G.M., 1973, **Automated Measurement of Urinary Iodine**, Clinical Chemistry, 19:950-953.
- [16]Rivai, H., 1995, **Asas Pemeriksaan Kimia**, Universitas Indonesia Press, Jakarta,
- [17]Sommer, G., Ekmekci, G., 1997, **Spectrophotometric Determination of Selenium in the Presence of Copper**

and Tellurium Application to Anodic Slimes, Journal Analytical Science, Vol. 13, 205-208

- [18]Taufik, A., 1992, **Kimia Anorganik**, Departemen Perindustrian Akademi Kimia Analisis Bogor, Bogor
- [19]Saksono, N., Laksmi, D., Wulandari., Kamarza., Mulia., Elsa K., dan Rita A., 2002, **Stabilitas KIO3 dalam Berbagai Kualitas Garam Indonesia**, Jurusan Gas dan Petrokimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia. Jakarta
- [20]Lehninger, L. A., 1997, **Dasar – Dasar Biokimia**, Jilid 1, Erlangga, Jakarta
- [21] Hee, Y. A., 2005, **Effects of Ozonation and Addition of Amino acids on Properties of Rice Starches**, A Dissertation Submitted to the Graduate Faculty of the Louisiana state University and Agricultural and Mechanical College.
- [22]Hopkins, W. B., 1995, **Introduction To Plant Physiology**, John Willey and Sons. Inc, New York
- [23]Romandon, 2011, **Analysis Iodine Concentration on Salt with Spektrofotometri Method**, Tugas Akhir Universitas Diponegoro, Semarang
- [24]Peters, D G., J. M Hayes dan G. M. Hieflje. 1974, **Chemical Sparation and Measurement**, 1st edition., W . B. Saunders Co, Philadelphia, pp. 162.
- [25]Pavia, D., Lampman, G., 1996, **Introduction To Spectroscopy, A Guide for Organic Chemistry**, 2nd edition, Washington, 267-271.
- [26] Tim Dosen, 2012, **Penuntun Praktikum Kinetika dan Katalisis**. Jurusan Kimia Universitas Andalas, Padang

- [27]Silverstein, R.M., Baslles, G.C., dan Morrill, T.C., 1986, **Penyidikan Spektrofotometrik Senyawa Organik**. Ed keempat, Alih Bahasa Oleh A. J. Hartomo dan Anny Victor Purbo, Penerbit Erlangga, Jakarta, 305-325.
- [28]Sastrohamidjoyo, H., 1991, **Spektroskopi Edisi kedua**, Penerbit Liberty, Yogyakarta, 20-41.
- [29] Syukri., 1999, **Kimia Dasar 2**, ITB Press, Bandung
- [30]Riyanto, 2004, **Optimasi Metode Penentuan Kandungan Iodium Dalam Garam Dapur dengan Spektrofotometer UV-VIS, FMIPA Universitas Islam Indonesia**, Vol. 1, No. 2, ISSN: 1410-2315
- [31]Day, R.A., Underwood, A. L., 1986, **Analisis Kimia Kuantitatif**, Erlangga, Jakarta
- [32]Handyana, A. P., Ir. L. Setiono., 1994, **Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik**, Buku Kedokteran EGC, Jakarta
- [33]Day, R.A. dan Underwood, A. L., 2002, **Analisa Kimia Kuantitatif**, Penerbit Erlangga, Jakarta,
- [34]Kennedy, J.H., 1984, **Analitical Chemistry**, Harcourt Brace, Javanovich Publisher, San Diego, p.289

