

PROSIDING

**SEMINAR
NASIONAL**

KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA

TEMA:

PERAN KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA DALAM ERA OTONOMI
DISELENGGARAKAN DI HOTEL SAHID YOGYAKARTA

1 OKTOBER 2005

DISELENGGARAKAN
DALAM RANGKA DIES NATALIS KE - 49
JURUSAN PENDIDIKAN KIMIA
FMIPA UNY

UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA
2005

**Peran Kimia dan Pendidikan Kimia dalam Era Otonomi
Aula FMIPA UNY, Yogyakarta, 1 Oktober 2005**

Diterbitkan oleh
Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY
Kampus Karangmalang, Sleman, Yogyakarta

Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
UNY, 2005

Cetakan ke - 1
Terbitan Tahun 2005

Katalog dalam Terbitan (KDT)
Seminar Nasional Kimia (2005 Oktober 1: Yogyakarta)
Prosiding/ Penyunting Sukardjo
Sukardjo.... [et.al] – Yogyakarta: FMIPA
Universitas Negeri Yogyakarta, 2004
...jil
1. Chemistry Congresses
I. Judul II. Sukardjo
Universitas Negeri Yogyakarta, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

ISBN 979-98117-3-2

Penyuntingan semua tulisan dalam prosiding ini dilakukan oleh Tim Penyunting Seminar
Nasional Kimia 2005 dari Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY

PROSIDING SEMINAR NASIONAL KIMIA 2005

Tema Seminar : Peran Kimia dan Pendidikan Kimia dalam Era Otonomi

Tujuan Seminar :

Seminar diharapkan mampu menjadi media bagi para peneliti, pemikir dan pemerhati kimia/pendidikan kimia untuk saling bertukar ide guna perkembangan ilmu serta mempersiapkan universitas sebagai badan hukum yang otonom

Diterbitkan oleh:

Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY

Tim Penyunting Prosiding Seminar Nasional Kimia

Prof. Dr. Sukardjo
Prof. AK Prodjosantoso, Ph.D.
Prof. Dr. Nurfina Aznam
Dr. Indyah Sulistyo Arty
K.H. Sugiyarto, Ph.D.

Pelaksana

Sukisman Purtadi, M.Pd.
Cahyorini Kusumawardani, M.Si
Erfan Priambodo, S.Pd.Si.
Heru Pratomo, M.Si.
Suwardi, M.Si.

Alamat Tim Penyunting

Jurusan Pendidikan Kimia, Kampus FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

SUSUNAN PANITIA

Pelindung
Penanggungjawab

: Sukirman, M.Pd. (Dekan FMIPA UNY)
 : Suharto, M.Si (Kajurdik. Kimia FMIPA UNY)
 Endang Dwi Siswani, M.T. (Kaprodi. Kimia FMIPA UNY)
 Crys Fajar Partana, M.Si (Kaprodi. Dik. Kimia FMIPA UNY)

Ketua
Wakil Ketua
Seketaris

Bendahara

: Jaslin Ikhsan, Ph.D.
 : Dr. Senam
 : Sri Handayani, M.Si.
 Dyah Purwaningsih, S.Si
 : Siti Sulastri, M.Si
 Dr. Sri Atun

Sie. Acara/Persidangan	:	Dr. Endang Widjajanti, L.Fx. Dr. Eli Rohaeti Pranjoto Utomo, M.Si. Dewi Yuanita Lestari, S.Si Susila Kristianingrum, M.Si. Retno Arianingrum, M.Si. Dr. Hari Sutrisno
Editor Prosiding	:	Prof. Dr. Sukardjo Prof. AK Prodjosantoso, Ph.D. Prof. Dr. Nurfini Aznam Dr. Indyah Sulistyyo Arty K.H. Sugiyarto, Ph.D.
Sie. Prosiding	:	Sukisman Purtadi, M.Pd. Heru Pratomo, M.Si. Suwardi, M.Si. Cahyorini Kusumawardani, M.Si Erfan Priambodo, S.Pd.Si.
Sie. Dana	:	Das Salirawati, M.Si. Lis Permana Sari, M.Si. Isana SYL, M.Si. Amanatie, M.Si., M.Pd. Karim Th., SU Togu Gultom, M.Pd., M. Si
Sie. Konsumsi	:	C. Budimarwanti, M.Si Regina Tutik P., M.Si. Eddy Sulistyowati, Apt, MS Antuni Wiyarsi, S.Si.
Sie. Humas	:	I. Made Sukarna, M.Si Kun Sri Budiasih, M.Si. Poni Pujiati, S.Si. Supono, A.Md.
Sie. Tempat/Perlengkapan	:	Sunarto, M.Si. Suparmanto Aslam Taufik Kelik Ismail
Sie P D D	:	Ali Murtono, S.T. Eko Marsono, S.T.

