

**LAPORAN TUGAS AKHIR**  
**ANALISIS KADAR KLOORIN (Cl) DALAM BERAS DENGAN**  
**METODE VOLTAMETRI SIKLIK MENGGUNAKAN**  
**ELEKTRODA PLATINA (Pt)**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat**  
**Ahli Madya Sains (A.Md.Si) Analisis Kimia Program Diploma III Analisis**  
**Kimia**



**Disusun Oleh:**

**Rini Rahayu**

**NIM: 17231062**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA**

**2020**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**ANALISIS KADAR KLOORIN (Cl) DALAM BERAS DENGAN  
METODE VOLTAMETRI SIKLIK MENGGUNAKAN  
ELEKTRODA PLATINA (Pt)**

*ANALYSIS OF CHLORINE (Cl) CONCENTRATION IN RICE BASED ON  
CYCLIC VOLTAMMETRY METHOD USING PLATINA (Pt) ELECTRODE*



**Disusun Oleh:**

**Rini Rahayu**

**NIM: 17231062**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA**

**2020**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**ANALISIS KADAR KLOORIN (Cl) DALAM BERAS DENGAN  
METODE VOLTAMETRI SIKLIK MENGGUNAKAN  
ELEKTRODA PLATINA (Pt)**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Rini Rahayu**

**NIM: 17231062**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Program Studi DIII Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 13 Agustus 2020

**Menyetujui,**

**Ketua Program Studi**

**Pembimbing**



**Tri Esti Purbaningtias, S.Si, M.Si**

**NIK. 132311102**



**Thorikul Huda, S.Si., M.Sc.**

**NIK. 052316003**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**ANALISIS KADAR KLORIN (Cl) DALAM BERAS DENGAN  
METODE VOLTAMETRI SIKLIK MENGGUNAKAN  
ELEKTRODA PLATINA (Pt)**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Rini Rahayu**

**NIM: 17231062**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 18 Agustus 2020

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/ Penguji**



**Thorikul Huda, S.Si., M.Sc.**

**NIK. 052316003**

**Penguji I**



**Reni Banowati Istiningrum, S.Si., M.Sc**

**NIK. 052316002**

**Penguji II**



**Kuntari, S.Si., M.Sc**

**NIK. 0529108801**

**Mengetahui,  
Dekan Fakultas MIPA UII**



**Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.**

**NIK. 006120101**

## **HALAMAN PERNYATAAN**

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 13 Agustus 2020

Rini Rahayu

## HALAMAN PERSEMBAHAN

*Alhamdulillahirabbil'alamin,*

Segala puji dan syukur hanya milik Allah SWT dan atas berkat rahmat dan kasih sayang dari-Nya saya dapat menyelesaikan studi diploma Analisis Kimia dengan penuh rasa syukur dan banyak pelajaran yang dapat dijadikan pengalaman dan pijakan untuk kehidupan selanjutnya, Shalawat beserta salam selalu tercurah kepada manusia terbaik di muka bumi yakni Nabi Muhammad SAW yang telah menyebarkan indahny islam dan pentingnya menjadi orang yang berilmu.

### **Ibu, kakak, dan keluarga tercinta,**

Terimakasih atas segala *support* yang diberikan, terimakasih atas doa yang selalu diaamiinkan, terimakasih atas pujian yang selalu dilontarkan, terimakasih atas segala biaya dan keringat yang dikeluarkan, terimakasih atas kesabaran yang tiada batas, terimakasih untuk segalanya. Ibu sekaligus ayah yang selalu kuat, terimakasih atas pelajaran hidup yang diberikan, kebebasan izin untuk eksplorasi hal baru dan terkadang aneh, kepercayaan dan doa yang selalu diberikan, berkatmu anakmu bisa bertemu dengan orang-orang hebat, ilmu pengetahuan baru, dan berbagai hal yang berharga lainnya. Kakak, Riska prorina yang selalu sabar dengan adiknya yang emosional tapi gatau diri, terimakasih untuk selalu ada, selalu siap walaupun terkadang menyebalkan. Kalian adalah alasan terkuat untuk bertahan dan melakukan yang terbaik selama ini, mohon doa untuk selanjutnya agar bisa menjadi lebih bisa menyebar manfaat, semangat hidup, dan kebaikan. Semoga Allah menyayangi keluarga kita dan dapat berkumpul kembali di syurga-Nya kelak.

### **Dosen dan staff Program Studi DIII Analisis Kimia serta almamater UII yang saya banggakan,**

Terimakasih atas segala ilmu dan waktu yang diberikan untuk saya selaku mahasiswa. Terimakasih atas apresiasi nilai yang diberikan walaupun terkadang jawaban ujian saya mengarang bebas dan sulit dimengerti. Terimakasih pak torik dan ibu puji selaku dosen pembimbing Tugas Akhir dan pembimbing akademik yang selalu *fast respon* jika saya bertanya dan memberikan solusi terbaik atas kendala yang dialami. Maafkan saya jika terkadang kurang sopan dan mengganggu waktu bapak ibu, semoga Allah membalas kebaikan bapak dan ibu. Analisis Kimia Jaya dan semoga Allah meridhoi UII. *Aammiin*

### **Teman-teman seperjuangan angkatan 17 dan keluarga besar Takmir Masjid Ulil Albab**

Terimakasih atas kesempatan untuk mengemban amanah yang diberikan, mohon maaf apabila belum maksimal dalam menjalankannya. Terimakasih atas pembelajaran berpendapat, berdakwah, dan berkehidupan sosial yang selalu diajarkan dan dituntut untuk dilakukan. Teman-teman sahabat syurga angkatan 17

Tiara, Ica, Lilis, May, Kamal, Zain, Pandu, Yuda, Osa, dkk yang selalu jadi tempat bebas berekspresi diantara tekanan yang menghimpit, terimakasih telah memahami dan mau menerima.

**Manusia terbaik yang saya temui,**

*Alhamdulillah* Allah pertemukan saya dengan kalian *wa Jazakumullahu Khoiron* untuk Mari, Janah, Royan, Ane, Adjeng, Dinda, Zizah, Ayu, mba Ica, dan kamu yang mungkin lupa belum disebutkan. Terimakasih sudah sabar, selalu ada, mengingatkan, mengajak jalan-jalan, memberikan pelajaran, dan membantu saya sampai detik ini. Semoga Allah meridhoi kita semua.

## KATA PENGANTAR

*Assalamualaikum warahmatullahi wabarakatuh*

*Alhamdulillah* rabbil 'alamin, limpahan puji beserta syukur kami panjatkan kehadirat Allah SWT, karena hanya dengan rahmat, taufik, hidayah, serta kasih sayang-Nya penulis bisa menyelesaikan Laporan Tugas Akhir dengan judul Analisis Kadar Klorin (Cl) dalam Beras dengan Metode Voltametri Siklik Menggunakan Elektroda Platina.

Shalawat beserta salam senantiasa tercurah kepada *Nabiyyuna* Muhammad SAW semoga kita semua menjadi pengikutnya hingga hari kiamat kelak dan mendapatkan *syafaatul udzma* darinya. *Aamiin*

Laporan Tugas Akhir ini disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan rangkaian kuliah dan memperoleh derajat Ahli Madya (A.Md. Si.) serta sebagai bukti tertulis dari penelitian yang telah dilakukan oleh penulis. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada pihak-pihak yang telah berusaha membimbing dan mendukung secara moral sehingga penelitian dan laporan ini dapat selesai dengan baik. Ucapan terimakasih khususnya saya ucapkan kepada:

1. Ibu beserta keluarga besar yang senantiasa mendukung dan mendoakan
2. Bapak Prof. Riyanto, M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
3. Ibu Tri Esti Purbaningtias, M. Si. selaku Ketua Program Studi DIII Analisis Kimia
4. Bapak Thorikul Huda, M. Sc. Selaku dosen pembimbing
5. Seluruh dosen dan staff akademik Program Studi DIII Analisis Kimia yang telah memberikan banyak ilmu dan hal baru selama proses perkuliahan
6. Teman-teman dan keluarga besar Analisis Kimia yang telah memberikan doa dan dukungan kepada penulis hingga laporan ini selesai.
7. Teman-teman angkatan 2017 Takmir Masjid Ulil Albab dan asrama yang memberikan semangat dalam setiap langkah

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan Laporan Tugas Akhir ini masih banyak kekurangan dan jauh dari kata sempurna, akan tetapi penulis berharap sedikit banyaknya laporan ini dapat bermanfaat baik untuk penulis pada khususnya dan pembaca pada umumnya.

*Wassalamualaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Yogyakarta 29 Juli 2020

Penulis

Rini Rahayu

## DAFTAR ISI

LAPORAN TUGAS AKHIR.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	v
KATA PENGANTAR .....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar belakang .....	1
1.2 Rumusan masalah.....	3
1.3 Tujuan.....	4
1.4 Manfaat.....	4
BAB II DASAR TEORI.....	5
2.1 Klorin .....	5
2.1.1 Pengertian klorin .....	5
2.1.2 Manfaat dan kegunaan klorin.....	6
2.1.3 Bahaya penggunaan klorin.....	6
2.2 Beras.....	7
2.2.1 Pengertian beras .....	7
2.2.2 Kandungan beras .....	8
2.2.3 Pemutih pada beras .....	9
2.3 Voltametri .....	10
2.3.1 Pengertian dan prinsip voltametri siklik .....	10
2.3.2 Bagian-bagian instrumen voltametri siklik.....	11
2.3.3 Kelebihan voltametri siklik .....	13
BAB III METODOLOGI.....	14
3.1 Bahan.....	14
3.2 Alat .....	14
3.3 Prosedur kerja.....	14
3.3.1 Preparasi sampel.....	14

3.3.2	Standarisasi larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N.....	14
3.3.3	Standarisasi larutan $\text{NaOCl}$ .....	15
3.3.4	Preparasi instrumen voltametri siklik.....	15
3.3.5	Analisis klorin dengan variasi elektrolit $\text{KCl}$ 0,1 M, $\text{KNO}_3$ 0,1 M, dan larutan buffer fosfat pH 7. ....	15
3.3.6	Pengukuran deret standar dengan elektrolit optimum.....	16
3.3.7	Analisis klorin pada sampel beras dengan elektrolit optimum larutan bufer fosfat pH 7. ....	16
3.3.8	Penentuan %recovery.....	16
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>17</b>
4.1	Standarisasi larutan $\text{NaOCl}$ 1000 mg/L.....	17
3.1	Voltametri siklik elektroda Pt dengan elektrolit $\text{KCl}$ 0,1 M, $\text{KNO}_3$ 0,1 M, dan larutan bufer fosfat pH 7 .....	18
4.1	Efek variasi konsentrasi terhadap voltamogram yang dihasilkan dengan elektrolit bufer fosfat pH 7 .....	20
4.2	Penentuan presisi (%RSD) .....	22
4.3	Penentuan akurasi (%Recovery) .....	25
4.4	Penentuan LOD dan LOQ .....	26
4.5	Analisis sampel beras dengan klorin .....	28
4.6	Estimasi ketidakpastian pengukuran .....	29
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>		<b>32</b>
5.1	Kesimpulan.....	32
5.2	Saran .....	32
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>33</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>37</b>
	Lampiran 1. Prosedur pembuatan larutan kerja .....	37
	Lampiran 2. Perhitungan standarisasi natrium hipoklorit .....	40
	Lampiran 3. Perhitungan pembuatan larutan elektrolit $\text{KCl}$ 0,1 M, $\text{KNO}_3$ 0,1 M, dan bufer fosfat pH 7 0,1 M .....	42
	Lampiran 4. Perhitungan pembuatan larutan induk klorin 1000 mg/L dan deret standar klorin.....	43
	Lampiran 5. Perhitungan presisi (%RSD).....	44
	Lampiran 6. Perhitungan akurasi .....	45
	Lampiran 7. Perhitungan LOD dan LOQ.....	46

Lampiran 8. Perhitungan kadar klorin dalam sampel .....	47
Lampiran 9. Perhitungan ketidakpastian pengukuran .....	48

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1. Anatomi beras (Anonim, 2013).....	8
Gambar 2. 2. Contoh voltamogram siklik.....	11
Gambar 2. 3. Rangkaian alat voltametri siklik.....	11
Gambar 2. 4. Elektroda kerja bentuk dan pembanding berntung batang dan lempang (Riyanto, 2013) .....	13
Gambar 4. 1 Voltamogram hail analisis a) KCl 0,1 M dengan akuades dan b) KCl 0,1 M dengan sampel .....	19
Gambar 4. 2 Voltamogram hasil analisis a) KNO <sub>3</sub> 0,1 M dengan balnko dan b) KNO <sub>3</sub> 0,1 M dengan sampel.....	19
Gambar 4. 3 Voltamogram hasil analisis a) Bufer fosfat pH 7 dengan akuades dan b) Bufer fosfat pH 7 dengan sampel .....	20
Gambar 4. 4 Voltamogram dari beberapa konsentrasi ClO <sup>-</sup> a) 10 mg/L, b) 25 mg/L, c) 50 mg/L, d) 75 mg/L e) 100 mg/L, dan f) 150 mg/L .....	21
Gambar 4. 5 kurva kalibrasi hubungan perbedaan konsentrasi dengan arus menggunakan elektrolit pendukung bufer fosfat pH 7.....	22
Gambar 4. 6 Voltamogram hasil analisis pengukuran presisi standar klorin 100 mg/L dengan larutan bufer fosfat pH 7 .....	23
Gambar 4. 7 Voltamogram hasil pengkuran a) sampel dan b) sampel dengan standar dengan elektrolit bufer fosfat pH 7 .....	25
Gambar 4. 8 Voltamogram analisis sampel beras dengan elektrolit pendukung bufer fosfat pH 7.....	28
Gambar 4. 9 Diagram tulang ikan analisis kadar klorin menggunakan voltametri siklik.....	29

## DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1. Nilai gizi beras per 100 g .....	9
Tabel 4. 1 Hasil pengukuran arus larutan standar klorin 10 mg/L – 150 mg/L dengan elektrolit pendukung larutan bufer fosfat pH 7.....	21
Tabel 4. 2 Nilai arus dan konsentrasi dari pengukuran standar klorin 100 mg/L .	24
Tabel 4. 3 Nilai arus dan konsentrasi pengukuran sampel dan sampel dengan spike .....	26
Tabel 4. 4 Data nilai arus dan konsentrasi klorin dalam sampel beras .....	28

# **ANALISIS KADAR KLORIN (Cl) DALAM BERAS DENGAN METODE VOLTAMETRI SIKLIK MENGGUNAKAN ELEKTRODA PLATINA (Pt)**

Rini Rahayu

Program Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia  
Jln. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta  
Email: [Rinirhazes@gmail.com](mailto:Rinirhazes@gmail.com)

## **INTISARI**

Telah dilakukan pengujian analisis klorin dalam sampel beras untuk menentukan elektrolit optimum dari pengujian beras dengan siklik voltametri dan untuk mengetahui kadar klorin dalam sampel beras. Pengujian ini juga dilengkapi dengan dengan beberapa parameter validasi metode analisis yang terdiri dari linearitas, limit deteksi (LOD), limit kuantitasi (LOQ), presisi, akurasi serta ketidakpastian pengukuran dengan metode voltametri siklik menggunakan elektroda platina. Hasil dari pengujian ditemukan bahwa larutan bufer fosfat pH 7 0,1 M dapat digunakan sebagai elektrolit pendukung dengan adanya puncak voltamogram pada potensial  $\pm 0,55$  volt, linearitas dari deret standar larutan standar klorin diperoleh sebesar ( $R^2$ ) = 0,998 sehingga metode ini dapat diterima, limit deteksi sebesar 7,4889 mg/L, limit kuantitasi sebesar 24,9631 mg/L, presisi (%RSD) sebesar 1,77% dan akurasi sebesar 88,19%. Kadar klorin dari sampel beras didapatkan sebesar  $43,5173 \pm 4,22$  mg/L.

