



**OPTIMASI PARAMETER TEKNIK *SQUARE WAVE*  
VOLTAMMETRY DENGAN ELEKTRODA GRAFIT PENSIL  
DAN PENERAPANNYA PADA ANALISIS KLOORIN BEBAS  
DALAM AIR CUCIAN BERAS BERPEMUTIH**

**SKRIPSI**

Oleh  
**Fenly Arismaya**  
**NIM 121810301066**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2018**



**OPTIMASI PARAMETER TEKNIK *SQUARE WAVE*  
VOLTAMMETRY DENGAN ELEKTRODA GRAFIT PENSIL  
DAN PENERAPANNYA PADA ANALISIS KLORIN BEBAS  
DALAM AIR CUCIAN BERAS BERPEMUTIH**

**SKRIPSI**

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat  
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)  
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh  
**Fenly Arismaya**  
**NIM 121810301066**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2018**

## PERSEMBAHAN

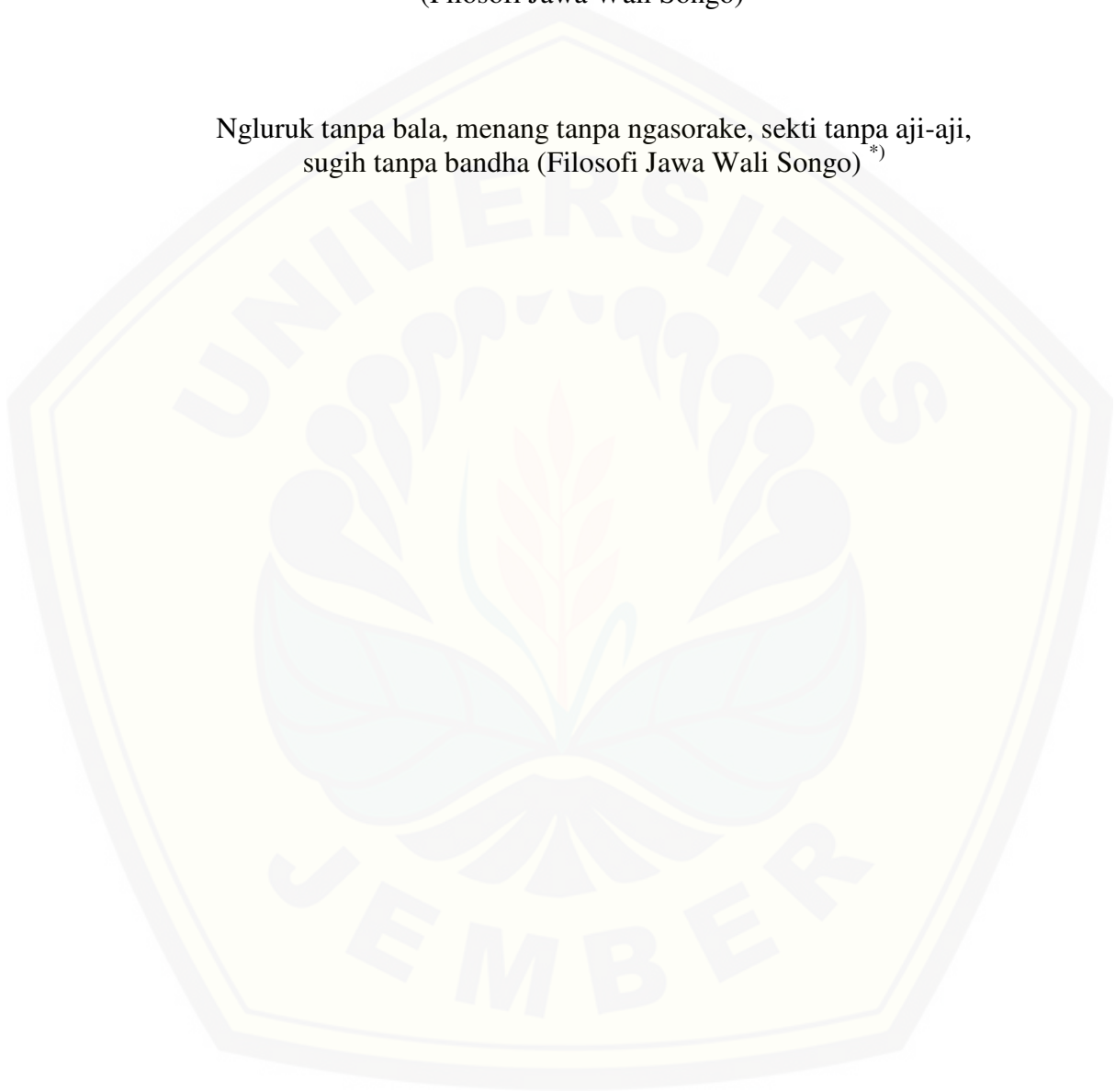
Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Orang tua tercinta, Drs. Dwikora Nusantara dan Ir. Ira Poespitawati;
2. anggota keluargaku tersayang budhe Dra. Any Widayati, M.pd, dan kakek H. Soedayat;
3. guru-guruku sejak taman kanak-kanak hingga di perguruan tinggi;
4. Almamater Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
5. sahabat-sahabatku dari Sekolah Dasar hingga Perguruan Tinggi;
6. teman-teman di KIMIA 2012 (Lanthanida);
7. kawan seperjuangan dalam menyelesaikan skripsi di Laboratorium Kimia Analitik;

**MOTO**

Memayu Hayuning Bawana, ambrasta dur hangkara  
(Filosofi Jawa Wali Songo)<sup>\*)</sup>

Ngluruk tanpa bala, menang tanpa ngasorake, sekti tanpa aji-aji,  
sugih tanpa bandha (Filosofi Jawa Wali Songo)<sup>\*)</sup>



---

<sup>\*)</sup> Inayah, N & Umar, F. 2016. *Hijab Hati*. Jakarta: PT. Elex Media Komputindo.

**PERYATAAN**

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Fenly Arismaya

NIM : 121810301066

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “Optimasi Parameter Teknik *Square Wave Voltammetry* degan Elektroda Grafit Pensil dan Penerapannya pada Analisis Klorin Bebas dalam Air Cucian Beras Berpemutih” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, setra bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapatkan sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 7 Mei 2018

Yang menyatakan,



Fenly Arismaya

NIM 121810301066

**SKRIPSI**

**OPTIMASI PARAMETER TEKNIK *SQUARE WAVE*  
*VOLTAMMETRY* DENGAN ELEKTRODA GRAFIT PENSIL  
DAN PENERAPANNYA PADA ANALISIS KLOORIN BEBAS  
DALAM AIR CUCIAN BERAS BERPEMUTIH**

Oleh

Fenly Arismaya

NIM 121810301066

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D.

Dosen Pembimbing Anggota : Asnawati S.Si., M.Si.



PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Optimasi Parameter Teknik *Square Wave Voltammetry* dengan Elektroda Grafit Pensil dan Penerapannya pada Analisis Klorin Bebas dalam Air Cucian Beras Berpemutih” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada :

hari, tanggal : SELASA 03 JUL 2018

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Tim Penguji;

Ketua,

Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D  
NIP. 196605291993031003

Anggota I,

Asnawati, S.Si., M.Si  
NIP. 196808141999032001

Anggota II,

Drs. Zulfikar, Ph.D  
NIP. 196310121987021001

Anggota III,

Yudi Aris Sulistio, S.Si., M.Si  
NIP. 198809242014041001

Mengesahkan  
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan,



Drs. Sujito, Ph.D

NIP. 19610204198711101

## RINGKASAN

**Optimasi Parameter Teknik *Square Wave Voltammetry* dengan Elektroda Grafit Pensil dan Penerapannya pada Analisis Klorin Bebas dalam Air Cucian Beras Berpemutih;** Fenly Arismaya, 121810301066; 2018; 80 halaman; Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Bahan Tambahan Pangan (BTP) atau zat aditif seringkali ditambahkan kedalam beberapa bahan makanan vital, salah satunya pada bahan makanan pokok beras. Zat aditif yang biasanya ditambahkan pada beras adalah zat pemutih berupa senyawa klorin, dan paling sering digunakan adalah Sodium hipoklorit ( $\text{NaOCl}$ ). Senyawa ini dapat larut dan terbawa dalam air ketika beras tersebut dicuci, sehingga menimbulkan potensi bahaya bagi pencemaran ekosistem air. Klorin yang masih tertinggal dalam beras juga dapat berbahaya bagi kesehatan manusia ketika dikonsumsi. Maka sangat diperlukan upaya deteksi analisis klorin dalam pemutih beras guna meningkatkan ketahanan pangan nasional di Indonesia, salah satunya dengan mengembangkan metode *Square Wave Voltammetry* untuk analisis klorin.

Penelitian ini melakukan tiga optimasi parameter dari teknik *Square Wave Voltammetry*, yaitu konsentrasi larutan elektrolit, pH, dan *sampling time*. Teknik *Square Wave Voltammetry* yang telah dioptimasi parameternya ini diaplikasikan dalam analisis klorin bebas dalam beras berpemutih. Variasi konsentrasi larutan elektrolit yang diterapkan yakni (0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25) M. Variasi pH yang diterapkan yaitu pada pH basa, meliputi (7, 8, 9, 10, 11, dan 12). Variasi *sampling time* yang diterapkan adalah (5, 10, 15, dan 20) milisekon. Karakterisasi metode kerja teknik *Square Wave Voltammetry* yang dilakukan meliputi linieritas, presisi, dan limit deteksi.

Hasil optimum ditunjukkan berdasarkan pada kenaikan puncak arus yang signifikan dan bentuk puncak voltamogram yang tegas dan jelas. Konsentrasi larutan elektrolit yang optimum adalah pada konsentrasi 0,15 M, karena menghasilkan kenaikan puncak arus yang signifikan. Puncak arus yang kenaikannya signifikan menunjukkan jumlah analit  $\text{OCI}^-$  meningkat pesat pada kondisi konsentrasi 0,15 M. Hasil pH optimum diperoleh pada pH 9, karena



menghasilkan kenaikan puncak arus yang signifikan dan puncak voltamogram yang dihasilkan jelas. Nilai pH mempengaruhi pembentukan puncak arus karena pengkondisian pH ini berkaitan dengan kesetimbangan reaksi yang terjadi pada analit  $\text{OCl}^-$  dalam larutan. Nilai pH yang semakin basa menyebabkan peningkatan disosiasi senyawa  $\text{NaOCl}$  menjadi  $\text{OCl}^-$  semakin banyak, sehingga menyebabkan jumlah  $\text{OCl}^-$  yang teroksidasi semakin meningkat. Hasil *sampling time* optimum diperoleh pada kondisi 10 milisekon, karena menghasilkan kenaikan puncak arus yang signifikan dan puncak voltamogram yang dihasilkan tegas dan jelas. Pengkondisian *sampling time* mempengaruhi kecepatan penyapuan arus dan pembentukan puncak voltamogram yang dihasilkan. Nilai *sampling time* yang makin besar menunjukkan waktu penyapuan arus yang semakin lama. Waktu *sampling time* yang terlalu lama menyebabkan puncak voltamogram bisa menjadi landai, sedangkan jika *sampling time* yang terlalu singkat juga menyebabkan pergeseran puncak dan menghasilkan puncak arus yang kecil.

Hasil karakterisasi metode kerja teknik *Square Wave Voltammetry* ini menunjukkan linieritas yang baik yaitu 0,9885, sehingga metode ini dapat diterima. Limit deteksi ion hipoklorit ( $\text{OCl}^-$ ) yaitu 9,563 ppm. Nilai koefisien variasi yaitu 4,09%, sehingga metode ini memiliki tingkat presisi (ketelitian) yang cukup baik. Teknik *Square Wave Voltammetry* yang telah dioptimasi ini dapat digunakan untuk analisis klorin bebas dalam sampel beras berpemutih. Konsentrasi  $\text{OCl}^-$  yang terdapat pada beras berpemutih yang terdeteksi menggunakan teknik *Square Wave Voltammetry* ini sebesar 30,125 ppm dan hasil puncak potensial spesifik untuk analit  $\text{OCl}^-$  adalah +1,173 V.

## PRAKATA

Puji syukur atas segala rahmat dan karunia yang dilimpahkan Allah SWT, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi berjudul “Optimasi Parameter Teknik *Square Wave Voltammetry* dengan Elektroda Grafit Pensil dan Penerapannya pada Analisis Klorin Bebas dalam Air Cucian Beras Berpemutih”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

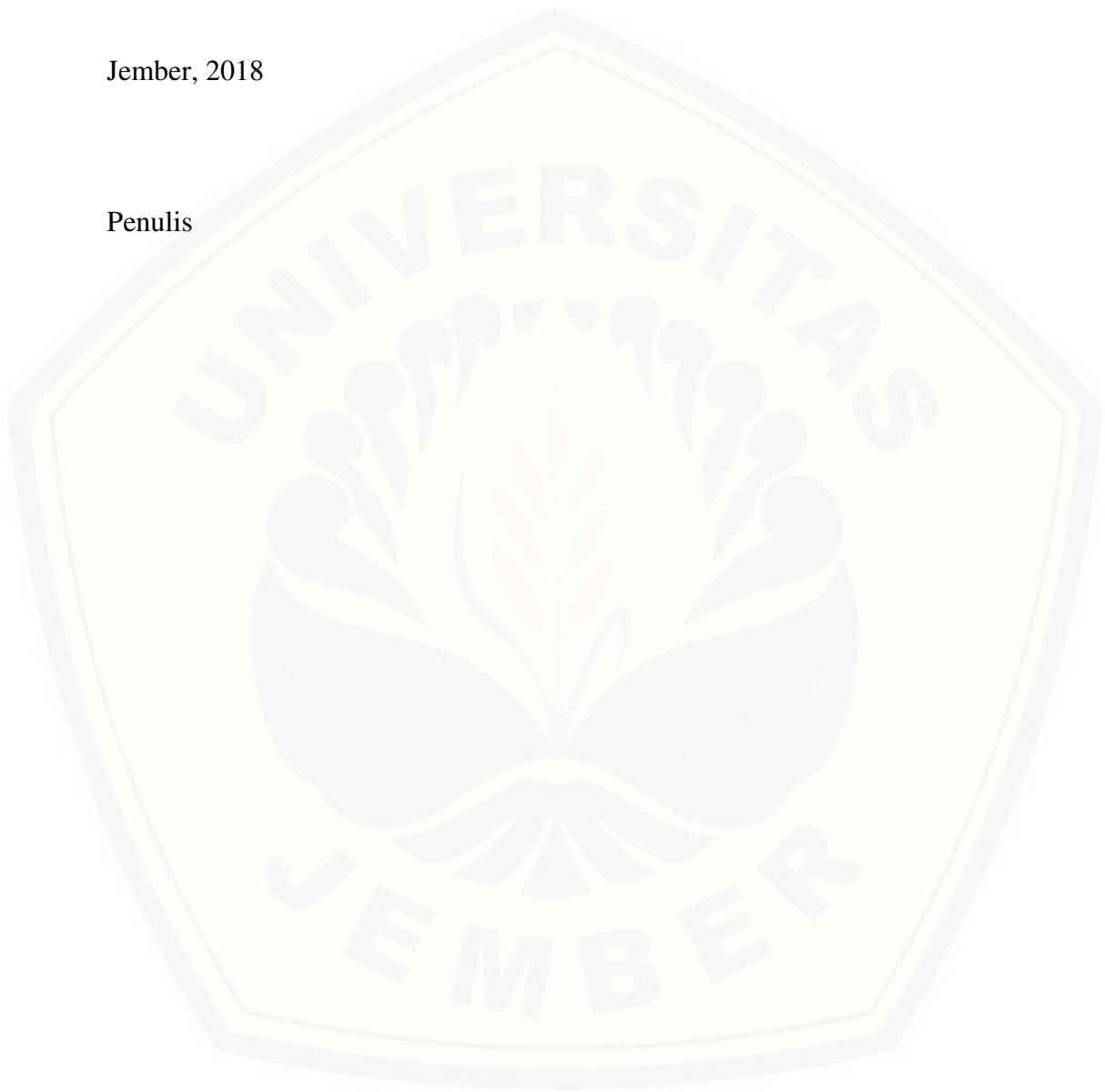
Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan terimakasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember, serta selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing penulis selama menjadi mahasiswa;
3. Asnawati, S.Si, M.Si., selaku ketua Laboratorium Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
4. Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D, selaku Dosen Pembimbing Utama dan Asnawati S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, dan perhatian dalam penulisan skripsi ini;
5. Drs. Zulfikar, Ph.D, selaku Dosen Penguji I, dan Yudi Aris Sulisty, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya untuk menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
6. segenap dosen pengajar Fakultas MIPA, terutama dosen-dosen Jurusan Kimia Universitas Jember yang telah memberikan banyak ilmu dan pengetahuan;
7. segenap para teknisi laboratorium Jurusan Kimia Universitas Jember yang telah memberikan banyak bantuan dalam kelancaran penelitian;
8. semua pihak yang telah membantu yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, 2018