<u>Haryoto Saroyobudiyono, Euis H. Hakim, Yana M. Syah, Sjamsul A. Achmad, Lia D. Juliawaty, Iaily Bin Din, Jalifah Latip</u>	195
Dua senyawa dimer resveratrol dari kulit batang Shorea Brunnescens (dipterocarpaceae)	
<u>Tuasikal M. Amin</u>	
Pengambilan sutera liar (attacus atlas) dengan menggunakan kostik soda (NaOH)	202
<u>Hanapi Usman, Euis H. Hakim, Sjamsul A. Achmad, Tjodi Harlim, m. Noor Jalaluddin, Yana M. Syah, Iia D. Juliawati, Lukman Makmur, Mariko Katajima</u>	207
Isolasi senyawa flavanon dari tumbuhan cryptocarya costata (lauraceae)	
<u>Sri atun, Retno Arianingrum, Sri Handayani</u>	
Uji aktivitas sebagai antioksidan senyawa kimia dalam ekstrak metanol kulot buah pisang (<i>Musa paradisicia</i> L.)	212
<u>Sri Atun</u>	
Keanekaragaman struktur, biogenesis, dan bioaktivitas senyawa stilbenoid pada beberapa spesies tumbuhan genus vatica	219
<u>Senam</u>	
Aplikasi teknologi PCR dalam berbagai tujuan penelitian	229
<u>Senam</u>	
Peran plasmid rekombinasi pada proses seleksi dan amplifikasi gen	235
<u>Indah Molehtuz Zuchairah</u>	
Penentuan kualitas zat warna dengan pendekatan teori affinitas secara spektrofotometri	241
<u>Indah Molehtuz Zuchairah</u>	
Penentuan fenomena absorpsi pada material telstil dengan menggunakan analisa kalorimetri	247
<u>Sunarto</u>	
Mengatasi kelangkaan zat peng kompleks dalam analisis secara spektrofotometri	254
<u>Susila Kristianingrum</u>	
Modifikasi metode untuk penentuan iodin secara spektrofotometri serapan atom	258
<u>Siti Sulastri dan Susila Kristianingrum</u>	
Modifikasi silika gel dari natrium silikat untuk pembentukan adsorben selektif ion logam berat kromium (III)	266
<u>Suyanta, Susanto I.R., Buchari, Indra Noviandri</u>	
Pengaruh konsentrasi larutan pembanding dalam terhadap respon elektroda ESI-La sistem larutan dalam	274
<u>Karim Th</u>	
Studi tentang kebasaan coniine untuk sintesis asam karboksilat	280
<u>Karim Th</u>	
Studi tentang sintesis senyawa indol - 3 - asetat melalui reaksi alkilasi	285
<u>Retno Windarti, Eddy Sulistyowati</u>	
Studi komparasi kandungan karbohidrat dan protein antara susu kambing dan susu sapi (tinjauan Islam tentang keutamaan susu kambing dalam Hadits Nabi SAW)	290