LAMPIRAN

A. Perhitungan dan Pembuatan Larutan

A.1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan Baku I⁻

- Konsentrasi larutan I⁻ 203 ppm (dalam 0,1 L)
- Mr KI = 166 g/mol
- Ar I = 127 g/mol

$$\text{Massa KI yang ditimbang} = \frac{Mr_{KI}}{Ar_I} \times 203 \text{ ppm}$$

$$= \frac{166 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{127 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times 203 \text{ ppm}$$

$$= 26,56 \text{ mg}$$

$$= 0,02656 \text{ gram dalam 100 ml}$$

A.2 Perhitungan dan Pembuatan Larutan S₂O₈²⁻ 1000 ppm



$$n S_2O_8^{2-n} = (1/2) \times n I^-$$

$$= (1/2) \times 0,16 \text{ mmol} = 0,08 \text{ mmol}$$

$$= 8 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

$$\text{Massa} = n \times Mr$$

$$= 0,08 \text{ mmol} \times 270$$

$$= 21.6 \text{ mg} = 0,0216 \text{ gram}$$

$$M = 8 \times 10^{-5} \text{ mol} / 0,1 \text{ L}$$

$$= 8 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$$

Pada penelitian ini digunakan konsentrasi $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 1000 ppm

- Konsentrasi larutan $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 1000 ppm (dalam 0,1 L)
- $M_r \text{ K}_2\text{S}_2\text{O}_8 = 270 \text{ g/mol}$
- $A_r \text{ S}_2\text{O}_8^{2-} = 197 \text{ g/mol}$

$$\text{Massa } \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \text{ yang di timbang} = \frac{M_r \text{ kaliumPersulfat}}{A_r \text{ persulfat}} \times 1000 \text{ ppm}$$

$$= \frac{270 \text{ g/mol}}{197 \text{ g/mol}} \times 1000 \text{ ppm}$$

$$= 140,6 \text{ mgram}$$

$$= 0,1406 \text{ gram dalam } 100 \text{ ml}$$

$$1000 \text{ ppm} = \text{mg} / 0,1\text{L}$$

$$\text{Massa} = (1000 \text{ mg/L}) \times 0,1\text{L}$$

$$= 100 \text{ mg}$$

$$= 0,1 \text{ gram}$$

$$\text{Mol} = \text{massa} / M_r$$

$$= (100 \text{ mg}) / (270 \text{ mg/mol})$$

$$= 0,37 \text{ mmol} = 0,00037 \text{ mol}$$

$$M = \text{mol} / V$$

$$= (0,00037 \text{ mol}) / 0,1\text{L}$$

$$= 3,7 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$$

A.3 Pembuatan Larutan I 20,3 ppm, 40,6 ppm, 61 ppm, 81,2 ppm, 101,5 ppm

Konsentrasi (ppm)	V yang digunakan dari larutan baku (ml)
20,3	1
40,6	2
61	3
81,2	4
101,5	5

Dipipet 1 mL larutan I 203 ppm ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan akuadem hingga tanda batas, untuk konsentrasi selanjutnya dilakukan dengan prosedur yang sama. dengan menggunakan volume yang telah ditentukan.

A.4 Pembuatan Larutan $S_2O_8^{2-}$ 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm

Konsentrasi (ppm)	V yang digunakan dari larutan baku (ml)
100	1
200	2
300	3
400	4
500	5

Dipipet 1 mL larutan $S_2O_8^{2-}$ 1000 ppm ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan akuadem hingga tanda batas, untuk konsentrasi selanjutnya dilakukan dengan prosedur yang sama. dengan menggunakan volume yang telah ditentukan.

