

**Optimasi Metoda Spektrofotometri Untuk Penentuan Kadar
Iodida Berdasarkan Pembentukan Kompleks Iodium-Amilum
Menggunakan Oksidator Iodat**

SKRIPSI

oleh:

SITA FEBRIANTI

0910923058-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

Optimasi Metoda Spektrofotometri Untuk Penentuan Kadar Iodida Berdasarkan Pembentukan Kompleks Iodium-Amilum Menggunakan Oksidator Iodat

SKRIPSI

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

oleh:

SITA FEBRIANTI

0910923058-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2013**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**OPTIMASI METODA SPEKTROFOTOMETRI UNTUK
PENENTUAN KADAR IODIDA BERDASARKAN
PEMBENTUKAN KOMPLEKS AMILUM-IODIUM
MENGUNAKAN OKSIDATOR IODAT**

oleh :

**SITA FEBRIANTI
0910923058**

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.Si,
NIP.195702081986012001**

**Dr. Hermin Sulistyarti
NIP. 19640529198022001**

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

**Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 196304041987011001**

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : SITA FEBRIANTI
NIM : 0910923058
Jurusan : Kimia
Penulisan skripsi berjudul :

Penentuan Kadar Iodida Secara Spektrofotometri Berdasarkan Pembentukan Kompleks Iodium-Amilum Menggunakan Oksidator Iodat

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi 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 skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Januari 2013

Yang menyatakan,

(Sita Febrianti)
NIM. 0910923058

Optimasi Metoda Spektrofotometri Untuk Penentuan Kadar Iodida Berdasarkan Pembentukan Kompleks Iodium-Amilum Menggunakan Oksidator Iodat

ABSTRAK

Iodium adalah zat gizi esensial yang dibutuhkan oleh kelenjar tiroid untuk memproduksi hormon tiroksin. Gangguan Akibat Kekurangan Iodium (GAKI) merupakan salah satu masalah gizi yang menjadi faktor penghambat pembangunan sumber daya manusia, karena dapat menyebabkan terganggunya perkembangan mental dan kecerdasan manusia. Indikasi GAKI dapat dilakukan dengan penentuan iodida di dalam urin. Pada penelitian ini penentuan iodida dilakukan secara spektrofotometri berdasarkan pembentukan kompleks iodium-amilum berwarna biru yang menyerap cahaya pada panjang gelombang 616,5 nm. Pembentukan kompleks iodium-amilum dapat dilakukan dengan cara mereaksikan iodida (I^-) dengan oksidator iodat (IO_3^-) dalam suasana asam dengan indikator amilum. Warna yang terbentuk kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer. Pada penelitian ini penentuan iodida dipengaruhi oleh waktu pengukuran dan volume oksidator iodat yang direaksikan. Semakin lama waktu pengukuran maka kompleks iodium-amilum akan meningkat dengan waktu pengukuran optimum pada menit ke-6 dan akan mengalami dekomposisi setelah 9 menit. Jumlah oksidator meningkatkan jumlah kompleks iodium-amilum yang terbentuk, jumlah optimum oksidator iodat sebesar sepertigakali jumlah mol iodida. Pada kondisi optimum pengukuran diperoleh linieritas pengukuran pada konsentrasi iodida 5-50 ppm dengan R^2 sebesar 0,982.

Kata kunci : *iodida, iodat, kompleks iodium-amilum, spektrofotometri*

Optimization Of Spectrophotometric Method For The Determination Of Iodide Based On The Formation Of Starch-Iodine Complex Using Iodate Oxidizing Agent

ABSTRACT

Iodine is an essential nutrient required by thyroid gland for producing the thyroxin hormon. Iodine deficiency disorders (IDD) is one of the nutritional problems which can cause disruption of human mental development and intelligence. IDD can be detected by the determination of iodide in urine. In this study, iodide determination was conducted spectrophotometrically based on starch-iodine complex formation which absorbs blue light at a wavelength of 616.5 nm. Starch-iodine complex formation was done by reacting iodide with iodate oxidant in acid using starch indicator. The resulted color was analyzed by spectrophotometry method. The determination of iodide is affected by reaction time and the amount of iodate where the longer reaction increased the formation of starch-iodine complex and reached optimum in 6 minutes. After 9 minutes the complex started to decompose. Increasing the amount of iodate increased the formation of starch-iodine complex, and reached optimum when the mol of iodate is one-third of mol iodide. Under the optimum conditions, linearity measurements obtained under the concentration of 5-50 ppm iodide with R^2 of 0.982.

Key word : *iodide, iodate, starch-iodine complex, spectrophotometry*

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat, hidayah dan ridho serta petunjuk-Nya sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik. Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan Nabi kita Muhammad SAW beserta seluruh umatnya. Skripsi yang berjudul **“Optimasi Metode Spektrofotometri Untuk Penentuan Kadar Iodida Berdasarkan Pembentukan Kompleks Iodium-Amilum Menggunakan Oksidator Iodat”** ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana sains dalam bidang kimia fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan yang diberikan oleh berbagai pihak, maka dalam kesempatan ini mengucapkan terima kasih banyak kepada :

1. Dr. Atikah, Apt., M.Si, selaku dosen pembimbing I atas segala bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Dr. Hermin Sulistyarti selaku dosen pembimbing II atas segala bimbingan, pengarahan dan kesabaran yang diberikan kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
3. Drs. Suratmo, M.Sc selaku dosen penguji atas segala masukan dan pengarahan yang diberikan untuk perbaikan naskah tugas akhir ini.
4. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS selaku Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan fasilitas kepada penulis untuk mengadakan penelitian di seluruh laboratorium kimia.
5. Ayah dan Ibu tercinta, atas semua doa, semangat, nasehat, perhatian dan kasih sayangnya selama ini.
6. Muhammad Miftahul Misbach, Ilmiyati Sa'idah, dan Teman-teman di Jurusan Kimia Angkatan 2009 atas doa dan dukungannya serta semua pihak yang telah membantu tersusunnya skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa tulisan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari sempurna, sehingga kritik dan saran diharapkan dari pembaca. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat bagi pemerhati Kimia dan pembaca sekalian, khususnya penulis.

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	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
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 Gangguan Akibat Kekurangan Iodium (GAKI)	5
2.3 Metode Standar Pengukuran Kadar Iodida	8
2.4 Oksidator	9
2.5 Reaksi-reaksi Pada Iodida	11
2.6 Kalium Iodat	12
2.7 Indikator Amilum	12
2.8 Analisis Spektrofotometri	13
2.9 Hipotesis	16
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	17
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	17
3.2.1 Alat Penelitian	17
3.2.2 Bahan Penelitian	17
3.3 Metode Penelitian	17
3.4 Cara Kerja Penelitian	18
3.4.1 Preparasi Larutan	18

3.4.1.1 Pembuatan Larutan Induk I 100 ppm	18
3.4.1.2 Pembuatan Larutan IO_3^-	18
3.4.1.3 Pembuatan Larutan Amilum 1 %	18
3.4.1.4 Pembuatan Larutan H_2SO_4 1 M	18
3.4.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Iodium-Amilum	18
3.4.3 Penentuan Waktu Pembentukan Kompleks Iodium-Amilum	19
3.4.4 Penentuan Volume Kalium Iodat Optimum	19
3.4.5 Penentuan Range Konsentrasi Iodida	19
3.4.6 Analisa Data	20

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	21
4.2 Penentuan Waktu Pembentukan Kompleks Iodium-Amilum	22
4.3 Penentuan Volume Kalium Iodat Optimum	24
4.4 Range Konsentrasi Iodida Pada Penentuan Kadar Iodida Secara Spektrofotometri	26

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan	29
5.2 Saran	29

DAFTAR PUSTAKA	30
LAMPIRAN	34

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 : Spesi Iodium Dalam Berbagai pH	5
Gambar 2.2 : Struktur Amilosa	12
Gambar 2.3 : Pembentukan Kompleks Iodium-Amilum	13
Gambar 2.4 : Diagram Spektrofotometer	15
Gambar 2.5 : Kurva Hubungan Antara Konsentrasi Dengan Absorbansi	16
Gambar 4.1 : Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	22
Gambar 4.2 : Kurva Hubungan Antara Waktu Dengan Serapan Kompleks Iodium-Amilum	23
Gambar 4.3 : Kurva Hubungan Antara Variasi Volume Oksidator Dengan Serapan Kompleks Iodium-Amilum	25
Gambar 4.4 : Kurva Standar Iodida Dengan Metoda Spektrofotometri	27
Gambar 4.5 : Intensitas Warna Kompleks Iodium-Amilum	28



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 : Kandungan Senyawa Dalam Urin Orang Dewasa Sehat	7
Tabel 2.1 : Spektrum Cahaya Tampak Dan Warna-Warna Komplementer	14
Tabel L.2.3: Penambahan Iodat 54,6 ppm Dalam Mol	36
Tabel L.2.4: Pembuatan Larutan 10 mL Iodida 5-50 ppm	37
Tabel L.3.1: Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum vs Absorbansi	39
Tabel L.3.2: Data Penentuan Waktu Pembentukan Kompleks Iodium-Amilum	39
Tabel L.3.3.1: Data Penentuan Volume Kalium Iodat Optimum	42
Tabel L.3.3.2: Pengaruh Variasi Kalium Iodat Terhadap Uji BNT	45
Tabel L.3.4.1: Data Penentuan Range Iodida Terhadap Pembentukan Kompleks Iodium-Amilum	46
Tabel L.3.4.2: Tabel Ekstingsi Molar	47

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1: Diagram Alir Penelitian	34
Lampiran 2: Perhitungan Dan Pembuatan Larutan	35
Lampiran 3: Data Hasil Penelitian	39

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Iodium adalah zat gizi esensial bagi tubuh, karena iodium dibutuhkan oleh kelenjar tiroid untuk memproduksi hormon tiroksin. Kekurangan iodium secara terus-menerus dalam waktu lama akan berdampak pada pertumbuhan dan perkembangan makhluk hidup [1]. Kebutuhan iodium yang dianjurkan untuk anak-anak di bawah umur 9 tahun sebesar (50-120 μg) perkilogram berat badan, sedangkan untuk umur antara 10-59 tahun sebesar 150 μg perkilogram berat badan, dan untuk usia di atas 60 tahun dibutuhkan iodium sebesar $\pm 25 \mu\text{g}$ perkilogram berat badan [2]. Di dalam usus semua bentuk senyawa iodium, baik dari makanan ataupun minuman diubah menjadi iodida [3]. Organ utama yang mengambil iodida adalah tiroid, yang akan masuk ke dalam sirkulasi darah dan selanjutnya diikat oleh kelenjar tiroid, dipakai sebagai bahan dasar pembentukan hormon tiroksin, yang mengekresikannya ke dalam urin sebagai iodida [4].

GAKI (Gangguan Akibat Kekurangan Iodium) merupakan salah satu masalah gizi yang menjadi faktor penghambat pembangunan sumber daya manusia karena dapat menyebabkan terganggunya perkembangan mental dan kecerdasan manusia. Masalah GAKI masih menjadi salah satu masalah penting bagi negara-negara berkembang, khususnya di Indonesia. Manifestasi dari GAKI adalah gondok, hipotiroidisme, kretin endemik, gangguan perkembangan mental, dan rendahnya *Intelligence Quotient* (IQ). Kelainan akibat GAKI dalam tubuh dapat di deteksi dengan menentukan jumlah iodida dalam urin. Kandungan iodium dalam urin untuk penderita GAKI berat adalah $< 2 \mu\text{g/dL}$, untuk GAKI sedang 2,0-4,9 $\mu\text{g/dL}$, dan untuk GAKI ringan yaitu 5,0-9,9 $\mu\text{g/dL}$ [4,5]. Sedangkan kadar iodium dalam urin normal adalah 40,64 $\mu\text{g/dL}$ atau 406,4 ppm [6].