Penulis



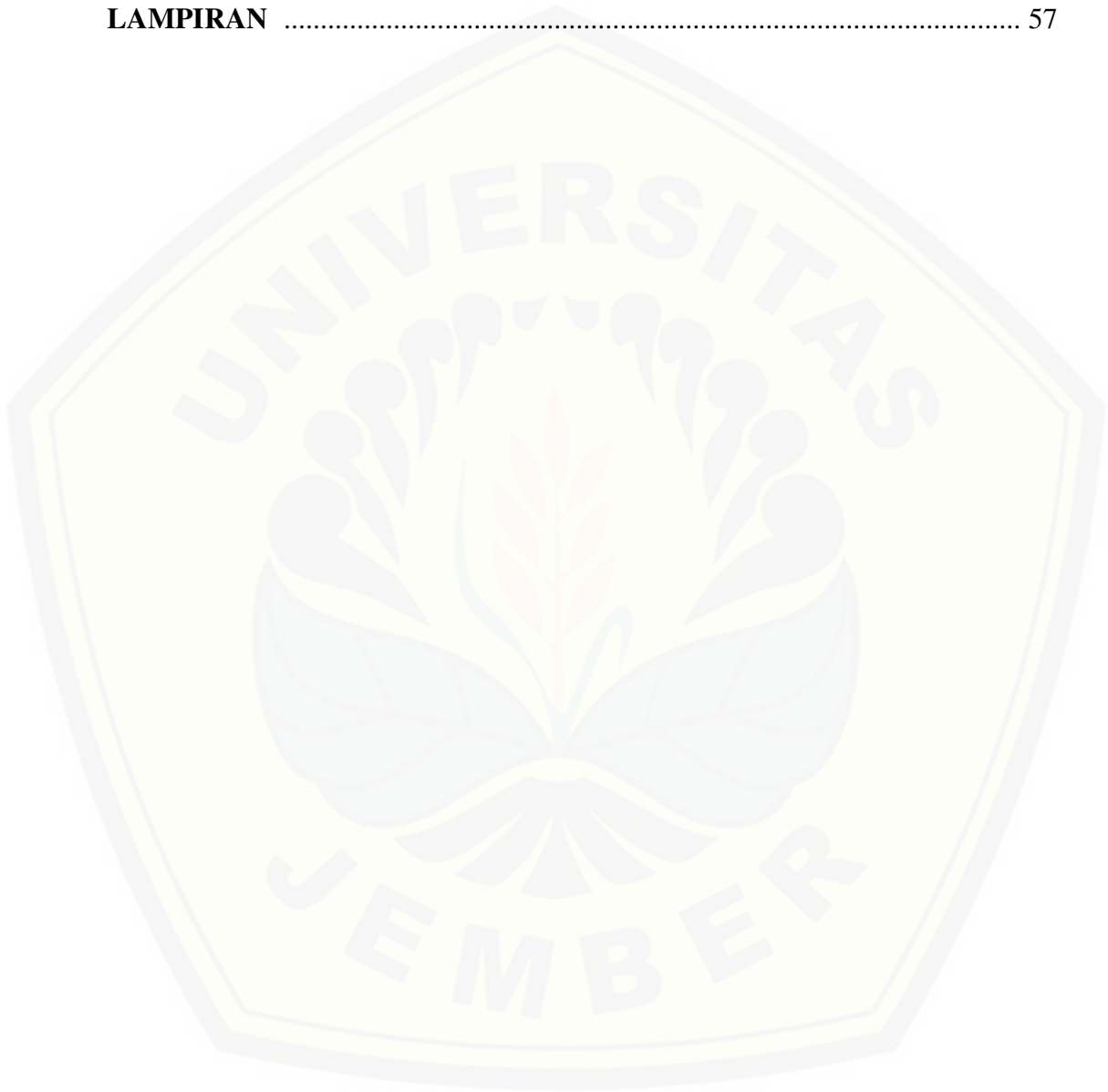
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	ii
HALAMAN MOTO .....	iii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iv
HALAMAN PEMBIMBING .....	v
HALAMAN PENGESAHAN .....	vi
RINGKASAN .....	vii
PRAKATA .....	viii
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR TABEL .....	xii
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiv
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
<b>1.1 LatarBelakang</b> .....	<b>1</b>
<b>1.2 Rumusan Masalah</b> .....	<b>4</b>
<b>1.3 Batasan Masalah</b> .....	<b>4</b>
<b>1.4 Tujuan Penelitian</b> .....	<b>4</b>
<b>1.5 Manfaat Penelitian</b> .....	<b>4</b>
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
<b>2.1 Beras</b> .....	<b>5</b>
<b>2.2 Zat Aditif</b> .....	<b>6</b>
<b>2.3 Sodium hipoklorit</b> .....	<b>7</b>
<b>2.4 Klorin</b> .....	<b>9</b>
<b>2.5 Elektroanalisis</b> .....	<b>11</b>
<b>2.6 Voltammetri</b> .....	<b>13</b>
<b>2.7 Square Wave Voltammetry</b> .....	<b>20</b>
<b>2.8 Titrasi Iodometri</b> .....	<b>22</b>

<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	24
<b>3.1 Waktu dan Tempat</b> .....	24
<b>3.2 Alat dan Bahan</b> .....	24
3.2.1 Alat .....	24
3.2.1 Bahan .....	24
<b>3.3 Diagram Alir Penelitian</b> .....	25
<b>3.4 Prosedur Penelitian</b> .....	27
3.4.1 Preparasi Alat dan Bahan .....	27
3.4.2 Pembuatan Larutan .....	28
3.4.3 Uji Metode Reaksi Warna .....	29
3.4.4 Standarisasi Larutan Sodium hipoklorit .....	30
3.4.5 Optimasi Parameter Teknik <i>Square Wave</i> <i>Voltammetry</i> .....	30
3.4.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	31
3.4.7 Karakterisasi Metode Kerja .....	31
3.4.8 Penentuan kadar klorin bebas dalam air cucian beras Berpemutih dengan Teknik <i>Square Wave Voltammetry</i> .....	33
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	36
<b>4.1 Standarisasi Larutan Standar Sodium hipoklorit dengan</b> <b>    Titration Iodometri</b> .....	36
<b>4.2 Optimasi Parameter Teknik <i>Square-wave Voltammetry</i></b> .....	36
4.2.1 Optimasi Konsentrasi Larutan Elektrolit .....	38
4.2.2 Optimasi pH .....	40
4.2.3 Optimasi <i>Sampling Time</i> .....	42
<b>4.3 Karakterisasi Metode Kerja</b> .....	45
<b>4.4 Analisis Kualitatif Klorin Bebas dalam Air Cucian Beras</b> <b>    Berpemutih dengan Uji Metode Reaksi Warna</b> .....	48
<b>4.5 Aplikasi Penentuan Klorin Bebas dengan Teknik <i>Square Wave</i></b> <b>    <i>Voltammetry</i></b> .....	49



<b>BAB 5. PENUTUP</b> .....	51
<b>5.1 Kesimpulan</b> .....	51
<b>5.2 Saran</b> .....	51
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	52
<b>LAMPIRAN</b> .....	57



**DAFTAR TABEL**

	Halaman
2.1 Ciri-ciri beras berpemutih dan tanpa pemutih .....	6
2.2 Teknik-teknik voltammetri dan bentuk sinyal yang dihasilkan .....	19



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Sel Voltammetri .....	16
2.2 Elektroda Referensi Ag/AgCl dan Elektroda Calomel .....	18
2.3 Pemberian Sinyal pada Teknik <i>Square Wave Voltammetry</i> .....	21
4.1 Hasil Scanning elektroda Grafit Pensil 2B dalam larutan KNO <sub>3</sub> 0,1 M sebanyak 15 kali siklik .....	37
4.2 Voltamogram profil arus dalam tegangan pada optimasi konsentrasi larutan elektrolit KNO <sub>3</sub> pada larutan standar NaOCl 68,92 ppm dengan kondisi pH 9 .....	38
4.3 Grafik perubahan Konsentrasi Larutan Elektrolit KNO <sub>3</sub> terhadap perubahan puncak arus .....	39
4.4 Voltamogram profil arus dalam tegangan pada optimasi pH pada larutan standar NaOCl 68,92 ppm dengan kondisi pH 9 .....	40
4.5 Perubahan pH terhadap perubahan puncak arus .....	41
4.6 Voltamogram profil arus dalam tegangan pada optimasi <i>sampling time</i> pada larutan standar NaOCl 68,92 ppm dengan kondisi pH 9 .....	43
4.7 Grafik Perubahan <i>sampling time</i> terhadap perubahan puncak arus .....	44
4.8 Hasil voltamogram kalibrasi larutan standar OCl <sup>-</sup> pada konsentrasi 0, 13,78; 27,56; 40,35; 55,13; 68,92 ppm .....	45
4.9 Kurva kalibrasi larutan standar OCl <sup>-</sup> .....	46
4.10 Grafik nilai persen Koefisien Variasi (KV) yang diperoleh dari lima konsentrasi larutan standar pada kurva kalibrasi .....	47
4.11 Penampakan beras (a) sebelum (b) sesudah pelapisan dengan zat pemutih NaOCl .....	49
4.12 Hasil pengukuran OCl <sup>-</sup> pada sampel air cucian beras berpemutih yang dibandingkan dengan dengan kurva kaliberasi larutan standar OCl <sup>-</sup> .....	50

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan untuk Titrasi Iodometri .....	57
Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan Sodium hipoklorit (NaOCl) .....	59
2.1 Pembuatan Larutan Induk Sodium hipoklorit 1000 ppm .....	59
2.2 Pengenceran Larutan Standar Sodium hipoklorit .....	60
Lampiran 3. Perhitungan Standarisasi Thiosulfat dan Larutan Standar	
Sodium hipoklorit .....	61
3.1 Perhitungan Standarisasi Thiosulfat .....	61
3.2 Perhitungan Standarisasi Larutan Induk Sodium hipoklorit	
1000 ppm .....	61
Lampiran 4. Data Optimasi Parameter Teknik <i>Square Wave Voltammetry</i> .....	63
4.1 Optimasi Konsentrasi Elektrolit KNO <sub>3</sub> .....	63
4.1.1 Hasil Voltamogram Optimasi Konsentrasi Elektrolit	
KNO <sub>3</sub> .....	63
4.1.2 Data Optimasi Konsentrasi Elektrolit KNO <sub>3</sub> .....	63
4.2 Optimasi pH .....	67
4.2.1 Hasil Voltamogram Optimasi pH .....	67
4.2.2 Data Optimasi pH .....	67
4.3 Optimasi <i>Sampling time</i> .....	71
4.3.1 Hasil Voltamogram Optimasi <i>Sampling time</i> .....	71
4.3.2 Data Optimasi <i>Sampling time</i> .....	71
Lampiran 5. Perhitungan Penentuan Konsentrasi OCl <sup>-</sup> pada Sampel	
Air Cucian Beras Berpemutih .....	76
Lampiran 6. Perhitungan Faktor Pengenceran (FP) .....	78
Lampiran 7. Perhitungan Karakterisasi Metode Kerja .....	79
7.1 Penentuan Limit Deteksi (LOD) dari Kurva Kalibrasi .....	79
7.2 Penentuan Presisi .....	80

## BAB 1. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Bahan Tambahan Pangan (BTP) kerap digunakan sebagai bahan kimia yang dengan sengaja ditambahkan kedalam bahan-bahan makanan dengan tujuan meningkatkan mutu, gizi, rasa, penampilan, dan nilai jualnya. Bahan tambahan ini biasa disebut dengan zat aditif. Zat aditif saat ini telah banyak dijual bebas di pasaran dengan harga yang terjangkau. Jenis-jenis zat aditif yang seringkali ditambahkan pada makanan maupun bahan pangan diantaranya meliputi zat pewarna, penguat rasa, pemanis, penyedap, penggumpal, pengemulsi, pengawet, anti lengket, serta antioksidan (Arisman, 2008).

Penambahan zat aditif dalam bahan makanan ini juga seringkali diterapkan pada bahan-bahan makanan yang vital, salah satunya pada beras. Zat aditif yang biasanya digunakan untuk beras ini adalah zat pemutih yang berupa senyawa Klorin. Beras yang diberi zat pemutih akan nampak kelihatan putih dan bersih, sehingga masyarakat lebih tertarik untuk membeli. Senyawa kimia pada pemutih beras yang paling umum digunakan diantaranya adalah bubuk kaporit ( $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ ) dan Sodium hipoklorit ( $\text{NaOCl}$ ) karena mudah dijumpai di pasaran. Penambahan zat pemutih pada beras biasanya dilakukan pada tahap pengolahan beras, yaitu di tahap penggilingan beras dengan cara penyemprotan (Ado, 2007 “dalam” Nurnawati, 2007).

Zat pemutih berupa Sodium hipoklorit dapat larut dalam air ketika beras dicuci, sehingga mencemari lingkungan ekosistem perairan karena senyawa Klorin ini dapat bereaksi membentuk senyawa organoklorin (pestisida) yang sifatnya beracun (Hasan, 2006). Senyawa Klorin yang terbebas dari akumulasi permukaan beras ini disebut Klorin bebas. Senyawa Klorin ini juga memungkinkan dapat terakumulasi pada beras yang dikonsumsi, dan tentu senyawa Klorin ini akan berbahaya bagi kesehatan jika termakan oleh manusia setiap hari. Senyawa Klorin untuk pemutih beras nyatanya memberikan dampak negatif bagi kesehatan manusia maupun bagi lingkungan, sehingga pemerintah



mengeluarkan Peraturan Menteri Kesehatan RI No. 722 tahun 1988 tentang bahan tambahan pangan dan Peraturan Menteri Pertanian No. 32 tahun 2007 yang menyebutkan bahwa Klorin tercatat sebagai salah satu bahan kimia berbahaya untuk pemutih beras sehingga penggunaan Klorin ini dilarang oleh Negara. Maka sangat diperlukan suatu upaya deteksi analisis Klorin dalam pemutih beras guna meningkatkan ketahanan pangan nasional di Indonesia.

Metode analisis kuantitatif yang pernah digunakan untuk analisis Klorin yang kerap digunakan yaitu metode kolorimetri DPD dan iodometri (Harp, 2002). Kedua metode ini namun memiliki kekurangan, yaitu kurang teliti sebab reaksi antar pereaksi kurang spesifik, membutuhkan volume sampel yang banyak, dan responnya lambat (Imamkhasani, 1993). Reagen DPD yang digunakan pada metode ini juga bersifat toksik bagi lingkungan (Kodera *et al.*, 2004). Analisis kuantitatif elektrokimia mulai mendapat banyak perhatian para peneliti untuk deteksi Klorin bebas karena memiliki metode yang cepat, peralatan yang digunakan terjangkau, dan terbebas dari penggunaan reagen yang membahayakan lingkungan (Heller, 1946 “dalam” Kodera *et al.*, 2004).

Voltammetri merupakan salah satu dari bagian analisis elektrokimia yang kerap digunakan dalam penentuan analit pada sampel organik maupun anorganik. Teknik voltammetri sendiri memiliki beberapa keunggulan, yakni mempunyai sensitivitas yang tinggi, limit deteksi rendah, dan mempunyai daerah linier yang lebar (Ensafi, 2001 “dalam” Rofiansah, 2016). Teknik *square-wave voltammetry* merupakan salah satu jenis teknik voltammetri yang dikenal memiliki tingkat sensitivitas yang paling tinggi diantara teknik *voltammetry* lainnya (Scholz, 2010). Teknik ini dapat menurunkan limit deteksi hingga  $1\mu\text{g/L}$ , sehingga sensitivitasnya juga cukup tinggi (Wang, 2000). Pemilihan teknik *Square-wave voltammetry* ini harapannya dapat diterapkan sebagai teknik yang baik untuk analisis Klorin bebas dalam air cucian beras berpemutih dalam penelitian ini. Analisis *Square Wave Voltammetry* juga membutuhkan hal-hal yang perlu dikaji yaitu pengaturan parameter untuk meningkatkan performa metode kerja dari teknik ini. Parameter penting yang dioptimasi pada penelitian ini meliputi konsentrasi larutan elektrolit, pH, dan *sampling time*.