- Perhitungan mol dari pengenceran $S_2O_8^{2-}$
100 ppm = mg / 0,01L

$$\text{Massa} = (100 \text{ mg/L}) \times 0,01\text{L}$$

$$= 1 \text{ mg}$$

$$\text{Mol} = \text{massa} / \text{Mr}$$

$$= (1 \text{ m gram}) / (270 \text{ gram/mol})$$

$$= 3,7 \times 10^{-3} \text{ mmol}$$

$$= 3,7 \times 10^{-6} \text{ mol}$$

$$M = \text{mol} / V$$

$$= (3,7 \times 10^{-6} \text{ mol}) / 0,01L$$

$$= 3,7 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$$

$$200 \text{ ppm} = \text{mg} / 0,01L$$

$$\text{Massa} = (200 \text{ mg/L}) \times 0,01L$$

$$= 2 \text{ mg}$$

$$\text{Mol} = \text{massa} / M_r$$

$$= (2 \text{ mgram}) / (270 \text{ gram/mol})$$

$$= 7,4 \times 10^{-3} \text{ mmol}$$

$$= 7,4 \times 10^{-6} \text{ mol}$$

$$M = \text{mol} / V$$

$$= (7,4 \times 10^{-6} \text{ mol}) / 0,01L$$

$$= 7,4 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$$

$$300 \text{ ppm} = \text{mg} / 0,01L$$

$$\text{Massa} = (300 \text{ mg/L}) \times 0,01L$$

$$= 3 \text{ mg}$$

$$\text{Mol} = \text{massa} / M_r$$

$$= (3 \text{ mgram}) / (270 \text{ gram/mol})$$

$$= 1,1 \times 10^{-2} \text{ mmol}$$

$$= 1,1 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

$$M = \text{mol} / V$$

$$= (1,1 \times 10^{-5} \text{ mol}) / 0,01L$$

$$= 1,1 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$$

$$400 \text{ ppm} = \text{mg} / 0,01L$$

$$\text{Massa} = (400 \text{ mg/L}) \times 0,01L$$

$$= 4 \text{ mg}$$

$$\text{Mol} = \text{massa} / M_r$$

$$= (4 \text{ mgram}) / (270 \text{ gram/mol})$$

$$= 1,48 \times 10^{-2} \text{ mmol}$$

$$= 1,48 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

$$M = \text{mol} / V$$

$$= (1,48 \times 10^{-5} \text{ mol}) / 0,01L$$

$$= 1,48 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$$

$$500 \text{ ppm} = \text{mg} / 0,01L$$

$$\text{Massa} = (500 \text{ mg/L}) \times 0,01L$$

$$= 5 \text{ mg}$$

$$\text{Mol} = \text{massa} / M_r$$

$$= (5 \text{ mgram}) / (270 \text{ gram/mol})$$

$$= 1,85 \times 10^{-2} \text{ mmol}$$

$$= 1,85 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

$$M = \text{mol} / V$$

$$= (1,85 \times 10^{-5} \text{ mol}) / 0,01\text{L}$$

$$= 1,85 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$$

A.5 Perhitungan Ekstingsi Molar

- a. Konsentrasi larutan I 20,3 ppm

$$20,3 \text{ ppm} = \text{mg} / 0,01\text{L}$$

$$\text{Massa} = (20,3 \text{ mg/L}) \times 0,01\text{L}$$

$$= 2,03 \times 10^{-1} \text{ mg}$$

$$= 2,03 \times 10^{-4} \text{ gram}$$

$$\text{Mol} = \text{massa} / \text{Mr}$$

$$= (20,3 \times 10^{-4} \text{ gram}) / (166 \text{ gram/mol})$$

$$= 1,2 \times 10^{-6} \text{ mol}$$

$$\text{M} = \text{mol} / \text{V}$$

$$= (1,2 \times 10^{-6} \text{ mol}) / 0,01\text{L}$$

$$= 1,2 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$$

Ekstingsi molar

$$\text{A} = .b.c$$

$$0,17 = x \text{ 1 cm} \times 1,2 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L}$$

$$= (0,17) / (1 \text{ cm} \times 1,2 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L})$$