Kata kunci: Klorin, Voltametri siklik, Elektrolit, Validasi, Beras

# **BAB 1**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar belakang**

Indonesia merupakan negara yang menjadikan beras sebagai salah satu bahan pokok karena mengandung karbohidrat yang tinggi sebagai sumber energi utama, Sebagai konsumen beras terbesar di Asia Tenggara, kualitas beras yang dijual dipasaran tentunya menjadi salah satu parameter konsumen dalam membeli beras. Menurut penelitian sebelumnya, masyarakat melihat bagus atau tidaknya beras dari beberapa tampilan fisik seperti warna dan keutuhan bentuk beras. Semakin banyak butir patah dan semakin kusam warna dari beras maka kelas mutunya semakin rendah (Wibowo dkk, 2009). Kelas mutu beras akan berbanding lurus dengan harga beras dipasaran yang menyebabkan beberapa oknum menggunakan berbagai cara untuk menaikkan kelas mutu beras. Seperti dilansir dari detikNews satgas pangan Blitar menemukan puluhan ton beras berpemutih yang siap untuk dipasarkan (Riady, 2017).

Pemutih yang biasa digunakan untuk meningkatkan kelas mutu beras dari medium menjadi super adalah klorin (Sakti, 2018). Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.033/Menkes/Per/IX/2012, menyatakan bahwa klorin tidak tercatat sebagai Bahan Tambahan Pangan (BTP) yang diperbolehkan. Bahan pemutih dipasaran yang beredar dan berbahan dasar klorin diantaranya yaitu  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  dan  $\text{NaOCl}$  (Natrium Hipoklorit) dengan konsentrasi 12-13% (Sinuhaji, Perbedaan Kandungan Klorin ( $\text{Cl}_2$ ) pada Beras Sebelum dan Sesudah Dimasak Tahun 2009. Skripsi, 2009). Menurut Stefa (2007) dalam (Sinuhaji, Perbedaan Kandungan Klorin ( $\text{Cl}_2$ ) pada Beras Sebelum dan Sesudah Dimasak Tahun 2009. Skripsi, 2009) Ciri-ciri beras yang telah diberikan pemutih biasanya berwarna putih terang, mengkilap, licin, dan tercium bau kimia. Sedangkan beras yang tidak berpemutih berwarna putih kelabu, kesat, tidak mengkilap dan tidak berbau. Bahaya yang dihasilkan dari beras berpemutih tidak terasa secara langsung, akan tetapi baru muncul lima sampai sepuluh tahun mendatang. Menurut Kepala sudin POM tangerang wibisno dalam majalah tempo dampak dari mngkonsumsi bera

berpemutih dalam jangka panjang dapat menyebabkan gangguan pencernaan, gangguan fungsi hati, dan ginjal.

Kadar klorin yang terkandung dalam beras penting untuk dianalisis mengingat dampaknya yang berbahaya untuk kesehatan. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Nurnawati (2015) dengan metode iodometri di pasar tradisional Jember menyebutkan bahwa dari 17 sampel beras terdapat 5 sampel beras yang terbukti mengandung klorin dengan konsentrasi tertinggi 12,31 mg/L dan kadar terendahnya yaitu 3,34 mg/L, sedangkan berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Fenli (2018) dengan metode *square wave voltammetry* menyebutkan bahwa kadar klorin dalam sampel beras yang diperiksa sebesar 30,125 ppm. sehingga hal ini bertentangan dengan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.033/Menkes/Per/IX/2012 yang menyebutkan bahwa klorin tidak tercatat sebagai bahan tambahan pangan yang diperbolehkan (Yude dkk, 2016).

Analisis kadar pemutih (klorin) biasanya menggunakan metode kolorimetri dan titrasi iodometri. Kolorimetri merupakan metode analisis yang didasarkan pada perbandingan warna dan Iodometri merupakan salah satu metode analisis kuantitatif yang didasarkan pada reaksi redoks. Titrasi iodometri merupakan titrasi tidak langsung dengan titran natrium tiosulfat (Padmaningrum, 2008). Akan tetapi, belum ada metode analitik yang ideal yang mampu menentukan kadar klorin secara kuantitatif dengan mempertimbangkan kekurangan dan kelebihan yang dimiliki oleh suatu metode. Metode lain yang digunakan untuk menentukan kadar klorin adalah elektroanalisis. Salah satu dari metode elektroanalisis adalah voltametri siklik. Voltametri siklik merupakan suatu metode elektroanalisis yang secara luas telah dipakai untuk mendapatkan informasi tentang reaksi elektrokimia dalam larutan (Wang, 2001). Kelebihan utama dari reaksi elektrokimia dibandingkan dengan metode titrasi iodometri adalah prosedur yang sederhana karena elektroaktivitas yang dimiliki oleh klorin (Kodera dkk, 2005), menggunakan reagen yang lebih sedikit (Kodera dkk, 2005), mempunyai limit deteksi analit dalam konsentrasi mg/L-ppb (Riyanto, 2013).

Beberapa penelitian tentang analisis kadar klorin dengan metode voltametri siklik telah dilakukan pada sampel air keran dan air minum. Kodera (2005)

melakukan penentuan kadar hipoklorit dan klorin bebas dalam air menggunakan elektroda platina, nikel, dan karbon kaca dengan elektrolit natrium perklorat 0,1 M ( $\text{NaClO}_4$ ) dengan pH larutan 7,9. Ordeig (2004) melakukan penelitian serupa dengan elektroda platina, elektrolit KCl 0,1 M dan larutan bufer fosfat pH 7.

Penelitian klorin pada sampel beras dilakukan dengan voltametri sebelumnya dilakukan oleh Fenly (2018) dengan elektroda grafit, elektrolit  $\text{KNO}_3$  0,15 M dan pH larutan 9. Berdasarkan beberapa penelitian kadar klorin dalam air dan beras tersebut dilakukan penelitian dengan tujuan untuk menentukan elektrolit optimum yang digunakan. Menurut Anshori (2014) sampel dan senyawa mempunyai daya oksidasi-reduksi optimum bergantung kepada elektrolit yang digunakan. Elektroda Platina dipilih karena memiliki kestabilan yang tinggi dari elektroda pasta karbon yang biasa digunakan. Berdasarkan teori semakin bagus dan stabil suatu elektroda maka reaksi reduksi dan oksidasi yang terjadi pada elektroda akan semakin optimum dan hasil yang diperoleh semakin baik.

Selain pengaruh dari beberapa elektrolit, penelitian ini juga bertujuan untuk melakukan validasi terhadap metode uji analisis klorin berdasarkan parameter pada sampel beras menggunakan metode voltametri siklik. Validasi ini berguna untuk mengukur baik atau tidaknya metode voltametri siklik ini dengan menggunakan beberapa parameter validasi yang digunakan untuk melakukan validasi dengan menentukan nilai linearitas, limit deteksi (LOD), limit kuantifikasi (LOQ), keterulangan atau presisi (%RSD) dan akurasi (*recovery*) analisis klorin dengan metode voltametri siklik menggunakan elektrolit optimum.

## **1.2 Rumusan masalah**

Berdasarkan latar belakang, dapat dirumuskan masalah yang akan dikaji adalah sebagai berikut:

- a. Bagaimana pengaruh variasi elektrolit KCl,  $\text{KNO}_3$ , dan larutan bufer fosfat pH 7 terhadap voltamogram yang dihasilkan?
- b. Bagaimana hasil validasi metode analisis klorin dalam beras menggunakan metode voltametri siklik dengan parameter linearitas, presisi, *limit of detection* (LOQ), dan *limit of quantitation* (LOQ)
- c. Berapakah kadar klorin dalam sampel beras?

### **1.3 Tujuan**

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

- a. Untuk mengetahui pengaruh variasi elektrolit terhadap voltammogram pada voltamogram analisis klorin.
- b. Menentukan hasil dari validasi analisis klorin dalam beras menggunakan metode voltametri siklik.
- c. Untuk mengetahui kadar klorin dalam sampel beras.

### **1.4 Manfaat**

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah:

- a. Memberikan informasi tentang metode voltametri untuk analisis kadar Klorin dalam sampel beras.
- b. Memberikan informasi terkait efektifitas dari variasi elektrolit terhadap voltamogram pada analisis klorin.
- c. Memperluas kajian tentang aplikasi elektronalisis khususnya voltametri siklik.

## BAB II

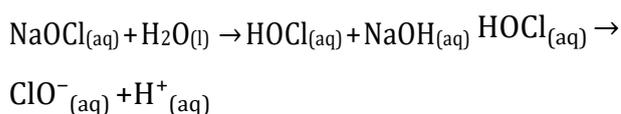
### DASAR TEORI

#### 2.1 Klorin

##### 2.1.1 Pengertian klorin

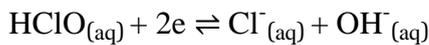
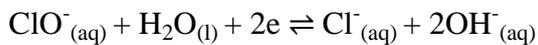
Klorin merupakan suatu unsur non logam golongan 17 dalam tabel periodik atau sering disebut sebagai golongan halogen yang berbentuk gas dengan nomor atom 17 dan massa atom 35,46. Golongan 17 dalam tabel periodik meliputi unsur *fluorine* (F), *chlorine* (Cl), *bromine* (Br), *iodine* (I), dan *astatine* (At). Golongan halogen merupakan golongan yang paling reaktif dalam tabel periodik yang artinya unsur dari golongan halogen mudah membentuk ikatan dengan senyawa lain dan jarang ditemukan dalam bentuk unsur alaminya (Roza , 2010). Klorin tergolong dalam unsur diatom karena untuk membentuk molekul klor perlu 2 buah unsur yang sama yaitu menjadi molekul Cl<sub>2</sub> (Tjiptaningdyah dkk, 2017). Klorin merupakan salah satu dari beberapa elemen yang berbentuk gas yang memiliki warna kuning-hijau. Akan tetapi meskipun demikian, klorin banyak didistribusikan ke beberapa laboratorium dan perusahaan dalam bentuk cairan yang berwarna sedikit samar dibandingkan dengan fase gasnya (Watt, 2002). Kadar klorin dapat ditentukan dari konsentrasi kedua spesies klorin yaitu asam hipoklorit (HOCl) dan natrium hipoklorit (NaOCl) (Seymour dkk, 2020). Natrium hipoklorit atau yang biasa dikenal sebagai kaporit cair biasanya digunakan untuk pemutih atau sebagai agen oksidator yang kuat (Arismaya, 2018) dan digunakan juga sebagai zat disinfektan air karena kemampuannya yang dapat membunuh bakteri dan mikroorganisme (Prasetyoningrum, 2016).

Pada proses disinfeksi air, natrium hipoklorit mengalami proses hidrolisis membentuk asam hipoklorit dan ion hipoklorit berdasarkan reaksi:



Kemampuan klorin sebagai zat disinfektan dilakukan oleh sebagian besar asam hipoklorit dan sebagian kecil oleh ion hipoklorit. Klorin dapat bekerja dengan baik sebagai disinfektan jika dipakai pada pH netral atau pH 7 (Chandra , 2009).

Deteksi kadar hipoklorit dalam air secara elektrokimia didasarkan dua reaksi reduksi berikut:



Kedua reaksi reduksi diatas juga digunakan untuk mendeteksi kadar klorin bebas dalam air (Kabir dkk, 2019).

### **2.1.2 Manfaat dan kegunaan klorin**

Dalam dunia industri klorin digunakan sebagai pemutih tekstil, kertas, pestisida dan herbisida, obat farmasi, dan manufaktur lainnya (Tjiptaningdyah dkk, 2017). Sedangkan kaporit biasanya digunakan sebagai disinfektan pada air minum dan PDAM dan juga sebagai sanitasi pada air kolam renang. Selain itu juga kaporit digunakan sebagai disinfektan rumah tangga seperti pembersih peralatan dapur, pembersih kamar mandi, dan pemutih pakaian (Mutiasih, 2019). Fungsi kaporit dalam air selain sebagai disinfektan juga berfungsi sebagai penjernih air (Putri, 2017). Aturan penggunaan kaporit untuk pengawasan kualitas air diatur dalam Peraturan Menteri Kesehatan Nomor 416/MEN.KES/PER/IX/1990 tentang Syarat-syarat dan pengawasan kualitas air.

### **2.1.3 Bahaya penggunaan klorin**

Penggunaan klorin atau pemutih yang tidak sesuai dengan aturan tentunya akan menimbulkan masalah pada kesehatan baik dalam jangka panjang ataupun jangka pendek. Klorin yang bereaksi dengan air akan membentuk asam hipoklorus yang apabila masuk kedalam tubuh akan merusak sel-sel tubuh (Sudarna dkk, 2019). Menurut Racciopi (1994) Klorin dapat menyebabkan iritasi pada kulit setelah adanya kontak selama 4 jam dalam ruangan tertutup.

Klorin dalam beras bersifat korosif sehingga akan menggerus saluran usus dan lambung sehingga menyebabkan konsumen mudah menderita penyakit maag (Asra, 2017). Menurut Adiwisastro (1989) menghirup gas klor dengan konsentrasi 1000 mg/L dapat menyebabkan kematian mendadak yang ditandai dengan rasa perih/panas ditenggorokan yang dirasakan akibat batuk kering karena iritasi di

selaput lendir (*mucus membrane*), dan terdengar suara desing saat bernafas menyerupai penyakit asma.