Penentuan iodida penting untuk mengetahui jumlah iodida dalam urin, sehingga gejala GAKI dapat dideteksi lebih dini dan dapat dilakukan pencegahan sebelum mengalami penyakit akibat dari GAKI. Metode penentuan iodida yang sering digunakan adalah spektrofotometri, potensiometri dan kromatografi. Metode-metode tersebut memiliki keunggulan dan kekurangan masing-masing. Metode spektrofotometri memiliki keunggulan dalam hal selektivitas

dan sensitivitas namun pereaksi yang digunakan bersifat tidak ramah lingkungan dan sulit didapat. Metode kromatografi cair kinerja tinggi pasangan ion memiliki keunggulan dalam menentukan dan memisahkan spesi-spesi iodium (iodat atau iodida) secara spesifik, cermat, dan seksama, tetapi prosedur analisisnya rumit dan peralatannya kurang praktis untuk analisa lapang [7]. Metode potensiometri memiliki kelebihan dalam instrumentasi yang jauh lebih murah, serta sensitivitas yang tinggi [8]. Namun pada metode potensiometri, diperlukan waktu yang cukup lama, karena pengukuran dilakukan pada saat setimbang dengan nilai potensial yang konstan. WHO merekomendasikan metode spektrofotometri sebagai metode baku penentuan kadar iodida yang didasarkan pada terjadinya reaksi reduksi-oksidasi katalisis yang dikembangkan oleh Kolthoff – Sandell [4].

Penentuan kadar iodida berdasarkan metode spektrofotometri yang telah dikembangkan oleh Kolthoff – Sandell digunakan arsenit (As^{3+}) untuk mengoksidasi iodida [4]. Dimana arsenit (As^{3+}) merupakan bahan yang beracun sehingga diperlukan alternatif bahan oksidator lain yang lebih aman untuk mengoksidasi iodida diantaranya bisa menggunakan permanganat atau iodat. Pada penelitian ini digunakan bahan oksidator iodat karena permanganat merupakan senyawa berwarna dan dimungkinkan dapat mengganggu proses pengukuran absorbansi, sedangkan iodat merupakan senyawa tidak berwarna dan merupakan oksidator kuat. Dalam pembentukan warna, diperlukan indikator yang dapat membentuk warna ketika bereaksi dengan iodium, sehingga pengukuran dengan spektrofotometer sinar tampak dapat dilakukan. Indikator yang biasa digunakan dalam metoda baku penentuan spektrofotometri adalah leucocrystall violet [9]. Indikator ini sulit didapatkan secara komersial, sehingga pada penelitian ini digunakan amilum sebagai indikator untuk membentuk kompleks berwarna iodium-amilum.

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini dikembangkan optimasi metode spektrofotometri untuk penentuan kadar iodida berdasarkan pembentukan kompleks iodium-amilum menggunakan oksidator iodat. Karena kepekatan warna iodium-amilum yang terbentuk pada larutan bergantung pada waktu pengukuran dan volume oksidator yang digunakan, maka dalam penelitian ini dilakukan optimasi terhadap waktu dan volume iodat

serta dilakukan penentuan range konsentrasi iodida untuk mengetahui linieritas pengukuran.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang dari penelitian ini, maka dapat dirumuskan permasalahan dalam penelitian ini yaitu :

1. Berapakah waktu optimum dalam reaksi pembentukan kompleks iodium-amilum untuk penentuan kadar iodida secara spektrofotometri?
2. Berapakah volume optimum oksidator iodat yang berpengaruh terhadap intensitas warna pada pembentukan kompleks iodium-amilum untuk penentuan kadar iodida secara spektrofotometri?
3. Bagaimanakah range konsentrasi iodida pada penentuan kadar iodida secara spektrofotometri?

1.3 Batasan Masalah

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Konsentrasi I⁻ untuk pengukuran adalah 10 ppm
2. Konsentrasi IO₃⁻ untuk pengukuran adalah 54,6 ppm

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Untuk mengetahui waktu optimum dalam reaksi pembentukan kompleks iodium-amilum untuk penentuan kadar iodida secara spektrofotometri.
2. Untuk mengetahui volume optimum oksidator iodat yang berpengaruh terhadap intensitas warna pada pembentukan kompleks iodium-amilum dalam penentuan kadar iodida secara spektrofotometri.
3. Untuk mengetahui range konsentrasi iodida pada penentuan kadar iodida secara spektrofotometri.

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan untuk metode alternatif untuk penentuan kadar iodida dalam urin secara spektrofotometri dengan reagen yang ramah lingkungan, mudah didapat, dan murah, sehingga bermanfaat untuk mempermudah monitoring GAKI.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Iodida

Iodium merupakan unsur yang kadarnya di dalam dunia anorganik sangat beragam. Dan merupakan zat gizi mikro yang esensial. Sebagai unsur halogen, iodium tidak ditemukan di alam dalam keadaan bebas, karena sangat reaktif [10]. Bilangan atom iodium adalah 53, dengan bobot atom 126,91 g/mol. Kelarutan iodium dalam air sangat rendah, akan tetapi molekul iodium (I_2) berkombinasi dengan iodida membentuk poliiodida, yang menyebabkan iodium sangat mudah larut dalam air. Di udara, tanah, air tawar, dan air laut, kadar iodium masing-masing berturut-turut sekitar $0,7 \mu\text{g}/\text{m}^3$, $300 \mu\text{g}/\text{l}$, $50 \mu\text{g}/\text{l}$. Kadar iodium tersebut berbeda-beda pada setiap tempat. Air laut mengandung jumlah total iodium terbesar, kebanyakan dalam bentuk iodat [11].

Iodium berbentuk padat berwarna biru hitam pada suhu kamar, serta dalam bentuk murninya iodium merupakan senyawa yang bersifat racun. Seperti sifat halogen lainnya, iodium mudah bereaksi dengan unsur-unsur lain dan dapat larut dalam air. Selain itu, iodium juga larut dengan cepat dalam larutan natrium iodida. Di alam, iodium terdapat dalam bentuk senyawa yang banyak tersebar di dalam air laut, tanah dan batuan. Selain itu iodium juga terdapat dalam jaringan tubuh organisme laut (misalnya dalam ganggang laut) dan dalam garam Chili yang mengandung 0,25 natrium iodat (NaIO_3) [12].

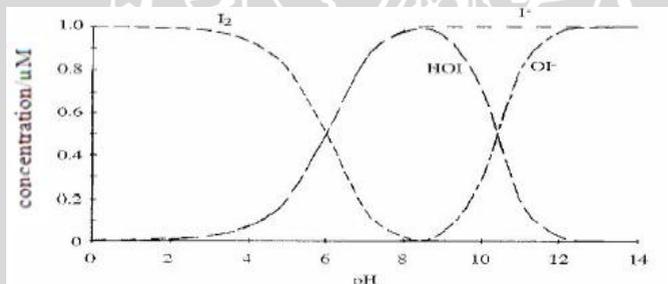
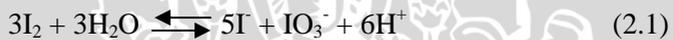
Iodium merupakan bahan dasar yang penting untuk sintesis hormon tiroid. Iodium dalam makanan sebagian besar dalam bentuk ion iodida (I^-) atau (IO_3^-) dan sedikit iodium yang terikat sebagai senyawa organik. Di dalam usus semua bentuk senyawa iodium, baik dari makanan ataupun minuman diubah menjadi iodida [3]. Organ utama yang mengambil iodida adalah tiroid, yang akan masuk ke dalam sirkulasi darah yang selanjutnya diikat oleh kelenjar tiroid, dipakai sebagai bahan dasar pembentukan hormon tiroksin dan ginjal, yang mengekresikannya ke dalam urin sebagai iodida [4].

Menurut Zilva dan Daniel, dalam Linder [13], sepertiga bagian iodium yang diserap digunakan untuk membentuk hormon tetraiodotironin (T_4) dan triiodotironin (T_3) yang berfungsi untuk mengatur metabolisme makanan dan pertumbuhan, sedangkan

duapertiga lainnya diekskresikan bersama urin. Di dalam urin iodium juga berada dalam bentuk iodida bebas (I^-). Penentuan kadar iodida bebas dalam urin sangat penting karena dimungkinkan untuk menentukan kelainan fungsi kelenjar tiroid secara cepat sehingga gejala gondok dan kreatin endemik dapat diketahui lebih awal [13]. Kelainan kelenjar tiroid terjadi jika iodida dalam urin berada dalam ambang batas 0,4 ppm iodida [14].

Spesi lain dari iodium (I_2) selain iodida (I^-) adalah iodat (IO_3^-). Dalam suasana asam ($pH < 4$) iodat dapat tereduksi menjadi (I^-) dan iodium (I_2). Dalam suasana basa ($pH 9-11$) iodat dapat teroksidasi menjadi periodat (IO_4^-) [15].

Kesetimbangan dari spesi iodium ditunjukkan pada Gambar 2.1 Dimana pada larutan iodium $pH 2-5$ sudah terbentuk iodida. Reaksi pada pembentukan iodida dapat digambarkan dalam persamaan reaksi (2.1)[15], sedangkan distribusi spesi iodium terhadap pH ditunjukkan pada Gambar 2.1[16].



Gambar 2.1: Spesi iodium dalam berbagai pH [16]

2.2 Gangguan Akibat Kekurangan Iodium (GAKI)

Gangguan Akibat Kekurangan Iodium (GAKI) merupakan salah satu masalah kesehatan yang serius serta mempunyai dampak secara langsung pada kelangsungan hidup dan kualitas sumber daya manusia [17,18]. GAKI banyak ditemukan di daerah pegunungan karena makanan yang dikonsumsi sangat tergantung dari produksi tanaman setempat yang tumbuh pada kondisi kadar iodium rendah di tanah [21]. Tidak menutup kemungkinan terjadi kasus GAKI di

daerah dataran rendah. Kelenjar tiroid menggunakan iodium untuk memproduksi hormon tiroksin yang mempunyai peran sangat vital pada perkembangan otak dan sistem saraf sebelum kehamilan, bayi, dan anak-anak [20]. Kekurangan iodium dapat menyebabkan kegagalan pertumbuhan pada masa kehamilan, pada masa anak-anak dapat menghambat pertumbuhan sel, fungsi kognitif, dan fungsi motorik [22].

Indikator untuk mengukur kemajuan asupan iodium ada dua, yaitu proses iodisasi garam yang dapat dilihat dari kadar iodium garam dan indikator impact yang dapat dilihat dari ekskresi iodium urin (EIU), pengukuran kelenjar tiroid (palpasi dan USG) dan pengukuran TSH. EIU paling banyak dianjurkan untuk pengukuran status iodium, karena lebih dari 90 % iodium dalam tubuh akan diekskresikan lewat urin dalam bentuk iodida (I⁻), sehingga EIU dapat merefleksikan asupan iodium seseorang [23,24]. Kelebihan EIU sebagai indikator untuk mengetahui GAKI adalah karena sampel yang diambil (urin) mudah dikumpulkan dan biaya yang dibutuhkan relatif murah [34].

Iodida sebelum disintesis menjadi hormon tiroksin, terlebih dahulu diaktifkan dengan enzim peroksidase. Dengan proses katalis maka terbentuk iodinasi tiroglobulin menjadi monoiodotirosin (MIT) dan Diiodotirosin (DIT). Kemudian terjadi penggabungan MIT dan DIT menjadi Triiodotironin (T₃) dan penggabungan dua DIT menjadi Tiroksin (T₄) [3]. Dunn (1993) dan Delange (1994), dalam atikah [4], menyatakan bahwa iodium yang diekskresikan lewat urin sebanding dengan jumlah asupan iodium ke dalam tubuh.

Secara kimia fungsi dari iodium berkaitan dengan fungsi dari tiroid yang merupakan bagian dari tri dan tetra iodotironin yaitu hormon T₃ dan T₄. Fungsi utama dari hormon-hormon tiroid tersebut adalah untuk merangsang produksi panas dengan peningkatan penggunaan oksigen untuk mempertahankan suhu tubuh yang konstan. Hormon T₃ dan T₄ dapat mempengaruhi sintesis protein selama masa janin dan anak-anak, hormon tersebut dapat meningkatkan pertumbuhan dan perkembangan fisik serta mental [11].

Meskipun sebagian besar iodium dalam urin berbentuk iodium organik, namun ada juga yang terikat sebagai T₃ dan T₄ dan kemungkinan lain adalah sebagai senyawa kompleks dengan kation-

kation lain. Pada tabel 2.1 dapat dilihat komposisi senyawa dalam urin orang dewasa [21].