$$= 1416 \text{ mol/ L. cm}$$

- b. Konsentrasi larutan I 60,9 ppm

$$60,9 \text{ ppm} = \text{mg} / 0,01\text{L}$$

$$\text{Massa} = (60,9 \text{ mg/L}) \times 0,01\text{L}$$

$$= 6,09 \times 10^{-1} \text{ mg}$$

$$= 6,09 \times 10^{-4} \text{ gram}$$

$$\text{Mol} = \text{massa} / \text{Mr}$$

$$= (6,09 \times 10^{-4} \text{ gram}) / (166 \text{ gram/mol})$$

$$= 3,6 \times 10^{-6} \text{ mol}$$

$$\text{M} = \text{mol} / \text{V}$$

$$= (3,6 \times 10^{-6} \text{ mol}) / 0,01\text{L}$$

$$= 3,6 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$$

Ekstingsi molar

$$\text{A} = .b.c$$

$$0,61 = x \text{ 1 cm} \times 3,6 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L}$$

$$= (0,61) / (1 \text{ cm} \times 3,6 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L})$$

$$= 1694 \text{ mol/ L. cm}$$

c. Konsentrasi larutan I 81,2 ppm

$$81,2 \text{ ppm} = \text{mg} / 0,01\text{L}$$

$$\text{Massa} = (81,2 \text{ mg/L}) \times 0,01\text{L}$$

$$= 8,12 \times 10^{-1} \text{ mg}$$

$$= 8,12 \times 10^{-4} \text{ gram}$$

$$\text{Mol} = \text{massa} / \text{Mr}$$

$$= (8,12 \times 10^{-4} \text{ gram}) / (166 \text{ gram/mol})$$

$$= 4,8 \times 10^{-6} \text{ mol}$$

$$\text{M} = \text{mol} / \text{V}$$

$$= (4,8 \times 10^{-6} \text{ mol}) / 0,01\text{L}$$

$$= 4,8 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$$

Ekstingsi molar

$$A = .b.c$$

$$0,76 = x \text{ 1 cm} \times 4,8 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L}$$

$$= (0,76) / (1 \text{ cm} \times 4,8 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L})$$

$$= 1583 \text{ mol/ L. cm}$$

d. Konsentrasi larutan Γ 101,5 ppm

$$101,5 \text{ ppm} = \text{mg} / 0,01\text{L}$$

$$\text{Massa} = (101,5 \text{ mg/L}) \times 0,01\text{L}$$

$$= 1,015 \text{ mg}$$

$$= 1,015 \times 10^{-3} \text{ gram}$$

$$\text{Mol} = \text{massa} / \text{Mr}$$

$$= (1,015 \times 10^{-3} \text{ gram}) / (166 \text{ gram/mol})$$

$$= 6,1 \times 10^{-6} \text{ mol}$$

$$M = \text{mol} / V$$

$$= (6,1 \times 10^{-6} \text{ mol}) / 0,01\text{L}$$

$$= 6,1 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$$

Ekstingsi molar

$$A = .b.c$$

$$0,85 = x \text{ 1 cm} \times 6,1 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L}$$

$$= (0,85) / (1 \text{ cm} \times 6,1 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L})$$

$$= 1393 \text{ mol/L} \cdot \text{cm}$$

A.6 Perhitungan Fhitung

A.6.1 Perhitungan Fhitung Penentuan Waktu Optimum

Tabel A.6.1 Penentuan waktu optimum pembentukan kompleks I₂-amilum

Waktu(x)	Absorbansi (y)			Rata-rata	Total
	1	2	3		
0,25	0,05	0,05	0,06	0,05	0,16
0,5	0,05	0,06	0,06	0,06	0,17
1	0,06	0,06	0,07	0,06	0,19
5	0,06	0,07	0,07	0,07	0,2
10	0,07	0,09	0,09	0,08	0,25
15	0,1	0,12	0,11	0,11	0,33
20	0,12	0,15	0,15	0,14	0,42
25	0,15	0,15	0,15	0,15	0,45
30	0,14	0,14	0,16	0,15	0,44
35	0,14	0,15	0,16	0,15	0,45
40	0,15	0,17	0,19	0,17	0,51
45	0,19	0,2	0,19	0,19	0,58
50	0,2	0,19	0,19	0,19	0,58
60	0,2	0,19	0,19	0,19	0,58
70	0,2	0,26	0,28	0,25	0,74
80	0,32	0,29	0,36	0,32	0,97
90	0,39	0,4	0,39	0,39	1,18
100	0,4	0,41	0,39	0,40	1,2
120	0,4	0,4	0,39	0,40	1,19
Total					10,59