## 2.2 Beras

### 2.2.1 Pengertian beras

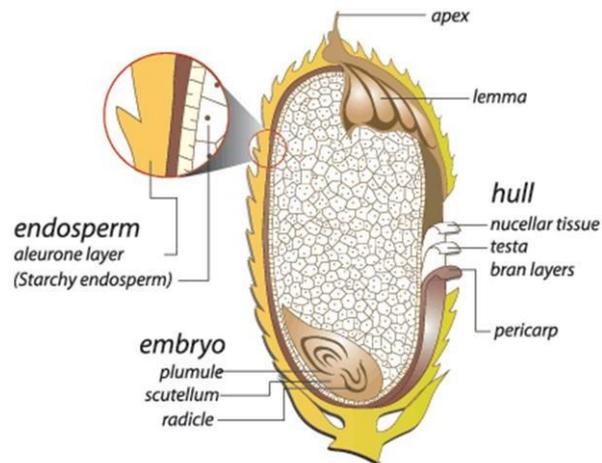
Padi (*Oryza sativa L.*) merupakan famili gramineae dan genus *Oryza*. Padi jenis lain yaitu *Oryza glaberrima*, merupakan tanaman liar, tetapi bila dibudidayakan tidak dapat menghasilkan beras seperti *Oryza sativa L.* Padi ditanam lebih dari 100 negara dari semua benua kecuali antartika. Padi ditanam pada daerah 53 °LU-40 °LS sampai ketinggian 3000 m di atas permukaan laut. Klasifikasi tanaman padi adalah sebagai berikut:

Kingdom : *Plantae* (tumbuhan)  
Subkingdom : *Tracheobionta* (Tumbuhan berpembuluh).  
Super Divisi : *Spermatophyta* (Menghasilkan biji).  
Divisi : *Magnoliophyta* (Tumbuhan berbunga).  
Kelas : *Liliopsida* (berkeping satu / monokotil).  
Sub Kelas : *Commelinidae*.  
Ordo : *Poales*.  
Famili : *Poaceae* (suku rumput-rumputan)  
Genus : *Oryza L.*  
Spesies : *Oryza sativa L* (Anonim, Plantamor, 2020)

Dalam pengertian sehari-hari, yang dimaksud dengan beras adalah gabah yang bagian kulitnya sudah dibuang dengan cara digiling dan disosoh menggunakan alat pengupas dan penggiling (*huller*) serat alat penyosoh (*polisher*). Gabah yang hanya terkupas bagian kulit luar (sekam)-nya, disebut beras pecah kulit (*brown rice*). Sedangkan beras pecah kulit yang seluruh atau sebagian dari kulit arinya telah dipisahkan dalam proses penyosohan, disebut beras giling (*milled rice*). Beras yang biasa dikonsumsi atau dijual di pasar adalah dalam bentuk beras giling. (Koswara, 2009).

Beras (*Oryza Sativa*) adalah bulir padi yang telah terpisah dari sekamnya dengan proses penggilingan atau penumbukan. Secara anatomi sekam (*palea*)

adalah bagian yang berfungsi untuk melindungi dari kerusakan atau dan beras (*lemma*) merupakan bagian yang dilindungi (Anonim, 2013).



**Gambar 2. 1. Anatomi beras (Anonim, 2013)**

Beras yang paling umum dikonsumsi adalah beras putih dengan ukuran panjang 5-12 mm dan lebar 2-3 mm. Selain beras putih, ada juga beras merah, beras hitam dan beras ketan (Ramadhany, 2015) Penamaan tersebut dikelompokkan berdasarkan warna pada beras. Penggolongan beras juga dapat dilakukan berdasarkan dari varietas padinya yang dikenal dengan beras bengawan solo, celebes, sintanur, dan lainnya, jika dilihat dari asalnya beras dikenal dengan beras cianjur, garut, banyuwangi, dan lai-lain, berdasarkan tingkat penyosohnya beras dikelompokkan dengan beras tingkat I dan tingkat II, dan berdasarkan proses pengolahannya dibedakan menjadi beras giling dan beras tumbuk (Nugroho, 2015).

### **2.2.2 Kandungan beras**

Berdasarkan jenisnya, beras dikelompokkan menjadi beras putih, merah dan hitam. Beras putih yang umum dijual dipasaran memiliki kandungan lapisan luar (aleurone) dan amilosa kirang lebih 20% (Kartika, 2017). Kandungan utama beras adalah karbohidrat. Karbohidrat tersebut terdiri dari pati (kandungan utama), selulosa, pentosan, hemiselulosa, dan gula bebas. Di dalam beras pecah kulit mengandung 85-95% pati, 2-2,5% pentosan, dan 0,6-1,1% gula. Beras giling yang biasa dikonsumsi mengandung 78% karbohidrat dan 7% protein dengan kadar air sebesar 14%. Kandungan protein pada beras putih lebih rendah jika dibandingkan

dengan beras merah yaitu 6-8 gram per 100 gram sedangkan beras merah sekitar 7,5-8,6 per 100 gram bahan (Dianti, 2010). Kandungan gizi beras per 100 gram secara umum dituliskan pada tabel 2.1

**Tabel 2. 1. Nilai gizi beras per 100 g**

No	Komposisi Kimia	370 kkal (1530 kj)
1.	Karbohidrat	79 g
2.	Gula	0,12 g
3.	Serat diet	1,3 g
4.	Lemak	0,66 g
5.	Protein	7,13 g
6.	Kadar air	11,62 g
7.	Tiamina	0,070 mg (5% AKG)
8.	Riboflavin	0,049 mg (3% AKG)
9.	Niasin	1,6 mg (11% AKG)
10.	Asid Pantotenik	1,014 mg (20% AKG)
11.	Vitamin B6	0,164 mg (13% AKG)
12.	Folic Acid	8 µg (2% AKG)
13.	Ferum	0,80 mg (6% AKG)
14.	Fosforus	115 mg (16% AKG)
15.	Kalium	115 mg (2% AKG)
16.	Kalsium	28 mg (3% AKG)
17.	Magnesium	25 mg (7% AKG)
18.	Seng	1,09 mg (11% AKG)

(Sumber: Dianti, 2010)

### 2.2.3 Pemutih pada beras

Pada umumnya konsumen beras di Indonesia akan lebih tertarik untuk membeli beras berdasarkan kualitas fisik yang baik. Beras yang berwarna putih bersih, licin, utuh dan wangi tentunya akan lebih diminati oleh konsumen daripada beras yang berwarna kelabu dan kasar. Oleh sebab itu banyak pelaku ilegal yang memberikan bahan tambahan pangan yang tidak sesuai dengan aturan yang berlaku, misalnya pemutih klorin (Nurnawati, 2015). Klorin merupakan bahan yang digunakan sebagai zat disinfektan atau pemutih pada tekstil, namun sekarang klorin telah banyak digunakan sebagai bahan pengkilat beras agar beras yang memiliki kualitas warna kurang baik menjadi seperti beras yang berkualitas super (Darniadi, 2010).

Adapun ciri-ciri beras yang mengandung klorin adalah sebagai berikut;

1. Warnanya putih sekali, lebih mengkilap, licin, dan tercium bau bahan kimia,

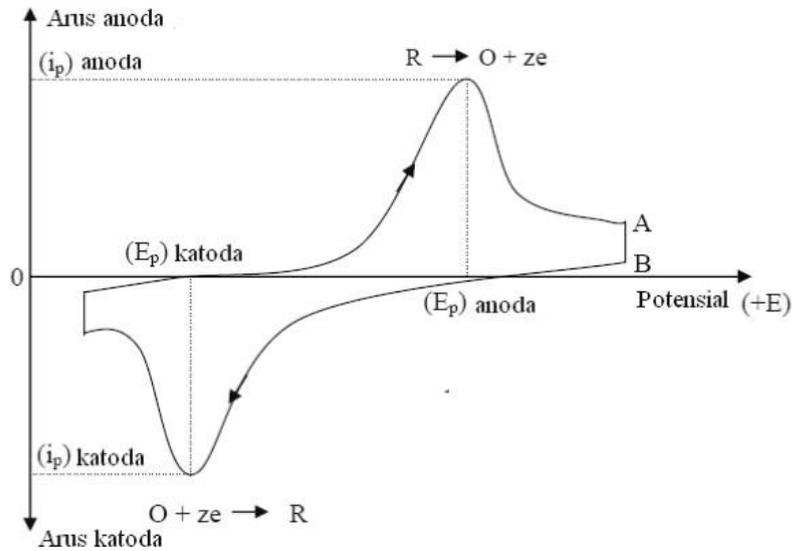
2. Jika dicuci warna air hasil cuciannya berwarna putih bersih,
3. Jika beras direndam selama 3 hari warnanya tetap putih dan tidak berbau,
4. Jika beras sudah dimasak dan didiamkan selama semalam bau nasi yang dihasilkan sudah tidak sedap (Nurnawati, 2015).

### **2.3 Voltametri**

Voltametri merupakan salah satu metode elektroanalisis yang mengkaji informasi mengenai analit berdasarkan pada pengukuran arus dan fungsi potensial. Meskipun ada banyak jenis dari voltametri, *linear sweep voltammetry* dan *cyclic voltammetry* merupakan metode yang paling umum dan banyak digunakan dalam analisis (Saito dan Kikuchi, 2014).

#### **2.3.1 Pengertian dan prinsip voltametri siklik**

Voltametri siklik merupakan suatu metode elektroanalisis yang secara luas telah dipakai untuk mendapatkan informasi tentang reaksi elektrokimia dalam larutan (Wang, 2001). Prinsip kerja dari teknik voltametri siklik adalah mengukur arus selama scanning potensial dari potensial awal ke potensial akhir dan kembali lagi kepotensial awal sehingga arus katodik dan anodik dapat terukur. Teknik ini dapat dengan cepat menentukan kisaran daerah potensial redoks suatu komponen elektroaktif serta dapat mengevaluasi pengaruh media terhadap suatu proses redoks (Lestrari dkk). Voltametri siklik merupakan teknik yang mudah dan serbaguna karena hasil yang didapatkan dapat dengan luas digunakan pada berbagai bidang analisis kimia seperti kimia organik, kimia anorganik dan biokimia (Kisinger dan Heineman, 1983). Hasil yang didapatkan dari metode voltametri siklik adalah beberapa parameter penting seperti potensial puncak anoda ( $E_{pa}$ ), potensial puncak katoda ( $E_{pc}$ ), puncak arus anoda ( $i_a$ ), puncak arus katoda ( $i_{pc}$ ), potensial setengah katoda ( $E_{p/2}$ ) dan potensial setengah gelombang ( $E_{1/2}$ ) (Riyanto, 2013). Hasil pengukuran dari voltametri siklik dinamakan dengan voltamogram. Contoh dari voltamogram ditunjukkan pada gambar 2.2

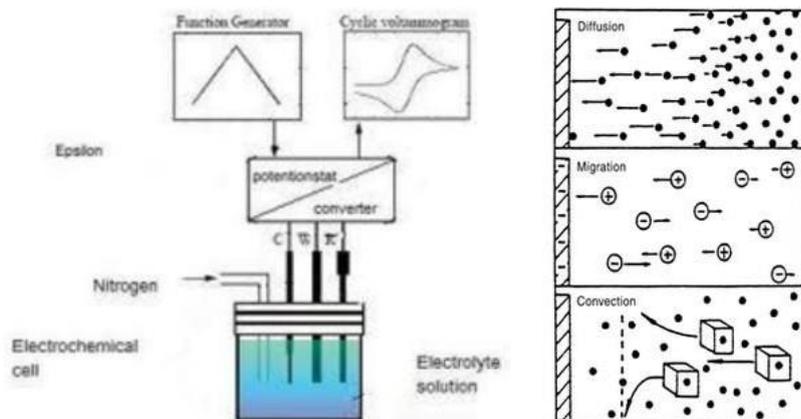


**Gambar 2. 2. Contoh voltamogram siklik**

Voltamogram siklik dapat digunakan untuk mempelajari proses adsorpsi molekul elektroaktif pada permukaan elektroda dan juga untuk mengetahui adanya kemungkinan reaksi lain saat reduksi-oksidasi berlangsung (Anonim, 2020)

### 2.3.2 Bagian-bagian instrumen voltametri Siklik

Contoh rangkaian alat voltametri siklik ditunjukkan pada gambar 2.3

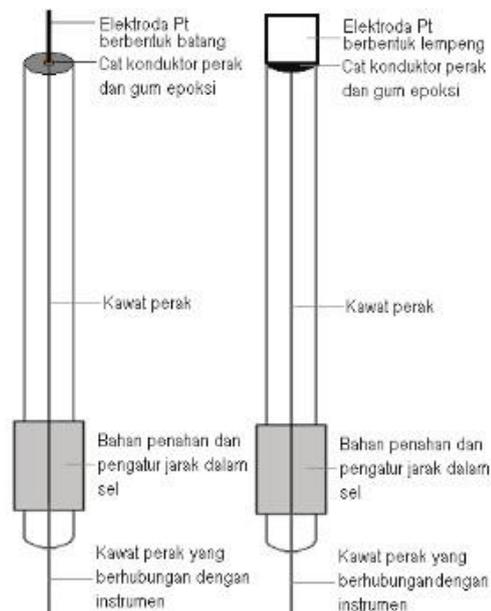


**Gambar 2. 3. Rangkaian alat voltametri siklik**

Bagian bagian penting dari voltametri siklik terdiri dari elektroda kerja (WE), elektroda pembanding (CE), dan elektroda rujukan (RE), larutan elektrolit,

dan potensiostat. Bagian paling penting dalam analisis elektrokimia adalah elektroda kerja. Elektroda kerja yang digunakan harus stabil, reaktif, memiliki konduktivitas yang baik, dan memiliki sifat elektrokatalitik. Logam padat seperti platinum (Pt), emas (Au), Nikel (Ni) dan karbon (C) memiliki kemampuan yang baik sebagai elektroda (Janah, 2018). Elektroda pembanding (CE) adalah elektroda yang melengkapi sel biasanya terbuat dari konduktor inert seperti platina dan grafit atau logam yang sama yang digunakan pada elektroda kerja. Arus akan mengalir diantara elektroda kerja dan elektroda pembanding. Luas area dari elektroda pembanding dan elektroda diusahakan ada jarak dan tidak bersentuhan agar tidak terjadi *blocking* dan arus tidak mengalir (scholz, 2010). Contoh elektroda kerja dan elektroda pembanding berbentuk batang dan lempeng ditunjukkan pada gambar 2.4

Elektroda rujukan (RE) digunakan untuk menjaga sel elektrokimia berada dalam keadaan potensial yang konstan dan mengukur potensial yang berada pada elektroda kerja (scholz, 2010). Beberapa syarat elektroda pembanding diantaranya adalah harus reversible sesuai dengan persamaan nerst, memiliki tegangan yang konstan, dan bisa kembali ke potensial awal setelah dialiri oleh arus kecil (Robert dkk, 1995).



**Gambar 2. 4. Elektroda kerja bentuk dan pembanding berbentuk batang dan lempang (Riyanto, 2013)**

### 2.3.3 Kelebihan voltametri siklik

Dalam teknik voltametri, potensial yang diberikan dapat diatur sesuai dengan keperluan. Kelebihan dari teknik ini adalah dapat memberikan informasi yang cukup tentang termodinamika proses reduksi oksidasi, dapat mengetahui letak dari potensial redoks secara cepat dari spesies elektroaktif (Lukmana dan Setiarso, 2018), sensitivitasnya yang tinggi, limit deteksi yang rendah dan memiliki daerah linier yang lebar (Mulyani dkk, 2012).