Tabel 2.1: Kandungan senyawa dalam urin orang dewasa sehat [21]

No	Unsur	Jumlah yang dikeluarkan (per 24 jam)
1	Natrium	3 - 4 g
2	Kalium	1,5 - 2 g
3	Klorida	9 - 16 g
4	Kalsium	0,1 - 0,3 g
5	Fosfat	1 - 1,5 g
6	Sulfur	0,7 - 3,5 g
7	Magnesium	0,05 - 0,2 g
8	Amonia	0,3 - 1 g
9	Iodium	50 - 250 g
10	Arsen	50 µg
11	Timbal	50 µg
12	Urea	25 - 30 g
13	Kreatinin	1 - 1,8 g
14	Asam urat	0,3 - 1 g
15	Kreatin	60 - 150 mg
16	Asam hipurat	0,1 - 1,0 mg
17	Basa purin	7 - 10 mg
18	Badan keton	3 - 15 mg
19	Asam oksalat	15 - 20 mg
20	Indikan	4 - 2 mg
21	Alantoin	20 - 30 mg
22	Koproporpirin	60 - 280 mg
23	Fenol	0,1 - 0,5 mg
24	Vitamin, hormon, dan enzim	Terdeteksi dalam jumlah kecil

Sampai saat ini ada beberapa teori yang menyatakan bahwa penyebab terjadinya GAKI adalah defisiensi iodium, pengaruh zat goitrogenik, dan faktor genetik. Namun defisiensi iodium merupakan penyebab utama terjadinya GAKI [1]. Banyaknya iodium dalam makanan sangat bervariasi dan tergantung pada banyaknya iodium dalam tanah di daerah bahan makanan tersebut. Sumber utama iodium dalam susunan makanan adalah sereal, sayuran, dan susu. Dalam air laut, iodium terdapat dengan konsentrasi yang sangat rendah tetapi organisme yang hidup di laut memiliki kemampuan untuk menghimpunnya. Ikan laut adalah sumber iodium yang sangat baik dan rumput laut adalah sumber yang sangat kaya [25].

2.3 Metode Standar Pengukuran Kadar Iodida

Metode standar penentuan kadar iodium dalam urin yang direkomendasikan oleh WHO adalah metoda spektrofotometri yang didasarkan pada reaksi reduksi-oksidasi katalisis yang dikembangkan oleh Kolthoff-Sandell [4].

Adapun prinsip dari metoda tersebut adalah sampel urin didestruksi dengan asam klorat pada temperatur 110-115 °C, diikuti oleh reaksi reduksi ion Ce (IV) yang berwarna kuning oleh ion iodida menjadi ion Ce (III) tidak berwarna menggunakan katalisator asam sulfat. Selanjutnya iodium yang terbentuk direduksi oleh arsenit (As^{3+}) menjadi arsenat (As^{5+}) yang berwarna kuning. Reaksi yang terjadi dapat digambarkan sebagai berikut [4] :



Reaksi aksi katalisis iodida yang terjadi ini dapat diikuti dengan hilangnya warna kuning, karena ion Ce (IV) direduksi menjadi Ce (III) yang tidak berwarna. Kecepatan hilangnya warna kuning tersebut secara langsung berbanding lurus dengan jumlah iodida yang mengkatalisisnya dan konsentrasi iodida berbanding terbalik dengan total waktu yang diperlukan untuk mereduksi Ce (IV) [4]. Pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang yang khas untuk Ce (IV), biasanya pada daerah 350-420 nm. Karena absorbansi berubah secara kontinyu maka diperlukan mengukur

absorbansi pada waktu yang tepat. Mengingat tidak ada panjang gelombang yang spesifik untuk penentuan iodida (iodium) maka banyak peneliti yang berbeda menggunakan panjang gelombang yang berbeda [4,5]. Mengingat spesifitas dan sensitivitas reaksi Kolthoff-Sandell yang tinggi, maka reaksi tersebut digunakan sebagai metoda baku untuk hampir semua penentuan kadar iodium dalam urin.

Dalam reaksi Kolthoff-Sandell peranan ion iodida sangat spesifik, sedang ion iodat, klorida, dan bromida hanya memiliki aksi katalisis yang kecil sehingga kurang respon. Asam sulfat dan asam klorida merupakan komponen penting dalam campuran reaksi, dimana asam sulfat bertindak sebagai katalisator yang dapat mempercepat reaksi sedangkan ion klorida berfungsi dalam mencegah oksidasi iodida menjadi iodat. Penentuan ini diganggu oleh nitrit, tiosianat, dan besi(II). Ion-ion Fe(II) dapat mereduksi atau mengoksidasi ion Ce(IV) atau senyawa arsenit (As^{3+}) [4].

2.4 Oksidator

Iodida merupakan golongan halida, dan merupakan unsur yang lebih mudah teroksidasi dibandingkan dengan halida lain dalam satu golongan. Hal ini dapat dilihat dari data potensial reduksi pada unsur halogen berikut [26]:

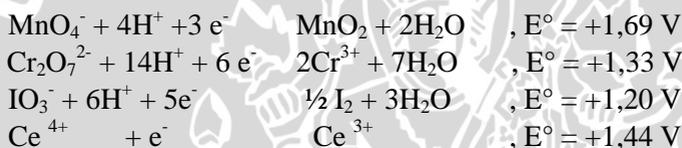


Iodida dengan mudah akan teroksidasi jika direaksikan dengan oksidator kuat. Oksidator merupakan senyawa di mana atom yang terkandung akan mengalami penurunan bilangan oksidasi. Sedangkan reduktor merupakan senyawa dimana atom yang terkandung akan mengalami kenaikan bilangan oksidasi. Dalam volumetri, iodium digunakan sebagai pereaksi oksidasi (iodimetri) dan ion iodida digunakan sebagai pereaksi reduksi (iodometri) [8].

Senyawaan iodida umumnya KI ditambahkan secara berlebihan pada larutan oksidator sehingga iodium (I_2) yang terbentuk berikatan dengan iodida sisa menjadi kompleks I_3^- yang mudah larut dalam air. Iodium yang terbentuk ekuivalen dengan jumlah oksidator yang akan ditentukan. Terdapat beberapa oksidator yang dapat digunakan

sebagai pereaksi oksidator, yaitu ion permanganat (MnO_4^-), ion kromat (CrO_4^{2-}), dan ion bikromat ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$). Ketiga zat tersebut merupakan oksidator yang kuat dan mudah melepas oksigen sehingga penanganannya perlu berhati-hati [19]. Kalium 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 [13].

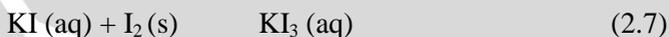
Keberhasilan pembentukan iodium tergantung pada oksidator yang digunakan [14]. Penggunaan oksidator seperti kalium kromat, hidrogen peroksida, natrium hipoklorit, serta kalium persulfat pernah dilakukan namun belum diperoleh keterangan oksidator yang terbaik untuk merubah iodida menjadi iodium [14]. Berikut adalah beberapa oksidator yang dapat digunakan dalam mengoksidasi iodida [26]:



Penentuan Iodida menggunakan metode spektrofotometri berdasarkan pembentukan kompleks iodium-amilum menggunakan oksidator iodat didasarkan pada reaksi reduksi-oksidasi sesuai dengan reaksi berikut [26].



Iodium dan amilum akan membentuk kompleks iodium-amilum yang ditandai dengan terbentuknya warna biru. I_2 tidak larut dalam air, supaya larut harus direaksikan dengan KI membentuk kompleks KI_3 sesuai dengan reaksi (2.7).



Iodat merupakan salah satu dari beberapa oksidator yang dapat mengoksidasi iodida menjadi iodium dalam suasana asam. Pada

penelitian ini, reaksi dilakukan pada kondisi asam, hal ini dikarenakan pada kondisi basa kuat (pH tinggi), maka iodium dapat mengalami reaksi disproporsionasi menjadi hipiodat. Sedangkan pada keadaan asam kuat maka amilum yang dipakai sebagai indikator akan terhidrolisis, selain itu pada keadaan ini iodida (I^-) yang dihasilkan dapat diubah menjadi iodium (I_2) dengan adanya oksigen (O_2) dari udara bebas, reaksi ini melibatkan ion (H^+) dari asam [26].



2.5 Reaksi- reaksi pada iodida

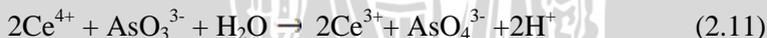
Iodida akan menghasilkan hidrogen Iodida murni ketika direaksikan dengan asam fosfat [27]:



Jika mangan dioksida ditambahkan ke campuran iodida dan asam sulfat, maka akan terjadi reaksi berikut [27]:



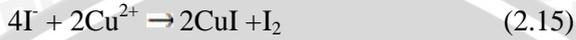
Reduksi katalitik dari uji garam cerium (IV) menjadi garam cerium (III) dalam larutan asam oleh arsen yang berlangsung sangat lambat dapat digambarkan dalam reaksi 2.11 dan dengan adanya iodide (reaksi 2.12), reaksi berjalan dengan cepat, hal ini dikarenakan adanya iodium bebas. Reaksi berlanjut seperti dalam reaksi (2.13), Selanjutnya iodium yang terbentuk direduksi oleh arsenit (As^{3+}) menjadi arsenat (As^{5+}) yang berwarna kuning [27].



Jika bikromat ditambahkan ke campuran iodida dan asam sulfat, maka akan terjadi reaksi 2.14 [27].



Iodium dapat direduksi menjadi iodida dengan penambahan larutan natrium tiosulfat atau asam sulfat, yang kemudian bereaksi dengan tembaga menghasilkan tembaga (I) iodida [27].



2.6 Kalium Iodat

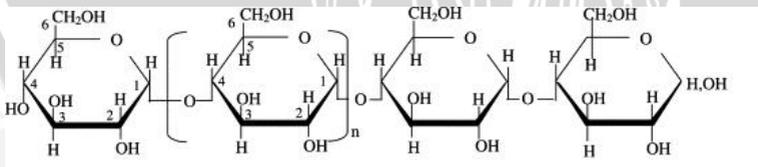
Kalium iodat memiliki rumus molekul KIO_3 dan memiliki berat molekul 214,02 g/mol serta mempunyai komposisi I = 59,3 %, k = 18,27 %, dan O = 22,43 %, berupa serbuk hablur putih, atau kristal yang tidak berbau dengan bobot jenis 3,89 g/ml [37]. Kalium iodat dapat terdekomposisi menjadi iodium melibatkan suatu reduktor dan kondisi asam. Reaksi tersebut dapat ditulis sebagai berikut [28]:



Harga potensial reduksi (E°) +1,20 V pada setengah reaksi di atas menunjukkan bahwa iodat (IO_3^-) sangat mudah tereduksi menjadi iodium (I_2) oleh suatu zat yang bersifat reduktor seperti ion Fe^{2+} dan tembaga (Cu).

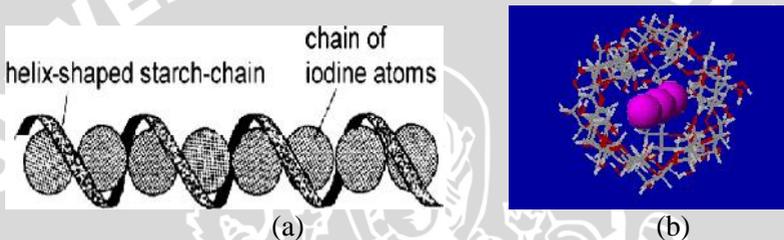
2.7 Indikator Amilum

Amilum merupakan polimer yang tersusun atas unit glukosa yang dihubungkan oleh ikatan alfa-1,4-glikosidik dan ikatan alfa-1,6-glikosidik. Polimer amilum terdiri atas dua tipe polimer polisakarida, yaitu amilosa dan amilopektin. Amilum adalah indikator dengan perubahan warna menjadi warna biru tua, warna ini ditimbulkan oleh ikatan lemah diantara amilosa dan iodium [36].