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh tiap-tiap perlakuan, maka dilakukan uji F dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Menghitung Faktor Korelasi (FK)

$$FK = \frac{\left(\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{p \times n}$$

$$= \frac{(10,59)^2}{19 \times 3}$$

$$= 1,9675$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

- a. JK Total (JKT)

$$JKT = \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - FK$$

$$JKT = [(0,05)^2 + (0,05)^2 + \dots + (0,39)^2 + (0,39)^2] - 1,9675$$

$$= 0,699$$

- b. JK Perlakuan (JKP)

$$JKP = \frac{\sum_{i=1}^p \left(\sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{n} - FK$$

$$= \frac{(0,16)^2 + (0,17)^2 + \dots + (1,2)^2 + (1,19)^2}{3} - 1,9675$$

$$= 0,7269$$

- c. JK Galat percobaan (JKG)

$$JKG = JKT - JKP = 0,699 - 0,7269 = -0,0279$$

3. Menghitung Kuadrat Tengah (KT)

- a. KT Perlakuan = $\frac{JKP}{dBperlakuan} = \frac{JKP}{n-1} = \frac{0,7269}{18}$

$$= 0,0403$$

- b. KT Galat percobaan = $\frac{JKG}{dBpercobaan} = \frac{JKG}{(n \times p) - n}$

$$= \frac{-0,0279}{38} = -0,0007342$$

4. Menghitung nilai F

$$F_{hitung} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{0,0403}{-0,0007342} = -54,88$$

$$F_{\text{tabel } 5\%} = F(0,05; 18, 38) = 1,88$$

Karena $F_{\text{tabel}} > F_{\text{hitung}}$, maka H_0 diterima, artinya tidak ada perbedaan yang nyata, sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

$$\begin{aligned} \text{BNT}_{5\%} &= t_{(\alpha/2; \text{dB})} \times (2\text{KTG}/p)^{0,5} \\ &= t(0,025; 38) \times (2 \times -0,0007342/3)^{0,5} \\ &= 1,960 \times -0,0221 = -0,0433 \end{aligned}$$

A.6.2 Perhitungan Fhitung Penentuan Volume Persulfat

Tabel A.6.2 Penentuan volume persulfat optimum

konsentrasi (ppm) (x)	absorbansi (y)		rata-rata	Total
	1	2		
100	0,39	0,39	0,39	0,78
200	0,41	0,39	0,4	0,8
300	0,46	0,46	0,46	0,92
400	0,53	0,49	0,51	1,02
500	0,6	0,5	0,55	1,1
Total				4,62

Untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh tiap-tiap perlakuan, maka dilakukan uji F dengan langkah-langkah sebagai berikut:

1. Menghitung Faktor Korelasi (FK)

$$FK = \frac{\left(\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{p \times n}$$

$$FK = \frac{(4,62)^2}{5 \times 2} = 2,134$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)
 - a. JK Total (JKT)

$$JKT = \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^n Y_{ij}^2 - FK$$

$$JKT = [(0,39)^2 + (0,41)^2 + \dots + (0,49)^2 + (0,5)^2] - 2,134 = 0,0446$$

b. JK Perlakuan (JKP)

$$JKP = \frac{\sum_{i=1}^p \left(\sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{n} - FK$$

$$= \frac{(0,78)^2 + (0,8)^2 + \dots + (1,02)^2 + (1,1)^2}{2} - 2,134 = 1,1056$$

b. JK Galat percobaan (JKG)

$$JKG = JKT - JKP = 0,0446 - 1,1056 = -1,061$$

3. Menghitung Kuadrat Tengah (KT)

a. $KT \text{ Perlakuan} = \frac{JKP}{dB_{perlakuan}} = \frac{JKP}{n-1} = \frac{1,1056}{4} = 0,2764$

b. $KT \text{ Galat percobaan} = \frac{JKG}{dB_{percobaan}} = \frac{JKG}{(n \times p) - n} = \frac{-1,1061}{5} = -0,22122$