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kalium klorida (KCl 99,5% Merck), kalium nitrat (KNO<sub>3</sub> 99,0% Merck), natrium tiosulfat (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 99,5% Merck), natrium karbonat (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 99,9% Merck), dinatrium hidrogen sulfat (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 99,0% Merck), natrium hipoklorit (NaOCl 12%), natrium dihidrogen sulfat (NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 99,0% Merck), asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a 95-97% Merck), kalium iodat (KIO<sub>3</sub> 99,7-100,4% Merck), kalium iodida (KI 99,5% Merck), amilum (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub> Merck), Akuades, dan sampel beras

#### **3.2 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *electroanalyzer cyclic voltammetry* (methrom), gelas *beaker* 50 mL dan 250 mL, labu ukur 25±0,04mL (iwaki); 50±0,06 mL (iwaki); 100±0,1 mL (iwaki), 250±0,15 mL (borosil), pipet ukur 1±0,006 mL (iwaki); 5±0,03 mL (iwaki), dan 10±0,05 mL (iwaki), buret 50±0,05 mL (iwaki), gelas ukur 50±0,5 mL (iwaki), erlenmeyer 250 mL, corong gelas, gelas arloji, batang pengaduk, spatula, neraca analitik (ohaus), dan pipet tetes.

#### **3.3 Prosedur kerja**

##### **3.3.1 Preparasi sampel.**

Beras ditimbang sebanyak 20 gram kemudian dimasukkan kedalam botol dan ditambahkan 50 mL akuades lalu dikocok dengan kuat selama ±2 menit. Larutan didiamkan selama ±30 menit kemudian disaring. Filtrat didiamkan selama ±2 jam untuk memisahkan amilum dan pengotor yang mengendap.

##### **3.3.2 Standarisasi larutan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,05 N.**

Standarisasi larutan natrium tiosulfat dilakukan dengan memasukan larutan natrium tiosulfat 0,05 N kedalam buret 50 mL. Larutan KIO<sub>3</sub> dipipet sebanyak 10 mL dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 mL dan

ditambahkan 10 mL KI 10% dan 5 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2M. Larutan tersebut kemudian dititrasi hingga warna kuning pucat, kemudian ditambahkan 1 mL indikator amilum dan dititrasi kembali hingga warna biru hilang.

### **3.3.3 Standarisasi larutan NaOCl**

Standarisasi larutan NaOCl dilakukan dengan memipet 2,08 mL larutan NaOCl kemudian diencerkan dalam labu ukur 250 mL dengan akuades. Larutan tersebut kemudian dipipet sebanyak 10 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL kemudian ditambahkan dengan 10 mL larutan KI 10% dan 5 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Larutan tersebut kemudian dititrasi dengan natrium tiosulfat 0,05 N sampai warna kuning pucat kemudian ditambahkan 1 mL indikator amilum dan dilanjutkan titrasi hingga warna biru hilang.

### **3.3.4 Preparasi instrumen voltametri siklik.**

Preparasi instrumen dilakukan dengan *software* diagnostic 1.8 dan mencocokkan kabel sesuai dengan *dummy cell*. Klik *start* untuk mengukur kesiapan alat dan tutup *software* ketika scanning selesai dan hubungkan elektroda kerja (WE), elektroda rujukan (RE), dan elektroda pembanding (CE) dengan kabel yang sesuai kemudian dibilas dengan akuades dan dilap dengan tisu hingga kering.

### **3.3.5 Analisis klorin dengan variasi elektrolit KCl 0,1 M, KNO<sub>3</sub> 0,1 M, dan larutan buffer fosfat pH 7.**

Dua puluh lima mL larutan standar klorin 100 mg/L dimasukkan dalam sel elektrolisis kemudian ditambahkan dengan 5 mL KCl 0,1 M yang berfungsi sebagai elektrolit dan dianalisis dengan kecepatan 0,1 V/s menggunakan elektroda Pt serta diulangi dengan variasi elektrolit KNO<sub>3</sub> 0,1 M, dan larutan buffer fosfat pH 7.

### **3.3.6 Pengukuran deret standar dengan elektrolit optimum**

Pengukuran deret standar dilakukan dengan cara mengambil 25 mL larutan standar klorin 10 mg/L dan dianalisis dengan kecepatan 0,1 V/s kemudian diulangi pengukuran untuk larutan standar klorin 25 mg/L, 50 mg/L, 75 mg/L, 100 mg/L, dan 150 mg/L.

### **3.3.7 Analisis klorin pada sampel beras dengan elektrolit optimum larutan bufer fosfat pH 7**

Dua puluh lima mL air cucian beras yang sudah mengendap dimasukkan kedalam sel elektrolisis kemudian ditambahkan dengan 5 mL larutan bufer fosfat pH 7 dan dianalisis dengan kecepatan 0,1 V/s.

### **3.3.8 Penentuan %recovery.**

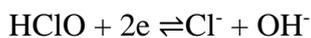
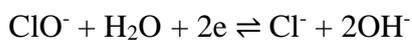
Dua puluh lima mL air cucian beras yang sudah mengendap dimasukkan kedalam sel elektrolisis kemudian ditambahkan dengan 5 mL larutan bufer fosfat pH 7 dan 2 mL larutan induk klorin 1000 mg/L kemudian dianalisis dengan kecepatan 0,1 V/s.

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian analisis kadar pemutih klorin dalam beras ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh beberapa elektrolit terhadap reduksi dari senyawa natrium hipoklorit dan mengetahui kadar pemutih klorin dalam sampel beras. Selain itu, dalam penelitian ini juga dilakukan validasi dari metode siklik voltametri untuk analisis klorin. Validasi metode ini bertujuan untuk mengukur baik atau tidaknya suatu metode yang digunakan didalam analisis. parameter yang diukur dalam validasi metode ini meliputi LOD (*limit of detection*), LOQ (*limit of quatification*), keterulangan atau presisi (%RSD), dan perolehan kembali (*%recovery*) serta analisis ketidakpastian.

Pemutih klorin bukan merupakan bahan tambahan pangan yang diperbolehkan untuk digunakan sehingga harus dianalisis karena akan memberikan efek terhadap kesehatan jangka panjang. Deteksi klorin bebas dapat ditentukan secara elektrokimia dari dua reaksi reduksi senyawa hipoklorit berikut:

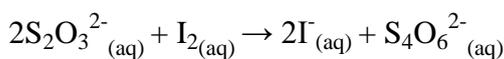
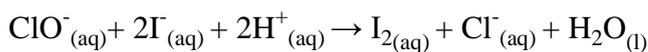


Penelitian ini membandingkan pengaruh beberapa elektrolit terhadap analisis klor bebas dalam sampel. Sebelum dilakukan pengukuran menggunakan instrumen elektroanalisis, standar klorin yang digunakan distandarisasi dengan metode titrasi iodometri untuk mengetahui kadar klorin dalam larutan NaOCl yang sebenarnya. Standarisasi dilakukan dengan titran natrium tiosulfat 0,1 N dan indikator amilum. Parameter variasi elektrolit dalam penelitian ini merujuk kepada beberapa jurnal penelitian terkait dengan analisis klorin bebas dan dijadikan sebagai bahan acuan variasi dari elektrolit. Elektrolit yang digunakan dalam penelitian ini antara lain KCl 0,1 M, KNO<sub>3</sub> 0,1 M, dan larutan bufer fosfat pH 7. Variasi konsentrasi dianalisis menggunakan elektrolit larutan bufer fosfat pH 7.

#### **4.1 Standarisasi larutan NaOCl 1000 mg/L**

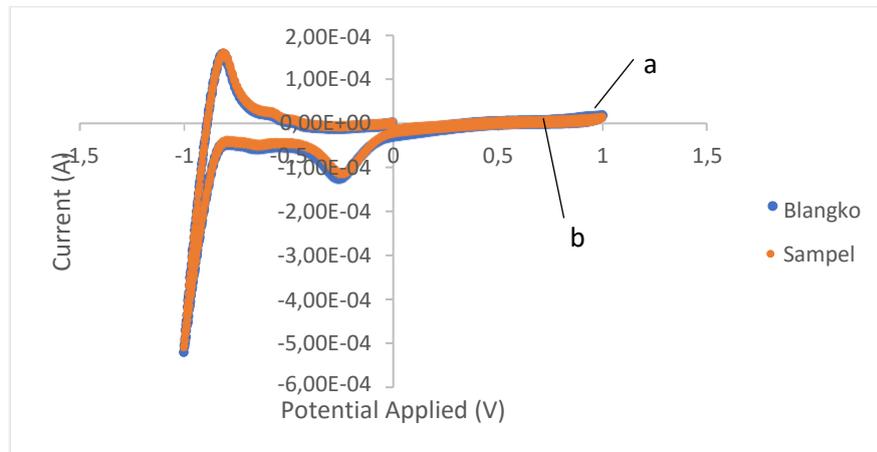
Standarisasi larutan merupakan proses untuk menentukan konsentrasi larutan standar sekunder dengan tepat dengan cara mentitrasi dengan larutan standar primer

(Kenkel, 2003). Standarisasi larutan NaOCl dilakukan dengan titrasi iodometri dengan titran natrium tiosulfat 0,1 N yang telah distandarisasi sebelumnya. Larutan NaOCl yang dilakukan standarisasi merupakan larutan induk yang digunakan dalam analisis. Berdasarkan hasil standarisasi didapatkan volume titran sebanyak 2,76 mL dan kadar klorin dalam larutan NaOCl adalah 1016,9807 mg/L. Reaksi oksidasi-reduksi yang terjadi adalah:



#### **4.2 Voltametri siklik elektroda Pt dengan elektrolit KCl 0,1 M, KNO<sub>3</sub> 0,1 M, dan larutan bufer fosfat pH 7**

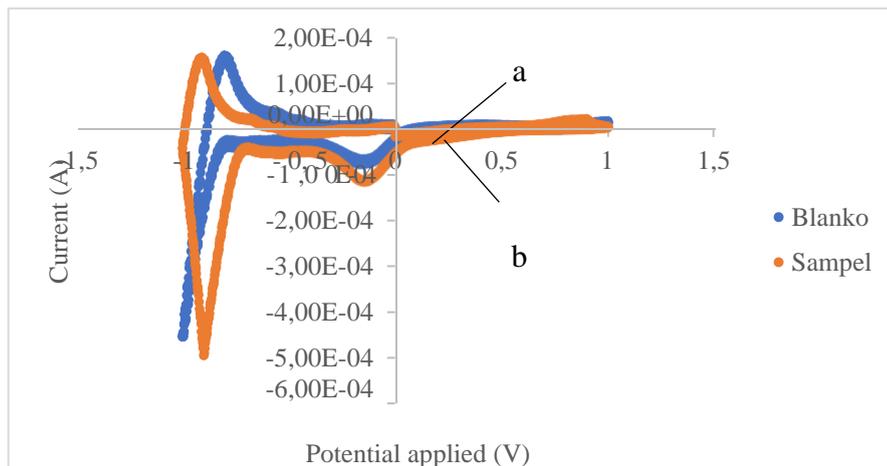
Tahapan pertama dalam penelitian ini adalah menentukan puncak dari voltamogram. Puncak voltamogram yang dianalisis akan menunjukkan aktifitas reaksi oksidasi-reduksi dari senyawa NaOCl dengan elektrolit yang terjadi dalam sel elektrolisis. Penentuan puncak ini bertujuan untuk melihat puncak optimum interaksi antara elektroda dengan senyawa tersebut serta untuk memastikan bahwa puncak yang terbentuk merupakan puncak dari senyawa hipoklorit yang berbeda dari blanko. Dalam voltametri siklik elektrolit merupakan bagian penting yang mempengaruhi hasil voltamogram seperti tinggi dan lebar puncak yang dihasilkan serta terhadap arus dan potensial dari sampel (Janah, 2018). Elektrolit didalam larutan juga dapat mempengaruhi besarnya potensial dari elektroda pembanding Ag/AgCl karena elektroda pembanding merespon anion dalam larutan sehingga sinyal yang dihasilkan berbeda untuk setiap larutan elektrolit (Musagfiroh dkk, 2019). Elektroda platina digunakan karena memiliki memiliki kestabilan yang tinggi, reaktif, memiliki konduktivitas yang baik, dan memiliki sifat elektrokatalitik. Hasil voltamogram dari analisis penentuan puncak menggunakan elektrolit KCl 0,1 M ditunjukkan pada gambar 4.1



**Gambar 4. 1 Voltamogram hasil analisis a) KCl 0,1 M dengan akuades dan b) KCl 0,1 M dengan sampel**

Gambar 4.1 menunjukkan bahwa hasil voltamogram yang dihasilkan oleh blanko dan sampel memiliki penyapuan yang sama sehingga tidak bisa dibedakan antara puncak yang dihasilkan dari blanko dan sampel. Hasil dari voltamogram ini berbeda dengan jurnal rujukan yang menggunakan elektrolit dan elektroda serupa yang dimodifikasi. Perbedaan ini dimungkinkan karena adanya perbedaan modifikasi dari elektroda yang digunakan.

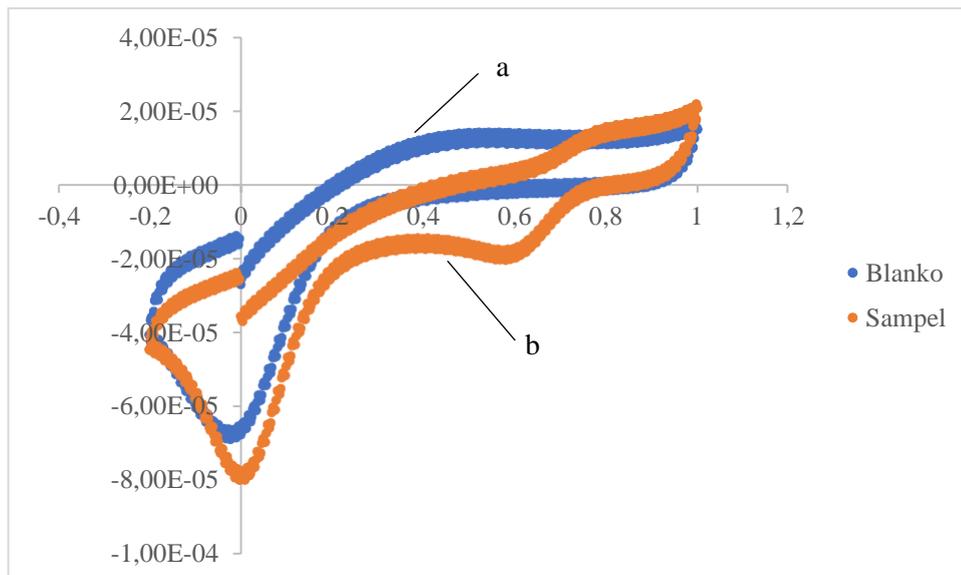
Variasi dari analisis klorin selanjutnya adalah variasi elektrolit menggunakan  $\text{KNO}_3$  0,1 M yang ditunjukkan pada gambar 4.2



**Gambar 4. 2 Voltamogram hasil analisis a)  $\text{KNO}_3$  0,1 M dengan blanko dan b)  $\text{KNO}_3$  0,1 M dengan sampel**

Gambar 4.2 menunjukkan voltamogram yang dihasilkan oleh blanko dan sampel memiliki sedikit perbedaan, akan tetapi perbedaan yang dihasilkan tidak terlalu signifikan sehingga sulit untuk menentukan puncak dari klorin dengan elektrolit. Perbedaan ini disebabkan karena perbedaan elektroda dan konsentrasi dari elektrolit yang digunakan.