Gambar 2.2: Struktur Amilosa [36]

Amilosa merupakan polimer rantai lurus yang terdiri atas anhidroglukosa yang dihubungkan ikatan $-1,4$ -glikosidik (Gambar 2.2). Di dalam air, amilosa membentuk struktur *helix*. Bila iodin ditambahkan pada larutan yang mengandung amilosa, maka iodin akan terperangkap dalam *helix* sehingga terjadi perubahan warna larutan menjadi biru/ungu (tergantung panjang molekul amilosa) (Gambar 2.3). Amilopektin merupakan polimer bercabang yang terdiri atas unit anhidroglukosa (glukopiranosil) yang dihubungkan oleh ikatan $-1,6$ -glikosidik (percabangan) dan ikatan $-1,4$ -glikosidik yang membentuk rantai lurusnya [36].



Gambar 2.3: Pembentukan kompleks iodium-amilum (a) Gambar atom iodium yang terikat pada stuktur helix amilosa pada amilum, (b) Gambar struktur 3D iodium-amilum[38]

2.8 Analisis Spektrofotometri

Metode spektrofotometri memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan metode gravimetri maupun volumetri. Beberapa keunggulan yang didapat antara lain: metode spektrofotometri merupakan metode yang sederhana, lebih cepat analisisnya dan sampel yang digunakan dalam jumlah kecil dapat ditentukan dengan metode ini [29]. 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 [30].

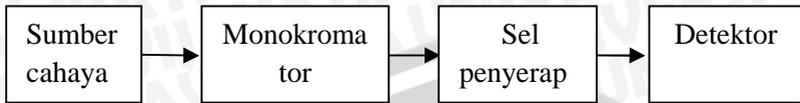
Dalam daerah tampak dari suatu spektrum, manusia dengan ketampakan warna yang normal, dapat mengkorelasikan panjang gelombang cahaya yang mengenai mata dengan indera subjektif mengenai warna, dan memang warna kadang-kadang digunakan agar tidak sulit untuk menandai porsi-porsi spektrum tertentu, seperti dipaparkan dalam tabel 2.2. Bila cahaya putih yang berisi seluruh

spektrum panjang gelombang, melewati suatu medium seperti kaca atau suatu larutan kimia berwarna yang tembus cahaya bagi panjang-panjang gelombang tertentu tapi menyerap panjang-panjang gelombang yang lain, medium itu akan tampak berwarna bagi pengamat. Karena hanya gelombang yang diteruskan sampai ke mata, panjang-panjang gelombang merekahlah yang menentukan warna medium. Warna ini dikatakan komplementer pada warna yang akan diinderaii seandainya cahaya yang terserap itu dapat ditilik, karena cahaya yang diteruskan dan cahaya yang diabsorpsi menyusun warna putih aslinya [33].

Tabel 2.2: Spektrum cahaya tampak dan warna - warna komplementer [33]

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

Spektrofotometer terdiri dari bagian-bagian penting (Gambar 2.4) antara lain sumber cahaya (lampu deuterium atau lampu tungsen) yang berfungsi memberikan radiasi elektromagnetik pada daerah ultraviolet-tampak, monokromator berfungsi untuk menguraikan gelombang cahaya menjadi panjang gelombang yang sesuai dan detektor yang akan mencatat intensitas cahaya yang ditransmisikan [35].



Gambar 2.4: Diagram Spektrofotometer

Dalam hukum Lambert-Beer hal yang harus diperhatikan [31] :

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

Dalam mempelajari serapan secara kuantitatif, berkas radiasi yang ditransmisikan diukur. Sinar radiasi yang diserap ditentukan dengan membandingkan intensitas dari cahaya masuk dengan intensitas cahaya yang diteruskan. Hukum yang menyatakan hubungan antara absorbansi radiasi dengan tebal medium penyerap dirumuskan oleh Lambert-Beer, sebagai persamaan 2.17 [31].

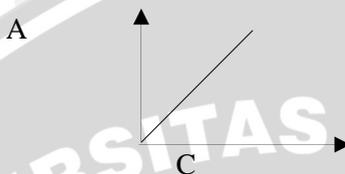
$$\text{Log} \frac{I_0}{I} = a \cdot b \cdot c ; A = \dots b \cdot C \quad (2.17)$$

Dari rumus di atas, I_0 menyatakan intensitas cahaya masuk, I menyatakan intensitas cahaya yang diteruskan, A menyatakan absorbansi, a menyatakan absorpsiivitas (gram/liter), b menyatakan tebal medium penyerap dan c menyatakan konsentrasi zat terukur. Nilai a bergantung pada cara menyatakan konsentrasi zat c . Jika konsentrasi dinyatakan dalam mol/liter, maka a diberi lambang ϵ dan disebut sebagai koefisien absorpsi molar atau absorpsiivitas molar. Koefisien absorpsi molar didefinisikan sebagai koefisien spesifik untuk konsentrasi 1 mol per liter dan tebal medium penyerap 1 cm, dan dirumuskan sebagai pers. 2.18 [31].

$$\epsilon = \frac{A}{b \cdot c} \quad (2.18)$$

Secara teori terdapat hubungan linier antara serapan terhadap konsentrasi apabila pengukuran serapan beberapa larutan standar

pada konsentrasi tertentu, maka akan diperoleh kurva linier yang disebut kurva baku. Kurva hubungan antara absorbansi (A) dan konsentrasi (C) terlihat pada Gambar 2.5 [32].



Gambar 2.5: Kurva hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi

2.9 Hipotesis

1. Semakin lama waktu pengukuran nilai absorbansi akan semakin meningkat sampai dicapai kesetimbangan, dan kemudian menurun sebagai akibat dekomposisi warna kompleks.
2. Semakin banyak volume oksidator iodat akan semakin meningkat sampai dicapai kesetimbangan, kemudian constant dengan penambahan berikutnya.
3. Range konsentrasi iodida akan menunjukkan linieritas pada konsentrasi tertentu.

BAB III

METODE PENELITIAN

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 September 2012 – Desember 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, gelas ukur, labu ukur, spatula, pipet tetes, pipet ukur, pipet volume, gelas arloji, botol semprot, bola hisap, penangas, spektrometrik-20, spektrofotometer uv-vis Shimadzu dan kamera.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain kalium iodida (Merck), kalium iodat (Merck), indikator amilum 1%, larutan H_2SO_4 96% dan aquades.

3.3 Metodologi Penelitian

Pada penentuan kadar iodida dengan menggunakan metode spektrofotometri ini dilakukan beberapa tahapan penelitian antara lain :

1. Preparasi larutan
 - Pembuatan larutan induk I 100 ppm
 - Pembuatan larutan IO_3^- 54,6 ppm
 - Pembuatan larutan amilum 1%
 - Pembuatan larutan H_2SO_4 1 M
2. Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks iodium-amilum
3. Penentuan waktu pembentukan kompleks iodium-amilum
4. Penentuan volume kalium iodat optimum
5. Penentuan range konsentrasi iodida terhadap pembentukan kompleks iodium-amilum dan pembuatan kurva standar iodida

3.4 Cara Kerja Penelitian

3.4.1 Preparasi Larutan

3.4.1.1 Pembuatan Larutan induk I 100 ppm

Larutan I 100 ppm dibuat dari padatan kalium iodida yang dipanaskan 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 13,07 mg dan dilarutkan dengan akuades dalam gelas kimia. Kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL secara kuantitatif dan ditambah akuades hingga tanda batas.

3.4.1.2 Pembuatan larutan IO_3^- 54,6 ppm

Larutan IO_3^- 54,6 ppm dibuat dari pelarutan padatan KIO_3 dengan BM $\text{KIO}_3 = 214$ g/mol dan BM $\text{IO}_3^- = 175$ g/mol ditimbang sebanyak 6,67 mg dan dilarutkan dalam gelas kimia. Kemudian dipindahkan ke labu ukur 100 ml secara kuantitatif dan ditambah akuades hingga tanda batas.

3.4.1.3 Pembuatan larutan Amilum 1%

Padatan amilum ditimbang 1 gram, dilarutkan dalam gelas kimia 250 mL. Kemudian ditambahkan 100 mL akuades. Larutan diaduk dan dipanaskan hingga homogen.

3.4.1.4 Pembuatan larutan H_2SO_4 1 M

Larutan H_2SO_4 dibuat melalui pengenceran larutan H_2SO_4 96 % dengan cara mengambil larutan H_2SO_4 96% sebanyak 1,8 mL. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai 100 mL, sehingga larutan hasil pengenceran memiliki konsentrasi 1 M.

3.4.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Iodium-amilum

Larutan Iodida 100 ppm dipipet 0,5 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 10 mL, ditambah larutan KIO_3 54,6 ppm sebanyak 1 mL, ditambah 5 tetes H_2SO_4 , dan ditambah indikator amilum 1 mL. Selanjutnya ditambah akuades hingga tanda batas. Dan dikocok hingga homogen. Kemudian larutan yang terbentuk 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.

3.4.3 Penentuan Waktu Pembentukan Kompleks Iodium-amilum

Larutan Iodida 100 ppm dipipet 1 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 10 mL, ditambah larutan KIO_3 54,6 ppm sebanyak 1 mL, ditambah 5 tetes H_2SO_4 , dan ditambah indikator amilum 1 mL. Kemudian larutan diukur absorbansinya dengan menggunakan spektronik 20 pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2), dengan variasi waktu 1-30 menit, dengan interval waktu 1 menit. Data yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara waktu pembentukan kompleks iodium-amilum (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y). Hasil percobaan digunakan untuk percobaan selanjutnya.

3.4.4 Penentuan volume kalium iodat optimum

Penentuan volume optimum iodat dilakukan seperti percobaan 3.4.3 dengan volume KIO_3 54,6 ppm divariasi yaitu 0,4 ; 0,5 ; 0,8 ; 1,5 ; 1,8 ; 2 ; 2,2 ; 2,5 ; 2,8 ; dan 3 mL sesuai dengan perhitungan reaksi stokiometri. Setelah 6 menit larutan yang terbentuk difoto dan diukur absorbansinya dengan menggunakan spektronik 20 pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2). Data yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara konsentrasi KIO_3 (mL) (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y). Hasil percobaan digunakan untuk percobaan selanjutnya.

3.4.5 Penentuan range konsentrasi reagen (I) terhadap pembentukan kompleks iodium-amilum

Penentuan range konsentrasi reagen (I) dilakukan seperti percobaan 3.4.4 dengan konsentrasi reagen (I) divariasi yaitu 5 ; 10 ; 15 ; 20 ; 25 ; 30 ; 35 ; 40 ; 45 ; 50 ppm dan digunakan penambahan volume iodat optimum sesuai rasio mol (hasil percobaan 3.4.4). Setelah 6 menit larutan yang terbentuk difoto dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (hasil percobaan 3.4.2). Data yang diperoleh dibuat grafik hubungan antara konsentrasi reagen (I) (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y), kemudian dibuat persamaan regresinya. Kurva baku ini digunakan untuk penentuan konsentrasi iodida dalam sampel.

3.4.6 Analisa Data

3.4.6.1 Analisa Grafik dan Regresi Linier

Dalam pembuatan kurva sandart antara konsentrasi iodida terhadap absorbansi digunakan persamaan regresi:

$$y = a x$$

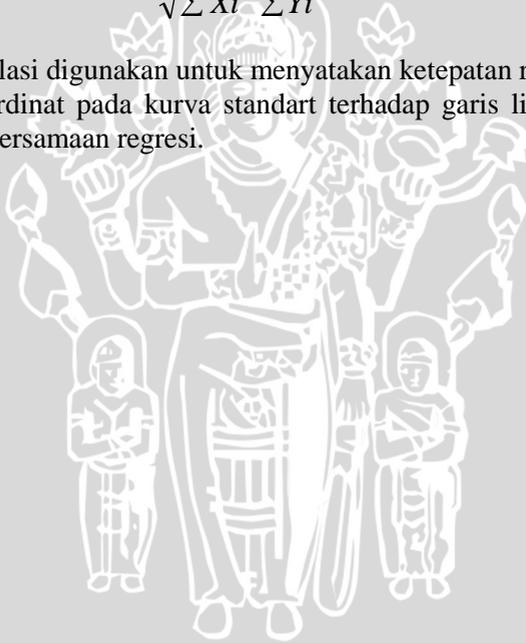
Dimana y adalah absorbansi (A), sedangkan x menyatakan konsentras iodida. harga a dapat dihitung dengan persamaan:

$$a = \frac{\sum XiYi}{\sum Xi^2}$$

Sedangkan untuk menghitung koefisien korelasi R^2 dari persamaan regresi tersebut digunakan persamaan :

$$R^2 = \frac{\sum XiYi}{\sqrt{\sum Xi^2 \sum Yi^2}}$$

Koefisien korelasi digunakan untuk menyatakan ketepatan rata-rata semua titik koordinat pada kurva standart terhadap garis linier yang diperoleh dari persamaan regresi.