Analisis voltametri menggunakan tiga buah sel elektroda yang terdiri elektroda kerja (*Working electrode/WE*), elektroda referensi (*Reference electrode/RE*), dan elektroda bantu (*Auxiliary electrode* atau *Counter electrode/CE*). Elektroda kerja yang digunakan umumnya berupa alaktroda padat, salah satu contohnya yaitu karbon. Karbon adalah salah satu unsur kimia bukan logam yang memiliki dua bentuk alotrop stabil, yaitu intan dan grafit. Grafit sendiri merupakan bahan yang dinilai paling ekonomis karena harganya yang murah, mudah diperoleh, rentang potensial oksidasinya lebar, memiliki keunggulan pula seperti arus *background* yang rendah dan bersifat inert sehingga tidak mudah tereduksi maupun teroksidasi (Wang, 2001). Atas dasar hal tersebut maka elektroda kerja berbahan grafit digunakan dalam analisis Klorin bebas pada penelitian ini.

## 1.2 Rumusan masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan sebelumnya, maka timbul suatu permasalahan yang perlu diteliti dalam penelitian kali ini, antara lain sebagai berikut :

1. Berapa konsentrasi larutan elektrolit, pH, dan *sampling time* yang paling baik untuk analisis Klorin bebas dengan teknik *Square Wave Voltammetry*?
2. Bagaimana karakterisasi kerja (linieritas, limit deteksi, presisi) dari elektroda grafit pensil pada teknik *Square Wave Voltammetry* dan penerapannya untuk analisis Klorin bebas pada air cucian beras berpemutih?

## 1.3 Batasan Masalah

1. Proses elektroanalisis dilakukan tanpa optimasi suhu. Suhu diterapkan pada suhu ruang ( $\pm 29^{\circ}\text{C}$ ).

## 1.4 Tujuan Penelitian

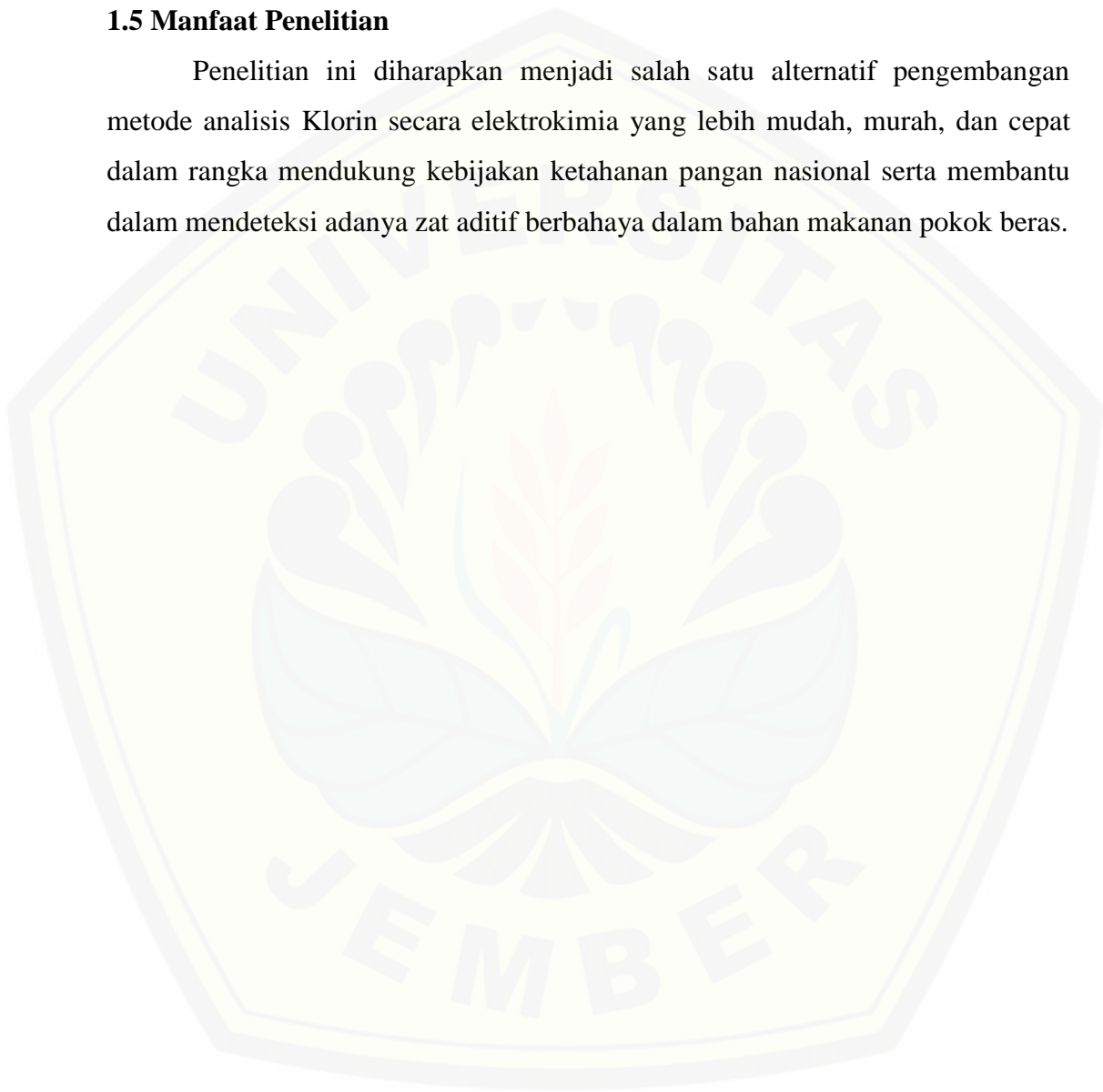
Tujuan dilakukannya penelitian ini dapat diuraikan sebagai berikut :

1. Mengetahui konsentrasi larutan elektrolit, pH, dan *sampling time* yang paling baik untuk analisis Klorin bebas dengan teknik *Square Wave Voltammetry*.

2. Mengetahui karakterisasi kerja (linieritas, limit deteksi, presisi) dari elektroda grafit pensil pada teknik *Square Wave Voltammetry* dan penerapannya untuk analisis Klorin bebas pada air cucian beras berpemutih.

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan menjadi salah satu alternatif pengembangan metode analisis Klorin secara elektrokimia yang lebih mudah, murah, dan cepat dalam rangka mendukung kebijakan ketahanan pangan nasional serta membantu dalam mendeteksi adanya zat aditif berbahaya dalam bahan makanan pokok beras.



## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 BERAS

Tanaman padi adalah salah satu tanaman budidaya yang sangat penting karena sebagian besar penduduk di dunia bergantung pada tanaman ini karena dianggap sebagai sumber bahan pangan utama. Tanaman padi menghasilkan bulir-bulir gabah yang awalnya berasal dari bunga padi. Bulir gabah yang sudah dikelupas kulitnya dinamakan beras. Bagian inilah yang dimasak dan dikonsumsi oleh manusia (Utama, 2015).

Beras merupakan salah satu bahan makanan pokok yang sebagian besar dikonsumsi oleh masyarakat Indonesia. Beras mengandung kalori dan beberapa gizi penting seperti karbohidrat, protein, dan mineral yang diperlukan tubuh manusia sebagai sumber energi (Nortifah, 2012). Indonesia sendiri menjadi Negara dengan konsumsi beras tertinggi diantara beberapa Negara maju lain. Tingkat konsumsi beras untuk Indonesia dapat mencapai 139,15 kg per kapita per tahun, dan jumlah ini lebih tinggi dibandingkan dengan konsumsi beras di Negara-negara maju yang hanya mencapai 80-90 kg per kapita per tahun (Utama, 2015).

Beras lebih dikenal sebagai bahan makanan penghasil energi tertinggi karena kandungan karbohidratnya yang juga tinggi. Contohnya beras yang mengandung karbohidrat 79 gram setara dengan 360 kalori. Beras juga mengandung kandungan gizi lain seperti protein, lemak, air, besi, magnesium, fosfor, potassium, vitamin B1, B2, B3, B6, B9, serta serat. Beras sendiri memiliki jenis lain yaitu beras hitam dan merah. Variasi jenis beras ini bergantung pada faktor genetiknya yang menyebabkan perbedaan kandungan pati, serat, antosianin, protein, fenolat, vitamin, dan lignin dapat mempengaruhi rasa, sifat pulen, dan khasiatnya (Utama, 2015).

Tingginya permintaan beras sebagai bahan makanan pokok membuat berbagai produsen beras kini berlomba-lomba memproduksi beras dengan penampilan yang menarik agar cepat laku. Masyarakat tentunya menginginkan

beras yang memiliki ciri-ciri putih, bersih, serta mengkilap. Hal ini yang menjadikan peluang bagi para oknum untuk menambahkan zat aditif tertentu tanpa mempedulikan efeknya terhadap kesehatan tubuh manusia. Salah satu bahan aditif yang paling sering digunakan untuk beras adalah zat pemutih berupa Klorin. Bila diperhatikan dengan jeli, terdapat beberapa perbedaan antara beras yang menggunakan pemutih dengan beras tanpa pemutih. Berikut adalah ciri-ciri beras dengan pemutih dan tanpa pemutih :

Tabel 2.1 Ciri-ciri beras berpemutih dan tanpa pemutih

Beras berpemutih	Beras tanpa pemutih
1. Warna putih bersih	1. Warna putih kelabu
2. Beras terlihat mengkilap	2. Beras tidak mengkilap
3. Licin ketika dicuci	3. Kesat ketika dicuci
4. Berbau zat kimia	4. Beras tidak berbau
5. Warna air cucian beras bening	5. Warna air cucian beras berwarna kekuningan
6. Jika beras direndam selama 3 hari tidak berbau	6. Jika beras direndam selama 3 hari dapat berbau

Sumber: (Norlatifah, 2012).

## 2.2 ZAT ADITIF

Manusia dalam memenuhi kebutuhan energinya untuk beraktivitas tentu memerlukan makanan. Produsen bahan makanan berusaha mencukupi kebutuhan makanan konsumen masyarakat luas dengan mengadakan peningkatan produksi bahan makanan mentah maupun instan. Permintaan bahan makanan yang semakin melonjak menyebabkan semakin banyak jumlah produsen yang terbentuk dan menimbulkan peningkatan persaingan mutu bahan makanan yang diproduksi. Para produsen tak hanya memperhatikan gizi makanan yang terkandung didalamnya, melainkan juga meninjau bagaimana penampilan, kualitas, nilai praktis, proses pengolahan, serta pengemasan dari bahan makanan tersebut demi tercapainya keuntungan dari hasil produksi. Kualitas bahan makanan dari segi penampilan dan gizi dapat ditingkatkan dengan menambahkan zat aditif, atau lebih dikenal dengan istilah Bahan Tambahan Pangan (BTP) (Praja, 2015).

Beberapa pengertian zat aditif makanan (Bahan Tambahan Pangan/BTP) menurut beberapa sumber dapat dijabarkan sebagai berikut:



1. BTP didefinisikan sebagai suatu bahan campuran zat yang ditambahkan guna mempengaruhi sifat dan bentuk dari bahan makanan. BTP merupakan bahan kimia yang disintesis dengan metode tertentu dan diaplikasikan kepada makanan untuk meningkatkan cita rasa, penampilan, dan gizi dari makanan tersebut (Praja, 2015).
2. Menurut Komite Perlindungan nutrisi dan makanan menyebutkan bahwa zat aditif makanan merupakan suatu substansi atau campuran (bukan bagian bahan makanan) yang ditambahkan dalam makanan pada proses produksi, pembuatan, penyimpanan, dan pengemasan (Branen *et al.*, 2002).
3. Zat aditif adalah bahan kimia yang dicampurkan dalam makanan secara langsung maupun tidak langsung dengan jumlah tertentu, dengan tujuan untuk pemrosesan, pengawet, memperbaiki tampilan, rasa, dan tekstur makanan (Arisman, 2008).

Zat aditif saat ini telah banyak dijual bebas di pasaran dengan harga yang terjangkau. Jenis-jenis zat aditif yang seringkali ditambahkan pada makanan maupun bahan pangan diantaranya meliputi zat pewarna, penguat rasa, pemanis, penyedap, penggumpal, pengemulsi, pengawet, anti lengket, serta antioksidan (Arisman, 2008). Contoh pada bahan pangan olahan seperti tepung juga biasanya menambahkan agen pemutih (*bleaching agent*) guna menghilangkan warna karoten yang berwarna kuning. Karoten pada tepung akan dioksidasi oleh adanya agen pemutih ini. Agen-agen pemutih yang ditambahkan pada bahan makanan misalnya  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{ClO}_2$ ,  $\text{NOCl}$ ,  $\text{NO}_2$ , dan  $\text{N}_2\text{O}_4$  (Belitz *et al.*, 2009).

### 2.3 SODIUM HIPOKLORIT

Sodium hipoklorit ( $\text{NaOCl}$ ) merupakan salah satu senyawa Klorin yang dikenal sebagai bahan pemutih serta agen pengoksidasi kuat. Senyawa ini disebut hipoklorit karena unsur Klorin yang bereaksi dengan unsur logam alkali (Na). Hampir setiap bahan pemutih yang digunakan dalam rumah masyarakat mengandung sekitar 5% senyawa Klorin ini. Sodium hipoklorit adalah senyawa dalam bentuk garam yang juga memiliki kegunaan dalam menghambat aktifitas

bakteri, sehingga penggunaannya juga diaplikasikan sebagai desinfektan dan juga sebagai bahan aktif dalam deodoran (Sullivan *et al.*, 2001).

Sodium hipoklorit dibuat dengan meraksikan gas klor ( $\text{Cl}_2$ ) dengan *caustic soda* ( $\text{NaOH}$ ). Reaksinya dapat dituliskan sebagai berikut :



Namun Sodium hipoklorit ini dapat terdekomposisi akibat pelepasan oksigen.

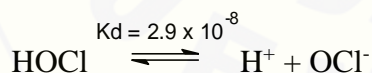
Reaksinya dapat dituliskan :



(Anonim, 2013).

Sodium hipoklorit (*Sodium hypochlorite*) memiliki rumus kimia  $\text{NaOCl}$  dengan berat molekul 74,44 g/mol. Wujud Sodium hipoklorit ini berupa cair tidak berwarna, berbau seperti Klorin (ringan), memiliki titik didih 212 F/100°C (terdekomposisi), spesifik gravitasinya ( $\text{H}_2\text{O} = 1,21^\circ\text{C}$ ) yaitu ~1,10, dan memiliki pH ~11,4. Bahan ini reaktif terhadap bahan pereduksi, bahan mudah terbakar, bahan organik, dan asam, dapat terdekomposisi menjadi gas Klorin yang bersifat toksik dan korosif, mudah terurai jika terkena panas dan cahaya, larut dalam air dingin maupun panas, bersifat korosif terhadap alumunium, dan sangat beracun terhadap ekosistem perairan (Butler, 2013).

Sodium hipoklorit apabila dilarutkan kedalam air akan terhidrolisis membentuk asam hipoklorit dan ion hipoklorit. Reaksinya dapat dituliskan :



Reaksi hidrolisis Sodium hipoklorit diatas menunjukkan terjadinya proses pembentukan asam hipoklorit dan sodium hidroksida, kemudian asam hipoklorit ini akan mengalami terionisasi menjadi spesi  $\text{H}^+$  dan  $\text{OCl}^-$ . Konsentrasi  $\text{HOCl}$  dan kedua spesi ion ini dapat mengalami perubahan akibat kesetimbangan dalam larutan, dan perubahan itu bergantung pada kondisi pH dari larutan tersebut. Spesi  $\text{OCl}^-$  akan lebih dominan terbentuk jika larutan pada kondisi pH > 8,5, sedangkan spesi  $\text{HClO}$  akan lebih dominan terbentuk jika larutan pada kondisi pH < 5,5 (Pathiratne, *et al.*, 2007).

#### 1.4 KLORIN

Klorin merupakan salah satu unsur kimia golongan 17 atau sering disebut sebagai golongan halogen. Golongan 17 dalam tabel periodik unsur meliputi *Fluorine* (F), *Chlorine* (Cl), *Bromine* (Br), *Iodine* (I), dan *Astatine* (As). Unsur yang tergolong dalam kelompok halogen dikenal memiliki kereaktifan yang paling tinggi diantara golongan lainnya, dalam artian lebih mudah membentuk senyawa dengan unsur lain sehingga unsur halogen lebih banyak ditemukan di alam dalam bentuk senyawanya (Roza, 2010).

Klorin dijumpai dalam bentuk poliatomik ( $\text{Cl}_2$ ) berupa gas hijau kekuningan yang berbau menyengat. Gas Klorin ini memiliki berat dua kali dari berat udara. Gas Klorin tergolong gas yang cukup berbahaya, karena dalam kadar tertentu dapat menimbulkan gangguan pernafasan pada manusia. Klorin yang berwujud cair sifatnya tidak berwarna jika pada kondisi suhu sekitar  $-34^\circ\text{C}$ . Klorin dapat membentuk senyawa dengan hampir semua unsur dalam periodik unsur, bahkan dengan logam emas (Watt, 2002).