4. Menghitung nilai F

$$F_{hitung} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{0,2764}{-0,22122} = -1,24943$$

$$F_{tabel 5\%} = F(0,05; 4, 5) = 5,19$$

Karena $F_{tabel} > F_{hitung}$, maka H_0 diterima, artinya tidak ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan variasi oksidator persulfat terhadap nilai absorbansi yang diperoleh, sehingga dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

$$BNT_{5\%} = t_{(\alpha/2; dB)} \times (2KTG/p)^{0,5}$$

$$= t(0,025; 5) \times (2 \times -0,22122 / 2)^{0,5}$$

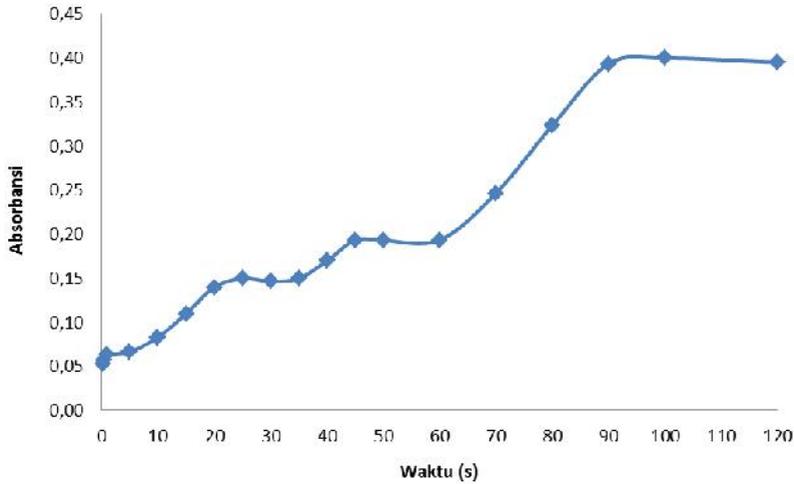
$$= 2,571 \times -0,4703 = -1,2091$$

B. Data Hasil Penelitian

B.1 Penentuan Waktu Optimum

Tabel B.1 Waktu optimum dilakukan pengukuran dengan konsentrasi larutan $S_2O_8^{2-}$ 1000 ppm, larutan I 203 ppm dan amulim 1%

waktu(x)	absorbansi (y)			rata-rata
	1	2	3	
0,25	0,05	0,05	0,06	0,05
0,5	0,05	0,06	0,06	0,06
1	0,06	0,06	0,07	0,06
5	0,06	0,07	0,07	0,07
10	0,07	0,09	0,09	0,08
15	0,1	0,12	0,11	0,11
20	0,12	0,15	0,15	0,14
25	0,15	0,15	0,15	0,15
30	0,14	0,14	0,16	0,15
35	0,14	0,15	0,16	0,15
40	0,15	0,17	0,19	0,17
45	0,19	0,2	0,19	0,19
50	0,2	0,19	0,19	0,19
60	0,2	0,19	0,19	0,19
70	0,2	0,26	0,28	0,25
80	0,32	0,29	0,36	0,32
90	0,39	0,4	0,39	0,39
100	0,4	0,41	0,39	0,40
120	0,4	0,4	0,39	0,40