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

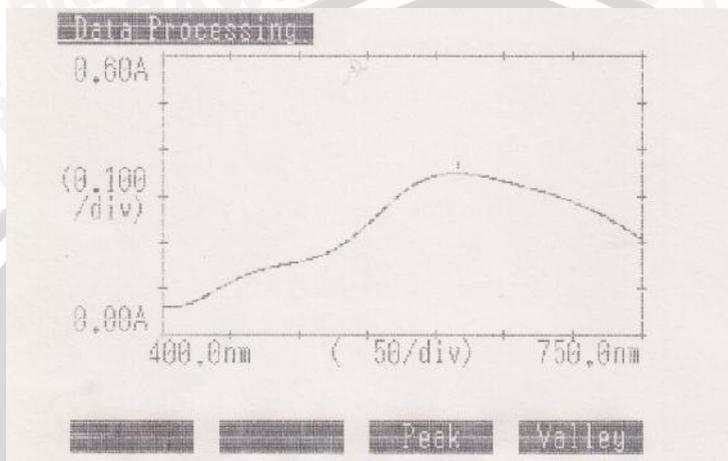
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum bertujuan untuk memperoleh nilai absorpsivitas yang paling tinggi. Semakin tinggi nilai absorpsivitas diharapkan sensitivitas pengukuran akan semakin baik. Pengukuran serapan larutan pada panjang gelombang maksimum memiliki ketelitian yang tinggi dan dapat mengurangi kesalahan pengukuran dalam menentukan konsentrasi suatu senyawa secara spektrofotometri. Hal ini dikarenakan pengukuran pada panjang gelombang maksimum akan meningkatkan kepekaan analisis.

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan konsentrasi iodida $[I^-]$ 5 ppm dan IO_3^- dengan volume yang ditambahkan yaitu 1 mL atau setara dengan $3,12 \times 10^{-5}$ mol, H_2SO_4 5 tetes, dan indikator amilum 1% 1 mL. Panjang gelombang maksimum dalam penentuan iodida secara spektrofotometri pada pembentukan kompleks iodium-amilum (biru-hijau) memiliki absorbansi maksimum pada kisaran panjang gelombang pada sinar tampak yaitu 616,5 nm sesuai dengan warna komplementernya (merah) seperti yang ditunjukkan pada tabel 2.2.

Dalam penelitian ini didapatkan spektra hubungan antara panjang gelombang terhadap absorbansi yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Berdasarkan spektra yang dihasilkan (Gambar 4.1), didapatkan nilai absorbansi terhadap panjang gelombang (Tabel L.3.1) dan kompleks amilum-iodida yang terbentuk mempunyai panjang gelombang maksimum sebesar 616,5 nm. Dari hasil penentuan panjang gelombang maksimum ini akan digunakan panjang gelombang maksimum 616,5 nm untuk pengukuran absorbansi kompleks iodium-amilum dalam percobaan selanjutnya. Hal ini dikarenakan pada panjang gelombang tersebut merupakan panjang gelombang yang aman untuk pengukuran atau masih dalam kisaran panjang gelombang maksimum kompleks berwarna iodium-amilum. Jika digunakan panjang gelombang 620 nm maka ditakutkan serapan yang dihasilkan tidak optimum, karena panjang gelombang yang digunakan melebihi dari panjang gelombang maksimum kompleks iodium-amilum. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.1.

dimana pada panjang gelombang melebihi 616,5 nm didapatkan penurunan serapan kompleks iodium-amilum.



Gambar 4.1: Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

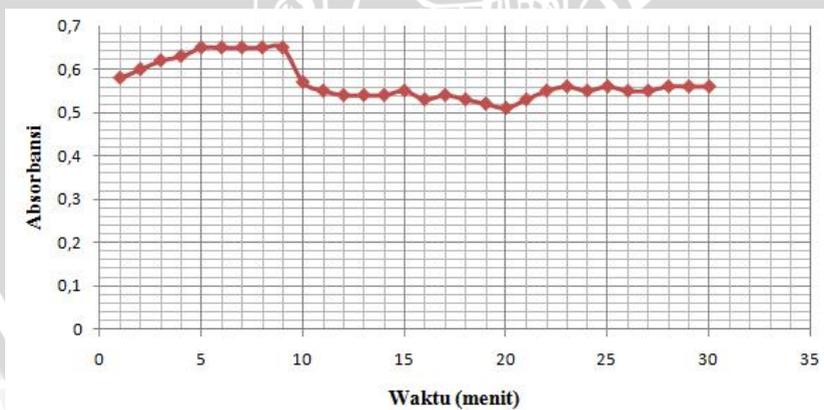
4.2 Penentuan Waktu Pembentukan Kompleks Iodium-amilum

Penentuan waktu pembentukan kompleks iodium-amilum dipelajari untuk mengetahui waktu yang dibutuhkan untuk pembentukan kompleks berwarna dan mencari ketepatan waktu pengukuran absorbansi larutan kompleks iodium-amilum, karena ketepatan waktu pengukuran kompleks iodium-amilum sangat berpengaruh dengan nilai absorbansi yang dihasilkan. Dari spektra yang dihasilkan (Gambar 4.2) diperoleh nilai absorbansi dari pembentukan kompleks iodium-amilum seiring dengan kenaikan waktu dengan data percobaan optimasi waktu pembentukan kompleks iodium-amilum ditunjukkan pada Tabel L.3.2.

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan konsentrasi iodida $[I^-]$ 10 ppm dan IO_3^- 54,6 ppm dengan volume yang ditambahkan yaitu 1 mL atau setara dengan $3,12 \times 10^{-5}$ mol, H_2SO_4 5 tetes, dan indikator amilum 1% 1 mL.

Berdasarkan spektra yang dihasilkan (Gambar 4.2) menunjukkan adanya serapan pada menit ke-1 dengan nilai serapan 0,58. Hal ini menunjukkan bahwa kompleks berwarna iodium-amilum sudah terbentuk. Kemudian diikuti serapan pada menit ke-2 sampai menit ke-5 dengan nilai absorbansi yang semakin meningkat

seiring dengan bertambahnya waktu reaksi. Hal ini dimungkinkan reaksi pembentukan kompleks amilum-iodida masih belum mencapai kesetimbangan dan kompleks berwarna iodium-amilum belum terbentuk semua. Peningkatan kompleks iodium-amilum yang terbentuk akan mempengaruhi nilai absorbansi, karena pengukuran dilakukan secara spektrofotometri menggunakan spektronik 20, dimana semakin banyak konsentrasi yang terukur maka absorbansi akan semakin meningkat yang sesuai dengan hukum Lambert-Beer. Pada menit ke-5 sampai menit ke-9 menunjukkan nilai absorbansi yang konstan seiring dengan bertambahnya waktu, dengan nilai serapan yaitu 0,65. Hal ini dimungkinkan karena kompleks iodium-amilum yang terbentuk sudah setimbang atau kecepatan pembentukan produk sama dengan kecepatan penguraian menjadi reaktannya, sehingga tidak menunjukkan adanya perubahan serapan. Namun pada menit ke-10 sampai menit ke-30 terjadi penurunan serapan. Penurunan serapan terjadi karena adanya dekomposisi, hal ini dikarenakan iodium merupakan senyawa yang tidak larut dalam air atau non polar sedangkan amilum merupakan senyawa semipolar. Ketika iodium dan amilum direaksikan maka akan terbentuk kompleks berwarna iodium-amilum namun hal ini tidak berlangsung dalam waktu yang lama, karena sifat kepolaran amilum dan iodium yang berbeda akan membuat kompleks tersebut tidak stabil sehingga akan terurai kembali.



Gambar 4.2: Kurva hubungan antara waktu dengan serapan kompleks iodium-amilum

Dari hasil tersebut, kemudian dilakukan waktu pengukuran dalam pembentukan kompleks berwarna iodium-amilum secara spektrofotometri pada menit ke-6 setelah iodium dan amilum bereaksi dalam percobaan selanjutnya. Hal ini dikarenakan pada menit ke-6 merupakan waktu aman dan masih berada dalam range waktu optimum untuk pengukuran dengan nilai absorbansi yang konstan.

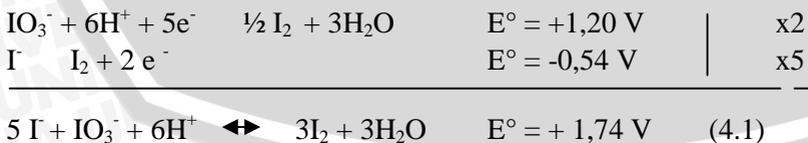
4.3 Penentuan volume kalium iodat optimum

Penentuan pengaruh volume KIO_3 optimum bertujuan untuk merubah iodida menjadi iodium berdasarkan reaksi pada persamaan (2.4) sehingga dapat membentuk kompleks iodium-amilum dalam persamaan (2.5). Pada penelitian ini dilakukan pada suasana asam, karena iodium yang terbentuk stabil dalam suasana asam. Suasana asam akan menghasilkan uap ungu yang kemudian membuat amilum menjadi biru. Kompleks iodium-amilum dapat dilihat pada gambar 2.3.

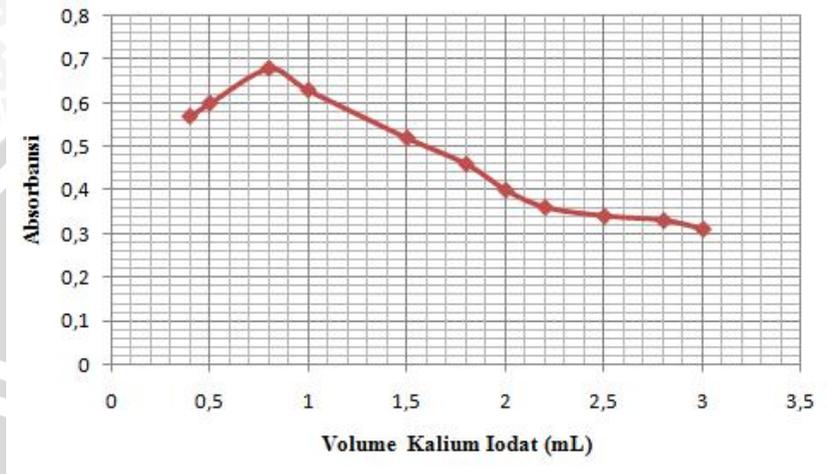
Penentuan volume KIO_3 optimum ini dilakukan dengan mengamati warna senyawa kompleks iodium-amilum yang terbentuk dengan spektrofotometer yang kemudian didapatkan nilai absorbansinya. Penelitian dilakukan pada konsentrasi iodida 10 ppm, dengan volume IO_3^- 54,6 ppm yang ditambahkan bervariasi yaitu 0,4; 0,5; 0,8; 1; 1,5; 1,8; 2; 2,2; 2,5; 2,8; dan 3 mL, H_2SO_4 5 tetes, dan indikator amilum 1% 1 mL. Data (Gambar 4.3) menyatakan bahwa suatu reaksi kesetimbangan (2.20), penambahan oksidator iodat berpengaruh terhadap senyawa kompleks iodium-amilum yang terbentuk.

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa penambahan volume iodat mendorong semakin banyaknya ion iodida menjadi iodium atau semakin banyak oksidator iodat yang ditambahkan maka akan semakin menggeser reaksi ke arah produk. Proses ini akan berlangsung terus hingga jumlah iodium yang terbentuk maksimal.

Penentuan volume penambahan oksidator iodat secara teoritis didasarkan pada reaksi stokiometri 4.1.



Dimana dari persamaan reaksi kesetimbangan (4.1), secara teoritis dapat disimpulkan bahwa untuk mengoksidasi 1 mol iodida diperlukan $1/5$ mol iodat. Sehingga reaksi dapat berjalan dengan baik.



