

KAJIAN SPEKTROFOTOMETRI ULTRA VIOLET UNTUK ANALISIS SPESI IODIUM DALAM GARAM FORTIFIKASI

Yeanchon H. Dulanlebit^{1*}

¹Chemistry Education Study Program, FKIP, Pattimura University, Ambon

*yansen_1977@yahoo.co.id

Diterima 15 Oktober 2010/Disetujui 15 Nopember 2010

ABSTRACT

Iodine is an element nonmetal and essential micronutrient needed by human body in a trace amount. Iodine deficiency may cause brain damage, mental retardation, cretinism and endemic goiter. Analysis method of detecting iodine has widely been used, where iodometry analysis is a standard method to determine iodine content. The analytical performance of iodine determination with a sensitive and selective spectrophotometric method had been evaluated. Iodate reacted with the excessive iodide in an acid medium to form tri-iodide, which can be detected with spectrophotometry at 350 nm. The result of analytical performance evaluation of that method indicated a linearity of standards curve at the range of 1.0-10.0 mg/L, with the R^2 value approached one. Result of research, content of iodine in iodized salt sample are 21.45 mg kg⁻¹, 24.88 mg kg⁻¹, 35.42 mg kg⁻¹, 37.98 mg kg⁻¹, 42.84 mg kg⁻¹, dan 57.77 mg kg⁻¹.

Keywords : iodine, salt, spectrophotometry UV, tri-iodide

ABSTRAK

Iodium adalah elemen nonlogam dan mikronutrien penting yang diperlukan tubuh dalam jumlah renik. Kekurangan iodium dapat mengakibatkan kerusakan otak, keterlambatan mental, kretinisme dan gondok endemik. Metode analisis untuk mendeteksi iodium telah banyak digunakan, dimana analisis iodometri adalah metode standar untuk mengetahui kandungan iodium. Kajian analitik untuk penentuan iodium dengan metode spektrofotometri yang sensitif dan selektif telah dilakukan. Iodat bereaksi dengan kelebihan iodida dalam suasana asam membentuk ion tri-iodida, yang dapat dideteksi secara spektrofotometri pada 352 nm. Hasil evaluasi kinerja analitik dari metode yang digunakan menunjukkan kelinieran kurva standar pada rentang 1,0-10,0 mg/L dengan nilai R^2 mendekati satu. Hasil penelitian, kandungan iodium dalam sampel garam fortifikasi adalah 21,45 mg kg⁻¹, 24,88 mg kg⁻¹, 35,42 mg kg⁻¹, 37,98 mg kg⁻¹, 42,84 mg kg⁻¹, dan 57,77 mg kg⁻¹.

Kata kunci : garam, iodium, spektrofotometri UV, tri-iodida

PENDAHULUAN

Iodium merupakan spesi mikronutrien yang diperlukan tubuh dalam jumlah renik. Kekurangan iodium dapat mengakibatkan gangguan otak, keterlambatan mental, kretinisme dan gondok endemik (Xie dan Zhao, 2004). Selain sebagai suplemen makanan, iodium juga dapat ditambahkan kedalam obat-obatan sebagai multivitamin dan antiseptik (Ratanawimarnwong dkk, 2005). Sekitar 75 % iodium di dalam tubuh manusia, ditemukan dalam kelenjar tiroid dan digunakan untuk mensintesis hormon tiroksin. Hormon ini sangat esensial bagi, pengaturan fungsi otot saraf, pertumbuhan dan menjaga reproduksi (Rayner, 2000).

Kandungan iodium terbesar terdapat di laut. Spesi iodium dalam laut didominasi dalam bentuk

iodida. Ion iodida dioksidasi oleh sinar-UV menjadi iodium yang mudah menguap, sehingga kurang lebih 400.000 ton/tahun iodium hilang dari permukaan laut. Kadar iodium dalam air laut antara 40-50 μgL^{-1} , dengan spesi terbanyak yang dijumpai dalam air laut adalah iodat (IO_3^-) diikuti oleh iodida (I^-) dan dalam jumlah renik dari spesi I_2 dan periodium (IO^-) serta organoiodium (Butler, 1996). PERSenyawaan iodium juga didapat dalam bentuk kalium iodat (KIO_3). Dalam keadaan kering, garam ini sangat stabil dan tanpa mengalami kerusakan.