Variasi elektrolit selanjutnya adalah larutan buffer fosfat pH 7. Voltamogram hasil analisis klorin dengan larutan bufer fosfat pH 7 ditunjukkan pada gambar 4.3. Gambar 4.3 menunjukkan voltamogram yang dihasilkan dari blanko dan sampel berbeda. Penyapuan dimulai dari potensial 0 dan menghasilkan puncak reduksi pada potensial  $\pm 0,55$  volt. Voltamogram yang dihasilkan merupakan jenis voltamogram tidak dapat berbalik (*irreversible system*) karena hanya terbentuk satu puncak reduksi pada potensial positif. Voltamogram yang dihasilkan sesuai dengan penelitian sebelumnya tentang analisis klorin.

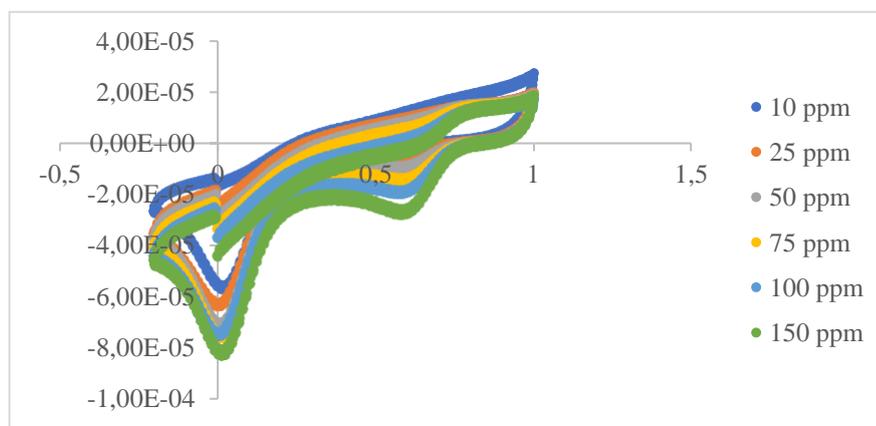


**Gambar 4. 3 Voltamogram hasil analisis a) Bufer fosfat pH 7 dengan akuades dan b) Bufer fosfat pH 7 dengan sampel**

#### **4.3 Efek variasi konsentrasi terhadap voltamogram yang dihasilkan dengan elektrolit bufer fosfat pH 7**

Voltamogram yang diperoleh dari enam perbedaan konsentrasi larutan standar klorin 10 mg/L, 25 mg/L, 50 mg/L, 75 mg/L, 100 mg/L, dan 150 mg/L dalam elektrolit pendukung larutan bufer pH 7 ditampilkan pada gambar 4.4. konsentrasi

yang digunakan dipilih berdasarkan hasil penelitian analisis klorin dalam sampel beras dari Fenli (2018) yaitu sebesar 30,125 mg/L sehingga konsentrasi sampel merupakan konsentrasi yang berada pada daerah kurva kalibrasi, kecepatan sapuan (*scan*) yang digunakan 0,1 V/s dengan potensial dari -0,2 V sampai +1 V. Menurut Pathiratne (2008) kenaikan konsentrasi dari analit akan menaikkan puncak arus yang dihasilkan sehingga konsentrasi akan berbanding lurus dengan kuat arus dan potensial yang mengalir pada sel elektrolisis (Lestrari dkk).



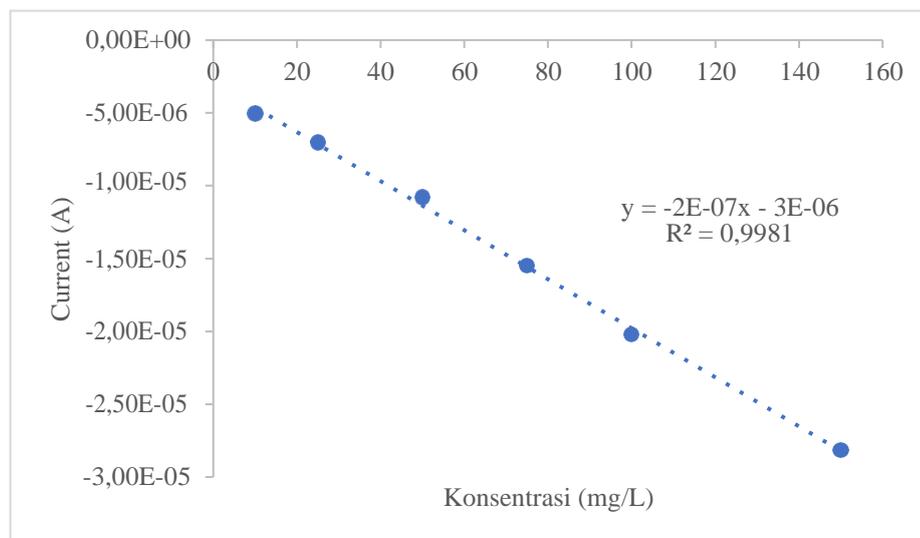
**Gambar 4. 4 Voltamogram dari beberapa konsentrasi  $\text{ClO}^-$  a) 10 mg/L, b) 25 mg/L, c) 50 mg/L, d) 75 mg/L e) 100 mg/L, dan f) 150 mg/L**

Dari data yang terdapat pada gambar 4.4 dapat dituliskan arus yang terukur dari larutan standar klorin 10 mg/L – 150 mg/L dalam elektrolit pendukung larutan bufer fosfat pH 7 pada tabel 4.1

**Tabel 4. 1 Hasil pengukuran arus larutan standar klorin 10 mg/L – 150 mg/L dengan elektrolit pendukung larutan bufer fosfat pH 7**

No	Konsentrasi (mg/L)	Current (A)
1	10	$-5,06 \times 10^{-6}$
2	25	$-7,05 \times 10^{-6}$
3	50	$-1,08 \times 10^{-5}$
4	75	$-1,55 \times 10^{-5}$
5	100	$-2,02 \times 10^{-5}$
6	150	$-2,82 \times 10^{-5}$

Berdasarkan tabel 4.1 diatas dapat dilihat bahwa arus yang dihasilkan dari larutan standar klorin 10 mg/L adalah sebesar 0,00000506 A, pada konsentrasi 25 mg/L sebesar 0,00000705 A, konsentrasi 50 mg/L sebesar 0,0000108 A, konsentrasi 75 mg/L sebesar 0,0000155 A, konsentrasi 100 mg/L sebesar -0,0000202 A, dan konsentrasi 150 mg/L sebesar -0,0000282 A. Linearitas dari penambahan konsentrasi ditampilkan pada gambar 4. 5



**Gambar 4. 5 Kurva kalibrasi hubungan perbedaan konsentrasi dengan arus menggunakan elektrolit pendukung bufer fosfat pH 7**

Berdasarkan gambar 4. 5 dapat dilihat bahwa jenis kurva kalibrasi yang dihasilkan adalah kurva kalibrasi reduksi sehingga semakin besar konsentrasi analit yang ditambahkan maka arus yang dihasilkan semakin tinggi ke sumbu y negatif. Hubungan linearitas antara konsentrasi larutan standar klorin pada selang konsentrasi 10 mg/L – 150 mg/L dengan intensitas arus puncak mengikuti persamaan hukum ilkovic dalam persamaan regresi  $I_p = 2,0 \times 10^{-7}C + 3,0 \times 10^{-6}$  dengan koefisien determinasi ( $R^2$ ) = 0,998 sehingga data yang digunakan dalam pembuatan kurva kalibrasi memenuhi syarat hasil uji linearitas dimana  $R^2 > 0,9970$  (Chan dkk, 2004)

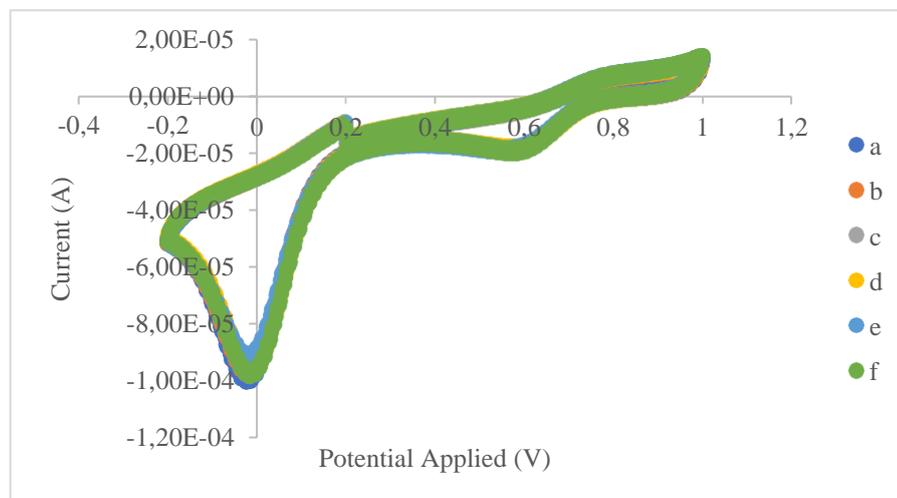
#### 4.4 Penentuan presisi (%RSD)

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antar data yang diukur melalui penyebaran data-data individual dari data rata-rata dengan prosedur

pegujian yang sama. Berdasarkan jenisnya presisi dapat dikelompokkan menjadi dua yaitu *repeatability* (keterulangan) dan *reproducibility* (ketertiruan). *Repeatability* dilakukan dengan metode yang sama, analisis yang sama dengan interval waktu yang singkat sedangkan *reproducibility* merupakan keseksamaan metode yang diukur pada kondisi yang berbeda dan analisis yang berbeda pula (Riyanto, 2014 ). Ada 2 tipe pengujian menurut ICH untuk menentukan *repeatability*

1. Minimal sembilan pengujian yang mencakup rentang konsentrasi yang ditentukan untuk prosedur (misal: tiga konsentrasi/tiga pengulangan) atau
2. Minimal enam contoh yang diambil dari campuran sampel dengan matriks yang homogen (Chan dkk, 2004).

Dalam penelitian ini presisi yang diuji merupakan jenis *repeatability* yang dilakukan dengan sampel konsentrasi 100 mg/L dianalisis sebanyak enam kali pengulangan dengan elektrolit pendukung larutan bufer fosfat pH 7. Voltamogram hasil pengukuran presisi dari larutan standar klorin ditampilkan dalam gambar 4.6



**Gambar 4. 6 Voltamogram hasil analisis pengukuran presisi standar klorin 100 mg/L dengan larutan bufer fosfat pH 7**

Nilai yang dihasilkan dari gambar 4.6 diperoleh %RSD yang ditampilkan pada tabel 4.2

**Tabel 4. 2 Nilai arus dan konsentrasi dari pengukuran standar klorin 100**

mg/L			
No	Pengulangan	Current (A)	konsentrasi (mg/L)
1	(a)	$-1,98 \times 10^{-5}$	100,0491
2	(b)	$-1,99 \times 10^{-5}$	100,9008
3	(c)	$-2,00 \times 10^{-5}$	101,3901
4	(d)	$-1,93 \times 10^{-5}$	97,2761
5	(e)	$-1,98 \times 10^{-5}$	99,7771
6	(f)	$-2,02 \times 10^{-5}$	102,4598
Rata-rata			100,3088
SD			1,7717
%RSD			1,78%

Berdasarkan data yang terdapat pada tabel 4. 2 dapat ditentukan nilai simpangan baku (SD) sesuai dengan rumus (4.1) dan dari nilai simpangan baku dapat ditentukan koefisien variasi (KV) dengan rumus (4.2)

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}} \quad (4.1)$$

$$KV(\%) = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \text{ atau } RSD(\%) = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad (4.2)$$

Keterangan:

KV atau RSD = Koefisien variasi

SD = Simpangan baku

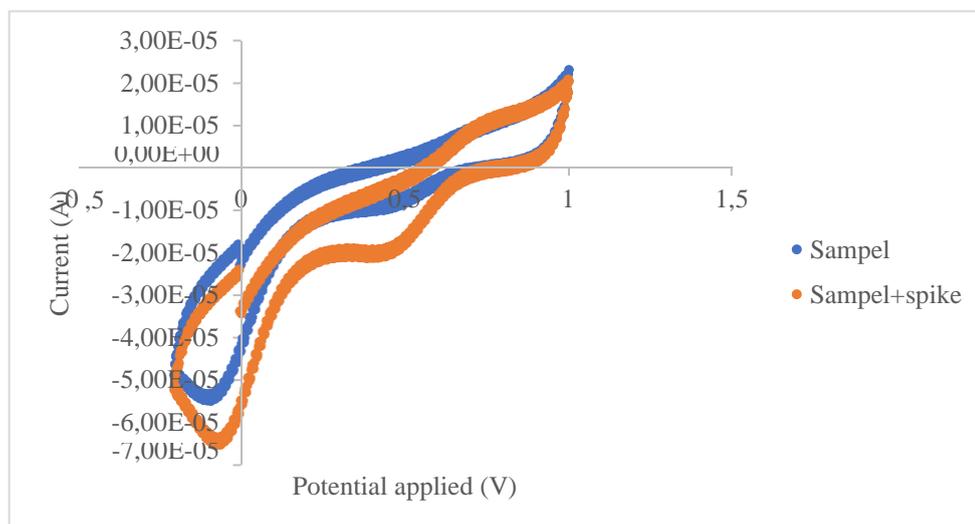
$\bar{X}$  = Rata-rata konsentrasi hasil pengukuran

Berdasarkan hasil perhitungan dari pengukuran arus puncak dan konsentrasi menggunakan persamaan (4.1) didapatkan hasil untuk simpangan baku sebesar 1,7717 dengan %RSD sebesar 1,78%. Hasil %RSD  $\leq$  2% yang berarti metode yang digunakan memiliki presisi yang dapat diterima karena menurut Riyanto (2014) secara umum untuk metode yang sangat kritis, %RSD harus lebih kecil dari 2% atau hasil %RSD < KV horwitz.

#### 4.5 Penentuan akurasi (%*Recovery*)

Akurasi merupakan suatu ukuran yang menunjukkan kedekatan hasil pengujian dengan hasil yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan juga sebagai persen perolehan kembali dari analit yang ditambahkan yang dapat ditentukan dengan metode menggunakan CRM (*Certified Reference Material*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*).