seorang
in vit C.
ara tidak
jumlah
1 vit C).
ik semua

n dengan
besi (II),
abangkan

MODIFIKASI METODE UNTUK PENENTUAN IODIN SECARA SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM

Susila Kristianingrum
Jurdik Kimia FMIPA UNY

ABSTRAK

Penerapan absorpsi atom telah dikembangkan oleh Kirchoff tahun 1960. Teknik fotometri maupun absorpsi atom pada prinsipnya mempunyai banyak kesamaan dan keduanya dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif unsur-unsur logam maupun non logam. Penentuan non logam seperti halogen, belerang, oksigen, nitrogen, fosfor, dan karbon dengan Spektrometri Serapan Atom (SSA) memang sulit dilakukan. Hal ini dikarenakan garis resonansi analitik dari non logam berada di daerah panjang gelombang yang lebih pendek pada spektrum elektromagnetik, yang disebut dengan daerah UV vakum (rangingnya mulai dari 10 sampai sekitar 180-190 nm). Penentuan non logam (sebagai contoh iodin) tidak mungkin dilakukan dengan SSA konvensional. Untuk menentukan iodin dalam suatu sampel secara Spektrometri Serapan Atom (SSA) dapat dilakukan dengan modifikasi secara langsung maupun tidak langsung. Metode tidak langsung dapat dilakukan dengan metode ekstraksi pelarut, metode pengendapan, dan metode kompleksasi.

Kata kunci: spektrometri serapan atom, iodin, ekstraksi pelarut, pengendapan, kompleksasi

MODIFICATION METHOD FOR IODINE DETERMINATION BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY

ABSTRACT

The application of atomic absorption has been developed by Kirchoff in 1960. Flame photometry and atomic absorption have the same on the principle and both of them can use for qualitative and quantitative analysis metal and non metal elements. The determination of non metals, such as halogens, sulfur, oxygen, nitrogen, phosphorus, and carbon by Atomic Absorption Spectrometry (AAS) involves certain difficulties. This case caused of the analytical resonance lines of non metals lie in the shorter wavelength regions of the electromagnetic spectrum, in the so called vacuum UV spectral region (which ranges from 10 to about 180-190 nm). Determination of non metals (for example iodine) virtually impossible by conventional AAS. For determination iodine in the sample by Atomic Absorption Spectrometry (AAS) can be done by modification direct and indirect methods. Indirect method can be done by solvent extraction methods, precipitation methods, and complexation methods.

Key words: Atomic Absorption Spectrometry, iodine, solvent extraction, precipitation, complexation

Makalah ini dipresentasikan dalam Seminar Nasional Kimia dengan tema "Peran Kimia dan Pendidikan Kimia dalam Era Otonomi" yang diselenggarakan oleh Jurdik Kimia FMIPA UNY dalam rangka Dies Natalis ke - 49 pada tanggal 1 Oktober 2005 di Aula FMIPA UNY Yogyakarta

PENDAHULUAN

Metode SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya (S.M.Khopkar, 1990).

Penentuan non logam seperti halogen, belerang, oksigen, nitrogen, fosfor, dan karbon dengan SSA memang sulit dilakukan. Pertama kali dengan diberikan perbedaan energi yang tinggi diantara keadaan eksitasi terendah dan keadaan dasar untuk non logam, dan radiasi dengan panjang gelombang pendek sangat diperlukan untuk terjadinya transisi elektronik. Jadi, garis resonansi analitik dari non logam berada di daerah panjang gelombang yang lebih pendek pada spektrum elektromagnetik, yang dikenal dengan daerah UV vakum (rangenya mulai dari 10 sampai sekitar 180-190 nm), seperti pada tabel 1 (CRC Handbook of Chemistry and Physics, 1984).