Klorin memiliki potensi bahaya terhadap kesehatan manusia. Klorin dalam bentuk cair dapat bersifat korosif pada mulut dan mata, dan jika dihirup dapat mengiritasi beberapa organ pernafasan seperti hidung dan tenggorokan. Apabila tubuh telah tercemar oleh Klorin dengan konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan kematian. Klorin ditemukan dalam bentuk diatomik ( $\text{Cl}_2$ ) berupa gas yang bersifat toksik. Klorin merupakan unsur pengoksidasi yang kuat, sehingga unsur ini juga cukup reaktif (Anonim, 2016).

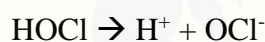
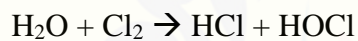
Klorin kerap kali dimanfaatkan dalam benda-benda yang biasanya digunakan sehari-hari, seperti contohnya yaitu sebagai peralatan rumah tangga, alat-alat kesehatan, kertas, obat dan produk farmasi, pendingin, semprotan pembersih, pelarut, dan berbagai produk lainnya (Hasan, 2006).

Zat pemutih yang beredar di pasar mengandung bahan aktif berupa senyawa Klorin. Contoh senyawa Klorin yang banyak diperjualbelikan di pasaran dalam bentuk bubuk kaporit (kalsium hipoklorit), maupun dalam bentuk cair berupa natrium hipoklorit (Wibowo, 2008). Sodium hipoklorit merupakan salah

satu senyawa Klorin yang penggunaannya cukup luas dalam dunia industri maupun dalam laboratorium.

Klorin (*Chlorine*) sendiri memiliki ciri-ciri sifat fisik dan kimia tertentu, diantaranya yakni memiliki rumus kimia  $\text{Cl}_2$  (diatomik), berat molekulnya 70,90 g/mol, berwujud gas berwarna kuning kehijauan (dalam temperatur dan tekanan atmosfer di udara), memiliki titik didih  $-34^\circ\text{C}$ , densitas uapnya di udara (udara = 1) yaitu 2,47, tekanan uapnya 4,800 mm Hg pada  $20^\circ\text{C}$ , bersifat reaktif, dapat mengiritasi jika konsentrasinya tinggi. Bahan ini biasanya digunakan sebagai bahan pemutih, desinfektan, dan pembersih peralatan rumah tangga (Baram, *et al.*, 1992).

Klorin dalam air dapat mengalami perubahan menjadi asam hipoklorit. Senyawa ini kemudian dinetralkan oleh sifat alkali dari air sehingga terurai menjadi ion hidrogen dan ion hipoklorit. Berikut adalah reaksi kimianya :



Klorin akan bekerja secara optimal sebagai desinfektan dalam air jika berada pada suasana pH netral (kurang lebih pH 7). Jika suasana larutan terlalu basa maka asam hipoklorat mengalami ionisasi menjadi ion hipoklorit, sehingga melemahkan sifat dari desinfektan dari Klorin tersebut (Chandra, 2006).

Klorin bebas atau dapat disebut juga dengan Klorin residu, merupakan semua spesi Klorin baik dalam bentuk spesi diatomik berupa gas ( $\text{Cl}_2$ ), asam hipoklorit ( $\text{HOCl}$ ), maupun dalam bentuk ion hipoklorit ( $\text{OCl}^-$ ) yang terlarut dalam air. Tiga bentuk spesi ini bersama-sama membentuk kesetimbangan dalam larutan dimana setiap proporsi spesinya bergantung kepada temperatur dan pH. Klorin bebas ini biasanya digunakan sebagai ukuran untuk menentukan besar konsentrasi Klorin dalam suatu sampel berair (Pathiratne, *et al.*, 2007).

Berdasarkan PerMenKes RI No.416/MENKES/PER/IX/1990, batas sisa Klorin minimum yang diperbolehkan dalam air kolam renang adalah 0,2 mg/L (ppm) dan batas maksimumnya 0,5 mg/L (ppm). Menurut SNI 01-3553-1996 batas Klorin bebas untuk air minum adalah 0,1 mg/L, dan maksimal 5 mg/L. Peraturan khusus mengenai penggunaan Klorin dalam bahan pangan ditegaskan



bahwa Klorin tidak diperbolehkan dan dilarang untuk ditambahkan kedalam bahan pangan (Siregar, 1998 “dalam” Ramli, *et al.*, 2016).

## 2.5 ELEKTROANALISIS

Elektrokimia merupakan salah satu cabang ilmu kimia yang cukup banyak diterapkan dalam beberapa cakupan bidang ilmu seperti biologi, biokimia, teknik mesin, dan kegiatan industri. Produk-produk industri tertentu seperti baterai dan *fuel cell* menerapkan prinsip ilmu elektrokimia pada proses pemakaiannya (Reiger, 1994).

Elektrokimia membahas mengenai reaksi redoks, reaksi kimia homogen, serta reaksi-reaksi yang terjadi pada suatu permukaan elektroda dalam larutan elektrolit. Penerapan elektrokimia sendiri digunakan dalam suatu elektroanalisis, yaitu pengukuran suatu analit dalam sampel yang melibatkan pergerakan kinetik dari elektron yang dihasilkan oleh adanya reaksi kimia berupa redoks pada permukaan elektroda (Pletcher, *et al.*, 2009).

Elektroanalisis merupakan suatu metode pengukuran dalam analisis kimia yang menerapkan prinsip-prinsip elektrokimia. Elektroanalisis umumnya melibatkan pengukuran analit dalam sampel yang dilarutkan dalam suatu pelarut tertentu dan juga menggunakan larutan elektrolit sebagai media pembawa elektron-elektron yang bergerak pada daerah diantara permukaan-permukaan elektroda. Elektroanalisis juga dapat disebut sebagai elektrometri, yang prinsipnya mengukur fenomena elektrokimia yang terjadi oleh kehadiran analit, menghasilkan data berupa sinyal sehingga diperoleh kalibrasi. Elektroanalisis terkadang juga dapat melibatkan proses titrasi (penambahan pereaksi tertentu untuk menghasilkan produk analit yang akan diukur), dimana umumnya disertai dengan pengukuran potensial pada titik akhir titrasi tersebut sebagai indikator ketika terjadi reaksi analit dengan pereaksi (Dahmen, 1986).

Elektroanalisis umumnya menggunakan dua buah elektroda yang berperan dalam pengukuran arus maupun potensial yang terjadi ketika melakukan analisis dengan analit dalam sampel berair. Berdasarkan metode pemberian arus pada elektroda, elektroanalisis terbagi menjadi dua macam yaitu metode Faraday dan



non-Faraday. Penjelasan mengenai dua macam metode beserta jenis-jenis elektroanalisis yang digolongkan dalam dua metode tersebut :

#### 1. Metode Faraday

Metode ini merupakan metode elektroanalisis yang melibatkan pemberian arus elektrik kepada kedua elektroda. Jenis elektroanalisis yang menganut metode Faraday ini meliputi :

##### a. Voltammetri

Voltammetri adalah salah satu jenis elektroanalisis yang mengukur arus rentang perubahan tegangan tertentu yang diterapkan pada kedua elektroda. Voltammetri ini hampir sama dengan amperometri, yang membedakan terletak pada pemberian tegangannya. Tegangan yang diberikan pada metode amperometri ini tetap. Berbeda lagi dengan potensiometri, metode ini dilakukan dengan mengukur potensial yang ditimbulkan ketika arus dialirkan ke elektroda.

##### b. Elektrogravimetri

Elektrogravimetri adalah salah satu jenis elektroanalisis yang mengukur analit berdasarkan berat padatan yang menempel pada elektroda.

##### c. Koulometri

Koulometri adalah salah satu jenis elektroanalisis yang mengukur sifat elektrik dari analit berdasarkan gaya Coloumb sehingga menghasilkan reaksi kimia yang akan terbaca oleh elektroda.

#### 2. Metode Non-Faraday

Metode ini merupakan metode elektroanalisis tanpa pemberian arus elektrik kepada kedua elektroda. Jenis elektroanalisis yang menganut metode non Faraday ini meliputi :

##### a. Konduktometri

Konduktometri adalah salah satu jenis elektroanalisis yang mengukur besar konduktansi elektrik diantara elektroda inert dengan larutan untuk menentukan analit dalam sampel tersebut.

### b. Potensiometri Normal

Potensiometri Normal adalah salah satu jenis elektroanalisis untuk mengukur analit yang didasarkan pada perbedaan potensial (*electromotive force* (emf)) yang terjadi antara elektroda indikator dengan elektroda referensi. (Dahmen, 1986).

Analisis elektrokimia sendiri prinsip kerjanya berhubungan sel volta, sebab prinsip sel volta ini merupakan cikal bakal dikenalnya penerapan dari ilmu elektrokimia. Tahun 1875, Michael Faraday memperkenalkan istilah-istilah yang digunakan untuk elektrokimia seperti anoda, katoda, elektroda, elektrolit, dan ion. Faraday juga menjelaskan hubungan antara arus yang dihasilkan saat terjadi reaksi dalam elektrolisis dengan potensial yang diberikan kepada sel tertentu untuk menentukan konsentrasi spesies elektroaktif, dan kaitannya dengan sistem termodinamika. Berikut ini adalah contoh reaksi reduksi yang terjadi pada proses elektrokimia :



Dimana lambang O merupakan spesies yang teroksidasi, R adalah spesies yang tereduksi, dan n adalah jumlah elektron yang terlibat diantara spesies O dan R. Hubungan antara potensial dengan konsentrasi analit dari reaksi sel elektrokimia dapat dijelaskan dengan persamaan matematika yang disebut persamaan Nernst. Persamaan ini dapat dituliskan :

$$E = E^{\circ} + \frac{RT}{nF} \ln \frac{[R]}{[O]} \quad \dots (1)$$

R merupakan konstanta gas ( $R=8,3145 \text{ Jmol}^{-1}\text{K}^{-1}$ ), T adalah suhu dalam Kelvin. Simbol F adalah konstanta Faraday ( $1 \text{ F} = 96,485.3 \text{ C mol}^{-1}$ ) (Zoski, 2007).

## 2.6 VOLTAMMETRI

Voltammetri adalah suatu teknik analisis elektrokimia dimana suatu arus (*ampere*) yang mengalir pada sel elektrokimia direkam sebagai fungsi potensial (*volt*). Kata voltammetri sendiri disusun dari volt-am(pere)-metri. Kata “metri” memiliki arti pengukuran, dan kata “*volt*” dan “*ampere*” merupakan satuan dari besaran yang diukur (arus dan potensial). Teknik voltammetri tergolong dalam

cabang bidang ilmu elektrokimia yang paling kerap digunakan dalam analisis kimia. Contoh penerapan teknik voltametri ini digunakan untuk menganalisa ion logam, ion kompleks, spesies anorganik maupun organik. Range konsentrasi deteksi spesies organik dengan teknik ini cukup luas, yakni berkisar  $10^{-2}$  mol L<sup>-1</sup> hingga  $10^{-11}$  mol L<sup>-1</sup>. Teknik voltametri sering diterapkan pada penentuan analit dalam sampel tumbuhan, hewan, limbah, tanah, air minum, obat-obatan, produk pertanian, dan sebagainya (Thomas, *et al.*, 2001).

Energi listrik dalam voltametri yang diberikan dapat menyebabkan terjadinya reaksi kimia, dan peristiwa tersebut dikenal dengan istilah elektrolisis. Reaksi kimia yang terjadi umumnya berupa reaksi ionisasi maupun disosiasi senyawa menjadi ion-ionnya. Sel voltametri sendiri tersusun atas dua konduktor (elektroda), konduktor elektrolit (berupa larutan ion) yang mengandung sejumlah analit yang ingin dianalisis. Pemberian arus dan tegangan tertentu melalui kedua elektroda akan menghasilkan arus respon dari analit yang mengalami reaksi kimia pada permukaan elektroda tersebut (Thomas, *et al.*, 2001).

Reaksi reduksi dan oksidasi pada permukaan elektroda dalam teknik voltametri menghasilkan arus listrik yang terukur. Teknik voltametri ini memiliki beberapa macam arus yang muncul ketika proses analisis berlangsung, diantaranya yaitu :

#### 1. *Charging Current*

Arus ini terjadi jika adanya elektron-elektron yang mengalir dari dan menuju elektroda ketika elektroda tersebut dipolarisasi. Arus yang dihasilkan bisa cukup besar, namun selanjutnya akan menjadi nol.

#### 2. *Initial Current*

Arus ini terjadi jika adanya spesies elektroaktif dalam elektroda pembanding, sehingga terbentuk lapisan tipis ion-ion dekat elektroda kerja tersebut akan direduksi. Arus yang dihasilkan tidak cukup besar, dan waktu kemunculannya hanya singkat. Arus inisial termasuk arus faradik.

#### 3. *Convection Current*

Arus ini terjadi jika adanya gerakan fisik ketika proses pengukuran analit dalam larutan. Adapun gerakan fisik ini meliputi pengadukan, vibrasi dari

elektroda, guncangan-guncangan yang menyebabkan perubahan temperatur dan rapat massa dari larutan tersebut. Adanya gerakan secara fisik ini dapat mempengaruhi perilaku partikel-partikel yang bertumbukan dengan permukaan elektroda tersebut menjadi tidak beraturan. Oleh sebab itu temperatur dalam pengukuran harus tetap.

#### 4. *Migration Current*

Arus ini terjadi jika adanya gaya elektrostatis antara ion-ion dalam larutan dengan elektroda yang memiliki muatan berbeda, namun juga akan mengalami gaya tolakan jika elektroda dengan ion-ion larutan mempunyai muatan yang sejenis. Penambahan larutan elektrolit mampu meminimalisir terbentuknya arus ini.

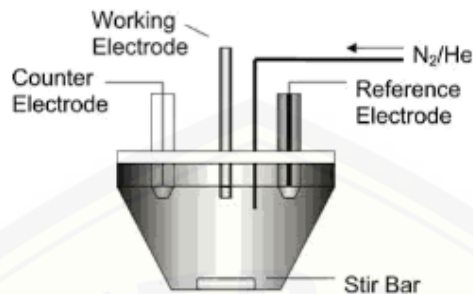
#### 5. *Diffusion Current*

Arus ini terjadi jika adanya pergerakan spontan yang dihasilkan oleh subjek analit atau komponen kimia dalam larutan, dimana nilainya sama besarnya dengan perubahan gradien konsentrasi dan jumlahnya akan sebanding pula dengan konsentrasi analit tersebut. Proses difusi partikel-partikel analit ini mencerminkan adanya komponen elektroaktif yang besarnya diukur sebagai konsentrasi komponen elektroaktif dalam sampel larutan uji. Diantara ketiga arus yang timbul pada proses analisis elektrokimia ini, hanya arus difusi saja yang berhubungan dengan konsentrasi komponen elektroaktif. Arus migrasi dan konveksi harus diminimumkan dengan upaya pengoptimalan yang sesuai agar tidak mengganggu pengukuran pembacaan arus difusi.

(Protti, 2001).

Sel elektrokimia yang digunakan dalam teknik voltametri umumnya menggunakan tiga buah elektroda. Ketiga elektroda tersebut diantaranya antara lain elektroda kerja (*Working electrode/WE*), elektroda referensi (*Reference electrode/RE*), dan elektroda bantu (*Counter or auxiliary electrode/CE*). Sel elektrokimia ini terhubung dengan potensiostat, dimana alat ini digunakan untuk mengontrol potensial yang diterapkan pada elektroda kerja. Perangkat lainnya yaitu berupa selang yang mengalirkan gas nitrogen atau hidrogen untuk

menghilangkan gas oksigen terlarut. Sel elektrokimia untuk teknik voltametri ini dapat diilustrasikan sebagai berikut :



Gambar 2.1 Sel Voltametri (Cazes, 2004).

Elektroda didefinisikan suatu penghantar yang diterapkan dalam sel elektrokimia (Hendayana, *et al.*, 2004). Proses reduksi dan oksidasi dari suatu analit terjadi pada elektroda. Untuk analisis voltametri, terdapat tiga elektroda yang kerap digunakan, yaitu elektroda kerja (*Working electrode/WE*), elektroda referensi (*Reference electrode/RE*), dan elektroda bantu (*Counter or auxiliary electrode/CE*) (Cazes, 2004). Karakterisasi kinerja elektroda (sensitivitas, limit deteksi, linieritas) pada sel voltametri merupakan sebuah tolok ukur performa dari pengukuran. Upaya-upaya tertentu dibutuhkan untuk meningkatkan karakterisasi kinerja elektroda agar dicapai hasil pengukuran yang baik, salah satunya pemilihan bahan elektroda yang tepat. Elektroda yang digunakan harus bersifat stabil, memiliki sifat konduktor yang baik, inert, tidak bereaksi dengan larutan elektrolit itu sendiri. Contoh elektroda inert yang kerap kali digunakan meliputi elektroda emas, platina, maupun karbon (Brady, 1999).

