

ANALISIS IODAT DALAM BUMBU DAPUR DENGAN METODE IODOMETRI DAN X-RAY FLUORESCENCE

Nelson Saksono

Jurusan Teknik Gas dan Petrokimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok 16424, Indonesia

E-mail : nelson@che.ui.edu

Abstrak

Program Iodisasi garam dengan cara fortifikasi iodium ke dalam garam merupakan cara yang paling tepat guna dan ekonomis untuk menanggulangi masalah Gangguan Akibat Kekurangan Iodium (GAKI). Tetapi dalam perkembangannya ada beberapa isu yang menyatakan bahwa penggunaan garam beriodium tidak efektif karena kadar iodiumnya akan berkurang bahkan hilang bila dicampur dengan bumbu dapur. Untuk mengetahui lebih jauh duduk permasalahannya, maka perlu dilakukan analisis keberadaan iodat dalam bumbu dapur dengan metode Iodometri dan metode *X-ray Fluorescence*. Dari hasil pengujian metode Iodometri terjadi penurunan kandungan iodat untuk masing-masing bumbu dapur yaitu cabai sebesar 75,5 %, ketumbar 51,43 % dan merica 20,99 %. Sedangkan hasil pengujian dengan metode *X-ray Fluorescence* terjadi penurunan iodat untuk cabai sebesar 12,84 %, ketumbar 6,42 % dan merica 1,14 %. Perbedaan penurunan iodat dalam bumbu dapur dari kedua metode ini disebabkan karena perbedaan prinsip dan fungsi dari metode. Iodometri hanya dapat menganalisis iodium dalam bentuk iodat saja sedangkan dalam matrik bumbu dapur yang mengandung senyawa-senyawa kimia kemungkinan iodat berada dalam beberapa bentuk senyawa. *X-ray Fluorescence* dapat menganalisis iodat dalam beberapa bentuk senyawa iodium sehingga matrik bumbu dapur yang begitu kompleks tidak menjadi masalah.

Abstract

Iodat Analysis Content in Cooking Ingredients Using Iodometry and X-ray Fluorescence Methods. Salt iodization program using iodine fortification into salt method is the best method that is effective and economical to overcome the problems caused by iodine deficiency. However in, its development there are some issues claimed that the use of iodized salt is ineffective since iodine content reduces, even disappear when the salt mix with other cooking ingredients. In order to investigate the existence of iodine in cooking ingredients, a research applying iodometry and X-ray fluorescence methods was carry out. The result obtained by iodometry method showed decreases in iodine content in each ingredient, as chili was 75,5 %, ketumbar was 51,43 %, and pepper was 20.99 %. On the other hand, the X-ray Fluorescence measurement showed the iodat deficiency in chili was 12.84 %, ketumbar was 6.42 %, and pepper was 1.14 %. The difference in the result of iodat deficiency can be caused by difference in principle and possessed by them. Iodometry only can analyze iodine in iodat form, while in cooking ingredients iodat may exist in various compound. X-ray Fluorescence can analyze iodat in some compounds so that the complicated matrix ingredient with not interfere the measurement.

Keywords : iodat, iodometry, X-ray Fluorescence, salt, ingredient

1. Pendahuluan

Pemerintah Indonesia sedang gencar-gencarnya menjalankan program pemberantasan Gangguan Akibat Kekurangan Iodium (GAKI). Salah satu program yang dijalankan adalah program iodisasi garam dengan cara fortifikasi iodium ke dalam garam. Program ini dilengkapi dengan seperangkat peraturan pada proses produksi dari iodisasi garam untuk

menjaga agar garam yang sampai pada konsumen masih mengandung iodium pada konsentrasi 30 - 80 ppm, sesuai dengan kandungan yang ditetapkan dalam Standar Nasional Indonesia (SNI) No. 01-3556-1994 tentang garam konsumen [1].

Dalam perkembangannya ada beberapa isu yang menyatakan bahwa penggunaan garam beriodium di Indonesia tidak efektif karena kadar iodium dalam

garam akan berkurang bahkan dapat hilang bila garam tersebut dicampur dengan bumbu masak [2,3]. Isu ini merupakan tantangan dalam menyukseskan program iodisasi garam dan kebenarannya harus dibuktikan secara ilmiah.