Tabel 1. Garis resonansi utama beberapa non logam

No	Unsur	Panjang gelombang, nm
1	C	156,1; 165,7
2	N	120,0; 174,3
3	P	177,5; 178,3; 178,8
4	O	130,2; 130,5
5	S	180,7; 182,4; 182,6
6	F	95,2; 95,5
7	Cl	134,7; 138,0; 139,0
8	Br	145,0; 148,9; 157,6
9	I	178,3; 183,0; 184,5; 187,6

Kelemahannya adalah sumber radiasi kurang menghasilkan garis-garis tersebut, khususnya untuk unsur dengan volatilitas tinggi seperti iodin, sehingga sangat sulit bagi suatu pabrik pembuat SSA menjamin reproduksibilitas (keterulangan) dan lampu yang stabil. Lebih jauh lagi, seleksi garis analitik dalam spektrofotometer memberikan masalah lain, karena SSA yang diproduksi dilengkapi dengan monokromator yang meliputi daerah UV dekat sampai IR dekat, 190-850 nm. Daerah UV vakum berada di luar range panjang gelombang, sehingga absorpsi radiasi analitik oleh atmosfer menghasilkan absorpsi background tinggi, sehingga dapat menyulitkan dalam analisis. Absorpsi atmosfer tergantung panjang gelombang dan menyebabkan atmosfer oksigen atau oksigen terkandung dalam nyala (oksigen menunjukkan absorpsi kuat pada $\lambda < 200$ nm). Mc Gregor et.all (1988) telah menggunakan atmosfer nitrogen sebagai gas pembersih dalam penentuan iodin.

Masalah-masalah tersebut membuat penentuan non logam secara SSA konvensional menjadi sangat tidak mungkin dilakukan (Anonim, 1998). Meskipun demikian, hal ini dapat diatasi dengan penentuan secara tidak langsung yang didasarkan atas beberapa reaksi kimia diantara analit dengan zat lain (zat-zat), sehingga salah satunya dapat ditentukan dengan SSA. Stoikiometri reaksi yang terjadi diantara analit dan zat lain telah diketahui, dengan menentukan lebih lanjut salah satu darinya maka analit dapat ditentukan pula. Dalam kebanyakan hal, zat-zat yang ditentukan secara langsung adalah logam. Keberhasilan prosedur tidak langsung ini tergantung pada selektivitas reaksi kimia yang memberikan pengukuran SSA (Garcia, Milla, dan Bustamante, 1983). Banyak faktor yang dapat mempengaruhi cara tidak langsung ini, sulitnya mengotomatisasi, sehingga jarang digunakan untuk analisis rutin. Sebaliknya, dengan cara langsung analit dapat diatomisasi dan absorpsi radiasi oleh atom-atom dapat direkam untuk menentukan

Modifikasi metode penentuan iodin....

konsentrasi analit. Cara langsung biasanya lebih sederhana dan memerlukan waktu singkat sehingga lebih mudah diotomatisasi daripada cara tidak langsung.

Garis resonansi utama iodin adalah 178,3; 183,0; 184,5; 187,6; dan 206,2 nm, semuanya (*kecuali* 206,2 nm) berada pada daerah UV vakum, yang paling hebat adalah 183,0 nm. Garis ini sesuai dengan transisi elektronik ${}^4P_{5/2} \rightarrow {}^2P_{3/2}$ masing-masing diantara keadaan 6s dan 5p. Garis resonansi iodin terletak di daerah UV vakum pada spektrum elektromagnetik, sehingga tidak biasanya ditentukan secara SSA, tetapi dengan teknik instrumental lain. Beberapa metode seperti spektrofotometri UV-VIS: spesies iodin dalam sampel diubah menjadi molekul iodin, dengan diekstraksi ke dalam pelarut organik (CHCl₃ atau CCl₄) dan absorpsi dari ekstrak yang berwarna jpink diukur, molekul iodin juga dapat dikomplekskan dengan amilum, warna biru larutan dianalisis. Teknik lainnya yaitu dengan kromatografi cair, sebagai contoh pada penentuan iodin dalam susu (AOAC, 1995) dan ICP-AES (*Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry*), yang telah memberikan hasil bagus dengan nebulisasi langsung larutan yang mengandung spesies iodin.

Penentuan iodin secara Spektrometri Serapan Atom telah banyak dilakukan baik cara langsung maupun tidak langsung, di mana iodin berada dalam sampel atau standard sebagai spesies iodium seperti iodida, iodat, periodat, atau molekul iodin (Barrera, et.all, 1999).