Garam beriodium - SNI dibuat dengan memfortifikasi kalium iodat (KIO_3) sebagai sumber iodium (Soeid dkk, 2006). Hasil survei menunjukkan bahwa garam yang beredar di masyarakat masih banyak yang tidak memenuhi persyaratan SNI No. 01-3556-2000 (30-80 mg Kg^{-1}). Rendahnya kadar iodium, disebabkan oleh produsen garam yang menambahkan iodium kurang dari jumlah yang dipersyaratkan serta kadar iodium yang akan berkurang selama masa penyimpanan. Hal ini didukung oleh penelitian yang dilakukan Goindi (1995), dimana terjadi penurunan % iodium yang berarti setelah garam beriodium disimpan selama 6-12 bulan. Akan tetapi, garam yang kemurniannya diatas 87 % memiliki kestabilan yang baik.

Hasil analisis BPOM terhadap 1.704 sampel, ditemukan yang memenuhi syarat SNI (KIO_3 diatas 30 ppm) adalah $\pm 60\%$ dan $\pm 38,9\%$ yang tidak memenuhi syarat. Tahun 1996, dilakukan analisis untuk mengetahui kadar iodium dalam masakan dengan menggunakan metode iodometri, Hasil memperlihatkan tidak adanya iodium yang terdeteksi. Departemen Kesehatan, juga telah melakukan penelitian dengan menggunakan metode "*Wet Digestion*" dan dibaca secara kolorimetri. Hasilnya, hanya 15% iodium yang dapat terdeteksi.

Penelitian dengan metode radioisotop dan epidemilogi dengan mengukur kadar iodium dalam urine, memperlihatkan hasil bahwa jika iodium berada dalam garam, maka metode titrasi dan kolorimetri akan memberikan hasil sangat baik. Karena, reaksi iodat dengan asam kuat akan menghasilkan iodium bebas yang mampu dideteksi dengan iodometri dan kolorimetri (Tomiyasu, 1994). Dulanlebit dan Hattu (2009), juga telah mengoptimasi pengaruh kestabilan warna, penambahan iodat, asam, amilum, dan NaCl pada penentuan iodium sebagai KIO_3 dalam bahan pangan laut yang dianalisis pada serapan 570 nm.

Penelitian ini bertujuan menganalisis kadar spesi iodium dalam garam fortifikasi dengan mengoptimasi iodida dan asam pada daerah serapan ultra violet (UV). Metode spektrofotometri yang digunakan adalah berdasarkan prinsip dan modifikasi dari metode iodometri.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan Penelitian

Peralatan yang digunakan, antara lain spektrofotometer *UV-Visible type HP-8452A Diode Array*, neraca analitik, oven, desikator, magnetik stirrer (Fisher) dan peralatan gelas. Bahan-bahan yang digunakan : KIO_3 , KI, NaCl, H_3PO_4 85%, aquades, kertas saring, dan garam.

Prosedur Penelitian

Pembuatan larutan standar dan λ_{max}

Kedalam masing-masing labu takar dibuat larutan KIO_3 100,0 ppm, KI 1,0 M, H_3PO_4 1,0 M, dan NaCl 10%. Selanjutnya, 5,0 mL KI 0,001 M, 5,0 mL H_3PO_4 0,1 M, dan 5,0 mL KIO_3 8,0 ppm dimasukkan kedalam labu takar, diaduk, dan diukur serapan pada 200-800 nm. Larutan KI dan H_3PO_4 (1:1) sebagai pelarut dan blanko.