Menurut Arhya [2,3] dalam penelitiannya terhadap beberapa bumbu masak yang ditambahkan pada garam beriodium menyatakan bahwa kadar iodat dalam beberapa bumbu masak tersebut mengalami penurunan. Bahkan menurut hasil penelitian tersebut, jenis bumbu seperti cabai, terasi, ketumbar dan merica dapat hilang sama sekali (100 %) kandungan iodium garam, atau dengan kata lain bumbu masak dapat merusak iodium garam. Metode analisis yang digunakan Arhya [2,3] dalam penelitiannya adalah metode Iodometri. Prinsip metode Iodometri adalah terjadinya perubahan warna setelah sampel dititrasi. Analisis ini sangat sulit dilakukan secara langsung untuk sampel yang berwarna seperti bumbu dapur. Tetapi untuk lebih mengetahui hasil yang sudah didapat kiranya perlu juga dilakukan pengujian menggunakan metode iodometri selain menggunakan metode lain yaitu metode *X-ray Fluorescence (XRF)*.

Metode *X-ray Fluorescence* dapat dipergunakan untuk menganalisis unsur iodium dalam sampel yang berwarna seperti halnya iodium dalam bumbu dapur. Prinsip pengukuran *X-ray Fluorescence* berdasarkan atas terjadinya proses eksitasi elektron pada kulit atom bagian dalam ketika atom suatu unsur tersebut dikenai sinar-X, kekosongan elektron tersebut akan diisi oleh elektron bagian luar dengan melepaskan energi yang spesifik untuk setiap unsur [4].

Dalam penelitian ini penulis melakukan pengukuran iodium dengan metode *X-ray Fluorescence* dan metode Iodometri dimana sebelumnya sampel bumbu dapur diekstrak dengan *aquades* dan disaring untuk mengurangi gangguan warna pada proses pengukuran.

2. Eksperimental

Sampel yang dianalisis dalam penelitian ini adalah bumbu dapur (cabai, merica dan ketumbar) yang telah ditambahkan iodat dengan konsentrasi yang diketahui. Pemilihan jenis bumbu dapur ini berdasarkan pada hasil dari beberapa penelitian sebelumnya yang menyatakan bahwa jenis bumbu-bumbu dapur ini sangat ekstrim dalam proses penghilangan iodium garam. Metode yang digunakan untuk menguji kandungan iodium dalam bumbu ini adalah metode *iodometri* dan metode *X-ray Fluorescence*.

Pengujian dengan metode iodometri dilakukan berdasarkan terjadinya perubahan warna dari warna ungu yang berasal dari iodium-kanji menjadi tidak

berwarna setelah dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat [5].

Tahap pertama pada metode ini adalah preparasi sampel. Masing-masing sampel (cabai, merica dan ketumbar) sebanyak 62,5 gram dilarutkan menggunakan *aquades* menjadi 500 ml. Larutan sampel ini kemudian disaring dengan dua kali penyaringan, pertama dengan kertas saring biasa dan kedua dengan kertas saring *Whatman 42*. Penyaringan bertujuan untuk mengurangi gangguan warna dari sampel. Sampel hasil saringan masing-masing diukur pH-nya dan dipipet sebanyak 10 ml kemudian ditambah 1 gram NaCl dan KIO₃ 40 ppm dengan variasi konsentrasi yaitu 5, 7, 10 dan 12 ml KIO₃ 40 ppm.

Tahap kedua dari metode iodometri adalah standarisasi Natrium tiosulfat 0,0004 N yaitu dengan mencampur 1 gram NaCl dan 5 ml KIO₃ 0,0004 N kemudian dilarutkan menjadi 100 ml dan diaduk sampai homogen. Campuran ini kemudian ditambah 2 ml H₃PO₄ 85% dan 0,1 gram KI sambil diaduk dan dititrasi dengan Natrium tiosulfat 0,0004 N sampai larutan berwarna kuning muda, kemudian dilakukan penambahan 2 ml larutan kanji dan dititrasi terus sampai warna ungu hilang dan larutan menjadi bening.

Tahap ketiga dari metode ini adalah pengukuran sampel. Sampel dari hasil preparasi ditambah dengan 2 ml H₃PO₄ dan 0,1 gram KI kemudian dititrasi dengan Natrium tiosulfat 0,0004 N hasil standarisasi.