PEMBAHASAN

Spesies Iodin dan Detail Optik

Iodida adalah spesies yang paling banyak ditentukan, baik secara langsung maupun tidak langsung (senyawa organik iodoform dan alkiliiodida) telah ditentukan. Dengan cara tidak langsung merkuri/raksa merupakan unsur utama yang dikombinasikan dengan spesies iodin. Untuk iodin lampu yang didesain khusus masih kurang. Lampu tersebut adalah EDLs, kecuali itu CDLs (183,0 nm) telah memberikan sensitivitas lebih tinggi dari yang lain. Masalah atmosfer oksigen menjadi masalah yang serius, tetapi hal ini dapat diatasi dengan menjaga sekeliling area radiasi sinar bebas oksigen, dengan monokromator atau kedua monokromator dan keseluruhan jalannya sinar diberi gas inert (*non-absorbing*) seperti gas nitrogen atau argon. Pada sistem ini didesain dengan sistem tabung silica yang dilengkapi dengan *quartz window* yang diisi dengan gas.

Atomisasi

Atomisasi sering dikaitkan dengan nyala dalam kebanyakan metode, baik langsung maupun tidak langsung, akan tetapi komposisi nyala jarang didiskusikan. Dalam hal ini, digunakan atomizer seperti "*platinum loop*" atau "*cathode sputtering cell*". Untuk menghindari resiko absorpsi radiasi oksigen, maka nyala yang mengandung udara tidak/jarang digunakan. Sebagai penggantinya digunakan nyala yang diisolasi dengan perlindungan gas argon atau nitrogen atau dengan diencerkan dengan gas-gas *non absorbing* tersebut.

Prosedur

Metode Ekstraksi Pelarut

Hampir 50% peneliti-peneliti menggunakan ekstraksi pelarut. Kondisi ekstraksi sangat menentukan keberhasilan. Pelarut MIBK (metil isobutil keton) merupakan pelarut organik yang sering digunakan. Lapisan organik yang diperoleh selanjutnya dilarutkan kembali (*stripping*) ke dalam fasa air untuk selanjutnya dianalisis secara SSA.

yerap
urnya

arbon
energi
, dan
ansisi
njang
engan
tabel

sebut,
t bagi
yang
salah
aerah
njang
sorpsi
osfer
sigen
Mc
alam

SSA
kipun
arkan
tunya
t lain
dapat
dalah
kimia
nyak
isasi,
analit
tukan

Metode Pengendapan

Metode ini umumnya didesain untuk menentukan iodida sesudah diendapkan sebagai perak iodida, dimana perak ditentukan dalam supernatan atau endapan tersebut dilarutkan lagi.

Metode Kompleksasi

Dalam hal ini kompleks dipreparasi tanpa ekstraksi pelarut. Dalam semua metode, iodine ditentukan sebagai iodida dengan mengukur absorpsi atom merkuri (biasanya dengan sistem *cold vapour/CV-AAS*) (Bax, D., 2001). Metode ini lebih sederhana daripada metode ekstraksi pelarut dan metode pengendapan, selama ke dalam sampel ditambahkan aliquot larutan Hg(II), yang diikuti dengan pengukuran absorpsi atom merkuri yang berikatan dengan iodida.

Keunggulan secara Analitik

Membandingkan metode-metode yang telah disebutkan di depan atas dasar kebaikan secara analitis sangatlah sulit. Hal ini disebabkan oleh parameter yang berbeda-beda (Willard, Merrit, and Dean, 1974). Limit deteksi (LOD), karakter massa (m_o), karakter konsentrasi (c_o), dan juga sensitivitas. Pada cara langsung seperti yang diharapkan secara teoritik, atomisasi elektrotermal biasanya lebih sensitif daripada atomisasi cara lain (nyala, *platinum loop*, *cathode sputtering cell*). Dengan nyala N₂O-C₂H₂ sering memberikan hasil lebih baik daripada campuran lain. Lebih jauh, 206,2 nm menghasilkan sensitivitas lebih jelek daripada 183,0 nm, dimana penggunaan argon atau nitrogen sebagai gas pelindung untuk sistem optik (dan atau untuk atomizer) tidak dapat memberikan perbedaan yang jernih. Pada kedua metode baik langsung maupun tidak langsung biasanya dievaluasi dengan menghitung recoveri analitis.