#### a. Elektroda Kerja

Elektroda kerja merupakan sebuah elektroda yang menjadi tempat terjadinya proses redoks (reduksi oksidasi) analit dalam sampel. Elektroda kerja yang baik memiliki karakterisasi kinerja yang baik dan memenuhi syarat yaitu memiliki range potensial yang lebar, permukaannya yang reproduksibel, konduktivitas terhadap listrik yang baik, respon arus tinggi, serta memiliki arus background yang rendah.



Elektroda kerja yang umumnya diterapkan dalam pengukuran berupa elektroda padat, seperti contohnya yaitu karbon, platina, dan emas. Elektroda kerja yang digunakan dapat juga diganti dengan elektroda berbahan perak, nikel, dan tembaga jika pada kasus analisis sampel-sampel yang spesifik (Wang, 1994).

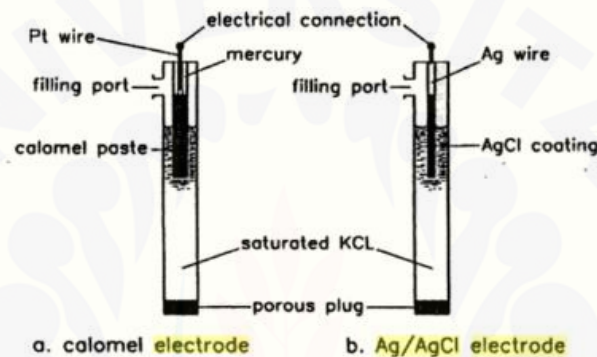
Salah satu bahan elektroda yang digunakan untuk analisis elektrokimia adalah Karbon. Karbon adalah salah satu unsur kimia bukan logam yang memiliki dua bentuk alotrop stabil, yaitu karbon-12 dan karbon-13, serta lima isotop radioaktif dengan karbon-14 yang merupakan isotop paling stabil. Alotrop-alotrop ini mengandung unsur yang sama namun cara penyusunan atom-atomnya berbeda, yaitu unsur C (Carbon). Penyusunan letak atom-atom yang berbeda ini membuat sifat fisik dan kimia dari kedua alotrop ini juga berbeda. Alotrop karbon dikenal sebagai karbon hitam berbentuk amorphous (struktur tidak teratur). Dua alotrop karbon stabil dijumpai berupa intan dan grafit. Kedua alotrop ini memiliki karakteristik yang berbeda. Grafit diketahui berwujud padatan kehitaman yang lembut dan terlihat mengkilap seperti logam. Intan diketahui berwujud keras, tidak berwarna, dan nampak berkilauan. Grafit ini memiliki tingkat kestabilan yang lebih tinggi dari pada intan pada tekanan 1 atm dan suhu 25°C (Mahmood, 2004).

Karbon merupakan bahan yang dinilai paling ekonomis karena harganya yang murah, mudah diperoleh, memiliki keunggulan pula seperti arus *background* yang rendah dan bersifat inert sehingga tidak mudah tereduksi maupun teroksidasi (Wang, 2001). Grafit juga dapat digunakan sebagai elektroda karena memiliki kemampuan menghantarkan arus listrik. Grafit sering dimanfaatkan sebagai bahan elektroda baterai dan juga bahan pembuatan pensil (Sutresna, 2008).

#### b. Elektroda Referensi Ag/AgCl

Elektroda referensi atau disebut juga elektroda pembanding. Besarnya nilai potensial dari suatu elektroda kerja itu diukur oleh elektroda referensi. Elektroda Ag/AgCl merupakan salah satu jenis elektroda referensi yang paling sering digunakan untuk sebuah analisis elektrokimia. Elektroda Ag/AgCl ini mirip dengan jenis elektroda kalomel jenuh. Syarat elektroda referensi yang baik untuk sebuah analisis antara lain tidak terpengaruh atau bereaksi dengan larutan

elektrolit maupun analitnya, memiliki harga potensial yang telah diketahui secara pasti, bersifat reversibel dan prinsipnya mengikuti hukum persamaan Nernst, memiliki potensial yang konstan terhadap waktu (Cazes, 2004). Elektroda Ag/AgCl ini juga memiliki keunggulan dibanding elektroda kalomel jenuh, yaitu kinerjanya tidak dipengaruhi oleh suhu (dapat digunakan pada suhu yang tinggi dalam jangka waktu yang lama), serta mempunyai waktu deteksi yang lebih cepat. Berikut adalah perbedaan penampang elektroda referensi Ag/AgCl dengan kalomel dijelaskan pada gambar 2.2 :

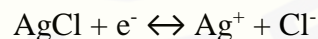


Gambar 2.2 Elektroda referensi Ag/AgCl dan elektroda kalomel (Lambrechts, *et al.*, 1992).

Elektroda referensi Ag/AgCl tersusun atas logam perak yang terbungkus oleh larutan perak klorida jenuh. Berikut merupakan penulisan setengah sel dari elektroda Ag/AgCl :



Reaksi setengah reaksinya dapat dituliskan :



(Cazes, 2004).

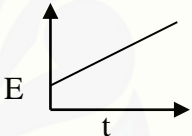
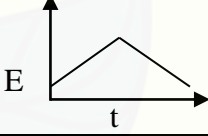
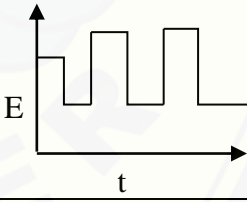
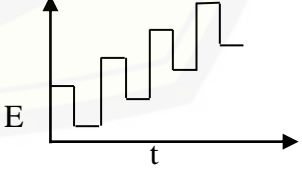
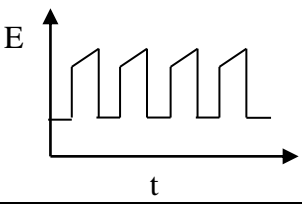
#### c. Elektroda Pembantu

Elektroda pembantu atau disebut elektroda pendukung ini digunakan untuk sistem tiga elektroda dalam pengukuran elektrokimia. Arus mengalir pada sistem ini, diantara elektroda kerja dengan elektroda pendukung. Bahan yang sering dipakai untuk elektroda pendukung biasanya berbahan platina, titanium, dan juga batangan karbon. Elektroda kerja dengan elektroda pendukung diusahakan agar elektroda kerja dengan elektroda pendukung tidak saling bersentuhan pada proses

analisis dengan sistem tiga elektroda ini agar permukaan elektroda tidak mengalami *blocking* dan arus tidak akan mengalir (Scholz, 2010).

Voltametri sendiri memiliki beberapa teknik yang digunakan untuk mempolarisasi elektroda, teknik tersebut meliputi *Linear Sweep Voltammetry* (LSV), *Cyclic Voltammetry* (CV), *Normal Pulse Voltammetry* (NPV), *Square Wave Voltammetry* (SWV), dan *Differential Pulse Voltammetry* (DPV). Teknik *Linear Sweep Voltammetry* memiliki sinyal linier (garis lurus) akibat adanya penambahan potensial DC secara linier terhadap fungsi waktu. Teknik *Differential Pulse* dan *Square Wave Voltammetry* dicirikan sebagai teknik yang melibatkan pengaturan pulsa terhadap variasi waktu. *Cyclic Voltammetry* mempunyai bentuk sinyal gelombang triangular. Gambaran sinyal yang dihasilkan dari jenis-jenis teknik voltametri dapat digambarkan pada tabel 2.2 berikut:

Tabel 2.2 Teknik-teknik voltametri dan bentuk sinyal yang dihasilkan

Jenis Teknik Voltametri	Fungsi Potensial
<i>Linear Sweep Voltammetry</i> (LSV)	
<i>Cyclic Voltammetry</i> (CV)	
<i>Normal Pulse Voltammetry</i> (NPV)	
<i>Square Wave Voltammetry</i> (SWV)	
<i>Differential Pulse Voltammetry</i> (DPV)	

Sumber: (Skoog, *et al.*, 1992).

Voltammetri adalah salah satu jenis teknik elektroanalisis yang juga dapat digunakan dalam penentuan Klorin bebas ( $\text{OCl}^-$ ) dalam senyawa pemutih beras berupa  $\text{NaOCl}$ . Jenis teknik elektroanalisis ini terbilang cukup efektif karena tidak membutuhkan reagen yang cukup banyak dan pengoperasiannya mudah. Penentuan Klorin bebas dengan voltammetri berprinsip pada reaksi oksidasi dan reduksi yang timbul akibat penyapuan tegangan pada rentang tertentu hingga menyebabkan adanya aliran elektron yang terbaca sebagai arus. Berikut adalah reaksi reduksi dan oksidasi senyawa  $\text{NaOCl}$  ketika proses voltammetri berlangsung:

Reaksi reduksi:



Reaksi oksidasi:



Penentuan kuantitatif  $\text{OCl}^-$  lebih dianjurkan menggunakan pengukuran arus oksidasi yang berdasarkan dari reaksi oksidasinya. Arus oksidasi terjadi ketika pemberian tegangan disapu dari potensial negatif menuju potensial yang lebih positif (Pathiratne, *et al.*, 2007).

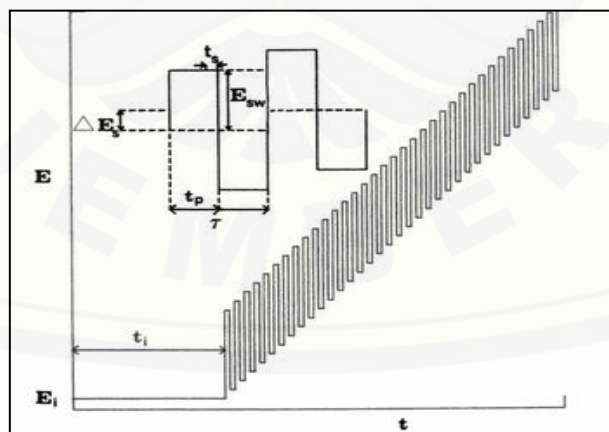
## 2.7 SQUARE-WAVE VOLTAMMETRY

*Square-wave voltammetry* atau disebut dengan voltammetri gelombang persegi merupakan salah satu dari keempat teknik voltammetri yang kerap digunakan untuk suatu analisis elektrokimia. Tiga teknik voltammetri yang lainnya yaitu voltammetri siklik, pulsa, dan pulsa diferensial. Voltammetri gelombang persegi ini tergolong cukup modern karena dalam proses analisisnya dikontrol oleh beberapa software komputer seperti Autolab, mAutolab, BAS 100 A, dan PAR Model 384 B (Scholz, 2010).

Voltammetri gelombang persegi ini awalnya merupakan teknik dari Kalousek *commutator* dan Barker's *square wave polarography*. Instrumen

Kalousek sendiri berupa *commutator* yang menetapkan potensial tertentu pada elektroda tetes merkuri, dengan frekuensi lima siklus per detiknya (Mirceski, 2007). Teori Barker's menggunakan amplitudo rendah dan menghasilkan gelombang persegi mirip anak tangga. Kedua teori ini kemudian berkembang menjadi teknik voltametri gelombang persegi. Teknik voltametri ini mengkombinasikan amplitudo dan frekuensi, serta membentuk gelombang persegi yang mirip dengan anak tangga karena adanya kontrol dari *software* dan dianalogkan dengan *hardware* komputer.

Voltametri gelombang persegi ini merupakan teknik voltametri pulsa dimana pengukuran arus dilakukan dua kali pada tiap siklusnya, yaitu pada akhir pulsa maju dan akhir pulsa mundur. Pemberian pulsa bertujuan untuk menghilangkan arus muatan atau arus belakang yang tidak diinginkan, sehingga diharapkan pembentukan voltamogram tidak terganggu dan dapat menurunkan limit deteksinya sebesar  $1 \times 10^{-8}$  atau  $1 \mu\text{g/L}$ . Arus diukur pada elektroda kerja, dan potensial antar elektroda kerja dan referensi akan berbanding lurus dengan waktu. Proses reaksi reduksi dan oksidasi analit ditunjukkan sebagai puncak dan palung dalam sinyal arus pada potensial ketika analit telah menjadi oksidator dan reduktor. Berikut ini adalah gambar yang menjelaskan beberapa parameter yang perlu diatur dalam pemberian sinyal pada teknik *square wave voltammetry* :



Gambar 2.3 Pemberian Sinyal pada Teknik *Square Wave Voltammetry* (Bard, 1986).

Teknik *square wave voltammetry* ini merupakan teknik variasi atau teknik turunan dari teknik *linear sweep voltammetry*. Perbedaan keduanya terletak pada



pengaturan parameter-parameter yang digunakan untuk menghasilkan bentuk sinyal pulsa dan bagaimana cara pemberian potensial dari masing-masing teknik tersebut. Sinyal pulsa dari teknik *linear sweep voltammetry* hanya berupa garis lurus, sedangkan pada sinyal pulsa dari teknik *square wave voltammetry* berbentuk gelombang persegi yang mirip anak tangga. Gambar 2.4 merupakan plot tegangan yang diterapkan pada voltametri gelombang persegi terhadap satuan waktu. Sumbu x nya merupakan waktu ( $t$ ) dan sumbu y nya adalah tegangan ( $E$ ).  $T_i$  adalah waktu tunda sebelum *scanning* arus dilakukan,  $E_{sw}$  adalah tinggi tegangan (amplitudo),  $\Delta E$  adalah tinggi kenaikan tegangan,  $\tau$  adalah periode (satu pulsa maju dan satu pulsa mundur),  $t_p$  adalah lebar satu puncak ( $1/2 \tau$ ) atau dapat disebut waktu tunda sebelum mencapai waktu sampling, dan  $t_s$  adalah *sampling time* atau waktu sampling (waktu akhir tunda dimana arus diukur pada waktu ini. Arus diukur hingga habis pada kedua pulsa (pulsa maju dan mundur), dan arus diplotkan sebagai fungsi potensial pada gelombang persegi tersebut (Scholz, 2010). Periode sering kali disebut dengan lebar pulsa dari tiap satu siklus ( $\tau$ ), dan dapat dinyatakan juga sebagai frekuensi ( $f = 1/\tau$ ). Tinggi kenaikan sinyal ( $\Delta E$ ) bergeser naik setiap satu siklus selesai. Karena kenaikan sinyal semakin tinggi, maka akan mempersingkat waktu analisis (biasanya dalam hitungan detik) dan kurva voltamogram yang dihasilkan juga akan lebih pendek. Waktu analisis yang singkat ini juga menjadi salah satu kelebihan dari teknik *square wave voltammetry* (Wang, 2000).

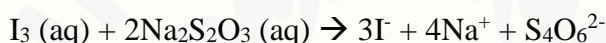
Teknik *Square wave voltammetry* merupakan teknik yang dikenal memiliki tingkat sensitivitas yang paling tinggi diantara keempat teknik *voltammetry* lainnya (Scholz, 2010). Pemilihan teknik ini diharapkan mampu diaplikasikan pada analisis analit dalam suatu sampel bahan tertentu dalam konsentrasi yang sangat kecil, contohnya pada analisis Klorin bebas dalam air cucian beras dalam penelitian ini.

## 2.8 TITRASI IODOMETRI

Titration redoks yang melibatkan reaksi iodine sebagai pengoksidasi disebut dengan titration iodometri. Titration ini dilakukan dengan menambahkan sejumlah

larutan iodin sebagai agen pereduksi, kemudian dititrasi secara perlahan dengan suatu larutan standar yang merupakan agen pengoksidasi. Agen-agen, pereduksi yang sering digunakan yaitu tiosulfat, sulfit, arsen, dan sebagainya. Beberapa contoh agen pengoksidasi yang umum digunakan meliputi  $\text{CuSO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{KMnO}_4$ , ion besi,  $\text{MnO}_2$ , serta  $\text{H}_2\text{O}_2$  (Mar, 1995).

Titration iodometri umumnya digunakan sebagai penentuan Klorin total ( $\text{Cl}_2$ ) dengan konsentrasi dibawah 1 mg/L. Menurut ISO 7393 (1990), metode standar untuk penentuan Klorin bebas dan Klorin total untuk memeriksa kualitas air yaitu dengan metode titrasi iodometri. Metode analisis ini berbasis pada reaksi dengan thiosulfat yang dapat ditunjukkan sebagai berikut :



Larutan KI juga dapat difungsikan sebagai agen pereduksi Klorin dalam sampel. Titik akhir titrasi ditandai dengan hilangnya warna kebiruan dari larutan, akibat adanya reaksi antara indikator amilum dengan iodida menghasilkan kompleks amilum-iodida yang tidak berwarna. Proses titrasi ini berlangsung pada kondisi pH asam (pH 3-4) dan suhu tidak kurang dari  $20^\circ\text{C}$  (Hach, 1990).

### BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Maret hingga Oktober 2017, yang bertempat di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

#### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

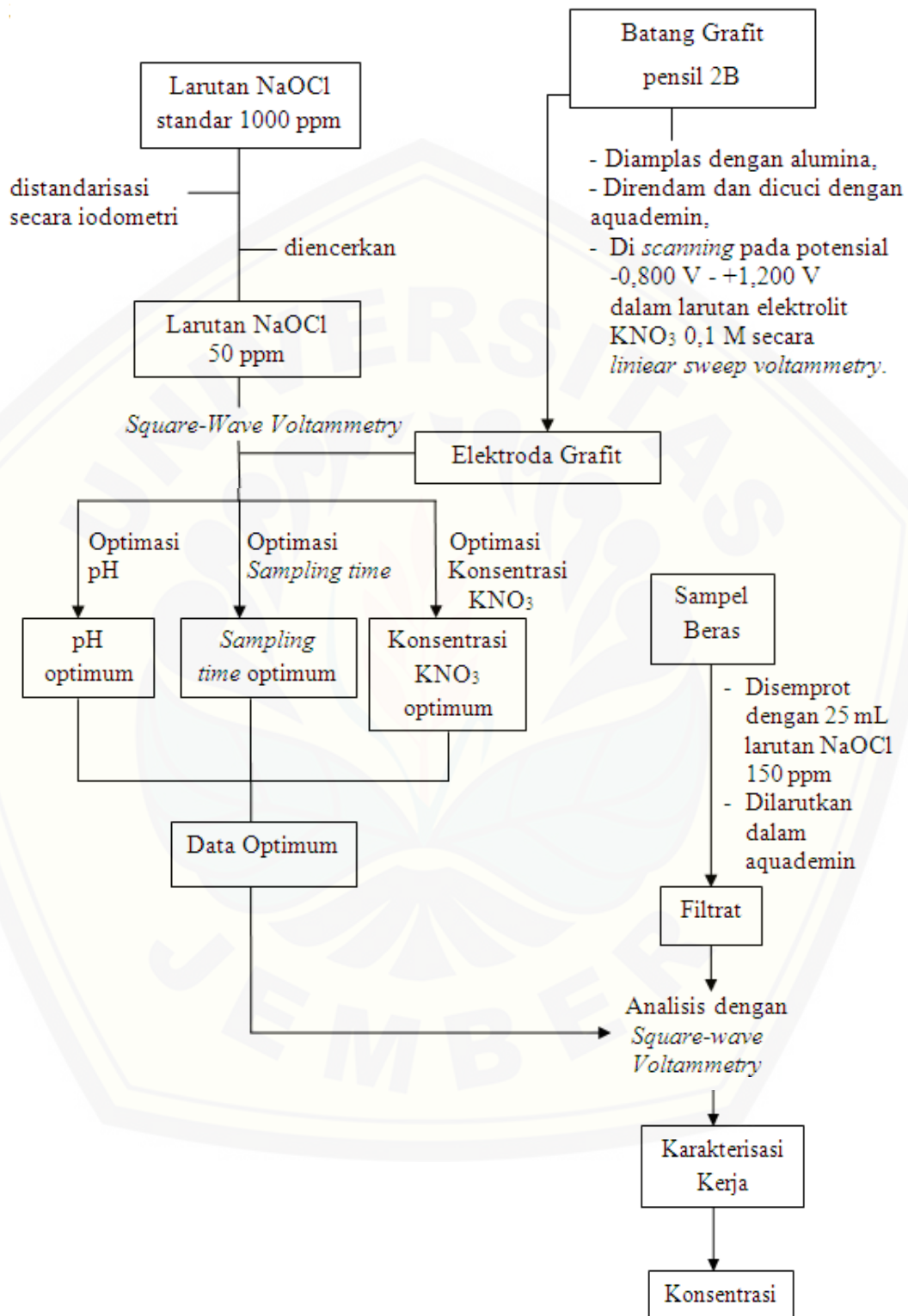
##### 3.2.1 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat gelas, neraca analitik, kertas saring, batang pengaduk, pH meter, *magnetic stirrer* dan anak *stirrer*, elektroda kerja grafit pensil, elektroda referensi Ag/AgCl, *counter-electrode* platina, botol semprot, corong, *ice bath*, statif, AMEL Potensiostat, satu set *computer*, kabel, dan *ball pipet*.

##### 3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi beras (merek Macan Terbang), aquademin, aquades, alumina,  $\text{KNO}_3$  ( $\geq 99.0\%$ ) (Merck),  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  (67-75%) (Merck),  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (99.9%) (Merck),  $\text{NaOH}$  ( $\geq 99\%$ ) (Merck),  $\text{KIO}_3$  (99.7%) (Reidel-de Haen),  $\text{KI}$  ( $\geq 99.5\%$ ) (Merck),  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (95-97%) (Merck),  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ( $>99\%$ ) (Puslit Kimia Lipi), dan amilum (Merck).

### 3.3 Diagram Alir Penelitian



### Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah pengaturan parameter teknik *Square Wave Voltammetry* menggunakan elektroda grafit pensil dan penerapannya pada analisis Klorin bebas dalam air cucian beras. Pengaturan parameter ini dilakukan untuk menentukan nilai parameter yang paling baik. Pengaturan parameter yang dilakukan meliputi parameter konsentrasi elektrolit  $\text{KNO}_3$ , pH, dan *sampling time*. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah beras yang dilapisi dengan larutan pemutih ( $\text{NaOCl}$  standar). Larutan pemutih  $\text{NaOCl}$  1000 ppm dibuat dengan mereaksikan  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , kemudian standarisasi dengan metode titrasi iodometri. Tahap selanjutnya dibuat larutan  $\text{NaOCl}$  50 ppm untuk digunakan dalam tahap optimasi teknik *Square Wave Voltammetry*. Karakterisasi metode kerja dari teknik *Square Wave Voltammetry* yang telah dioptimasi juga dilakukan untuk mengetahui kualitas performa teknik tersebut. Karakterisasi metode kerja yang diterapkan meliputi linieritas, presisi, dan limit deteksi. Hasil pengaturan parameter pada teknik *Square Wave Voltammetry* tersebut kemudian digunakan untuk aplikasi pengukuran konsentrasi Klorin bebas pada sampel beras yang telah dilapisi dengan larutan pemutih  $\text{NaOCl}$  dengan teknik *Square Wave Voltammetry* optimum.



### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi Alat dan Bahan

##### a. *Sampling*

Peneliti melakukan uji pendahuluan untuk menemukan beras yang mengandung pemutih dengan mengambil 5 contoh merek beras yang dijual di pasar setempat. Pengujian dilakukan secara kualitatif dengan uji metode reaksi warna menggunakan reagen Kalium iodida 10% dan amilum 10% pada filtrat beras yang diuji. Hasil menunjukkan bahwa kelima beras tidak menunjukkan perubahan warna menjadi biru, sehingga disimpulkan kelima beras tidak mengandung Klorin. Peneliti kemudian melakukan preparasi sampel positif dengan menyemprotkan zat pemutih berupa Sodium hipoklorit ( $\text{NaOCl}$ ) kedalam satu merek beras.

##### b. Preparasi sampel positif

Beras ditimbang sebanyak 20 g masing-masing pada sebanyak tiga kali. Beras disemprot dengan larutan pemutih  $\text{NaOCl}$  150 ppm. Beras yang telah dilapisi pemutih tersebut selanjutnya dibiarkan dan diangin-anginkan pada wadah terbuka selama 3-4 jam hingga kering. Beras yang sudah kering lalu dimasukkan kedalam botol dan ditambahkan aquademin 50 mL, lalu dikocok kuat. Campuran didiamkan selama  $\pm 1$  jam. Campuran kemudian disaring dengan kertas saring untuk memisahkan beras dengan air cucian beras yang mengandung zat pemutih. Air cucian beras disimpan dalam wadah tertutup pada suhu ruang. Filtrat cucian beras didiamkan selama 2 hari untuk memisahkan pengotor dan amilum yang terendapkan.

##### c. Pembuatan Elektroda Kerja Grafit

Grafit yang digunakan dalam penelitian ini berbentuk batang isi pensil 2B dengan panjang 3-5 cm dan diameter 2 mm. Batang grafit pensil digosok dengan amplas ukuran 1000 mess, kemudian digosok kembali dengan cairan alumina. Grafit pensil kemudian direndam dalam aquademin selama 10-15 menit, lalu dibilas dengan aquademin. Grafit pensil dibiarkan kering pada suhu ruang. Permukaan samping batang grafit dilapisi dengan lem *araldite*.

d. Preparasi sel elektrokimia

Elektroda grafit pensil dipasang pada penjepit kabel yang terhubung dengan potensiostat. Elektroda grafit di *scanning* pada +1600 hingga -800 mV dalam larutan elektrolit  $\text{KNO}_3$  0,10 M dengan teknik voltametri siklik.

e. Kalibrasi pH meter

Kalibrasi pH meter dilakukan pada larutan buffer standar pH 10 menggunakan buffer fosfat. Dilihat angka digital yang menunjukkan harga pH yang sesuai dengan nilai pH larutan buffer standar tersebut.

### 3.4.2 Pembuatan Larutan

a. Pembuatan Larutan Standar NaOCl

Pembuatan 1000 ppm larutan standar NaOCl (Natrium hipoklorit) 100 mL dilakukan dengan menimbang 0,1775 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  bubuk dan dilarutkan dengan sedikit aquademin ( $\pm 50$  mL) dan dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 mL, lalu diletakkan dalam *ice bath*. Bubuk  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  selanjutnya diambil 0,2394 g dan dilarutkan dalam sedikit aquademin ( $\pm 50$  mL). Larutan  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  ini kemudian dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 mL yang berisi larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  tadi. Campuran dalam erlenmeyer tersebut selanjutnya disaring dengan corong dan kertas saring, dan filtratnya diambil. Proses penyaringan dilakukan di dalam *ice bath*. Filtrat kemudian diencerkan dalam labu ukur 250 mL hingga mencapai tanda batas. Filtrat NaOCl 1000 ppm disimpan dalam lemari pendingin selama semalam.

b. Pembuatan larutan standar Sodium thiosulfat 0,005 N

Larutan Sodium thiosulfat 0,005 N dibuat dengan menimbang 0,620525 g Sodium thiosulfat pentahidrat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dan dilarutkan dalam sedikit aquades ( $\pm 50$  mL). Bubuk  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  selanjutnya ditimbang 10 g dan dilarutkan dalam sedikit aquades ( $\pm 50$  mL). Dua larutan ini kemudian dimasukkan dalam labu ukur 500 mL dan dilakukan pengenceran dengan menambahkan aquades hingga mencapai batas tanda pada labu ukur tersebut.

c. Pembuatan larutan standar  $\text{KIO}_3$  0,005 N

Larutan standar  $\text{KIO}_3$  0,005 N dibuat dengan melarutkan 0,017835 g bubuk  $\text{KIO}_3$  dalam 100 mL aquades pada labu ukur 100 mL. Larutan dibuat sebanyak tiga kali untuk pengulangan secara triplo.

d. Pembuatan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 N

Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 N dibuat dengan mengambil 6 mL dari larutan induk  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat (95-97%) dan selanjutnya dilarutkan dalam 100 mL aquades dalam labu ukur 100 mL.

e. Pembuatan larutan KI 10%

Larutan KI 10% dibuat dengan mengambil 5 g bubuk KI dan dilarutkan dalam 50 mL aquades pada labu ukur 50 mL.

f. Pembuatan larutan Amilum 10%

Larutan Amilum 10% dibuat dengan mengambil 5 g bubuk amilum dan dilarutkan dalam 50 mL aquades pada labu ukur 50 mL.

g. Pembuatan larutan elektrolit

Larutan  $\text{KNO}_3$  induk terlebih dahulu dibuat dengan konsentrasi 0,3 M sebanyak 500 mL. Bubuk  $\text{KNO}_3$  ditimbang 15,16548 g dan dilarutkan dalam 500 mL aquademin. Larutan elektrolit  $\text{KNO}_3$  standar untuk elektroanalisis pada penelitian ini menggunakan variasi 5 konsentrasi, yaitu 0,050; 0,100; 0,150; 0,200; 0,250 M. Pembuatan kelima larutan standar elektrolit dibuat dengan pengenceran dengan aquademin masing-masing dalam 10 mL.

### 3.4.3 Uji Metode Reaksi Warna

Sampel beras yang telah disemprot pemutih (sampel positif) diambil sebanyak 20 gr, kemudian dimasukkan ke dalam tabung Erlenmeyer, lalu ditambahkan aquades sebanyak 50 mL dan dikocok. Disaring menggunakan kertas saring, ambil filtrat sebanyak 10 mL, kemudian filtrat diambil kembali sebanyak 2 mL. Ditambahkan 10 tetes Kalium iodida 10% dan 10 tetes amilum 10% kedalamnya. Diamati perubahan reaksi yang terjadi, jika larutan berubah warna menjadi biru hal ini mengindikasikan bahwa beras tersebut mengandung Klorin.

### 3.4.4 Standarisasi larutan Sodium Hipoklorit

#### a. Standarisasi larutan Sodium thiosulfat

Standarisasi Sodium thiosulfat 0,005 N dilakukan dengan memasukkan larutan Sodium thiosulfat 0,1 N dalam buret 50 mL. Dimasukkan larutan  $\text{KIO}_3$  pada erlenmeyer 250 mL. Kemudian ditambahkan 5 mL larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 N dan 2 g KI. Diaduk hingga terlarut sempurna. Campuran dalam Erlenmeyer tersebut kemudian dititrasikan dengan Natrium thiosulfat hingga larutan menjadi kuning muda, lalu ditambahkan 4 tetes larutan amilum 10% dan dilanjutkan titrasi hingga larutan berubah warna menjadi bening. Standarisasi dilakukan secara triplo (tiga kali pengulangan) untuk mendapatkan hasil yang akurat dan presisi.

#### b. Penetapan kadar Klorin pada Larutan standar Natrium hipoklorit ( $\text{NaOCl}$ )

Kadar Klorin yang terdapat dalam larutan standar  $\text{NaOCl}$  ditentukan secara titrasi iodometri. Sebanyak 10 mL larutan standar Natrium hipoklorit dimasukkan dalam 250 mL Erlenmeyer. Ditambahkan 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 N dan 2 g bubuk KI dan dalam Erlenmeyer tersebut. Dititrasikan dengan larutan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang telah distandarisasi. Ditambahkan 4 tetes amilum dan dititrasikan kembali hingga berubah warna menjadi jernih. Dihitung volume  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  yang digunakan untuk titrasi. Titrasi dilakukan secara triplo (tiga kali pengulangan) untuk mendapatkan presisi dan akurasinya.

### 3.4.5 Optimasi Parameter Teknik *Square Wave Voltammetry*

#### a. Optimasi konsentrasi larutan elektrolit ( $\text{KNO}_3$ )

Optimasi konsentrasi larutan elektrolit dilakukan dengan membuat larutan elektrolit dengan variasi konsentrasi 0,050; 0,100; 0,150; 0,200; 0,250 M. Larutan standar  $\text{NaOCl}$  50 ppm dilarutkan dalam masing-masing variasi konsentrasi yang telah disediakan. Larutan  $\text{NaOCl}$  50 ppm dalam  $\text{KNO}_3$  dibuat dalam 50 mL labu ukur, serta dikondisikan berada pada pH 9 dengan menambahkan  $\text{NaOH}$  0,0001 M secara perlahan hingga mencapai pH 9. Diukur arus puncaknya dengan potensiostat menggunakan teknik *square-wave voltammetry*. Diamati respon puncak potensial pada tiap larutan dan ditentukan konsentrasi optimalnya.

#### b. Optimasi pH

Optimasi pH dilakukan pada variasi pH 8, 9, 10, 11, 12. Dibuat larutan standar NaOCl 50 ppm dalam KNO<sub>3</sub> konsentrasi optimum dalam 50 mL, lalu ditambahkan larutan NaOH sedikit demi sedikit hingga larutan mencapai pH 8, 9, 10, 11, 12. Dicek pH larutan setelah penambahan larutan NaOH. Larutan selanjutnya diukur arus puncaknya dengan potensiostat menggunakan teknik *square-wave voltammetry*. *Sampling time* optimum juga diterapkan pada pengukuran optimasi pH ini. Diamati respon puncak potensial pada tiap larutan dan ditentukan pH optimalnya.

c. Optimasi *sampling time*

Optimasi *sampling time* dilakukan dengan mengatur waktu *scan* pada software AMEL pada rentang 5, 10, 15 dan 20 ms. Dibuat larutan NaOCl 50 ppm dalam KNO<sub>3</sub> 0,15 M pada kondisi pH optimum. Diukur arus puncaknya dengan potensiostat menggunakan teknik *square-wave voltammetry*. Diamati respon puncak potensial pada tiap larutan dan ditentukan *sampling time* optimalnya.