Gambar 4.3: Kurva hubungan antara variasi volume oksidator (iodat) dengan serapan kompleks iodium-amilum

Berdasarkan reaksi stokiometri tersebut, konsentrasi iodat yang dibutuhkan untuk mengoksidasi ion iodida bebas dalam larutan adalah $1,56 \times 10^{-5}$ mol dan mol berlebih yang dibutuhkan untuk mengoksidasi ion iodida bebas dalam larutan adalah dua kali dari $1,56 \times 10^{-5}$ mol yaitu $3,12 \times 10^{-5}$ mol.

Pada penambahan 0,4 mL IO_3^- 54,6 ppm atau $1,26 \times 10^{-5}$ mol didapatkan nilai absorbansi 0,57 dan warna dari senyawa kompleks yang terbentuk belum optimal, dan volume penambahan tersebut masih belum cukup dalam mengoksidasi iodida. Hal ini mengakibatkan kompleks iodium-amilum yang terbentuk masih belum sempurna dan masih terdapat iodida yang belum teroksidasi. Pada penambahan volume 0,5 mL IO_3^- 54,6 ppm atau $1,56 \times 10^{-5}$ mol didapatkan nilai serapan yang meningkat (0,59). Pada penambahan volume oksidator iodat 0,5 mL ini merupakan konsentrasi oksidator yang sesuai dengan reaksi stokiometri, dimana secara teoritis sudah dapat mengoksidasi $7,8 \times 10^{-5}$ mol iodida bebas dalam larutan. Pada penambahan 0,8 mL IO_3^- 54,6 ppm atau $2,6 \times 10^{-5}$ mol didapatkan nilai serapan tertinggi dalam pengukuran, yaitu dengan nilai

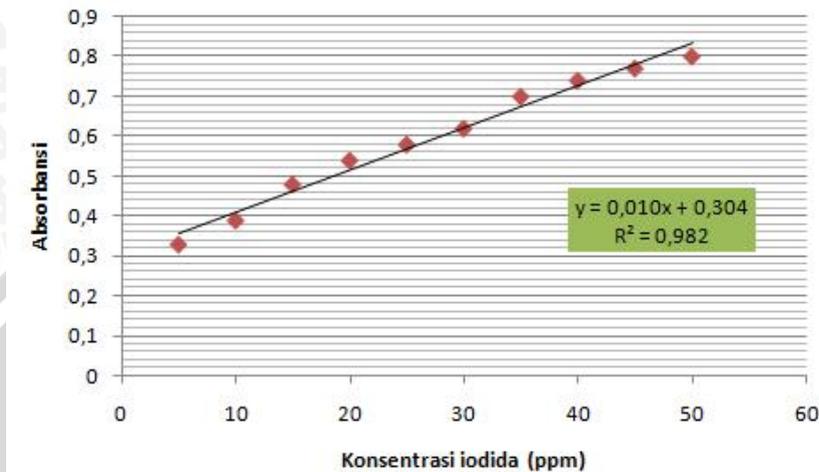
absorbansi 0,65. Hal ini dikarenakan pada penambahan 0,8 mL terdapat kelebihan mol iodat yang menggeser kesetimbangan kearah produk dengan cara mengoksidasi iodida bebas, sehingga semua iodida bebas dalam larutan sudah teroksidasi dengan sempurna dan kemudian membentuk kompleks berwarna iodium-amilum dengan intensitas warna yang maksimum. Penambahan iodat seterusnya (1 mL sampai 3 mL), didapatkan nilai serapan yang menurun, hal ini dimungkinkan bahwa kompleks berwarna iodium-amilum yang terbentuk tidak stabil seiring dengan kelebihan iodat yang terlalu banyak.

Dari hasil tersebut, penambahan volume optimum iodat yang digunakan untuk percobaan selanjutnya adalah 0,8 mL setara dengan $2,6 \times 10^{-5}$ mol dalam mengoksidasi $7,8 \times 10^{-5}$ mol iodida bebas dalam larutan atau dengan rasio mol iodat : iodida adalah 1:3.

4.4 Range konsentrasi iodida pada penentuan kadar iodida secara spektrofotometri

Pengukuran kisaran konsentrasi iodida pada penentuan kadar iodida secara spektrofotometri berdasarkan pembentukan kompleks iodium-amilum bertujuan agar dapat melihat linieritas pengukuran, sehingga dapat diketahui limit deteksi dan konsentrasi terbesar yang memenuhi hukum Lambert-Beer. Pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan variasi konsentrasi iodida [I] 5; 10; 15; 20; 25; 30; 35; 40; 45 dan 50 ppm dengan volume IO_3^- 54,6 ppm yang ditambahkan dengan rasio mol iodat : iodida 1:3, H_2SO_4 5 tetes, dan indikator amilum 1% 1 mL. Hasil penentuan range konsentrasi iodida disajikan dalam Gambar 4.4.

Dari hasil penentuan range konsentrasi iodida pada penentuan kadar iodida secara spektrofotometri berdasarkan pembentukan kompleks iodium-amilum (L.3.4.1), pada range konsentrasi 5-50 ppm masih menunjukkan adanya linieritas pengukuran sehingga masih belum diketahui limit deteksi konsentrasi dan konsentrasi terbesar yang tidak dapat diukur dengan menggunakan metode ini. Sehingga masih diperlukan penelitian lebih lanjut mengenai rentang konsentrasi pengukuran iodida dengan rentang konsentrasi yang lebih lebar, dengan demikian limit deteksi dalam linieritas pengukuran dapat ditentukan.

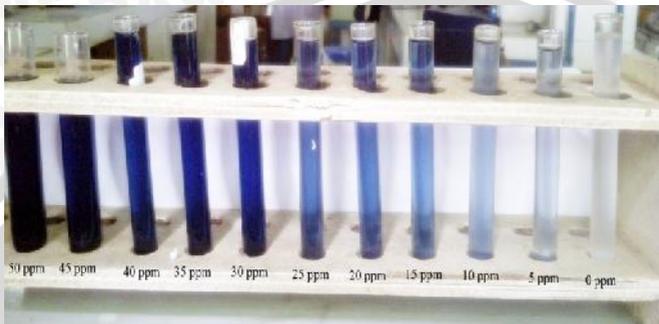


Gambar 4.4: Kurva standar iodida dengan metode spektrofotometri

Selain itu, dari nilai absorbansi dan ekstingsi molar yang didapatkan sesuai dengan data (L.3.4.2) dapat disimpulkan bahwa semakin banyak analit iodida (I^-) maka akan semakin banyak kompleks iodium-amilum yang terbentuk, sehingga nilai serapan yang terbentuk akan semakin meningkat. Hal ini sesuai dengan hukum Lambert-Beer (2.17), dimana semakin tinggi konsentrasi analit yang diukur maka akan semakin tinggi nilai absorbansi. Selain itu, dari nilai ekstingsi molar menunjukkan bahwa pengukuran memiliki sensitivitas yang baik. Hal ini dapat dilihat pada nilai ekstingsi molar yang didapatkan dari nilai absorbansi masing-masing konsentrasi iodida dengan data (L.3.4.2), dimana nilai ekstingsi berada pada kisaran 10^3 - 10^4 . Pada kisaran tersebut menunjukkan bahwa metode yang dikembangkan memiliki sensitifitas yang cukup baik. Nilai ekstingsi molar menunjukkan kekuatan intensitas warna larutan yang diukur, dimana semakin tinggi intensitas warna larutan maka pengukuran absorbansi tinggi.

Berdasarkan data yang diperoleh (L.3.4) dan hasil perhitungan, didapatkan persamaan regresi linier $y = 0,010 x + 0,304$ dengan nilai $R^2 = 0,982$. Dari persamaan regresi linier ini menunjukkan pengukuran memiliki korelasi yang cukup baik antara konsentrasi dan absorbansi, karena nilai R^2 hampir mendekati 1. Kurva standar yang diperoleh dapat digunakan sebagai dasar untuk menentukan

konsentrasi iodida dalam sampel. Berikut adalah warna kompleks iodium-amilum dari konsentrasi iodida 5-50 ppm.



Gambar 4.5: Intensitas warna kompleks iodium-amilum



BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian tentang studi penentuan kadar iodida secara spektrofotometri berdasarkan pembentukan kompleks iodium-amilum dengan menggunakan oksidator iodat dapat disimpulkan bahwa :

1. Waktu pengukuran optimum pada menit ke-6.
2. Volume penambahan oksidator iodat optimum untuk mengoksidasi $7,8 \times 10^{-5}$ mol iodida yaitu 0,8 mL IO_3^- 54,6 ppm setara dengan $2,6 \times 10^{-5}$ mol dengan rasio mol iodat : iodida 1:3.
3. Metode yang dikembangkan menunjukkan linieritas pengukuran konsentrasi iodida 5-50 ppm dengan R^2 sebesar 0,982.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui linieritas pengukuran, sehingga limit deteksi dan konsentrasi maksimum pengukuran dapat diketahui. Selain itu, metode yang dikembangkan perlu divalidasi dengan mengaplikasikannya pada sampel alami dan membandingkan hasilnya dengan metode standar.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Depkes RI, 1996, **Gangguan Akibat Kekurangan Iodium dan Garam Beriodium** Pusat Penyuluhan Kesehatan Masyarakat, Departemen Kesehatan RI, Jakarta
- [2] Muhilal, F. Jalal dan Hardiansyah, 1998, **Angka Kecukupan Gizi yang Dianjurkan**, Prosiding Widya Karya Nasional Pangan dan Gizi, LIPI, Jakarta
- [3] Djokomoeljanto, R., 1980, **Penelitian Gondok dan Kretin Endemik di Jawa Tengah**, Seminar gondok dan kretin Nasional 1, Fakultas Kedokteran Universitas Diponegoro, R.S. Dr. Kariadi, Semarang
- [4] Atikah, 1997, **Rekayasa Pembuatan Elektroda Selektif Iodida Tipe Kawat Terlapis yang Sederhana untuk Monitoring Kadar Iodium dalam Urine pada Gangguan Akibat Kekurangan Iodium**, DPPM, FMIPA Universitas Brawijaya, Malang
- [5] Dunn, T.H., 1993, **Methods for Measuring Iodine in Urine, International Council of Iodine Deficiency**, Disordes, UNICEF, WHO, Netherland
- [6] Garry, P.J., Iashley, D.W., and Owen G.M., 1973, **Automated Measurement of Urinary Iodine**, Clinical Chemistry, 19:950-953.
- [7] 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
- [8] Khopkar, S. M., 2002, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, Universitas Indonesia Press, Jakarta, Hal 345-346
- [9] Black, A.P and G.P. Whittle, 1967, **New Methods For The Colorimetric Determination Of Halogen Residuals, Part 1, Iodine, Iodide, and Iodate**, J. Amer. Water Works Assoc, 59:471
- [10] Sandjaja, 2009, **Kamus Gizi**, PT Kompas Media Nusantara, Jakarta
- [11] Matovinovic, J., 1988, **Yodium**, Pengetahuan Gizi Mutakhir : Mineral, Gramedia, Jakarta
- [12] Sunardi, 2006, **Unsur Kimia**, Deskripsi dan Pemanfaatannya, Yrama Widya, Bandung