Interferensi (Gangguan) dan Sampel

Kebanyakan peneliti telah mempelajari interferensi, tetapi dapat diatasi. Berkaitan dengan sampel, cara langsung kurang teraplikasi untuk sampel riil/nyata, (kecuali analisis sampel tiroid dalam kelinci). Sebaliknya lebih dari 50% cara tidak langsung dapat diaplikasikan untuk sampel riil/nyata (seaweed, algae, garam, dan lain-lain) (Barrera, et.all, 1999).

Modifikasi

Beberapa contoh modifikasi yang telah dilakukan untuk penentuan iodin secara langsung dengan SSA adalah:

1. Spesies iodin Γ

λ/nm lampu	: 183,0 EDL (<i>Electrodeless Discharge Lamp</i>)
Modifikasi	: Jalan sinar dibersihkan dengan gas Argon, monokromator vakum
Atomizer	: GF (Graphite Furnace)
Atomizer detail	: Atom, 1.500°C
Data analitik	: sensitivitas 0,12 ng ⁻¹ Lin.range: di atas 0,3-0,5 absorbansi unit untuk Γ dan unsure lain.

Interferensi : tidak ada

2. Spesies iodin Γ

λ/nm lampu	: 206,2 EDL
Modifikasi	: -
Atomizer	: GF (Graphite Furnace)
Atomizer detail	: Atom, 2.427°C/2 atm Ar
Data analitik	: LOD. 0,2 $\mu\text{g mL}^{-1}$ Vol.injeksi: 10 μL

Modifikasi metode penentuan iodin...

- ndapkan
tersebut
- 1 semua
merkuri
ni lebih
ke dalam
absorpsi
- as dasar
berbeda-
ssa (m_o),
rti yang
daripada
ala N_2O -
206,2 nm
rgon atau
dak dapat
un tidak
- in dengan
s sampel
olikasikan
99).
- i secara
ator
- unsure
- tris-
- Beberapa contoh modifikasi yang telah dilakukan untuk penentuan iodin secara tidak langsung dengan SSA adalah:
3. Spesies iodin Γ , IO_3^- , IO_4^-

Interferensi	: tidak ada
$\lambda/\text{nm lampu}$: 183,0 EDL
Modifikasi	: Jalan sinar dibersihkan dengan gas nitrogen, monokromator
Atomizer	: Nyala
Atomizer detail	: Bahan bakar kaya akan N_2 dipisahkan dari nyala $N_2O-C_2H_2$
Data analitik	: c_o 12 $\mu\text{g mL}^{-1}$ Γ
LOD.	25 $\mu\text{g mL}^{-1}$ Γ (keduanya IO_3^- , IO_4^- memberikan c_o dan LOD sama)
Lin.range	: 25-1000 $\mu\text{g mL}^{-1}$ Γ
 4. Spesies iodin Γ

Interferensi	: ada
$\lambda/\text{nm lampu}$: 183,0 EDL
Modifikasi	: Jalan sinar dibersihkan dengan gas N_2 , monokromator
Atomizer	: Nyala
Atomizer detail	: N_2 dipisahkan dari nyala $N_2O-C_2H_2$
Data analitik	: Aq. Γ diekstraksi dengan MIBK. Lap organic dianalisis dg Flame-SSA
c_o	0,32 $\mu\text{g mL}^{-1}$ dalam fase air sebelum ekstraksi
Anal. Rec	: 98,3-100% tanpa lin.range.
Lin.range	: 1-25 $\mu\text{g mL}^{-1}$ Γ (lar. air)
Interferensi	: ada (Cu^{2+} , Fe^{3+} , V^{3+})
 5. Spesies iodin Γ