Penelitian kali ini menggunakan metode adisi dimana sampel dianalisis lalu ditambahkan sejumlah tertentu standar ditambahkan kedalam sampel, dicampurkan dan dianalisis kembali. Selisih dari hasil kedua pengukuran dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya. Akurasi melalui metode ini harus memperhatikan konsentrasi akhir dari sampel setelah ditambahkan analit (*spike*) yang berkisar antara 2-5 kali konsentrasi sampel sebelum ditambahkan standar dan konsentrasi dari spike tidak boleh melebihi rentang kerja tertinggi pada ruang lingkup metode kerja yang digunakan (Riyanto, 2014 ). Voltamogram hasil pengukuran akurasi ditunjukkan pada gambar 4.7



**Gambar 4. 7 Voltamogram hasil pengukuran a) sampel dan b) sampel dengan standar dengan elektrolit bufer fosfat pH 7**

Data yang didapatkan dai hasil voltamogram pada gambar 4.7 dihasilkan nilai konsentrasi sampel dan sampel yang ditambahkan standar yang ditampilkan pada tabel 4.3

**Tabel 4. 3 Nilai arus dan konsentrasi pengukuran sampel dan sampel dengan *spike***

No	Keterangan	Current (A)	Konsentrasi (mg/L)
1.	Sampel	$-1,03 \times 10^{-5}$	43,5173
2.	Sampel + <i>spike</i>	$-2,13 \times 10^{-5}$	108,8397
3.	<i>Spike</i>	-	74,0741

Berdasarkan nilai yang terdapat pada tabel 4.3 didapatkan konsentrasi sampel yang ditambahkan dengan standar bertambah kurang lebih dua kali lipat dari sampel sampel yang belum ditambahkan dengan standar. Perhitungan perolehan kembali (*recovery*) ditetapkan dengan rumus (4.3)

$$\% \text{ Perolehan kembali} = \frac{C_2 - C_1}{C_3} \times 100\% \quad (4.3)$$

Keterangan:

$C_2$  = Konsentrasi dari sampel + *spike*

$C_1$  = konsentrasi sampel

$C_3$  = konsentrasi *spike*

Berdasarkan hasil perhitungan, didapatkan %perolehan kembali untuk analisis klorin adalah sebesar 88,19 % sehingga nilai persen perolehan kembali memenuhi syarat keberterimaan untuk konsentrasi analit  $100 \text{ ppb} < A < 1 \text{ mg/L}$  yaitu 80-110%. Penentuan akurasi suatu metode biasanya terdapat kesalahan-kesalahan yang menyebabkan nilai akurasi tidak tepat 100%. Kesalahan ini disebabkan karena adanya kesalahan personal seperti pemipetan dan kesalahan sistematis seperti peralatan atau pereaksi yang digunakan (Riyanto, 2014 )

#### 4.6 Penentuan LOD dan LOQ

Batas deteksi (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang bisa dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko atau dapat dikatakan juga bahwa batas deteksi merupakan parameter dari uji batas (Riyanto, 2013). Batas kuantitasi (LOQ) merupakan jumlah analit terendah yang

dapat ditentukan secara kuantitatif dengan presisi dan akurasi yang baik (Chan dkk, 2004). Cara menentukan LOD dan LOQ ada tiga, yaitu:

a. *Signal-to-noise*

Metode ini mengukur puncak kebisingan yang berada disekitar waktu retensi kemudian sinyal yang sama dengan nilai tertentu dari analit dan nilai tertentu dari kebisingan untuk sinyal rasio diperkirakan. Metode ini biasanya digunakan untuk metode analisis yang menunjukkan suara dasar.

b. Penentuan blanko

Penentuan blanko dilakukan ketika analisis blanko memberikan hasil tidak nol dengan LOD dinyatakan sebagai rata-rata nilai yang dihasilkan blanko ditambahkan dengan tiga kali standar deviasi dari blanko dan LOQ dinyatakan sebagai rata-rata konsentrasi blanko ditambahkan dengan sepuluh kali standar deviasi dari blanko.

c. Kurva kalibrasi

Metode kurva kalibrasi digunakan ketika respon dari instrumen (y) berhubungan linier dengan konsentrasi dari analit (x) yang dinyatakan dalam persamaan regresi linear  $y = ax + b$  dengan LOD merupakan tiga kali simpangan baku residual ( $Sy/x$ ) dibagi dengan *slope* (a) dan LOQ dinyatakan sebagai 10 kali simpangan baku residual dibagi dengan *slope*. Perhitungan LOD dan LOQ memenuhi persamaan pada rumus (4.4) dan (4.5)

$$LOD = \frac{3 \times S_y}{Slope} \quad (4.4)$$

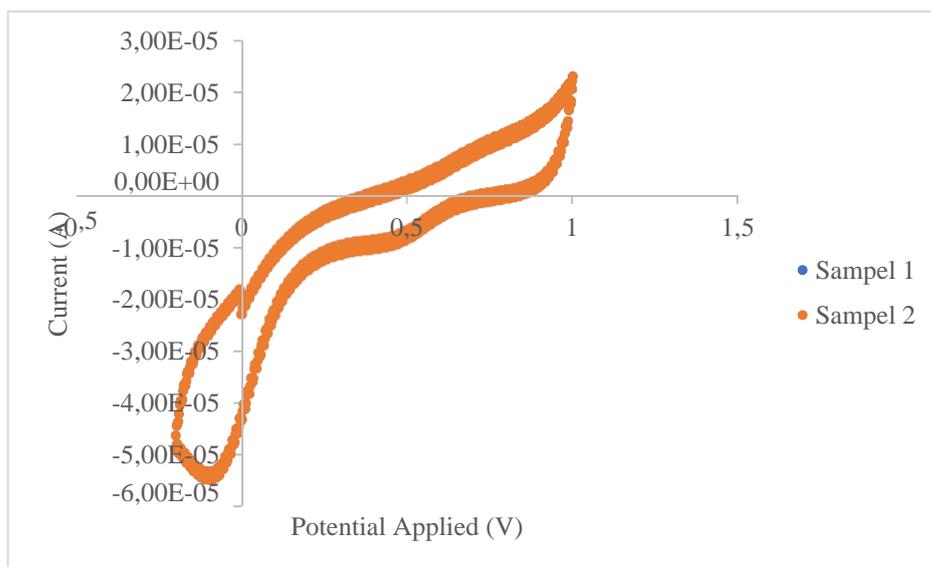
$$LOQ = \frac{10 \times S_y}{Slope} \quad (4.5)$$

Penelitian kali ini penentuan LOD dan LOQ menggunakan metode kurva kalibrasi. Metode ini dipilih karena respon dari instrumen (y) berhubungan linier dengan konsentrasi dari analit (x) yang dinyatakan dalam persamaan regresi linear  $y = ax + b$  dan memenuhi hukum ilkovic  $I = k C$  dengan k konstan. Konsentrasi standar yang dipakai 10 mg/L – 150 mg/L. nilai LOD dari analisis klorin

menggunakan voltametri siklik dengan elektrolit pendukung bufer fosfat pH 7 adalah sebesar 7,4889 mg/L dan nilai LOQ sebesar 24,9631 mg/L.

#### 4.7 Analisis sampel beras dengan klorin

Tahapan terakhir dalam penelitian ini adalah menguji sampel yang diduga mengandung klorin yang dalam hal ini adalah beras yang beredar di pasaran. Sampel beras yang telah disiapkan ditimbang sebanyak 20,0002 gram dan 20,0003 gram kemudian dikocok menggunakan botol yang berisis 50 mL akuades kemudian disaring. Filtrat yang didapatkan didiamkan hingga pengotor dan amilum mengendap kemudian diambil sebanyak 25 mL untuk dianalisis dengan voltametri siklik menggunakan elektrolit pendukung larutan bufer fosfat pH 7. Voltamogram hasil analisis sampel beras yang mengandung klorin ditampilkan pada gambar 4. 8



**Gambar 4. 8 Voltamogram analisis sampel beras dengan elektrolit pendukung bufer fosfat pH 7**

Berdasarkan hasil voltamogram pada gambar 4.8, konsentrasi dari klorin yang terdapat dalam beras dapat dihitung dari puncak arus yang terbentuk. Nilai dari arus dan konsentrasi dari klorin dalam sampel beras ditampilkan pada tabel 4.4

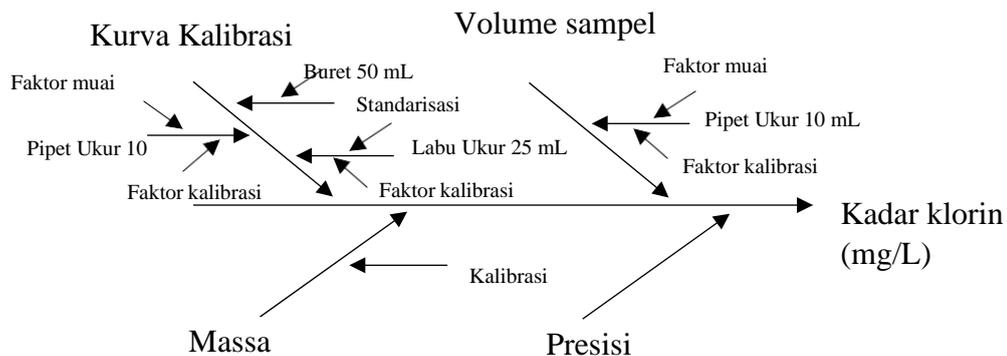
**Tabel 4. 4 Data nilai arus dan konsentrasi klorin dalam sampel beras**

Sampel	Massa sampel (g)	Current (A)	Konsentrasi sampel (mg/L)
1	20,0002	$-1,03 \times 10^{-5}$	43,5173
2	20,0003	$-1,03 \times 10^{-5}$	43,5173

Berdasarkan data yang terdapat pada tabel 4. 4, konsentrasi klorin dalam sampel beras dengan dua kali pengulangan bernilai sama yaitu sebesar 43,5173 mg/L sehingga sampel beras yang diuji tidak memenuhi persyaratan berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.033/Menkes/Per/IX/2012 dikarenakan kandungan klorin tidak hilang meskipun setelah dicuci dan dimasak sehingga akan berbahaya jika dikonsumsi dalam jangka panjang (Sinuhaji, 2009) Konsentrasi klorin pada sampel yang didapatkan berada pada rentang standar yang diuji dan lebih besar dari LOD dan LOQ sehingga metode voltametri siklik dengan larutan elektrolit bufer fosfat pH 7 dan elektroda platina dapat digunakan dengan baik dan dapat diandalkan.

#### 4.8 Estimasi ketidakpastian pengukuran

Ketidakpastian pengukuran dalam istilah metrologi merupakan parameter yang terkait dengan hasil pengukuran yang mencirikan penyebaran nilai-nilai yang cukup dan dapat dikaitkan dengan pengukuran. Perhitungan ketidakpastian ditentukan dari parameter sumber kesalahan-kesalahan yang berhubungan dengan tujuan analisis yang digambarkan pada diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan dari analisis kadar klorin ditampilkan dalam gambar 4. 9



**Gambar 4. 9 Diagram tulang ikan analisis kadar klorin menggunakan voltametri siklik**

Berdasarkan diagram tulang ikan diatas maka dapat ditentukan ketidakpastian baku dari masing-masing parameter. parameter ketidakpastian baku tersebut diantaranya adalah:

- a. Ketidakpastian dari kurva kalibrasi

Diketahui persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi standar klorin adalah  $y = 2,0 \times 10^{-7}x + 3,0 \times 10^{-6}$  sehingga diperoleh ketidakpastian dari kurva kalibrasi sebesar 2,1077 mg/L.

b. Ketidakpastian dari pipet ukur 10 mL

Pipet ukur 10 mL yang digunakan dalam analisis mempunyai nilai ketidakpastian sebesar 0,05 pada suhu 20 °C, maka nilai ketidakpastian baku dari pipet ukur 10 mL termasuk kedalam distribusi rectangular sehingga estimasi ketidakpastian dihitung sesuai dengan persamaan (4.6)

$$\mu_{\text{kal}} = \frac{Q_u}{k} \quad (4.6)$$

Keterangan:

$\mu_{\text{kal}}$  = ketidakpastian kalibrasi

$Q_u$  = ketidakpastian yang ada pada pipet ukur 10 mL

$k$  = ketetapan

Dari persamaan (4.7) didapatkan ketidakpastian kalibrasi dari pipet ukur 10 mL sebesar 0,0289 mL. Pada penentuan ketidakpastian dari pipet ukur terdapat faktor ketidakpastian lain yang mempengaruhi diantaranya adalah ketidakpastian efek temperatur yang dihitung berdasarkan persamaan (4.7)

$$\mu_{\text{ET}} = \frac{V \times \Delta T \times \alpha}{k} \quad (4.7)$$

Keterangan:

$\mu_{\text{ET}}$  = ketidakpastian efek temperatur

$V$  = Volume pipet ukur

$\Delta T$  = perbedaan temperatur

$\alpha$  = ketetapan

berdasarkan persamaan (4.8) didapatkan ketidakpastian efek temperatur dari pipet ukur 10 mL sebesar 0,085. Nilai dari kedua sumber ketidakpastian digabungkan untuk mencari nilai dari ketidakpastian gabungan dari pipet ukur 10 mL sehingga didapatkan nilai ketidakpastian gabungan dari pipet ukur 10 mL sebesar 0,0301.

c. Ketidakpastian massa sampel

Ketidakpastian massa sampel berasal dari kalibrasi neraca yang digunakan yang memiliki nilai ketidakpastian sebesar  $0,1 \times 10^{-3}$  g. Estiasi ketidakpastian dihitung dengan rumus (4.8)

$$\mu_{\text{kal}} = \frac{Q_u}{k} \quad (4.8)$$

Keterangan:

$\mu_{\text{kal}}$  = ketidakpastian kalibrasi

$Q_u$  = ketidakpastian tertera

$k$  = ketetapan

Berdasarkan persamaan (4.9) didapatkan nilai ketidakpastian dari kurva kalibrasi sebesar  $5,77 \times 10^{-5}$  mg/L. Sumber ketidakpastian dari massa sampel selain berasal dari ketidakpastian kalibrasi, ada beberapa faktor lain yang mempengaruhi ketidakpastian seperti banyaknya penimbangan yang dilakukan yang dihitung dalam ketidakpastian gabungan dengan rumus (4.9)

$$\mu_c = \sqrt{n \times (\mu_{\text{ksl}})^2} \quad (4.9)$$

Berdasarkan persamaan (4.10) didapatkan ketidakpastian gabungan dari massa sampel sebesar  $8,16 \times 10^{-5}$  gram.

d. Ketidakpastian gabungan dan diperluas analisis kadar klorin

Sumber-sumber ketidakpastian yang berperan dalam penentuan kadar klorin diantaranya adalah ketidakpastian penimbangan, ketidakpastian volume, dan ketidakpastian kurva kalibrasi. Penentuan nilai ketidakpastian secara keseluruhan dihitung dengan menentukan ketidakpastian gabungan. Ketidakpastian gabungan dari analisis kadar klorin dengan voltametri siklik didapatkan sebesar 2,11 mg/L dan ketidakpastian diperluas diperoleh sebesar 4,22 mg/L.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil poin-poin kesimpulan sebagai berikut:

- a. Elektrolit larutan bufer fosfat pH 7 merupakan elektrolit yang menunjukkan pengaruh terhadap puncak arus dari voltamogram
- b. Hasil validasi metode analisis klorin dalam beras menggunakan voltametri siklik untuk parameter linearitas diperoleh koefisien determinasi ( $R^2$ ) = 0,998, presisi sebesar 1,77%, Akurasi (*%recovery*) yang didapatkan sebesar 88,19 %, Limit deteksi (LOD) yang didapatkan sebesar 7,4889 mg/L dan limit kuantitasi (LOQ) yang didapatkan sebesar 24,9631 mg/L.
- c. Konsentrasi klorin dalam sampel beras sebesar  $43,5173 \pm 4,22$  mg/L.