Penentuan optimasi pengukuran

Dengan cara sama, dioptimasi larutan H_3PO_4 dan KI. Optimasi dan pengukuran H_3PO_4 dengan memvariasikan konsentrasi H_3PO_4 0,06-0,60 M pada konsentrasi KI dan KIO_3 tetap. Optimasi dan pengukuran KI dengan memvariasikan konsentrasi KI 0,001-0,08 M pada konsentrasi KIO_3 tetap dan konsentrasi H_3PO_4 optimum. Masing-masing variasi konsentrasi KI dan H_3PO_4 diukur serapannya pada λ_{max} .

Pembuatan kurva standar

Kedalam labu takar dimasukkan 5,0 mL KI 0,07 M, 5,0 mL H_3PO_4 0,25 M (konsentrasi hasil optimasi), dan KIO_3 . Penambahan KIO_3 dengan memvariasikan konsentrasi 1,0-10,0 ppm KIO_3 . Larutan diaduk dan diukur serapannya pada λ_{max} . Dari nilai-nilai yang diperoleh kemudian dibuat kurva serapan konsentrasi iodium terhadap absorbansi.

Pengaruh penambahan natrium klorida

Kedalam labu takar dimasukkan 50,0 mL KI 0,014 M, 50,0 mL H_3PO_4 0,05 M, dan NaCl. Penambahan NaCl dengan memvariasikan 0% - 50% NaCl (%w/v). Selanjutnya, dibuat larutan KIO_3 5,0 ppm dengan menggunakan pelarut KI dan H_3PO_4 (1:1). Kemudian, masing-masing campuran larutan diambil 5,0 mL, diaduk, selanjutnya diukur absorbansi pada λ_{max} .

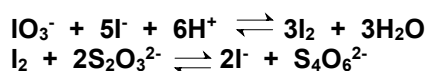
Prosedur yang sama dibuat dengan memvariasikan konsentrasi 1,0 - 10,0 ppm KIO_3 pada penambahan NaCl 10,0%. Dari sederatan nilai serapan yang diperoleh dibuat kurva serapan konsentrasi KIO_3 terhadap absorbansi. Pada nilai optimum pengukuran, diukur larutan sampel pada panjang gelombang maksimum.

Penentuan konsentrasi iodium

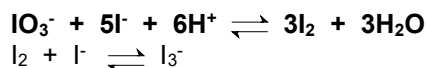
Sampel dikeringkan dalam oven dan disimpan dalam desikator sampai berat konstan. Timbang 10,0 g garam fortifikasi, larutkan dalam larutan KI dan H_3PO_4 (1:1) selanjutnya dibuat campuran 50,0 mL KI 0,014 M dan 50,0 mL H_3PO_4 0,05 M. Masing-masing larutan 5,0 mL, dicampur, diaduk dan diukur serapan pada λ_{max} . Nilai pengukuran sampel diplotkan pada kurva serapan, dan dilakukan perhitungan untuk menentukan kadar iodium dalam sampel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan dan analisis spesi iodium sebagai KIO_3 umumnya dilakukan secara iodometri, dimana ion iodat dalam sampel direduksi oleh ion iodida secara berlebih dalam suasana asam. Hasil reaksi akan menghasilkan iodium yang dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan penambahan amilum, untuk pembentukan kompleks berwarna.



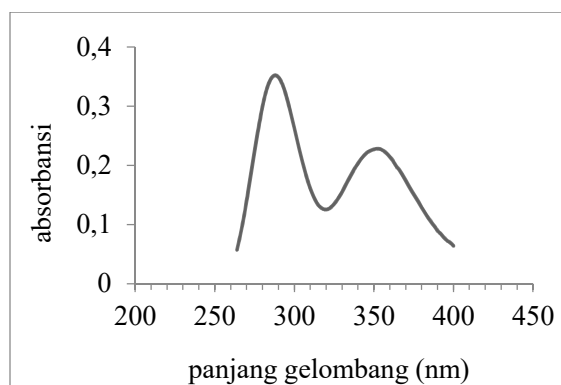
Metode ini dapat dikembangkan dan dimodifikasi secara spektrofotometri ultra violet (UV) untuk mengukur iodium, tanpa penambahan amilum. Iodat direduksi oleh iodida dalam suasana asam (teroptimasi). Iodium hasil reaksi kemudian direaksikan dengan kelebihan iodida membentuk ion tri-iodida.