Pengujian dengan metode *X-ray Fluorescence* dilakukan berdasarkan pada perbandingan besarnya intensitas dari unsur iodium dalam sampel dengan besarnya intensitas iodium dalam larutan standar menggunakan perhitungan regresi linier.

Tahap pertama pada metode ini adalah pembuatan standar KIO₃. Larutan standar dibuat dengan melarutkan 0,1000 gram KIO₃ menjadi 100 ml dengan menggunakan *aquades*. Larutan ini kemudian disebut sebagai larutan stok. Dari larutan stok ini kemudian dipipet masing-masing sebanyak 2,5, 5,0, 10, 15, dan 20 ml dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Ke dalam labu ukur ini ditambahkan 25 gram NaCl kemudian dilarutkan dengan *aquades* menjadi 100 ml. Larutan standar ini mempunyai konsentrasi 25, 50, 100, 150, dan 200 ppm.

Tahap kedua metode ini adalah preparasi sampel. Masing-masing sampel (cabai, merica dan ketumbar) ditimbang 25 gram kemudian ditambah 25 gram NaCl dan 10 ml KIO₃ 1000 ppm. Sampel ini kemudian dilarutkan dengan *aquades* sampai volume 100 ml dan diukur pH-nya.

Tahap ketiga adalah pengujian intensitas standar dan sampel. Standar dan sampel diuji dengan menggunakan *X-ray Fluorescence*. Besarnya intensitas unsur iodium sampel dibandingkan dengan besarnya intensitas iodium standar dengan menggunakan perhitungan regresi linier.

3. Hasil dan Pembahasan

Dari Gambar 1 dapat dilihat bahwa kadar iodat akan berkurang bila dicampur dengan bumbu dapur. Cabai merupakan bumbu dapur yang paling besar dalam proses penghilangan iodat dalam garam diikuti ketumbar dan merica.

Selain itu terlihat pula pada Gambar. 1 bahwa konsentrasi awal iodat pada bumbu dapur berpengaruh pada tingkat penurunan iodat. Makin rendah konsentrasi awal iodat maka akan semakin kecil persentasi kehilangan iodatnya.

Untuk konsentrasi awal iodat sebesar 234,14 ppm, pada cabai didapat penurunan hingga 100 %, sedangkan pada ketumbar dan merica masing-masing sebesar 56,32 % dan 23,62 %.

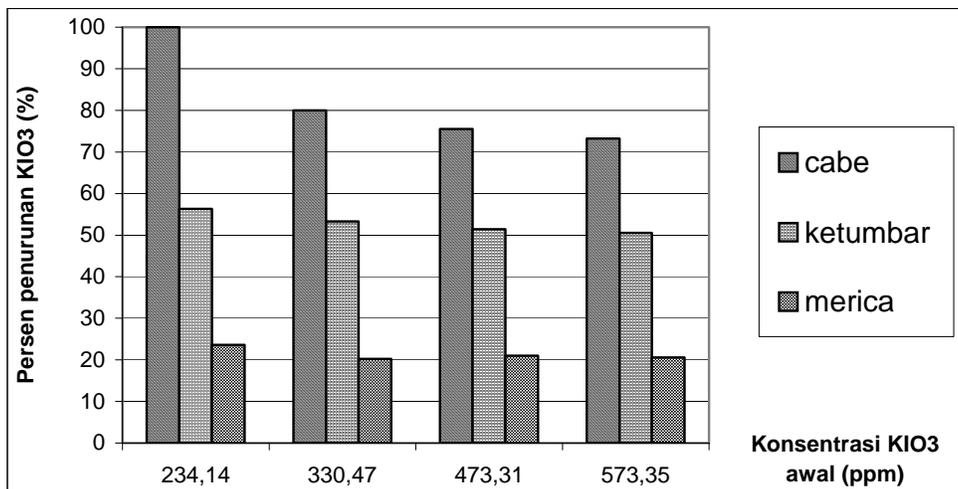
Pada konsentrasi awal iodat sebesar 573,35 ppm, pada cabai terjadi penurunan 73,19 %, sedangkan pada ketumbar dan merica masing-masing sebesar 50,51 % dan 20,57 %.

Berkurangnya iodat dalam bumbu dapur dapat disebabkan oleh tereduksinya iodat oleh senyawa-senyawa pereduksi dalam bumbu dapur.pada suasana asam. Suasana asam pada bumbu dapur dapat diketahui dari pH bumbu dapur yang bersifat asam. Tabel. 1 menunjukkan bahwa cabai memiliki pH yang paling rendah (asam). Itulah sebabnya mengapa cabai memiliki kemampuan untuk menurunkan kandungan iodat paling besar dibanding ketumbar atau merica.