#### 3.4.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan standar NaOCl dibuat dengan rentang konsentrasi 10; 20; 30; 40; 50 ppm dan masing-masing dibuat 50 mL. Kelima larutan standar diukur secara berurutan dari konsentrasi rendah ke tinggi dengan parameter optimum menggunakan teknik *square-wave voltammetry*. Pengukuran kelima konsentrasi tersebut diukur sebanyak tiga kali pengulangan. Selanjutnya dibuat kurva kalibrasinya.

#### 3.4.7 Karakterisasi Metode Kerja

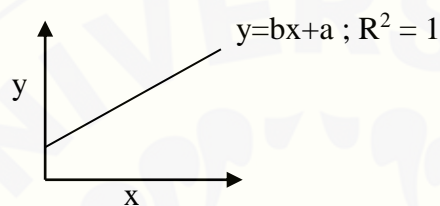
Karakterisasi metode kerja elektrokimia umumnya meliputi linieritas, presisi, dan limit deteksi. Penjelasan mengenai ketiga karakterisasi metode kerja tersebut dijelaskan sebagai berikut:

a. Linieritas

Linieritas didefinisikan sebagai kemampuan metode analisis memberikan respon proposional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linieritas biasanya ditentukan secara matematis dengan menggunakan persamaan garis lurus yang



dihasilkan dari plot hasil analisis dengan konsentrasi analit. Linieritas merupakan parameter hubungan linier yang menggunakan koefisien determinasi ( $R^2$ ). Koefisien determinasi sendiri adalah suatu ukuran hubungan linier diantara dua data, yaitu data konsentrasi analit dengan respon hasil analisis. Nilai koefisien determinasi dapat dikatakan diterima jika nilainya mendekati nilai 1 (Riyanto, 2002). Linieritas diperoleh dari nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) yang didapat dari persamaan garis lurus yang diperoleh dari kurva kalibrasi. Bentuk kurva kalibrasi ditunjukkan sebagai berikut:



Sumbu x menunjukkan variasi konsentrasi sodium hipoklorit standar, sedangkan sumbu y menunjukkan arus yang dihasilkan. Respon linier ini mengacu terhadap persamaan garis yang dirumuskan sebagai berikut:

$$y = bx + a$$

Keterangan :

y : Arus puncak analit

b : Slope (kemiringan)

x : Konsentrasi analit

a : Intersep

(Caulcutt dan Boddy, 1983).

#### b. Presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan mengukur arus puncak (y) larutan standar NaOCl 50 ppm dalam larutan elektrolit  $KNO_3$  secara triplo (tiga kali pengulangan percobaan). Selanjutnya dihitung simpangan bakunya dengan rumus:

$$S_B = \sqrt{\frac{\sum(y-y')^2}{n-1}}$$

Koefisien variasi (KV) juga perlu dihitung untuk mengetahui berapa nilai kesalahan pengukuran arus, uji ketelitian, serta ketepatan potensial puncak dari hasil analisis tersebut. Penentuan koefisien variasi dapat dirumuskan :

$$KV = \frac{S_B}{y'} \times 100\%$$

(Miller dan Miller, 1991).

c. Limit deteksi

Limit deteksi didefinisikan sebagai nilai konsentrasi terkecil yang masih dapat dideteksi dan terukur oleh sebuah instrumen. Makin kecil nilai limit deteksi, maka semakin tinggi sensitivitas instrumen tersebut. Rumus penentuan limit deteksi dapat dituliskan :

$$S_B = S_{Y/X}$$

$$S_{Y/X} = S_B = \sqrt{\frac{\sum(y-y')^2}{n-2}}$$

$$L_D = \frac{3S_B}{b}$$

Keterangan :

$S_{y/x} = S_B$  = Simpangan Baku

$y$  = arus yang terukur

$y'$  = arus teoritis dari plot kurva regresi

$n$  = banyaknya pengukuran

$L_D$  = Limit Deteksi

$b$  = Slope

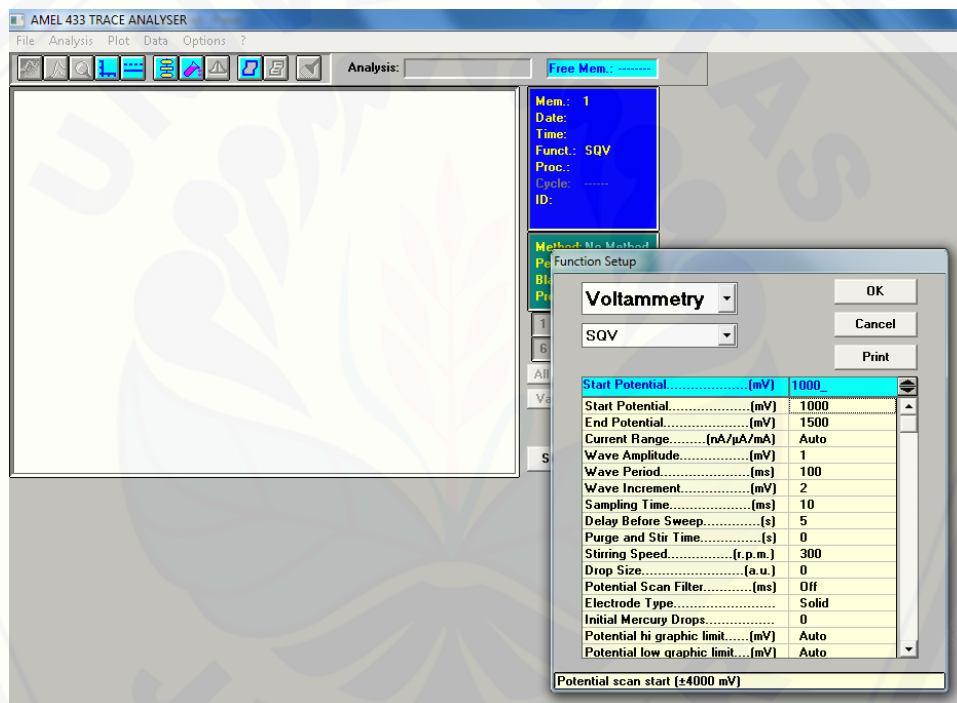
(Miller dan Miller, 1991).

#### 3.4.8 Penentuan Kadar Klorin Bebas dalam Air Cucian Beras Berpemutih dengan Teknik *Square Wave Voltammetry*

Pengukuran sampel dilakukan dengan mengambil sampel air cucian beras 10 mL dan dilarutkan dalam 25 mL larutan elektrolit  $KNO_3$ . Sampel diukur menggunakan potensiostat yang terhubung dengan elektroda kerja grafit, elektroda referensi Ag/AgCl, dan elektroda bantu platina. Hasil *Sampling time*, pH, dan konsentrasi larutan elektrolit  $KNO_3$  dari optimasi diterapkan dalam pengukuran analisis Klorin bebas dalam air cucian beras. Penyapuan puncak arus dilakukan pada rentang +1000 mV hingga + 1500 mV. Rentang potensial tersebut

dipilih berdasarkan nilai potensial standar ( $E^0$ ) dari ion  $\text{ClO}^-$ . Arus puncak diukur menggunakan metode *square-wave voltammetry* pada kondisi optimum. Berikut adalah tahapan dalam menjalankan analisis Klorin bebas dalam air cucian beras dengan *square-wave voltammetry* :

1. Buka aplikasi *software* AMEL dalam komputer yang sudah terhubung dengan potensiostat. Pilih *function setup* maka akan muncul *dialogue box* untuk mengatur parameter-parameter dalam analisis voltammetri, yang ditunjukkan seperti berikut :



2. Dipilih jenis elektroanalisis yang diinginkan yaitu voltammetri. Ditentukan jenis teknik voltammetri yang diinginkan yaitu *Square Wave Voltammetry* (SQV). Kemudian diubah parameter-parameter dengan memasukkan angka baru kedalam masing-masing kotak.
3. Dimasukkan nilai-nilai parameter yang sesuai: *Initial potential +1000 mV*, *final potential +1500 mV*, *wave amplitude 1 mV*, *wave increment 2 mV*, *delay before sweep 2 s*, *sampling time (5, 10, 15, 20 ms)*, *wave periode 100 ms*, *electrode type solid*.

4. Jika parameter sudah ditentukan, maka klik OK. Jendela berbentuk gelombang akan muncul dalam bentuk grafik *applied potential* (tegangan vs waktu), kemudian ditentukan kurva voltammogramnya (arus vs tegangan).



## BAB 5. PENUTUP

### 1.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan :

1. Nilai konsentrasi elektrolit  $\text{KNO}_3$ , pH, dan *sampling time* optimum yang diperoleh dari penelitian Optimasi Teknik *Square Wave Voltammetry* ini yakni pada konsentrasi 0,15 M, pada kondisi pH 9, dan menggunakan *sampling time* 10 ms.
2. Teknik *Square wave Voltammetry* yang telah dioptimasi ini menunjukkan nilai linieritas yang baik yaitu 0,9897, sehingga metode ini dapat diterima. Limit deteksi ion hipoklorit ( $\text{OCl}^-$ ) yaitu 9,563 ppm. Nilai koefisien variasi yaitu 4.09%, sehingga metode ini memiliki tingkat ketelitian presisi yang cukup baik. Konsentrasi  $\text{OCl}^-$  yang terdapat pada beras berpemutih yang terdeteksi menggunakan teknik *Square Wave Voltammetry* ini sebesar 75,312 ppm.

### 1.2 Saran

Disarankan dapat dilakukan optimasi luas permukaan elektroda kerja grafit pensil ini untuk mengetahui berapa luas permukaan yang paling baik untuk menghasilkan puncak arus dengan nilai yang tinggi dan dapat menghasilkan kurva voltamogram yang lebih tajam.



## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2001. *Sentra Informasi Keracunan (SIKer) dan tim Pedoman Penata laksanaan Keracunan untuk Rumah Sakit* [diakses pada 16 Desember 2016].
- Anonim. 2013. *Technology Economics: Sodium Hypochlorite Chemical Production*. USA: Intratec Solution LLC.
- Anonim. 2016. Standard Reduction Potentials of Half-Cells. [http://www.ed.gov.nl.ca/edu/k12/evaluation/chem3202/standardreduction\\_potentials.pdf](http://www.ed.gov.nl.ca/edu/k12/evaluation/chem3202/standardreduction_potentials.pdf) [diakses pada 29 Desember 2016].
- Anonim. 2016. ISO 7393 (1990): Water quality-Determination of free chlorine and total chlorine-Part 3: Iodometric titration method for the determination of total chlorine. <http://www.saiglobal.com>iso>ipdf0040> [diakses pada 16 Desember 2016].
- Anonim. 2018. Guidelines for Validation of Analytical Methods for Agri-Cultural Pesticide Active Ingredients and Products. <http://www.hse.gov.uk/biocides/copr/pdfs/validation/pdf>. [diakses pada 21 Mei 2018].
- Arisman. 2008. *Keracunan Makanan: Buku Ajar Ilmu Gizi*. Jakarta: Buku Kedokteran EGC.
- Baram, M. S., P. S. Dillon, dan B. Ruffle. 1992. *Managing Chemical Risk Corporate Response to Sara: Revised Edition*. USA: Lewis Publisher, Inc.
- Bard, A. J. 1986. *Electroanalytical Chemistry: A series of Advance Volume 18*. USA: Library Of Congress.
- Belitz, H. D., W. Grosch, dan P. Schieberle. 2009. *Food Chemistry*. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Brady, E. J. 1999. *Kimia Universitas Asas dan Struktur*. Jakarta: Binarupa Aksara.

- Branen, A.L., dan P. Michael. 2005. *Food Additive*. New York: Marcel Dekker, Inc.
- Butler, T. J. 2013. *Laboratory Exercises for Competency in Respiratory Care*. USA: Davis Company.
- Caulcutt, R.P., dan R. Boddy. 1983. *Statistic For Analytical Chemistry*. London: Chappman and Hall.
- Cazes, J. 2004. *Analytical Instrumentation Handbook Third Edition*. USA: Marcel Dekker.
- Chandra, B. 2006. *Ilmu Kedokteran Pencegahan & Komunitas*. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Dahmen, E. A. M. F. 1986. *Electroanalysis: Theory and Application in Aqueous and Non Aqueous Media and in Automated Chemical Control*. USA: Elsevier Science Publishing Company Inc.
- Hasan, A. 2006. Dampak Penggunaan Klorin. *Jurnal Teknik Lingkungan* 7(1): 90 – 96.
- Harp, D. 2002. *Current Technology of Chlorine Analysis for Water and Wastewater*. USA: Hach Company.
- Hendayana, S., A. Kadarohman, AA. Sumarna, dan A. Supriatna. 1994. *Kimia Analitik Instrumen Edisi Kesatu*. Semarang: IKIP Semarang Press.
- Heriawan, R. 2011. *Kajian Konsumsi dan Cadangan Beras Nasional 2011*. Jakarta: Badan Pusat Statistik.
- Imamkhasani, S. dan W. T. Wahyuni. 1993. *Proceeding Seminar Nasional Kimia dan Pembangunan*. Bandung: Himpunan Kimia Indonesia.
- Kodera, F, S. Kishioka, M. Umeda, dan A. Yamada. 2004. Electrochemical Detection of Free Chlorine Using Anodic Current. *Journal of Applied Physics* 43 (7A): 913-914.

- Lambrechts, M. dan W. Sensen. 1992. *Biosensor: Microelectrochemical Device*. USA: Taylor & Francis Group.
- Mahmood, K. 2004. *Kimia Organik Awalan*. Kuala Lumpur: Sanon Printing Corporation SDN BHD.
- Mar, W. D. 1995. *A Text Book Of Chemistry Practical*. New Delhi: APH Publishing Corporation.
- Miller, J.C dan Miller, J. N. (1991). *Statistika untuk Kimia Analitik*. Bandung: ITB.
- Mirceski, F. 2007. *Square Wave Voltammetry: Theory and Applications*. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Molina, A dan J. Gonzalez. 2016. *Pulse Voltammetry in Physical Electrochemistry and Electroanalysis*. Switzerland: Springer International Publishing.
- Montenegro, I. 1991. *Microelectrodes: Theory and Applications*. Portugal: Spinger Science Business Media.
- Norlatifah. 2012. Identifikasi Klorin secara Kualitatif Pada Beras Yang Dijual Di Pasar Besar Kecamatan Pahandut Palangka Raya. *Skripsi*. Medan: Universitas Sumatra Utara.
- Nurnawati, H. 2015. Kandungan Klorin pada Beras Putih di Pasar Tanjung Kabupaten Jember. *Skripsi*. Jember: Universitas Jember.
- Oldham, H. B. 1994. *Fundamentals of Electrochemistry Science*. Canada: Academic Press.
- Pathiratne, K.A.S., S.S Skandaraja, dan E.M.C.M Jayasena. 2007. Linear Sweep Voltammetric Determination of Free Chlorine in Waters Using Graphite Working Electrodes. *Journal of Natural and Science* 36 (I): 25-31.

- Peraturan Menteri Kesehatan Nomor 416. *Batas Sisa Klor dalam Kolam Renang*. Tahun 1990. Jakarta: Menteri Kesehatan Republik Indonesia.
- Peraturan Menteri Pertanian Nomor 32. *Pelarangan Bahan Kimia Berbahaya pada Proses Penggilingan Pasdi, Huller, dan Penyosoh Beras*. Tahun 2007. Jakarta: Departemen Pertanian Republik Indonesia.
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 722 Tahun 1988. *Bahan Tambahan Makanan*. 20 September 1988. Jakarta: Menteri Kesehatan Republik Indonesia.
- Praja, D.I. 2015. *Zat Aditif Makanan: Manfaat dan Bahayanya*. Yogyakarta: Garudhawaca.
- Purnawijayanti, H.A. 2001. *Sanitasi Higienis dan Keselamatan Kerja dalam Pengolahan Makanan*. Jogjakarta: Kanisius.
- Ramli, N., D. Navianti, dan K. Witi. 2014. Pengaruh Jenis Air yang Digunakan Terhadap Kadar Klorin pada Air Seduhan Kertas Pembungkus Teh Celup. *Jurnal Kesehatan* 1: 95-101.
- Rafiansah, A., dan P. Setiarso. 2016. *Penentuan Kadar Cd pada Limbah Pabrik Menggunakan Elektroda Pasta Karbon Termodifikasi Zeolit Secara Cyclic Stripping Voltammetry. Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya*. 17 September 2016. Universitas Negeri Surabaya: 27-31.
- Reiger, P. H. 1994. *Electrochemistry*. USA: Chapman & Hall, Inc.
- Riyanto. 2002. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*. Yogyakarta: Deepublish.
- Roza, G. 2010. *The Halogen Elements: Fluorine, Chlorine, Bromine, Iodine, Astatine*. New York: The Rosen Publishing Group.
- Sari, W. P. 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Zeloit Sintetik pada Zeolit Modified Electrode (ZME) sebagai Indikator Asam Askorbat*. *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.