Berdasarkan reaksi pembentukan diatas, maka pengukuran pada daerah serapan 200 - 400 nm dengan mengoptimasikan variabel dan meminimalisir efek matriks, akan sangat menentukan kinerja analitik.

Spektra absorpsi dan λ_{max}

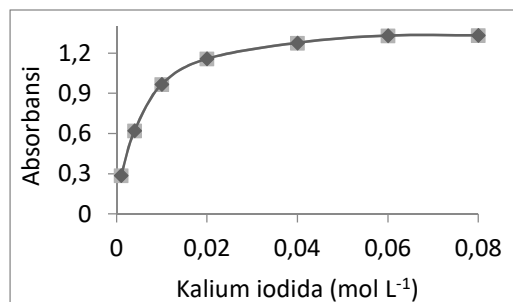
Iodium diukur dalam bentuk iodat karena merupakan senyawa stabil. Bentuk iodida (KI) tidak stabil dan mudah menguap. Iodium dan iodida memberikan serapan pada panjang gelombang 206 nm dan 248 nm, iodat tidak memberikan serapan pada daerah 200-400 nm. Iodat dan kelebihan iodida bereaksi membentuk ion triiodida (I_3^-) dalam suasana asam, yang dapat memberikan serapan maksimum pada 287 nm dan 350 nm (Gambar 1). Panjang gelombang analitis yang dipakai untuk penentuan kuantitatif yaitu 350 nm.



Gambar 1. Kurva serapan iodium pada daerah UV

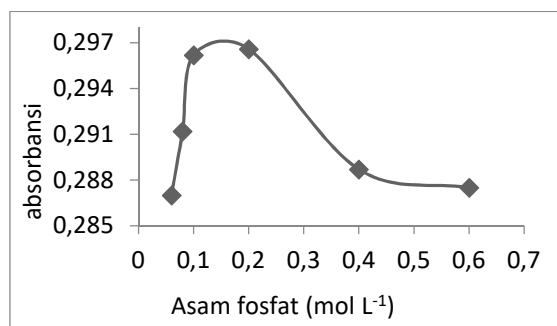
Optimasi pengukuran

Optimasi iodida (KI) dilakukan untuk mereduksi iodat menjadi iodium. Penambahan iodida juga bertujuan untuk melarutkan dan mencegah penguapan iodium. Hasil optimasi didapatkan bahwa peningkatan serapan iodida juga disertai dengan peningkatan nilai konsentrasinya, sampai konsentrasi 0,06 M. Konsentrasi KI 0,07 M digunakan sebagai konsentrasi optimum untuk analisis iodium (gambar 2).

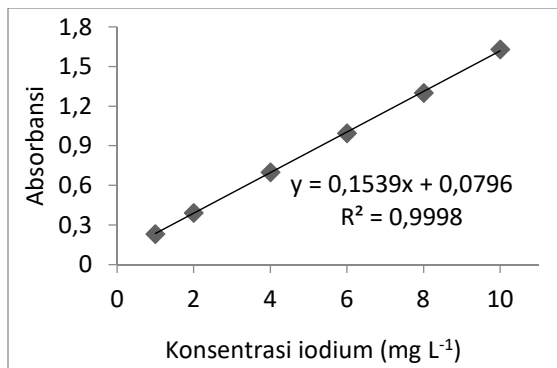


Gambar 2. Optimasi konsentrasi kalium iodida terhadap nilai serapan

Optimasi konsentrasi asam (H_3PO_4) perlu dilakukan, karena proses reduksi iodat menjadi iodium berlangsung dalam suasana asam. Optimasi asam juga untuk mencegah I_2 terhidrolisis dan menekan pengaruh ion logam dalam sampel. Hasil optimasi asam, konsentrasi H_3PO_4 0,20 M sebagai konsentrasi optimum (gambar 3).