- [13] Linder, M.C., 1985, **Nutritional**, Biochemistry and Metabolism with Clinical Application, New York, Amsterdam
- [14] Depkes, RI, 2000, **Mengenal Kretin yang Disebabkan Gangguan Akibat Kurang Yodium (GAKY)**, Direktorat Gizi Masyarakat, Jakarta
- [15] Cripps, R, L. Venuat, and H. Bruchertseifer, 2002, **Quick Analytical Method for The Determination of Iodide and Iodate Ions in Aqueous Solutions**, Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 256 (2) : 357-360
- [16] Bichskl, Yves, 2000, **Behavior of Iodine Species in Oxidative Processes During Drinking Water Treatment**, Diss. ETH, No. 13429
- [17] Panjaitan R., 2008, **Pengaruh Ibu dan Pola Konsumsi Keluarga Terhadap Status GAKY Anak SD di Kabupaten Dairi Tahun 2007**, TESIS, Program Pascasarjana Universitas Sumatera Utara, Medan
- [18] Mutazimah, S. A., 2009, **Status Iodium dan Fungsi Kognitif Anak Sekolah Dasar di SDN Kiyaran 1 Kecamatan cangkriangan Kabupaten Sleman**, Jurnal Penelitian Sains dan Teknologi, 10 (1) : 50-60
- [19] Rahayu C., 2007, **Hubungan Kadar Iodium Air Minum dengan Kadar Iodium Urin Anak Sekolah Dasar**, SKRIPSI, Program Studi Ilmu Gizi FK Universitas Diponegoro, Semarang
- [20] Kartono D., Moeljiyanto D., **Total Goiter Rate (TGR), Ekskresi Iodium Urine dan Konsumsi Garam Beryodium di Provinsi Jawa Tengah**, <http://www.litbang.depkes.go.id/djunaedi/documentation/360208pdf/tg.pdf>, tanggal akses : 22 September 2012
- [21] Syah, Y. dan Iswani S., 1996, **Pengujian Kadar Iodium Total Dalam Urin dengan Metode Destruksi Basah dan Destruksi Kering**, Berkala Ilmu Kedokteran, 28 (1) : 19-26
- [22] Zimmermann M.B., 2009, **Iodine Deficiency**, Endocrine Reviews, 30 (4) : 376-408
- [23] ICCIDD, UNICEF, WHO, 2001, **Assesment of Iodine Deficiency Disorders and Monitoring their Elimination : a Guide for Programe Managers, Second Edition**, Geneva, http://www.who.int/nutrition/publications/en/idd_assessment

_mon itoring_elimination.pdf, tanggal akses : 21 September 2012

- [24] Kartono D., Tilden R.L., **Perkiraan Besar Masalah Kretin dan hambatan Mental di Indonesia**, Media Gizi Mikro Indonesia, 1 (1) : 1-7
- [25] Gaman, P.M. dan K.B. Sherington, 1992, **Ilmu Pangan : Pengantar Ilmu Pangan**, Nutrisi dan Mikrobiologi (edisi 2), UGM Press, Yogyakarta
- [26] Basset, J., R. C. Denney, G.H. Jeffery, and, J. Mendham, 1978, **Vogel's Textbook Of Quantitative Inorganic Analysis, Fourth Edition**, Longman Scientific and Technical, London
- [27] Svehla, G., 1979, **Vogel's Textbook Of Macro And Semimicro Qualitative Inorganic Analysis, Fifth Edition**, Longman Scientific and Technical, London
- [28] 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
- [29] Kholthof and Sandel, 1969, **Quantitative Chemical Analysis**, 4th ed, Mac.Millan PublishingCo, Inc., New York, pp. 842, 852.
- [30] Peters, D G., J. M Hayes dan G. M. Hieflje, 1974, **Chemical Sparation and Measurement, 1st ed.**, W . B. Sounders Co, Philadelphia, p. 162
- [31] Sastrohamidjoyo, H., 1991, **Spektroskopi**, Ed kedua. Penerbit Liberty. Yogyakarta. pp. 20-41.
- [32] Kennedy, J.H., 1984, **Analytical Chemistry**, Harcourt Brace. Javanovich Publisher, Boca Ratpon. pp 469-470.
- [33] Day, R.A. dan Underwood, A. L., 2002, **Analisa Kimia Kuantitatif**, Penerbit Erlangga, Jakarta, hal 331
- [34] Grossl P.R., Bohrer S.E., Mackowiak C.L, 2000, **The Fate of Iodine in Calcareous Area**, Departement of Plants, Soil and Biometeorology, Utah State University, Logan, USA
- [35] Pavia, D., Lampman, G., 1996, **Introduction To Spectroscopy, A Guide for Organic Chemistry, 2nd edition**, Washington, pp. 267-271.
- [36] Hopkins, W. B., 1995, **Introduction To Plant Physiology**, John Willey and Sons. Inc, New York

- [37] Cahyadi, W., 2006, **Penentuan Konstanta Laju Penurunan Kadar Iodat Dalam Garam Beriodium**, Jurnal Teknol dan Industri Pangan, 18 (1): 38-43
- [38] Lay, S., S. Liebl, H. Hilbig, and P. Schiepl, 2004, **New Method To Measure The Rapid Chloride Migration Coefficient Of Chloride - Contaminated Concrete**, Original Research Article Cement and Concrete Research, 34 (1) : 421-427

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

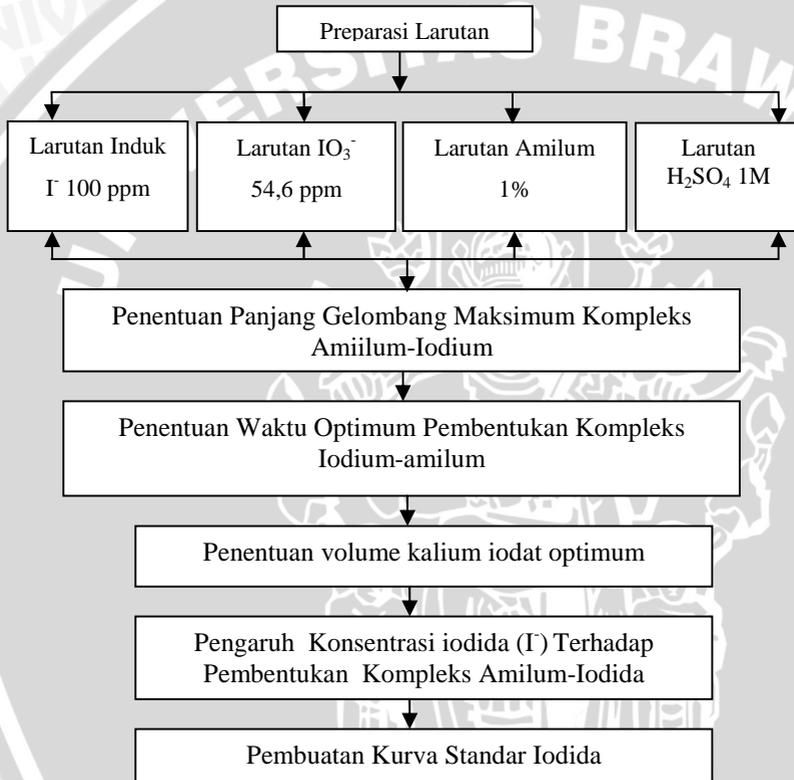


LAMPIRAN

LAMPIRAN 1

Skema Kerja

1.1 Diagram Alir Penelitian



LAMPIRAN 2

PERHITUNGAN DAN PEMBUATAN LARUTAN

2.1 Perhitungan dan Pembuatan Larutan I⁻ 100 ppm

- Konsentrasi larutan I⁻ 100 ppm (dalam 0,1 L)
- Mr KI = 166 g/mol
- Ar I = 127 g/mol

$$\text{Massa KI (yang ditimbang)} = \frac{Mr KI}{Ar I} \times 100 \text{ ppm}$$

$$= \frac{166 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{127 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times 100 \text{ mg/L}$$

$$= 130,71 \text{ mg/L}$$

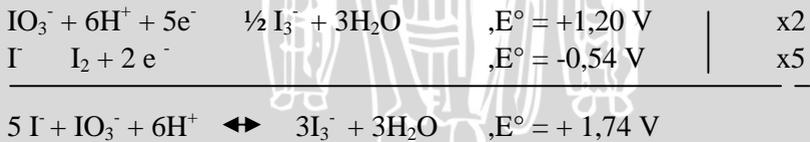
$$= 13,071 \text{ mg/100mL}$$

$$= 0,01307 \text{ gram/100mL}$$

2.2 Perhitungan dan Pembuatan Larutan IO₃⁻ 54,6 ppm

- Konsentrasi larutan IO₃⁻ 54,6 ppm
- Mr KIO₃ = 214 g/mol
- Ar IO₃⁻ = 175 g/mol

Reaksi :



- mol I⁻ (dari 100 ppm I⁻) :
100 ppm = 100 mg/L
mol I⁻ (dalam 1 L) = $\frac{100 \text{ mg}}{Ar I} = \frac{100 \text{ mg}}{127 \text{ g/mol}}$
= $7,8 \times 10^{-4}$ mol
dalam 100 mL = $7,8 \times 10^{-5}$ mol

- mol IO_3^- (dari kesetimbangan reaksi) :

$$\frac{1}{5} \times \text{mol } \Gamma \text{ (dalam 1 L)} = 1,56 \times 10^{-4} \text{ mol} = A$$

$$B = 2A = 2 \times 1,56 \times 10^{-4} \text{ mol} = 3,12 \times 10^{-4} \text{ mol}$$

$$B = (\text{mol berlebih } \text{IO}_3^- \text{ untuk mengoksidasi } \Gamma)$$

$$A = \text{dalam 100 mL} = 1,56 \times 10^{-5} \text{ mol}$$
- massa IO_3^- = $B \times \text{Ar } \text{IO}_3^-$
 (yang dibutuhkan) = $B \times \text{Ar } \text{IO}_3^-$

$$= 3,12 \times 10^{-4} \text{ mol} \times 175 \text{ g/mol}$$

$$= 54,6 \text{ mg (dalam 1 L)}$$

$$= 54,6 \text{ ppm}$$
- Massa KIO_3 = $\frac{\text{Mr } \text{KIO}_3}{\text{Ar } \text{IO}_3^-} \times 54,6 \text{ ppm}$
 (yang ditimbang) = $\frac{214 \text{ g/mol}}{175 \text{ g/mol}} \times 54,6 \text{ ppm}$

$$= 66,768 \text{ ppm}$$

$$= 66,768 \text{ mg/L}$$

$$= 667,68 \text{ mg/100mL}$$

$$= 0,667 \text{ g/100 mL}$$

2.3 Perhitungan penambahan IO_3^- 54,6 ppm dalam mol

- Penambahan KIO_3^- 0,4 mL
 $v = 0,4 \text{ mL}$

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$0,4 \text{ mL} \times 54,6 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \times M_2$$

$$M_2 = 2,2 \text{ ppm}$$

$$\text{mol } \text{IO}_3^- 0,4 \text{ mL} = M / \text{Ar } \text{IO}_3^-$$

$$= 2,2 \text{ ppm} / 175 \text{ g/mol}$$

$$= 1,26 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

Dilakukan perhitungan IO_3^- dalam mol dengan cara yang sama untuk setiap penambahan iodat. Hasil dari perhitungan adalah sebagai berikut :

Tabel L.2.3: Penambahan IO_3^- 54,6 ppm dalam mol

IO_3^- (mL)	IO_3^- (mol)	IO_3^- (mL)	IO_3^- (mol)	IO_3^- (mL)	IO_3^- (mol)
0,4	$1,26 \times 10^{-5}$	1,5	$4,68 \times 10^{-5}$	2,5	$7,8 \times 10^{-5}$
0,5	$1,56 \times 10^{-5}$	1,8	$5,6 \times 10^{-5}$	2,8	$8,74 \times 10^{-5}$
0,8	$2,6 \times 10^{-5}$	2	$6,3 \times 10^{-5}$	3	$9,37 \times 10^{-5}$
1	$3,12 \times 10^{-5}$	2,2	$6,85 \times 10^{-5}$		

2.4 Perhitungan dan pembuatan larutan Iodida 5-50 ppm

Dipipet volume tertentu ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan dengan akuades hingga tanda batas. Volume yang dipipet untuk pembuatan larutan 10 mL iodida 5-50 ppm sesuai dengan perhitungan berikut,

- Pembuatan 10 mL iodida 5 ppm

$$\begin{aligned}V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\V_1 \times 5 \text{ ppm} &= 10 \text{ mL} \times 100 \text{ ppm} \\V_1 &= 0,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

Dipipet 0,5 mL I⁻ 100 ppm ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambah dengan oksidator, asam sulfat, serta amilum, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

$$\begin{aligned}5 \text{ ppm iodida} &= 5 \text{ mg/L} \\&= 5 \text{ mg (dalam 1 L)} / 127 \text{ g/mol} \\&= 3,94 \times 10^{-5} \text{ mol}\end{aligned}$$