$\lambda/\text{nm lampu}$: 183,0 EDL
Modifikasi	: Jalan sinar dibersihkan dengan gas Argon , monokromator
Atomizer	: Platinum loop
Atomizer detail	: Dry: ca 0,1 A dc Atom: ca 1,9 A dc (beberapa di bawah 1.227°C).
Data analitik	: c_o 9 $\mu\text{g mL}^{-1}$
LOD.	18 $\mu\text{g mL}^{-1}$ atau mutlak 1,8 ng
Vol.injeksi	: 0,1 μL
RSD	: 4% pada 100 $\mu\text{g mL}^{-1}$
Interferensi	: ada ($C_2O_4^{2-}$, F^- , Cr^{3+} , Al^{3+})

1. Spesies iodin Γ

- | | |
|---------------------------|--|
| $\lambda/\text{nm lampu}$ | : Cd/228,8 HCL(<i>Hollow cathode Lamp</i>) |
| Atomizer | : Nyala |
| Atomizer detail | : udara-asetilena |
| Prosedur | : Ekstraksi pelarut dengan Ph-NO ₂ pada pH 3,5-5,5 untuk ps ion |
| Data analitik | : Lin.range: 0,6-5,1 $\mu\text{g mL}^{-1}$ |
| Interferensi | : ada |

2. Spesies iodin Γ

- | | |
|---------------------------|------------|
| $\lambda/\text{nm lampu}$ | : Cr/357,9 |
| Atomizer | : Nyala |

Atomizer detail :-

Prosedur : Γ direduksi Cr(VI) dalam 3MHCl; kelebihan Cr(VI) diekstraksi dalam MIBK. Cr(III) ditentukan dalam fasa air dan Cr(VI) dalam fasa org.

Data analitik : -

Interferensi : ada

3. Spesies iodin Γ

$\lambda/\text{nm lampu}$: Hg/253,7 HCL

Atomizer : GF (Graphite Furnace)

Atomizer detail : Dry: 30s/20 A (ca.150°C)

Atom: 30s/40 A/s

Prosedur : Γ dikompleks dengan Hg^{2+} dalam HNO_3 (pH.4). Dua absorpsi puncak Hg-I, muncul, puncak kedua sekitar 440°C menyebabkan kompleks

direkam dan I^- ditentukan secara tidak langsung.

Data analitik : Sensitivitas: $0,019 \text{ mL } \mu\text{g}^{-1}$

RSD: 1,6% pada $2,5 \mu\text{g mL}^{-1}$

Lin.range: $0,13\text{-}6,4 \mu\text{g mL}^{-1}$

Interferensi : ada (CN^- , S^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, Ag^+).

4. Spesies iodin Γ

$\lambda/\text{nm lampu}$: Hg/253,7 EDL

Atomizer : Cold Vapour (CV)

Atomizer detail : -

Prosedur : Γ dikompleks dengan Hg^{2+} dalam H_2SO_4 sebagai medianya, larutan kemudian dilewaskan dalam resin penukar kation (KU-2x8) untuk mengadsorpsi kelebihan Hg^{2+} dan selanjutnya dilakukan CV-AAS (Hg^{2+} yang terikat dengan Γ ditentukan).

Data analitik : LOD: $\leq 0,07 \mu\text{g mL}^{-1}$

RSD: 2,4% dengan lin.range

Lin.range: $0,07\text{-}80,0 \mu\text{g mL}^{-1}$

Interferensi : tidak ada

5. Spesies iodin Γ

$\lambda/\text{nm lampu}$: Ag

Atomizer : Flame (nyala)

Atomizer detail : -

Prosedur : Γ dari sampel diendapkan sebagai AgI dan diekstrak ke dalam MIBK

Data analitik : dengan adanya Ag^+ yang berlebihan dalam NH_3 0,8M. kesalahan relatif: 1,52–4,17%

Interferensi : tidak ada

PENUTUP

Meskipun iodin tidak biasanya ditentukan dengan SSA, namun teknik yang telah disebutkan di atas sudah dilakukan oleh para peneliti. Tidak mudah memperoleh metode yang paling bagus, karena variasi sampel dan parameter yang dipelajari seperti: LOD, sensitivitas, Co, linier range, dan lain-lain. Perbedaan diantara cara atau teknik yang telah dicoba oleh peneliti-peneliti sangatlah sulit diidentifikasi. Jika perbedaan tersebut disederhanakan dan direfleksikan kepada para ahli kimia analitik, tentunya dapat dicapai kesepakatan secara bersama berkaitan konsep analitik.