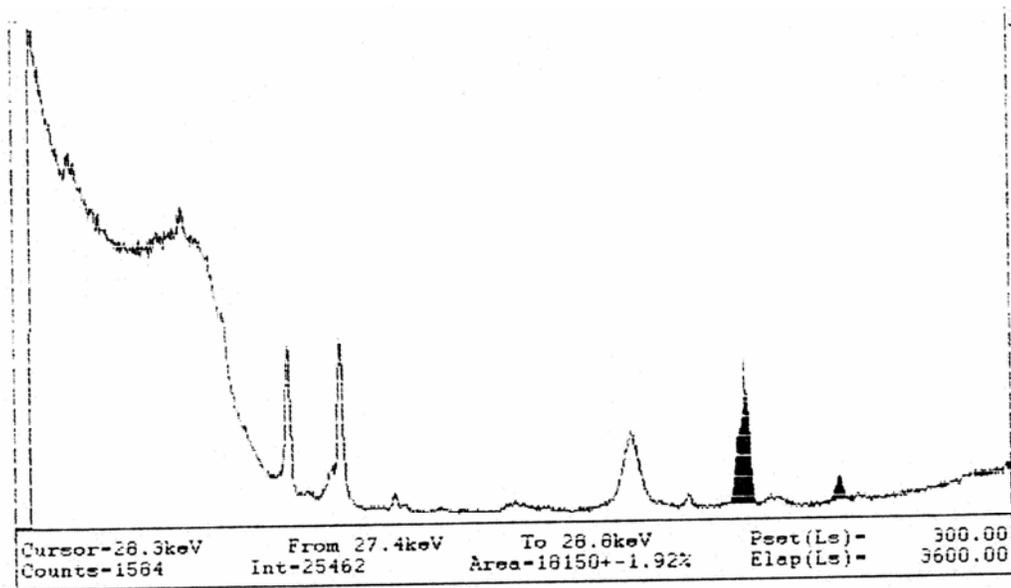
Metode *X-ray Fluorescence* berdasarkan pada besarnya intensitas dari energi eksitasi yang berasal dari elektron pada kulit atom bagian dalam ketika atom tersebut ditembak oleh energi sinar-X. Unsur iodium dengan nomor atom 53 mempunyai energi eksitasi pada kulit K α sebesar 28,3 keV. Untuk dapat mengeksitasi atom iodium pada K α maka diperlukan suatu energi yang lebih besar dari energi eksitasi atom iodium tersebut. Sumber sinar-X yang digunakan untuk mengeksitasi atom iodium adalah energi dari radioaktif unsur Am-241 yang mempunyai energi sebesar 60 keV. Spektrum dari intensitas iodium dapat dilihat pada Gambar 2.

Tabel. 1 pH Bumbu Dapur

bumbu dapur	pH
cabai	3,86
ketumbar	5,67
merica	5,86



Gambar 1. Grafik Penurunan Iodat Dalam Bumbu Dapur Metode Iodometri



Gambar 2. Spektrum unsur iodium

Tabel 2. Hasil pengukuran *XRF* terhadap sampel bumbu dapur

Nama Bumbu	KIO ₃ Awal (ppm)	KIO ₃ hasil pengukuran (ppm)
cabai	104,9	91,2 ± 1,6
ketumbar	104,2	97,5 ± 1,6
merica	110,8	107,9 ± 1,5

Intensitas yang diukur oleh alat *XRF* berasal dari proses eksitasi elektron pada kulit bagian dalam dari atom iodium. Oleh karena itu metode *XRF* ini akan memberikan nilai intensitas secara total dari iodium dalam semua bentuk senyawa baik itu iodat (IO₃⁻), iodida (I⁻), iodium (I₂), dan sebagainya.