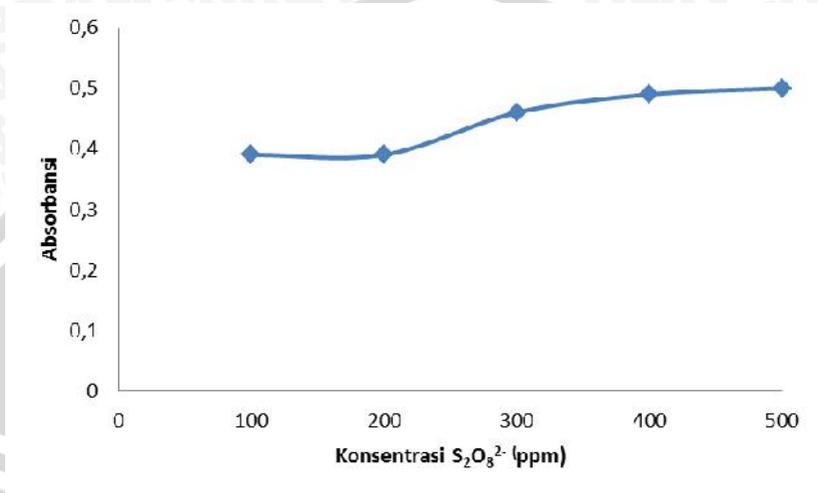


Gambar B.1. Kurva Hubungan Antara Absorbansi dengan Waktu

B.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan $S_2O_8^{2-}$

Tabel B.2. Pengaruh variasi konsentrasi larutan $S_2O_8^{2-}$ pada penentuan kadar iodida berdasarkan pembentukan kompleks Iod-amilum yang ditandai dengan kenaikan absorbansi.

konsentrasi (ppm) (x)	absorbansi (y)		rata-rata
	1	2	
100	0,39	0,39	0,39
200	0,39	0,39	0,39
300	0,46	0,46	0,46
400	0,49	0,49	0,49
500	0,5	0,5	0,5

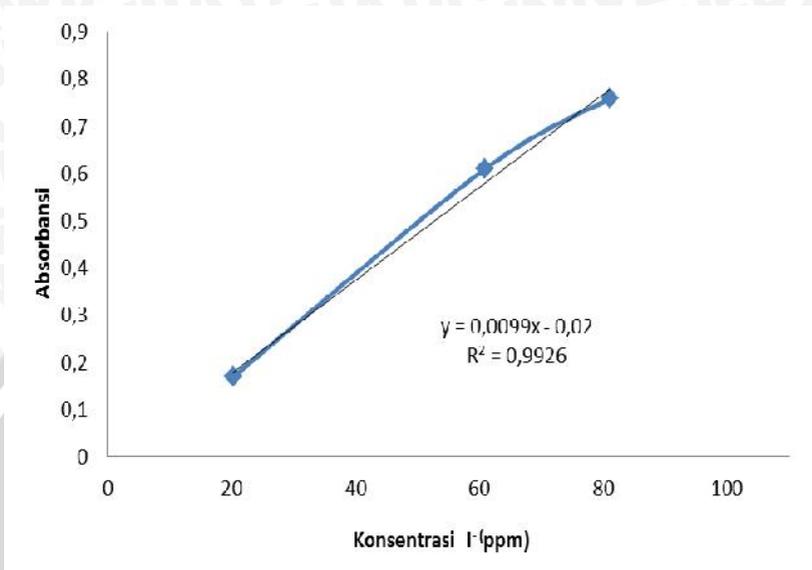


Gambar B.2. Kurva hubungan konsentrasi $S_2O_8^{2-}$ dengan absorbansi

B.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi Larutan I^-

Tabel B.3 Penentuan range konsentrasi larutan I^- pada penentuan kadar iodida berdasarkan pembentukan kompleks Iod-amilum

Konsentrasi (ppm) (x)	Absorbansi (y)
20,3	0,17
60,9	0,61
81,2	0,76



Gambar B.3. Kurva hubungan konsentrasi I dengan Absorbansi