**Gambar 3. Optimasi konsentrasi asam****Kurva standar iodium**

Kurva standar iodium dibuat dari sederetan larutan iodat standar dan diukur serapannya pada 350 nm. Dimana, nilai serapan iodat yang diperoleh diplotkan ke dalam kurva standar sehingga didapatkan persamaan regresinya (gambar 4).

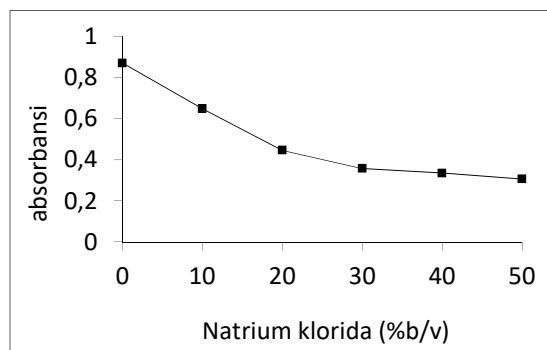
**Gambar 4. Kurva standar iodium**

Dari kurva terlihat adanya hubungan yang linear antara konsentrasi iodium dengan nilai serapannya. Hal ini ditunjang dengan harga koefisien korelasi yang mendekati satu. Dari kurva juga diperoleh persamaan regresi, $y = 0,153x + 0,079$.

Pengaruh penambahan NaCl

Sampel yang digunakan merupakan garam yang difortifikasi dengan iodium. Garam ini didominasi oleh natrium klorida (NaCl) sebagai matriks terbesar. Optimasi matriks bertujuan untuk

mengetahui ada-tidak pengaruhnya terhadap serapan iodium dalam sampel. Teknik ini dilakukan dengan menambahkan % NaCl ke dalam campuran larutan iodida dan asam fosfat hasil optimasi. Untuk optimasi pengaruh penambahan % NaCl dilakukan pada konsentrasi KIO_3 5,0 ppm (gambar 5).

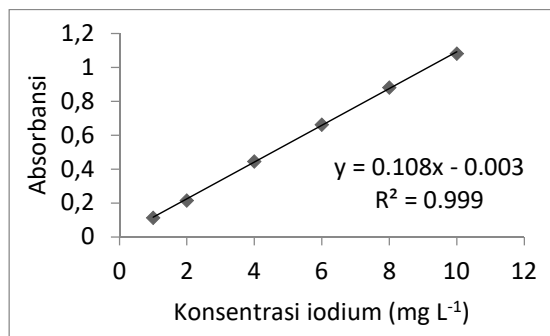


Gambar 5. Optimasi penambahan % NaCl

Variasi konsentrasi standar dengan penambahan NaCl 10%

Dari gambar diatas, diketahui bahwa penambahan NaCl sangat mempengaruhi absorbansi, dimana makin banyak % NaCl yang ditambahkan maka serapannya akan semakin menurun. Ini disebabkan karena adanya iodium yang terikat oleh ion klorida membentuk senyawa ICl atau I_2Cl , akibatnya I_2 yang bereaksi dengan I^- akan semakin berkurang.

Selanjutnya, dilakukan pengukuran dengan menambahkan matriks ke dalam larutan standar (gambar 6).



Gambar 6. Pengaruh penambahan NaCl 10% terhadap iodium

Dari gambar 4, 5, dan 6 diatas maka disimpulkan bahwa penambahan % NaCl dapat mempengaruhi konsentrasi iodium, dimana penambahan NaCl kedalam akan menurunkan nilai serapan larutan standar.

Konsentrasi iodium dalam garam

Dari kurva standar gambar 4 dan 6, selanjutnya dilakukan pengukuran untuk menentukan konsentrasi iodium dalam garam fortifikasi. Hasil pengukuran spesi iodium secara spektrofotometri ultra violet selanjutnya diplotkan kedalam persamaan regresi dan dilakukan perhitungan.