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, perlu dilakukan adanya kaji ulang terkait hubungan pH dengan puncak arus dan validasi presisi dari preparasi sampel yang dilakukan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adiwisastra, A. 1989. *Sumber, Bahaya serta penanggulangan Keracunan*. Bandung: Penerbit Angkasa.
- Anshori, A. 2014. Studi Voltametri Siklik Asam Mefenamat Menggunakan Platina (Pt) Sebagai Elektroda Kerja. *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.
- Arismaya, F. 2018. Optimasi Parameter Teknik Square Wave Voltammetry dengan Elektroda Grafit Pensil dan Penerapannya pada Analisis Klorin Bebas dalam Air Cucian Beras Bepemutih. *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember, Jember.
- Asra, A. 2017. *Uji Kualitatif Klorin pada Beras Putih yang Dijual di Pasar Anduonohu Kota Kendari*. Kendari: Politeknik Kesehatan Kendari.
- Chan, C., Lee, Y., Lam, H., dan Zang, X.-M. 2004. *Analytical Method Validation and Instrument Performance Verification*. New Jersey: John Wiley dan Sons, Inc.
- Chandra, B. 2009. *Ilmu kedokteran: Pencegahan dan Komunitas*. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Darniadi, S. 2010. *Identifikasi Bahan Tambahan Pangan (BTP) Pemutih Klorin pada Beras*. Bogor: Balai Besar Pascapanen Pertanian.
- Dianti, R. W. 2010. Kajian Karakteristik Fisikokimia dan Sensori Beras Organik Mentik Susu dan IR64; Pecah giing dan Kulit selama Penyimpanan. *Skripsi*, Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Universitas Sebelas Maret, Surakarta.
- Janah, J. M. 2018. Validasi Metode Analisis Formalin dengan CV menggunakan Elektroda Platina, Emas, dan Nikel. *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.
- Kabir, H., Ma, P., Renn, N., Nicholas, N., dan Cheng, F. 2019. Electrochemical Determination of Free Chlorine on Pseudo-graphite Electrode. *Talanta*(120101).
- Kenkel, John. 2003. *Analytical Chemistry for Technicians*. Washington: Lewis Publishers.
- Kisinger, P. T., dan Heineman, W. R. 1983. Cyclic Voltammetry. *Chemical education*, 702.
- Kodera, F., Umeda, M., dan Yamada, A. 2005. Detection of Hypochlorous Acid Using Reduction Wave During Anodic Cyclic Voltammetry. *Japanese Journal of Applied Physics*, 44(22), 718-719.

- Kodera, F., Umera, M., dan Yamada, A. 2005. Determination of free chlorine based on anodic voltammetry using Platinum, gold, and glassy carbon electrodes. *Analytica Chimica Acta*, 537(1-2), 293-298.
- Koswara, S. 2009. *Teknologi Pengolahan Beras (Teori dan Praktek)*. ebookpangan.com.
- Lestrari, L. C., Kumala, V., dan Arif, Z. *Pengaruh Laju Payar dan Konsentrasi Analit Menggunakan Teknik Voltametri Siklik*. Bogor: Insitut Pertanian Bogor.
- Lukmana, K. M., dan Setiarso, P. 2018. Pembuatan Elektroda Kerja Graphene Oxyde untuk Analisis Parasetamol secara Siklik Voltametri. *UNESA Journal of chemistry*, 07(02), 58-63
- Mulyani, R., Buchari, Noviandri, I., dan Ciptati. Juli 2012. Studi Voltametri Siklik Sodium Dedocyl Benzen Sulfonat dalam Berbagai Elektroda dan Elektrolit Pendukung. *Journal of Waste Management Technology*, 15 (1).
- Musagfiroh, A., Ramadan, D., dan Mulyasuryani, A. 2019. Pengaruh Elektrolit terhadap Sinyal pada Sensor Pestisida. *Jurnal Matematika dan Sains*, 1(1), e-ISSN: 2686-2658.
- Mutiasih, N. 2019. *Tinjauan Masalah Terhadap Penggunaan Kaporit di Kolam Renang Nuansa Swimming Pool Kelurahan Purbosuman Kabupaten Ponorogo*. Skripsi, Fakultas Syariah, Institut Agama Islam Negeri Ponorogo, Ponorogo.
- Nugroho, A. R. 2015. Pengaruh Ekstrak Pegagan (*Centella Asiatica*) pada Tingkat Hidrolisis Pati, Aktivitas Antioksidan dan Sifat Sensori Nasi Instan. *Skripsi*, Fakultas Pertanian, Universitas Negeri Lampung.
- Nurnawati, H. 2015. Kandungan Klorin pada Beras Putih di Pasar Tanjung Kabupaten Jember. *Skripsi*, Fakultas Kesehatan Masyarakat, Universitas Jember, Jember.
- Ordejig, O., Mas, R., Gonzalo, Z., Campo, J., Munoz, F., dan Haro, C. 2005. Continuous Detection of Hypochlorous Acid/Hypochlorite for Water Quality Monitoring and Control. *Electroanalysis*, 17(8), 1641-1648.
- Padmaningrum, R. T. 2008, Desember 17-18. Titrasi Iodometri. *Pendidikan dan Latihan Profesi Guru Gelombang 19*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Pathiratne, K., Skandaraja, S., dan Jayasena, E. 2008. Linear sweep voltammetric determination of free chlorine in waters using Graphite Working Electrode. *j.natn.sci.foundation sriLanka*, 36(1), 25-31.

- Prasetyoningrum, S. H. 2016. Proses Pembuatan Pulping dan Bleaching dari Ampas Tebu dengan Proses Soda Menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH) dengan Alat Digester. *Skripsi*, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Racciopi , F., Daskaleros , P., Besbelli, N., Borges , A., Deraemaeker, C., Magalini, S., Vlachos , P. 1994. Household bleaches based on sodium hypochlorite: Review of acute toxicology and poison control center experience. *Food and Chemical Toxicology*, 32(9), 845-861.
- Riady, E. 2017. *Puluhan Ton Beras Berpemutih Ditemukan Satgas Lapangan Polres Blitar* . Jawa Timur: DetikNews.
- Riyanto. 2013. *Elektrokimia dan Aplikasinya* . Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Riyanto. 2014 . *Validasi dan Verifikasi metode Uji* . Yogyakarta : Deepublish .
- Robert, J., Sobkowiak, dan Sawyer , D. 1995. *Eksperimental Electrochemistry for Chemist* (2nd ed.). Canada: John Willey Inc.
- Roza , G. 2010. *The Halogen Elements: Fluorine, Chlorine, Bromine, Iodine, Astatine* (1st ed.). New York: Rosen Publishing Group.Inc.
- Saito, Y., dan Kikuchi, T. 2014. *Voltammetry: theory, types, and application*. New york: Nova Science Publisher.
- Sakti, A. I. 2018. *Analisis Klorin (Cl<sub>2</sub>) pada Beras Berpemutih di Wilayah Mojosongo surakarta dengan Titrasi Iodometri*. Surakarta: Universitas Setia Budi.
- scholz, F. 2010. *Electroanalytical Methods: Guide to Experiments and Applications* (2nd ed.). New York: Springer.
- Seymour, I., O'sullivan, B., Lovera, P., Rohan , J., dan O'riordan, A. 2020. Electrochemical Detection of Free-Chlorine in Water Samples Facilitated by in-situ pH Control Using Interdigitated Microelectrodes. *ChemRxiv*.
- Sinuhaji, D. N. 2009. Perbedaan Kandungan Klorin (Cl<sub>2</sub>) pada Beras Sebelum dan Sesudah Dimasak tahun 2009. *Skripsi*, Universitas Sumatera Utara, Fakultas Kesehatan Masyarakat, Medan.
- Sudarna , N., Idayani, S., Setiawan , D., dan Darmawan, P. O. 2019. Pemanfaatan Betadine sebagai Indikatir Uji Klorin pada Beras Berpemutih. *Balimedika* .
- Tjiptaningdyah, R., Hariyani, N., dan Handarini, K. 2017. Analisis Keamanan Pangan pada Beras Kajian dari Kandungan Klorin. *Teknoboyo*, 1(1), 1-12.
- Wang, J. 2001. *Analytical Electrochemistry second edition*. New York: John Wiley dan Sons, Inc.

Watt, S. 2002. *Chlorine*. New York: Marshall Cavendish.

Wibowo, P., Indrasari, D., dan Jumali. 2009. Identifikasi Karakteristik dan Mutu Beras di Jawa Barat. *Penelitian Pertanian Tanaman Pangan*, 28(1), 43-49.

Yude, S. A., Lestari, Y., dan Endrinaldi. 2016. Identifikasi dan Penentuan Kadar Klorin pada Beras yang Dijual di Pasar Raya Padang. *Jurnal Kesehatan Andalas*, 5(3), 653-655.

## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Prosedur pembuatan larutan kerja

#### 1.1 Pembuatan larutan elektrolit KCl 0,1 M

Larutan KCl 0,1 M dibuat dengan menimbang padatan KCl sebanyak 1,86 gram pada gelas arloji dengan ketelitian 0,001 gram kemudian dimasukkan kedalam gelas beaker 250 mL dan ditambahkan  $\pm 50$  mL akuades kemudian diaduk hingga larut. Larutan KCl kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL dan ditepatkan volumenya dengan akuades.

#### 1.2 Pembuatan larutan KNO<sub>3</sub> 0,1 M.

Larutan KNO<sub>3</sub> 0,1 M dibuat dengan menimbang padatan KNO<sub>3</sub> sebanyak 1,01 gram dalam gelas arloji kemudian dimasukkan kedalam gelas beaker 100 mL dan ditambahkan 25 mL akuades dan diaduk hingga homogen. Larutan KNO<sub>3</sub> kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditepatkan volumenya dengan akuades.

#### 1.3 Pembuatan larutan bufer fosfat pH 7.

Larutan bufer fosfat pH 7 dibuat dengan menimbang padatan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> sebanyak 1,78 gram dalam gelas arloji kemudian dimasukkan kedalam gelas beaker 50 mL dan ditambahkan 15 mL akuades dan diaduk hingga homogen. Larutan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditepatkan dengan akuades.

Padatan NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> ditimbang sebanyak 0,780 gram dalam gelas arloji kemudian dimasukkan kedalam gelas beaker 50 mL dan ditambahkan 15 mL akuades dan diaduk hingga homogen. Larutan NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> kemudian dimasukkan kedalam labu ukru 50 mL dan ditepatkan volumenya dengan akuades. 61,1 mL larutan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> dicampurkan dengan 38,9 mL larutan NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> kemudian aduk hingga homogen.

#### 1.4 Pembuatan larutan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,05 N.

Larutan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,05 N dibuat dengan menimbang 3,1023 gram padatan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dalam gelas arloji kemudian dimasukkan kedalam gelas

beaker 50 mL dan ditambahkan 25 mL akuades dan diaduk hingga homogen. Bubuk  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ditimbang sebanyak 0,1 gram dan dimasukkan kedalam larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL kemudian ditepatkan volumenya dengan akuades.

#### 1.5 Pembuatan larutan $\text{KIO}_3$ 0,1 N.

Larutan  $\text{KIO}_3$  0,1 N dibuat dengan menimbang 0,178 gram padatan  $\text{KIO}_3$  dalam gelas arloji kemudian dimasukkan kedalam gelas beaker 50 mL dan ditambahkan 15 mL akuades dan diaduk hingga homogen. Larutan tersebut kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan ditepatkan volumenya dengan akuades.

#### 1.6 Pembuatan larutan KI 10 %.

Larutan KI 10% dibuat dengan menimbang 5 gram padatan KI kemudian dilarutkan dengan 50 mL akuades dalam labu ukur 50 mL.

#### 1.7 Pembuatan larutan $\text{H}_2\text{SO}_4$ 0,2 M.

Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,2 M dibuat dengan memipet 5,5 mL larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat (97%) kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 50 mL.

#### 1.8 Pembuatan indikator amilum 0,2%.

Indikator amilum dibuat dengan menimbang 0,05 gram bubuk amilum kemudian dilarutkan dengan 25 mL akuades dalam labu ukur 25 mL. Larutan tersebut kemudian dididihkan selama beberapa menit dan didinginkan.

#### 1.9 Pembuatan larutan induk klorin 1000 mg/L.

Larutan induk klorin 1000 mg/L dibuat dengan memipet larutan  $\text{NaOCl}$  sebanyak 2,08 mL kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL dan ditepatkan volumenya dengan akuades.

#### 1.10 Pembuatan larutan standar klorin 150 mg/L.

Larutan induk  $\text{NaOCl}$  1000 mg/L dipipet sebanyak 15 mL kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditepatkan volumenya dengan akuades.

1.11 Pembuatan deret standar larutan klorin.

Deret standar klorin dibuat dengan memipet 0 mL, 1,67 mL, 4,17 mL, 8,3 mL, 12,5 mL, dan 16,67 mL larutan standar klorin 150 mg/L kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 25 mL.