Standar yang digunakan sebagai sumber iodium adalah larutan kalium iodat, sehingga intensitas iodium yang dihasilkan dari alat dapat dikonversi sebagai kalium iodat. Untuk menghindari gangguan matriks yang disebabkan oleh perbedaan matriks sampel dan standar maka dalam pengukuran dilakukan metode standar adisi yaitu penambahan unsur Barium (Ba) pada matriks sampel. Dari hasil penambahan unsur Barium ini ternyata tidak ada gangguan intensitas dari perbedaan matriks, sehingga perbedaan matriks ini tidak mengganggu pengukuran. Hasil pengujian *XRF* terhadap larutan sampel yang telah diketahui konsentrasinya menunjukkan hasil yang cukup memadai seperti yang terlihat pada Table 2.

Tabel 3. Persentasi penurunan iodat garam dalam bumbu dapur

Nama Bumbu	KIO ₃ Awal (ppm)	Persen penurunan iodat (%)
cabai	486,57	12,84
ketumbar	487,74	6,42
merica	488,81	1,14

Hasil pengujian penurunan kandungan iodat pada bumbu dapur dapat dilihat pada Table 3.

Proses hilangnya iodat dalam bumbu dapur ini disebabkan tereduksinya iodat menjadi iodium (I₂). Reaksi reduksi yang terjadi diperkirakan adanya zat pereduksi dalam bumbu dapur. Potensial reduksi dari zat reduktor tersebut tidak terlalu kuat sehingga hilangnya iodat dalam bumbu dapur tidak terlalu besar, lain halnya dengan metode iodometri dimana jumlah iodat yang hilang cukup besar. Perbedaan yang begitu besar ini disebabkan prinsip dan fungsi dari kedua metode ini berbeda. Iodometri digunakan untuk menganalisis iodium dalam bentuk iodat saja sedangkan *XRF* dapat digunakan untuk menganalisis iodium dalam semua bentuk senyawa. Seperti yang kita ketahui bumbu dapur yang digunakan mengandung senyawa-senyawa kimia yang begitu kompleks, jika senyawa kimia ini berinteraksi dengan iodat akan menghasilkan suatu reaksi yang kompleks, atau dengan kata lain iodat akan bereaksi dan diubah menjadi bentuk senyawa lain. Hasil perbandingan antara pengukuran dengan metode *X-ray Fluorescence* dapat dilihat pada Gambar 3.

Tingginya harga penurunan kandungan iodat menggunakan metode Iodometri dibanding metode XRF, disebabkan adanya beberapa kelemahan metode Iodometri dalam mengukur kandungan iodat dalam bumbu dapur. Aspek-aspek tersebut adalah :

- a. Hilangnya iodat sebagai iodium (I₂) pada saat ditambahkan KI. Sebagaimana diketahui bahwa metode iodometri menggunakan pereduksi kalium iodida untuk mereduksi iodat menjadi iodium. Pada saat inilah kemungkinan iodium yang dihasilkan terlepas ke udara sehingga hasil dari penitiran akan kecil.
- b. Bereaksinya iodium yang dihasilkan dengan air (hidrolisis) dan hasil reaksinya akan bereaksi lanjut yang akan menimbulkan penggunaan natrium tiosulfat menurun sehingga hasil titrasi akan kecil:

$$I_2 + H_2O \rightarrow HOI + I^- + H^+ \quad (1)$$

$$4HOI + S_2O_3^{2-} + H_2O \rightarrow 2SO_4^{2-} + 4I^- + 6H^+ \quad (2)$$
- c. Kepekaan dari indikator amilum yang berkurang pada larutan sampel yang berwarna, sehingga akan mempengaruhi hasil akhir titrasi.
- d. Metode iodometri hanya dapat mengukur iodium dalam bentuk iodat saja. Sehingga iodium dalam bentuk senyawa lain belum tentu bisa diukur oleh metode ini. Seperti kita ketahui bumbu dapur mengandung zat-zat organik yang mungkin akan mengikat iodat sehingga iodat yang terikat ini tidak bisa direduksi oleh kalium iodida dan sudah

tentu ini akan membuat hasil pengujian akan kecil.