Tabel L.2.4: Pembuatan larutan 10 mL iodida 5-50 ppm

No.	Konsentrasi awal larutan (ppm)	Volume yang dipipet (mL)	Konsentrasi akhir larutan (ppm, dalam 10 mL)	Konsentrasi akhir larutan (mol)
1.	100	0,5	5	$3,94 \times 10^{-5}$
2.	100	1	10	$7,87 \times 10^{-5}$
3.	100	1,5	15	$1,18 \times 10^{-4}$
4.	100	2	20	$1,55 \times 10^{-4}$
5.	100	2,5	25	$1,97 \times 10^{-4}$
6.	100	3	30	$2,36 \times 10^{-4}$
7.	100	3,5	35	$2,76 \times 10^{-4}$
8.	100	4	40	$3,15 \times 10^{-4}$
9.	100	4,5	45	$3,54 \times 10^{-4}$
10.	100	5	50	$3,94 \times 10^{-4}$

2.5 Perhitungan dan Pembuatan Larutan H₂SO₄ 1 M

- MJ H₂SO₄ pekat : 1,84 g/mL
- Kadar H₂SO₄ pekat : 96 %
- Mr H₂SO₄ pekat : 98,08 g/mol

$$\begin{aligned} \text{Massa H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat (dalam 1 L larutan)} &= x \text{ kadar} \times 1 \text{ L} \\ &= 1,84 \text{ g/mol} \times 0,96 \times 1000 \text{ mL} \\ &= 1766,4 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} &= \frac{\text{massa H}_2\text{SO}_4}{\text{Mr H}_2\text{SO}_4} \\ &= \frac{1766,4 \text{ g}}{98,08 \text{ g/mol}} \\ &= 18,01 \text{ mol} \\ &= \frac{18,01 \text{ mol}}{1 \text{ L}} \end{aligned}$$

$$\text{Molaritas H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} = \frac{18,01 \text{ mol}}{1 \text{ L}} = 18,01 \text{ M}$$

Pembuatan Larutan H₂SO₄ 1 M membutuhkan H₂SO₄ pekat sebanyak :

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 18,01 \text{ M} &= 100 \text{ mL} \times 1 \text{ M} \\ V_1 &= 1,8 \text{ mL} \end{aligned}$$

Dipipet 1,8 mL H₂SO₄ 96 %, dimasukkan dalam labu ukur 100 mL yang sudah diisi akuades seperempat bagian dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Perlakuan dalam lemari asam.

LAMPIRAN 3

DATA HASIL PENELITIAN

3.1. Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Iodium-amilum

Tabel L.3.1: Data panjang gelombang maksimum vs absorbansi

(nm)	Absorbansi
616,5	0,349

3.2 Data Penentuan Waktu Pembentukan Kompleks Amilum-Iodium

Tabel L.3.2: Data penentuan waktu pembentukan kompleks iodium-amilum

waktu (menit)	Absorbansi (I)	Absorbansi (II)	Absorbansi (III)	Rata-Rata Absorbansi	Total
1	0,59	0,58	0,57	0,58	1,74
2	0,60	0,60	0,61	0,60	1,81
3	0,63	0,62	0,62	0,62	1,87
4	0,63	0,63	0,62	0,63	1,88
5*	0,65	0,66	0,65	0,65	1,96
6*	0,65	0,66	0,65	0,65	1,96
7*	0,65	0,66	0,65	0,65	1,96
8*	0,65	0,66	0,65	0,65	1,96
9*	0,65	0,65	0,66	0,65	1,96
10	0,56	0,58	0,57	0,57	1,71
11	0,55	0,54	0,55	0,55	1,64
12	0,54	0,54	0,54	0,54	1,62
13	0,54	0,54	0,54	0,54	1,62
14	0,53	0,54	0,54	0,54	1,61
15	0,56	0,53	0,56	0,55	1,65
16	0,54	0,53	0,53	0,53	1,60

Lanjutan Tabel L.3.2: Data penentuan waktu pembentukan kompleks iodium-amilum

waktu (menit)	Absorbansi (I)	Absorbansi (II)	Absorbansi (III)	Rata-Rata Absorbansi	Total
17	0,55	0,54	0,54	0,54	1,63
18	0,53	0,53	0,53	0,53	1,59
19	0,52	0,50	0,53	0,52	1,55
20	0,52	0,50	0,51	0,51	1,53
21	0,52	0,53	0,53	0,53	1,58
22	0,55	0,55	0,55	0,55	1,65
23	0,55	0,56	0,56	0,56	1,67
24	0,55	0,55	0,55	0,55	1,65
25	0,56	0,56	0,56	0,56	1,68
26	0,55	0,55	0,56	0,55	1,66
27	0,55	0,56	0,55	0,55	1,66
28	0,56	0,57	0,55	0,56	1,68
29	0,55	0,56	0,56	0,56	1,67
30	0,56	0,55	0,56	0,56	1,67

Keterangan : * menunjukkan waktu optimum kompleks iodium-amilum

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

1. Menghitung Faktor Korelasi (FK)

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

$$FK = \frac{(51,42)^2}{3 \times 30} = 29,379$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

a. JK Total (JKT)

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

$$JKT = [(0,59)^2 + (0,60)^2 + \dots + (0,56)^2 + (0,56)^2] - 29,379 = 0,182$$

b. JK Perlakuan (JKP)

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

$$= \frac{(1,74)^2 + (1,81)^2 + \dots + (1,67)^2 + (1,67)^2}{3} - 29,379 = 0,174$$

c. JK Galat percobaan (JKG)

$$JKG = JKT - JKP = 0,182 - 0,174 = 0,008$$

3. Menghitung Kuadrat Tengah (KT)

$$a. \text{KT Perlakuan} = \frac{JKP}{dB_{perlakuan}} = \frac{JKP}{n-1} = \frac{0,174}{29} = 0,006$$

$$b. \text{KT Galat percobaan} = \frac{JKG}{dB_{percobaan}} = \frac{JKG}{(n \times p) - n} = \frac{0,008}{60} = 0,000133$$

4. Menghitung nilai F

$$F_{hitung} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{0,006}{0,000133} = 45,11$$

$$F_{tabel 5\%} = F(0,05; 29, 60) = 1,65$$

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

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

$$= t (0,025; 60) \times (2 \times 0,000133/3)^{0,5}$$

$$= 1,960 \times 0,00942 = 0,02$$

Dari nilai BNT_{5%} yang didapatkan tersebut, menunjukkan bahwa jika terdapat perbedaan antara masing-masing absorbansi terhadap variasi waktu dengan selisih 0,02 atau lebih dari 0,02, maka dinyatakan adanya perbedaan yang nyata.

3.3 Data Penentuan volume kalium iodat optimum

Tabel L.3.3.1: Data Penentuan volume kalium iodat optimum

Volume Kalium iodat (mL)	Abs. (I)	Abs. (II)	Abs. (III)	Rata-rata absorbansi	Total
0,4	0,57	0,56	0,57	0,57	1,70
0,5	0,58	0,59	0,60	0,59	1,77
0,8*	0,62	0,65	0,68	0,65	1,95
1	0,55	0,53	0,63	0,57	1,71
1,5	0,48	0,46	0,52	0,49	1,46
1,8	0,44	0,44	0,46	0,45	1,34
2	0,44	0,43	0,40	0,42	1,27
2,2	0,38	0,39	0,36	0,38	1,13
2,5	0,39	0,39	0,34	0,37	1,12
2,8	0,37	0,36	0,33	0,35	1,06
3	0,43	0,34	0,31	0,36	1,08
Total					15,59

Keterangan : * menunjukkan volume optimum kalium iodat

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

1. Menghitung Faktor Korelasi (FK)

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

$$FK = \frac{(15,59)^2}{3 \times 11} = 7,37$$

2. Menghitung Jumlah Kuadrat (JK)

a. JK Total (JKT)

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

$$JKT = [(0,57)^2 + (0,58)^2 + \dots + (0,33)^2 + (0,31)^2] - 7,37 = 0,31$$

b. JK Perlakuan (JKP)

$$JKP = \frac{\sum_{i=1}^p \left(\sum_{j=1}^n Y_{ij} \right)^2}{n} - FK$$
$$= \frac{(1,7)^2 + (1,77)^2 + \dots + (1,06)^2 + (1,08)^2}{3} - 7,37$$
$$= 0,25$$

c. JK Galat percobaan (JKG)

$$JKG = JKT - JKP = 0,37 - 0,25 = 0,12$$

3. Menghitung Kuadrat Tengah (KT)

a. $KT \text{ Perlakuan} = \frac{JKP}{dBperlakuan} = \frac{JKP}{n-1} = \frac{0,25}{10} = 0,025$

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

$$= \frac{0,12}{22} = 0,0055$$

4. Menghitung nilai F

$$F_{\text{hitung}} = \frac{KTP}{KTG} = \frac{0,025}{0,0055} = 4,54$$

$$F_{\text{tabel } 5\%} = F(0,05; 10, 22) = 2,30$$

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

$$\begin{aligned} BNT_{5\%} &= t_{(\alpha/2; dB)} \times (2KTG/p)^{0,5} \\ &= t(0,025; 24) \times (2 \times 0,0055/3)^{0,5} \\ &= 2,074 \times 0,06 = 0,124 \end{aligned}$$



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



3.4 Data Penentuan Pengaruh Konsentrasi Reagen (I) Terhadap Pembentukan Kompleks Iodium-amilum

Tabel L.3.4.1: Data Penentuan Pengaruh Konsentrasi Reagen (I) Terhadap Pembentukan Kompleks Iodium-amilum

Konsentrasi iodida (ppm)	Absorbansi (I)	Absorbansi (II)	Absorbansi (III)	Rata-rata Absorbansi
5	0,32	0,33	0,34	0,33
10	0,39	0,40	0,39	0,39
15	0,50	0,49	0,49	0,48
20	0,55	0,54	0,54	0,54
25	0,57	0,58	0,59	0,58
30	0,61	0,62	0,62	0,62
35	0,71	0,70	0,71	0,70
40	0,74	0,74	0,75	0,74
45	0,78	0,77	0,77	0,77
50	0,81	0,80	0,8	0,80
Total				5,95
R	0,974	0,981	0,977	0,982

Perhitungan ekstingsi molar

- Konsentrasi iodida 5 ppm

$$5 \text{ ppm iodida} = 3,94 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

$$A = \epsilon \cdot b \cdot C$$

$$0,34 = \epsilon \cdot 1 \text{ cm} \times 3,94 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$$

$$\epsilon = 8629,4 \text{ L/mol.cm}$$

Dilakukan perhitungan ekstingsi molar dengan cara yang sama untuk setiap konsentrasi iodida dan nilai absorbansi yang dihasilkan. Hasil dari perhitungan dapat dilihat pada tabel L.3.4.2.

Tabel L.3.4.2: Data Ekstingsi Molar Penentuan Range Konsentrasi Reagen (I) Terhadap Pembentukan Kompleks Iodium-amilum

[I] (ppm)	Rata-rata Absorbansi	Ekstingsi Molar (L/mol.cm)	[I] (ppm)	Rata-rata Absorbansi	Ekstingsi Molar (L/mol.cm)
5	0,33	8629,4	30	0,62	2584,7
10	0,39	5082,6	35	0,70	2572,5
15	0,48	4406,8	40	0,74	2349,2
20	0,54	3548,4	45	0,77	2203,4
25	0,58	2944,2	50	0,80	2055,8



Tabel L.3.3.2: Pengaruh variasi kalium iodat terhadap uji BNT

Volume Kalium iodat (mL)	Nilai Absorbansi Rata-rata												
		0,57	0,59	0,65	0,6	0,46	0,5	0,45	0,42	0,38	0,37	0,35	0,36
0,4	0,57	0											
0,5	0,59	0,02	0										
0,8	0,65	0,08	0,06	0									
1	0,57	0	0,02	0,08	0								
1,5	0,49	0,08	0,10	0,16*	0,1	0,03	0						
1,8	0,45	0,12*	0,14*	0,2*	0,1	0,01	0,04	0					
2	0,42	0,15*	0,17*	0,23*	0,20*	0,04	0,07	0,03	0				
2,2	0,38	0,19*	0,21*	0,27*	0,20*	0,08	0,11	0,07	0,04	0			
2,5	0,37	0,20*	0,22*	0,28*	0,20*	0,09	0,120	0,08	0,05	0,01	0		
2,8	0,35	0,22*	0,24*	0,3*	0,20*	0,11	0,14*	0,10	0,07	0,03	0,02	0	
3	0,36	0,21*	0,23*	0,29*	0,20*	0,1	0,13*	0,09	0,06	0,02	0,01	0,01	0

Catatan : * = berbeda nyata