## Lampiran 2. Perhitungan standarisasi natrium hipoklorit

2.1 Pembuatan 250 mL natrium tiosulfat 0,05 N

$$N = \frac{\frac{m}{BE}}{V(L)}$$

$$m = N \times V \times BE$$

$$m = 0,05 \frac{\text{grek}}{L} \times 0,25L \times \frac{248,18 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{1 \text{ mol/grek}} = 3,1023 \text{ gram}$$

2.2 Pembuatan 50 mL KIO<sub>3</sub> 0,1 N

$$N = \frac{\frac{m}{BE}}{V(L)}$$

$$m = N \times V \times BE$$

$$m = 0,1 \frac{\text{grek}}{L} \times 0,05L \times \frac{214 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{6 \text{ mol/grek}} = 0,1783 \text{ gram}$$

2.3 Pembuatan 50 mL larutan KI 10%

$$\frac{10 \text{ g}}{100\text{mL}} \times 50 \text{ mL} = 5 \text{ gram}$$

2.4 Pembuatan 50 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2 M

$$M = \frac{10 \times \rho \times X\%}{Mr} = \frac{10 \times 1,83 \times 97}{98,08} = 18,01 \text{ M}$$

$$V1 = \frac{2M \times 50\text{mL}}{18,01} = 5,5 \text{ mL}$$

2.5 Pembuatan 25 mL indikator amilum 0,2%

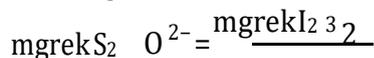
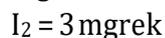
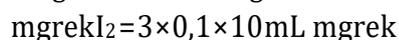
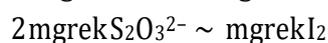
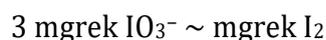
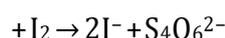
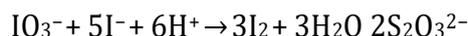
$$\frac{0,2 \text{ g}}{100\text{mL}} \times 25 \text{ mL} = 0,05 \text{ gram}$$

2.6 Standarisasi natrium tiosulfat 0,1 N

a. Data pengamatan

Pengulangan	VKIO <sub>3</sub>	Vtawal	Vtakhir	Vtotal
1	10,00	20,71	0,29	21,00
2	10,00	20,52	0,41	20,93
rata-rata	10,00			20,965

b. Reaksi



$$\text{mgrek S}_2\text{O}_3^{2-} = \frac{3 \text{ mgrek}}{2} = 1,5 \text{ mgrek}$$

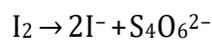
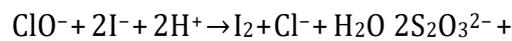
$$N \text{ S}_2\text{O}_3^{2-} = \frac{1,5 \text{ mgrek}}{20,965 \text{ mL}} = 0,0715 \text{ N}$$

## 2.7 Standarisasi NaOCl 1000 mg/L

### a. Data pengamatan

Pengulangan	VNaOCl	Vtawal	Vtakhir	Vtotal
1	10	2,21	0,5	2,71
2	10	2,32	0,49	2,81
Rata-rata	10			2,76

### b. Reaksi



$$\text{mgrek ClO}^- \sim \text{mgrek I}_2$$

$$2 \text{ mgrek S}_2\text{O}_3^{2-} \sim \text{mgrek I}_2$$

$$\text{mgrek ClO}^- \sim 2 \text{ mgrek S}_2\text{O}_3^{2-}$$

$$\text{mgrek ClO}^- = 2 \times 0,0715 \text{ N} \times 2,76 \text{ mL} = 0,3947 \text{ mgrek N ClO}^- =$$

$$0,3947 \text{ mgrek} = 0,0395 \text{ N}$$

$$C \text{ ClO}^- = 0,0395 \text{ N} \times \frac{51,5 \text{ g}}{2 \frac{\text{mol}}{\text{grek}}} = 1,0169 \frac{\text{g}}{\text{L}} = 1016 \text{ mg/L}$$

**Lampiran 3. Perhitungan pembuatan larutan elektrolit KCl 0,1 M, KNO<sub>3</sub> 0,1 M, dan bufer fosfat pH 7 0,1 M**

3.1 Pembuatan 250 mL larutan KCl 0,1 M

$$M = \frac{m}{Mr \times V (L)}$$

$$m = M \times V \times Mr$$

$$m = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 0,25 \text{L} \times 79,5 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1,9875 \text{ gram}$$

3.2 Pembuatan 100 mL larutan KNO<sub>3</sub> 0,1 M

$$M = \frac{m}{Mr \times V (L)}$$

$$m = M \times V \times Mr$$

$$m = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 0,1 \text{L} \times 101 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1,0100 \text{ gram}$$

3.3 Pembuatan 100 mL larutan bufer fosfat pH 7 0,1 M

a. Pembuatan 100 mL larutan Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 0,1 M

$$M = \frac{m}{Mr \times V (L)}$$

$$m = M \times V \times Mr$$

$$m = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 0,1 \text{L} \times 177,9894 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 1,7799 \text{ gram}$$

b. Pembuatan 50 mL larutan NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 0,1 M

$$M = \frac{m}{Mr \times V (L)}$$

$$m = M \times V \times Mr$$

$$m = 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} \times 0,05 \text{L} \times 156,0076 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 0,7800 \text{ gram}$$

**Lampiran 4. Perhitungan pembuatan larutan induk klorin 1000 mg/L dan deret standar klorin**

4.1 Pembuatan 250 mL larutan induk klorin 1000 mg/L dari larutan NaOCl 12%

$$12\% = \frac{12 \text{ g}}{100 \text{ mL}} = 120000 \text{ mg/L}$$
$$V_{1000 \text{ mg/L}} = \frac{1000 \text{ mg/L} \times 250 \text{ mL}}{120000 \text{ mg/L}} = 2,08 \text{ mL}$$

4.2 Pembuatan larutan standar klorin 150 mg/L dari larutan induk klorin 1000 mg/L

$$V_{150 \text{ mg/L}} = \frac{150 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{1000 \text{ mg/L}} = 15 \text{ mL}$$

4.3 Pembuatan larutan standar klorin 10 mg/L, 25 mg/L, 50 mg/L, 75 mg/L, dan 100 mg/L dari larutan standar 150 mg/L.

$$V_{100 \text{ mg/L}} = \frac{100 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{150 \text{ mg/L}} = 16,67 \text{ mL}$$

$$V_{75 \text{ mg/L}} = \frac{75 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{150 \text{ mg/L}} = 12,50 \text{ mL}$$

$$V_{50 \text{ mg/L}} = \frac{50 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{150 \text{ mg/L}} = 8,33 \text{ mL}$$

$$V_{25 \text{ mg/L}} = \frac{25 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{150 \text{ mg/L}} = 4,17 \text{ mL}$$

$$V_{10 \text{ mg/L}} = \frac{10 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{150 \text{ mg/L}} = 1,67 \text{ mL}$$

### Lampiran 5. Perhitungan presisi (%RSD)

No	Current (Yi)	konsentrasi (Xi)	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$
1.	-1,98E-05	1,00E+02	-2,60E-01	6,75E-02
2.	-1,99E-05	1,01E+02	5,92E-01	3,50E-01
3.	-2,00E-05	1,01E+02	1,08E+00	1,17E+00
4.	-1,93E-05	9,73E+01	-3,03E+00	9,20E+00
5.	-1,98E-05	9,98E+01	-5,32E-01	2,83E-01
6.	-2,02E-05	1,02E+02	2,15E+00	4,63E+00
			$\bar{X} = 1,00E+02$	$\Sigma = 1,57E+01$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{1,57E+01}{5}} = 1,7717 \text{ mg/L}$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% = \frac{1,7717 \text{ mg/L}}{1,00E+02 \text{ mg/L}} = 1,77\%$$

$$KV \text{ horwitz} = 2^{1-0,5 \log C} = 2^{1-0,5 \log 100 \times 10^{-6}} = 8,00\%$$

## Lampiran 6. Perhitungan akurasi

6.1 Perhitungan konsentrasi teoritis spike 2 mL dari larutan induk 1000 mg/L

$$C_{\text{spike}} = \frac{1000 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 2 \text{ mL}}{27 \text{ mL}} = 74,0741 \text{ mg/L}$$

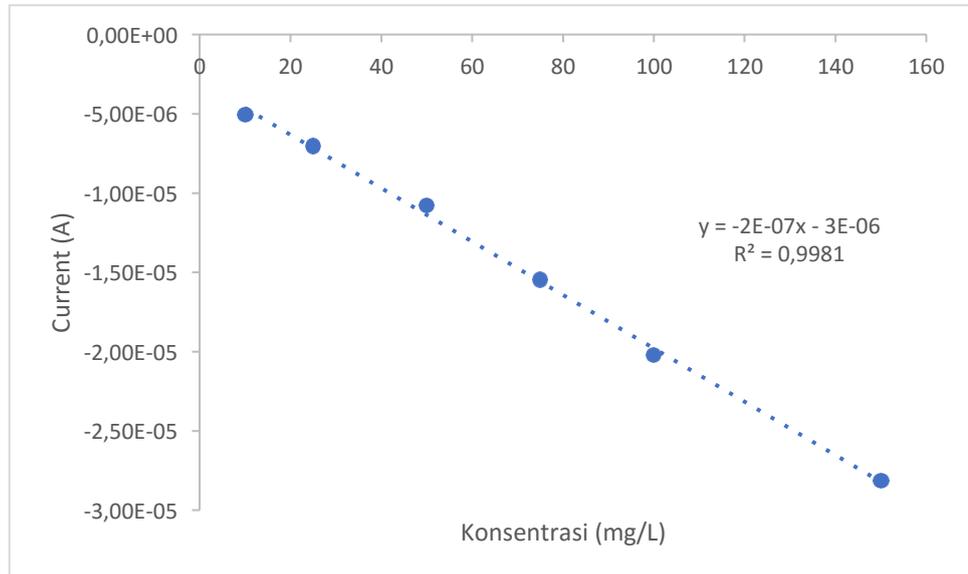
No	Keterangan	Current (A)	Konsentrasi (mg/L)
1.	Sampel	-1,03E-05	4,35E+01
2.	Sampel + spike	-2,13E-05	1,09E+02
3.	Spike	-	74,0741

$$\% \text{recovery} = \frac{C_2 - C_1}{C_3} \times 100\% = \frac{109 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 43,5 \text{ mg/L}}{74,0741 \text{ mg/L}} \times 100 = 88,19\%$$

Type equation here.

## Lampiran 7. Perhitungan LOD dan LOQ

### 7.1 Kurva kalibrasi



### 7.2 Perhitungan absorbansi teoritis

No	Konsentrasi (X)	Arus (Y)	Y'	Y - Y'	(Y - Y') <sup>2</sup>
1.	10	-5,06E-06	-4,638E-06	-4,22E-07	1,78E-13
2.	25	-7,05E-06	-7,164E-06	1,17E-07	1,37E-14
3.	50	-1,08E-05	-1,137E-05	5,76E-07	3,32E-13
4.	75	-1,55E-05	-1,558E-05	1,01E-07	1,01E-14
5.	100	-2,02E-05	-1,979E-05	-4,14E-07	1,72E-13
6.	150	-2,82E-05	-2,821E-05	4,25E-08	1,80E-15
					$\Sigma = 7,07E-13$

$$S_y / x = \sqrt{\frac{\sum(Y - Y')^2}{n - 2}} = \sqrt{\frac{7,07E - 13}{4}} = 4,2031E - 07 \text{ mg/L}$$

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{slope}} = \frac{3 \times 4,2031E - 07}{-1,6837E - 07} = -7,4889 \text{ mg/L}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{slope}} = \frac{10 \times 4,2031E - 07}{-1,6837E - 07} = -24,9631 \text{ mg/L}$$

### Lampiran 8. Perhitungan kadar klorin dalam sampel

Sampel	Massa sampel	Arus sampel (Y)
1	20,0002	-1,03E-05
2	20,0003	-1,03E-05

$$Y = ax + b$$

$$Y = -1,6837E - 07x - 2,95427E - 06$$

$$x_1 = \frac{Y-b}{a} = \frac{-1,03E-05 - (-2,95427E-06)}{-1,6837E - 07} = 43,5173$$

$$x_2 = \frac{Y-b}{a} = \frac{-1,03E-05 - (-2,95427E-06)}{-1,6837E - 07} = 43,5173$$

$$\%RPD = \frac{x_1 - x_2}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{43,5173 - 43,5173}{43,5173} \times 100\% = 0\%$$

## Lampiran 9. Perhitungan ketidakpastian pengukuran

### 9.1 Ketidakpastian kurva kalibrasi

No	Konsentrasi (Ci)	Arus (Y)	Ci- Cirata-rata	(Ci- Cirata-rata) <sup>2</sup>
.1.	10	-5,06E-06	-5,83E+01	3,40E+03
2.	25	-7,05E-06	-4,33E+01	1,88E+03
3.	50	-1,08E-05	-1,83E+01	3,36E+02
4.	75	-1,55E-05	6,67E+00	4,44E+01
5.	100	-2,02E-05	3,17E+01	1,00E+03
6.	150	-2,82E-05	8,17E+01	6,67E+03
	$\bar{C} = 68,3333$	$\bar{Y} = -1,446E-05$		

$$\text{slope} = -1,6837E - 07$$

$$S_{\frac{y}{x}} = 4,2031E-07 \text{ mg/L}$$

$$y_{\text{sampel}} = -1,03E-05$$

$$\mu(Cx) = \frac{S_{\frac{y}{x}}}{\text{slope}} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(y_{\text{sampel}} - y_{\text{standar}})^2}{(\text{Slope})^2 \sum (C_i - \bar{C})^2}}$$

$$\mu(Cx) = \frac{4,2031E - 07 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}{-1,6837E-07} \sqrt{\frac{1}{6} + \frac{1}{2} + \frac{(-1,03E - 05 - (-1,446E - 05))^2}{(-1,6837E - 07)^2 \times \sum (1,33E + 04)^2}}$$

$$\mu(Cx) = -2,1077 \text{ mg/L}$$

### 9.2 Ketidakpastian volume sampel

#### a. Pipet ukur 10 mL

$$\mu_{\text{kal}} = \frac{Q_u}{k} = \frac{0,05}{\sqrt{3}} = 0,0289 \text{ mL}$$

$$\mu_{\text{ET}} = \frac{V \times \Delta T \times \alpha}{k} = \frac{10 \text{ mL} \times (27 - 20)^\circ\text{C} \times 0,00021}{\sqrt{3}} = 0,0085 \text{ mL}$$

$$\mu_{\text{c(p)}} = \sqrt{\mu_{\text{kal}}^2 + \mu_{\text{ET}}^2} = \sqrt{(0,0289)^2 + (0,0085)^2} = 0,0301 \text{ mL}$$

#### b. Labu ukur 25 mL

$$\mu_{\text{kal}} = \frac{Q_u}{k} = \frac{0,04}{\sqrt{3}} = 0,0231 \text{ mL}$$

$$\mu_{\text{ET}} = \frac{V \times \Delta T \times \alpha}{k} = \frac{25 \text{ mL} \times (27 - 20)^\circ\text{C} \times 0,00021}{\sqrt{3}} = 0,0212 \text{ mL}$$

$$\mu_{\text{c(p)}} = \sqrt{\mu_{\text{kal}}^2 + \mu_{\text{ET}}^2} = \sqrt{(0,0231)^2 + (0,0212)^2} = 0,0314 \text{ mL}$$

### 9.3 Ketidakpastian massa sampel

$$\mu_{\text{kal}} = \frac{Q_u}{k} = \frac{0,001}{\sqrt{3}} = 5,77 \times 10^{-5} \text{ gram}$$

$$\mu_{c(m)} = \sqrt{2} \times \mu_{kal} = \sqrt{2} \times 5,77 \times 10^{-5} = 8,16 \times 10^{-5} \text{ gram}$$

#### 9.4 Ketidakpastian gabungan

$$\mu_{C(Cl)} = \sqrt{\left(\frac{\mu_{cx}}{C_X}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{c(p10)}}{Vp}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{c(l25)}}{Vl}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{c(m)}}{m}\right)^2}$$

$$\mu_{C(Cl)} = \sqrt{\left(\frac{-2,1077}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,0301}{43,5173}\right)^2 + \left(\frac{0,0314}{25}\right)^2 + \left(\frac{8,16 \times 10^{-5}}{20,00025}\right)^2}$$

$$\mu_{C(Cl)} = 2,11 \text{ mg/L}$$

#### 9.5 Ketidakpastian diperluas

$$\mu = \mu_{C(Cl)} \times 2 = 4,22 \text{ mg/L}$$