Tabel 1. Konsentrasi iodium dalam garam tanpa penambahan 10% NaCl

No.	Label	Nilai serapan	Persamaan	Konsentrasi iodium (mg kg ⁻¹)
1.	X ₁	0,4072	y = 0,153x + 0,079	21,45
2.	Y ₁	0,4597		24,88
3.	Z ₁	0,6209		35,42

Tabel 2. Konsentrasi iodium dalam garam dengan penambahan 10% NaCl

No.	Label	Nilai serapan	Persamaan	Konsentrasi iodium (mg kg ⁻¹)
1.	X ₂	0,4072	y = 0,108x - 0,003	37,98
2.	Y ₂	0,4597		42,84
3.	Z ₂	0,6209		57,77

Berdasarkan tabel diatas, didapatkan konsentrasi iodium dalam garam fortifikasi yang dianalisis masih sesuai persyaratan SNI No. 01-3556-2000, kecuali sampel X₁ dan Y₁. Hasil ini menunjukkan bahwa metode spektrofotometri ultra violet (UV) mampu, selektif dan sensitif untuk menganalisis kandungan iodium dalam sampel anorganik termasuk dalam garam beriodium.

KESIMPULAN

Dari hasil kajian dan penelitian yang dilakukan, didapatkan kesimpulan :

1. Iodat dapat direduksi oleh iodida dalam suasana asam, dimana iodium bereaksi dengan kelebihan iodida membentuk ion tri-iodida yang diukur serapannya pada panjang gelombang 350 nm.
2. Nilai optimum konsentrasi iodida dan asam diperoleh pada penambahan KI 0,07 mol L⁻¹ dan H₃PO₄ 0,20 mol L⁻¹. Penambahan natrium klorida (% b/v) juga mempengaruhi serapan iodium.
3. Konsentrasi iodium dalam garam yang difortifikasi berturut-turut 21,45 mg kg⁻¹, 24,88 mg kg⁻¹, 35,42 mg kg⁻¹, 37,98 mg kg⁻¹, 42,84 mg kg⁻¹, dan 57,77 mg kg⁻¹.

DAFTAR PUSTAKA

- Butler, E.C.V., 1996, "The Analytical Chemist at Sea : Measurement of Iodine and Arsenic in Marine Water.", *Trends in Anal. Chem.*, J.,15(1), 45-52.
- Dulanlebit, Y.H., and Hattu, H., 2009, "Bioconcentration Analysis of Iodate in *Eucheuma Cottonii* Seaweed in Coastal Area of Ambon Island and West Ceram As Alternative Food Sources of Iodine." Proc., International Seminar on Science and Technology – ISSTEC'09. Jogjakarta, Indonesia, 399-403.
- Goindi, G., Karmakar, M.G., Kapil, U., and Jagannathan, J. (1995). "Estimation of Losses of Iodine During Different Cooking Procedures.", *Clinical Nutrition*, J., 4, 225-228.

- Ratanawimarnwong, Amornthammarong, N., Choengchan, N., Chaisuwan, P., and Nacapricha, D. (2005). "Determination of Iodide by Detection of Iodine Using Gas-Diffusion Flow Injection and Chemiluminescence.", *Talanta, J.*, 65, 756-761.
- Rayner, G., Canham. (2000). "Descriptive Inorganic Chemistry Second Edition.", W.H. Freeman and Company, New York, page : 405.
- Soeid, N.L.S., Azwar, N.R., Hasim, dan Komari. (2006). "Pembuatan dan Uji Stabilitas Garam Fortifikasi Ganda dengan Kalium Iodat dan Besi Elemental Mikroenkapsulasi.", *Akta Kimia Indonesia, J.*, 1, 123-129.
- Tomiyasu, T., Sakamoto, H., and Yonehara, N. (1994). "Differential Determination of Iodate and Iodide by a Kinetic-Catalytic Method.", *Analytical Sciences, J.*, 10, 293-297.
- Xie, Z., and Zhao, J. (2004). "Reverse Flow Injection Spectrophotometric Determination of Iodate and Iodide in Table Salt.", *Talanta, J.*, 63, 339-343.