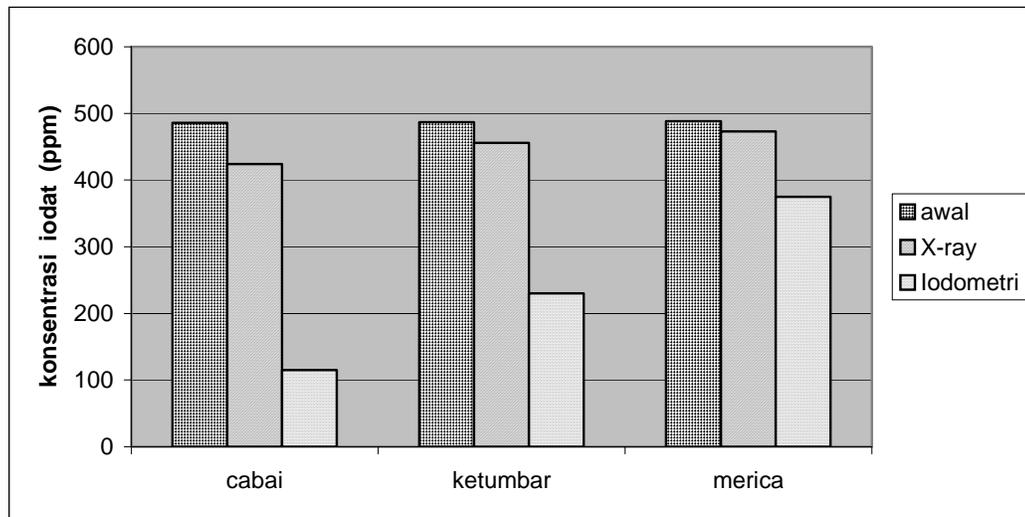
- e. Berkurangnya daya reduksi dari kalium iodide karena senyawa ini akan dioksidasi oleh udara

$$O_2 + 4I^- + 4H^+ \rightarrow 2I_2 + 2H_2O \quad (3)$$

4. Kesimpulan dan Saran

Dari hasil percobaan dan pembahasan serta analisis yang telah dilakukan, maka dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Kandungan iodat dalam garam NaCl setelah dicampur dengan beberapa bumbu dapur (cabai, ketumbar dan merica) akan mengalami sedikit penurunan.
2. Urutan bumbu dapur yang paling berperan dalam proses penurunan kandungan iodat adalah : cabai > ketumbar > merica.
3. Penurunan yang begitu banyak dari iodat pada metode iodometri bukan disebabkan semuanya hilang sebagai iodium (I₂) tetapi ketidakmampuan metode ini untuk menganalisis iodat dalam bentuk senyawa lain.
4. Metode X-ray Fluorescence adalah metode yang lebih tepat dibandingkan metode iodometri untuk menganalisis iodat dalam matrik bumbu dapur, karena XRF dapat menganalisis iodat dalam berbagai bentuk dan analisisnya tidak dipengaruhi oleh warna sedangkan iodometri hanya dapat menganalisis dalam bentuk iodat saja disamping analisisnya dipengaruhi oleh perubahan warna.



Gambar 3. Grafik Perbandingan Penurunan Kadar Iodat antara Metode Iodometri dan Metode XRF

Untuk mengetahui lebih jauh mengenai kesetabilan iodat dalam garam pada matrik bumbu dapur sebaiknya dilakukan penelitian lanjutan yaitu mengidentifikasi senyawa-senyawa kimia dalam bumbu dapur yang bersifat reduktor.

Selain itu untuk mendapat gambaran yang lebih komprehensif perlu juga dilakukan pengukuran iodat dalam bumbu dapur setelah sampel dipanaskan untuk mengetahui kestabilan iodat dalam keadaan panas.

Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini sebagian didanai oleh Lembaga Penelitian UI melalui program DIK MAK 5.250 Tahun anggaran 2001. Untuk itu kami mengucapkan banyak terima kasih .

Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Kamarza Mulia PhD dan Elsa Krisanti PhD yang telah

banyak memberikan masukan mulai dari awal hingga akhir penelitian dan juga kepada seluruh personil Lab. Termodinamika Energi & Lingkungan Jurusan Teknik Gas & Petrokimia FTUI yang telah memfasilitasi terlaksananya penelitian ini.

Daftar Acuan

1. Departemen Perindustrian RI, Standar Nasional Indonesia. (SNI) No. 01-3556, Departemen Perindustrian Republik Indonesia, 1994
2. I.N. Arhya, Medika No. 12 Tahun XXI (1995)
3. I.N. Arhya, Medika No. 4 Tahun XXIV (1998)
4. E.Galen, Instrumental Method of Chemical Analysis, Mc Graw Hill International Edition, Singapore, 1985, p. 204-212
5. Vogel, Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro, (terjemahan) Media Pustaka, Jakarta, edisi kelima, 1985, p. 350.