Metode langsung dapat dipertimbangkan lebih memadai daripada metode tidak langsung, akan tetapi memerlukan instrumental yang serius tingkat kesulitannya. Hal ini dapat diterangkan "Mengapa tidak ada instrument AAS/SSA yang dilengkapi dengan pengukuran dalam daerah UV-Vakum?". Meskipun demikian sangatlah penting untuk direview mengenai teknologi yang relatif sederhana dengan cara langsung tersebut. Sebagai pengganti, untuk ke depan sejak tahun 1984 metode langsung tidak lagi dipublikasikan.

Tidak seperti metode langsung, instrumen yang dapat mengerjakan performans secara tidak langsung, kesulitan-kesulitannya justru terletak pada kompleksitas prosedur tersebut. Meskipun demikian, kompleksitas tersebut tidak melindungi pencapaian hasil yang baik, bahkan metode tidak langsung ini nantinya menunjukkan perspektif yang baik di masa mendatang. Di antara hal ini, nampaknya metode-metode yang melibatkan penentuan merkuri dalam proses ekstraksi pelarut memberikan performans paling baik untuk penentuan iodin.

Hal yang sangat menarik dari kenyataan ini adalah spesies iodin tidak mempengaruhi penentuan, keduanya baik prosedur langsung maupun tidak langsung memberikan hasil yang sama. Analisis untuk sampel riil dengan dua metode tersebut sangatlah signifikan, kurang dari 40% peneliti melaporkan tidak apa-apa, tetapi larutannya berair. Kelemahan yang lain mengenai sampel yang dianalisis adalah terdapatnya matriks yang kompleks.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, (1998). *Guide to Operating Atomic Absorption Spectrophotometer*. Analytical Methods.
Perkin Elmer Company.
- AOAC. (1995). *Official Methods of Analysis*, AOAC. Washington, 29.
- Barrera, P.B., Somoza, M.A., and Barrera, A.B. (1999). Atomic Absorption Spectrometry as an alternate technique for iodine determination (1968-1998). *J. Anal. At. Spectrom.* 14. 1009-1018.
- Bax, D. (2001). *Course and Workshop Atomic Absorption Spectrometry*. 9-12 Januari 2001,
Yogyakarta: QUE Project Chemistry Department, FMIPA UGM.
- CRC. *Handbook of Chemistry and Physics*. (1984). Florida, USA, E-228.
- Garcia, M.V., Milla, M., and Bustamante A.P., (1983). *Analyst*. 108. 1417.
- Mc. Gregor, et.all. (1988). *Anal.Chem.* 60.1089A.
- S.M.Khopkar. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Penerbit Universitas Indonesia.
- Willard, Merit, and Dean. (1974). *Instrumental Methods of Analysis*. New York: Van Nostrand Company.



UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

S E R T I F I K A T

(No: 4183/J35.13/LL/2005)

Diberikan kepada:

SUSILAKRISTIANINGRUM, M.Si.

Atas partisipasinya sebagai:

PEMAKALAH

Pada Seminar Nasional Kimia dalam Rangka Dies Natalis XLIX Jurdik Kimia, FMIPA, UNY dengan Tema "Peran Kimia dan Pendidikan Kimia dalam Era Otonomi" pada tanggal 1 Oktober 2005

Yogjakarta, 1 Oktober 2005

Mengetahui:
Dekan FMIPA UNY

H. Sukirman, M.Pd.
NIP. 130340113

Jaslih Ihsan, Ph.D.
NIP. 132048517