- Scholz, F. 2010. *Electroanalytical Methods: Guide to Experiments and Applications*. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Sinuhaji, D. N. 2009. Perbedaan Kandungan Klorin ( $\text{Cl}_2$ ) Pada Beras Sebelum dan Sesudah Dimasak. *Skripsi*. Sumatera Utara: Universitas Sumatera Utara.
- Standar Nasional Indonesia (SNI) Nomor 01-3553-1996. *Air Minum dalam Kemasan*. Tahun 1996. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- Sullivan, J. B., dan G. R. Krieger. 2001. *Clinical Environmental Health and Toxic Exposures*. USA: Lippincott Williams & Wilkin.
- Sutresna, N. 2008. *Kimia*. Bandung: Grafindo Media Pratama.
- Thomas, F. G., dan G. Henze. 2001. *Introduction of Voltammetric Analysis: Theory and Practice*. Australia: CSIRO Publishing.
- Utama, Z.H. 2015. *Budidaya Padi pada Lahan Marginal: Kiat Meningkatkan Produksi Padi*. Yogyakarta: CV. Andi Offset.
- Wibowo, S. H. 2008. Ketika Klorin Mengancam Beras Kita. <https://klipingut.wordpress.com/2009/11/30/ketika-Klorin-mengancam-beras-kita/> [Diakses pada 20 Desember 2016].
- Wang, J. 1994. *Electrochemical Analysis*. USA: Wiley-VHC Inc.
- Wang, J. 2000. *Analytical Electrochemistry 2 nd Edition*. New York: Wiley-VCH.
- Watt, S. 2002. *The Elements: Chlorine*. New York: Marshall Cavendish Corporation.
- Zoski, C.G. 2007. *Handbook of Electrochemistry*. USA: Elsevier.



## LAMPIRAN

**Lampiran 1.** Perhitungan pembuatan Larutan untuk Titrasi Iodometri

a) Larutan KI 10%

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

b) Larutan Amilum 10%

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

c) Larutan Sodium Thiosulfat 0,005 N

$$N = \frac{g}{BE} \times \frac{1000}{V}$$

$$0,005 \text{ N} = \frac{g}{248,21 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{500 \text{ mL}}$$

$$0,005 \text{ N} = \frac{2 \text{ g}}{248,21 \text{ g/mol}}$$

$$2 \text{ g} = 0,005 \text{ mol/g} \times 248,21 \text{ g/mol}$$

$$2 \text{ g} = 1,241$$

$$g = \frac{1,24105}{2}$$

$$g = 0,6205 \text{ g}$$

d) Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N- Menentukan Normalitas H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat :

$$N = \frac{((10 \times \text{Berat Jenis}) \times \text{Valensi})}{\text{Berat molekul}}$$

$$N = \frac{((10 \times 96 \times 1,84) \times 2)}{98,08}$$

$$N = 36 \text{ N}$$

- Pengenceran H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat menjadi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$36 \text{ N} \times V_1 = 2 \text{ N} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{200 \times mL}{36}$$

$$V_1 = 5,56 \text{ mL}$$

e) Larutan  $\text{KIO}_3$  0,005 N

$$N = \frac{g}{BE} \times \frac{1000}{V}$$

$$0,005 \text{ N} = \frac{10 \text{ g}}{35,67 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{100 \text{ mL}}$$

$$0,005 \text{ N} = \frac{10 \text{ g}}{35,67 \text{ g/mol}}$$

$$10 \text{ g} = 0,005 \text{ mol/g} \times 35,67 \text{ g/mol}$$

$$10 \text{ g} = 0,178$$

$$\text{g} = \frac{0,178}{10}$$

$$\text{g} = 0,0178 \text{ g}$$

**Lampiran 2.** Perhitungan Pembuatan Larutan Sodium hipoklorit (NaOCl)

## 2.1 Pembuatan Larutan induk NaOCl 1000 ppm

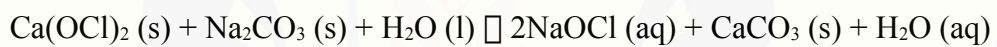
$$1000 \times 0,001 \text{ g/L} = 1 \text{ g/L}$$

$$\frac{1 \text{ g/L}}{74,44 \text{ g/mol}} = 0,0134 \text{ mol/L} = 0,0134 \text{ M}$$

$$M = \frac{n}{V}$$

$$0,0134 \text{ mol/L} = \frac{n}{0,25 \text{ L}}$$

$$n = 0,00335 \text{ mol}$$



$$m : 0,001675 \text{ mol} \quad 0,001675 \text{ mol}$$

$$r : 0,001675 \text{ mol} \quad 0,001675 \text{ mol} \quad 0,00335 \text{ mol}$$

$$s : \quad - \quad - \quad 0,00335 \text{ mol}$$

a) Kaporit :

$$n \text{ Ca(OCl)}_2 = \frac{g}{Mr}$$

$$0,001675 \text{ mol} = \frac{g}{142,98 \text{ g/mol}}$$

$$g = 0,001675 \text{ mol} \times 142,98 \text{ g/mol}$$

$$g = 0,2394 \text{ g}$$

b) Sodium karbonat :

$$n \text{ Na}_2\text{CO}_3 = \frac{g}{Mr}$$

$$0,001675 \text{ mol} = \frac{g}{105,9888 \text{ g/mol}}$$

$$g = 0,001675 \text{ mol} \times 105,9888 \text{ g/mol}$$

$$g = 0,1775 \text{ g}$$

## 2.2 Pengenceran Larutan standar NaOCl

a) 13,78 ppm

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 1378,4 \text{ ppm} &= 50 \text{ mL} \times 13,78 \text{ ppm} \\ V_1 \times 1378,4 &= 689,2 \text{ mL} \\ V_1 &= 0,5 \text{ mL} \end{aligned}$$

b) 27,56 ppm

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 1378,4 \text{ ppm} &= 50 \text{ mL} \times 27,56 \text{ ppm} \\ V_1 \times 1378,4 &= 1378,4 \text{ mL} \\ V_1 &= 1 \text{ mL} \end{aligned}$$

c) 40,35 ppm

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 1378,4 \text{ ppm} &= 50 \text{ mL} \times 40,35 \text{ ppm} \\ V_1 \times 1378,4 &= 2067,6 \text{ mL} \\ V_1 &= 1,5 \text{ mL} \end{aligned}$$

d) 55,13 ppm

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 1378,4 \text{ ppm} &= 50 \text{ mL} \times 55,13 \text{ ppm} \\ V_1 \times 1378,4 &= 2756,8 \text{ mL} \\ V_1 &= 2 \text{ mL} \end{aligned}$$

e) 68,92 ppm

$$\begin{aligned} V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\ V_1 \times 1378,4 \text{ ppm} &= 50 \text{ mL} \times 68,92 \text{ ppm} \\ V_1 \times 1378,4 &= 3346 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

f) 206,76 ppm

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

$$V_1 \times 1378,4 \text{ ppm} = 50 \text{ mL} \times 206,76 \text{ ppm}$$

$$V_1 \times 1378,4 = 10338 \text{ mL}$$

$$V_1 = 7,5 \text{ mL}$$

### Lampiran 3. Perhitungan standarisasi Thiosulfat dan Larutan Standar Sodium hipoklorit

#### 3.1 Perhitungan Standarisasi Larutan Thiosulfat

Larutan Thiosulfat distandarisasi metode titrasi iodometri dengan larutan 25 mL  $\text{KIO}_3$  0,005 N.

Pengulangan n	Volume awal (mL)	Volume akhir (mL)	Volume total (mL)
I	22,80 mL	3,90 mL	26,7 mL
II	19,20 mL	7,50 mL	26,7 mL
III	18,97 mL	6,60 mL	25,57 mL
Rata-rata			26,32 mL

$$V_{\text{thiosulfat}} \times N_{\text{thiosulfat}} = V_{\text{KIO}_3} \times N_{\text{KIO}_3}$$

$$26,32 \text{ mL} \times N_{\text{thiosulfat}} = 25 \text{ mL} \times 0,005 \text{ N}$$

$$26,32 \times N_{\text{thiosulfat}} = 0,125 \text{ N}$$

$$N_{\text{thiosulfat}} = \frac{0,125 \text{ N}}{26,32}$$

$$N_{\text{thiosulfat}} = 0,0047 \text{ N}$$

#### 3.2 Perhitungan Standarisasi Larutan induk Sodium hipoklorit 1000 ppm

Larutan induk 10 mL  $\text{NaOCl}$  1000 ppm distandarisasi dengan titrasi iodometri dengan Larutan thiosulfat 0,0047 N. Dimana :  $N_{\text{thiosulfat}} \approx M_{\text{thiosulfat}}$

Pengulangan n	Volume awal (mL)	Volume akhir (mL)	Volume total (mL)
I	32,4 mL	7,5 mL	39,9 mL
II	33,1 mL	6,9 mL	40 mL
III	31,4 mL	8,8 mL	38,3 mL
Rata-rata			39,4 mL



$$V_{\text{thiosulfat}} \times M_{\text{thiosulfat}} = V_{\text{NaOCl}} \times M_{\text{NaOCl}}$$

$$39,4 \text{ mL} \times 0,0047 \text{ M} = 10 \text{ mL} \times N_{\text{NaOCl}}$$

$$0,18518 \text{ M} = 10 \times M_{\text{NaOCl}}$$

$$M_{\text{NaOCl}} = \frac{0,18518 \text{ M}}{10}$$

$$M_{\text{NaOCl}} = 0,018518 \text{ M}$$

Penentuan konsentrasi NaOCl dari hasil standarisasi dengan metode titrasi iodometri :

$$0,018518 \text{ M} = 0,018518 \text{ mol/L}$$

$$\frac{x \text{ g/L}}{74,44 \text{ g/mol}} = 0,018518 \text{ mol/L}$$

$$x \text{ g/L} = 0,018518 \text{ mol/L} \times 74,44 \text{ g/mol}$$

$$x \text{ g/L} = 1,3784 \text{ g/L}$$

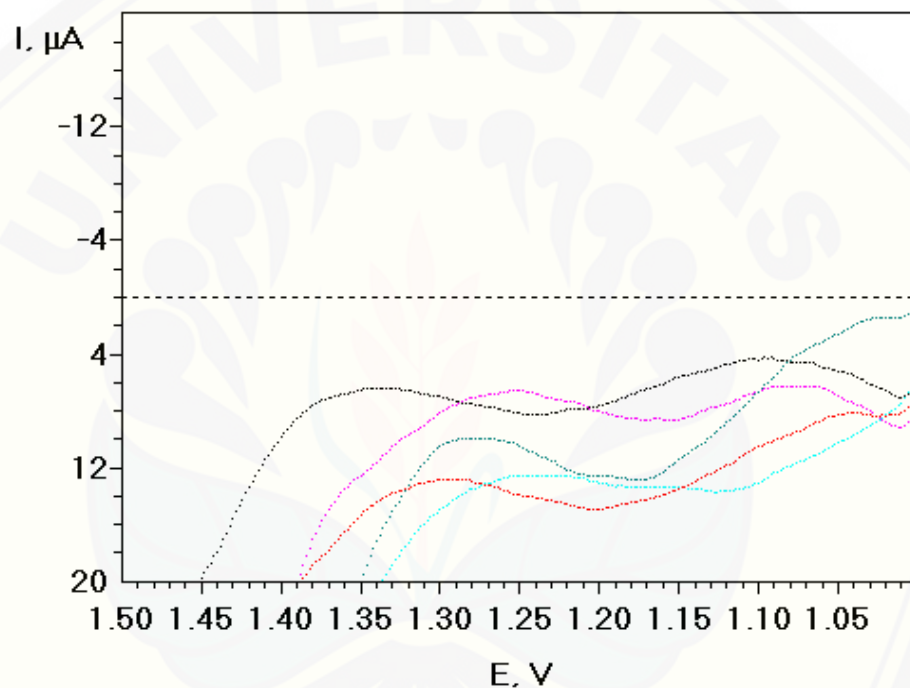
$$\text{ppm} = \frac{1,3784 \text{ g/L}}{0,001 \text{ g/L}}$$

$$= 1378,4 \text{ ppm}$$

#### Lampiran 4. Data Optimasi Parameter Teknik *Square Wave Voltammetry*

##### 4.1 Optimasi Konsentrasi Elektrolit $\text{KNO}_3$

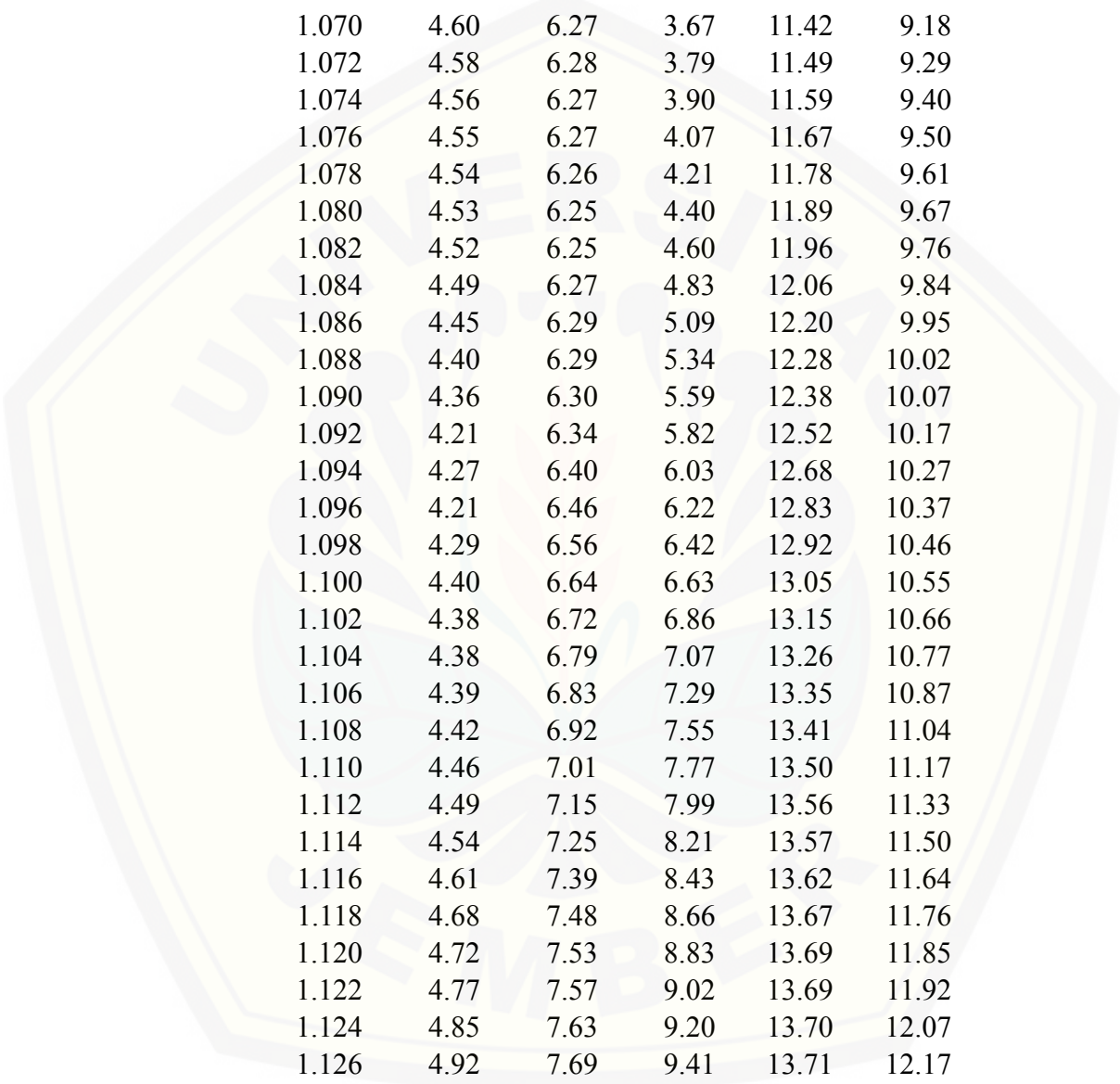
##### 4.1.1 Hasil voltamogram Optimasi Konsentrasi Elektrolit $\text{KNO}_3$



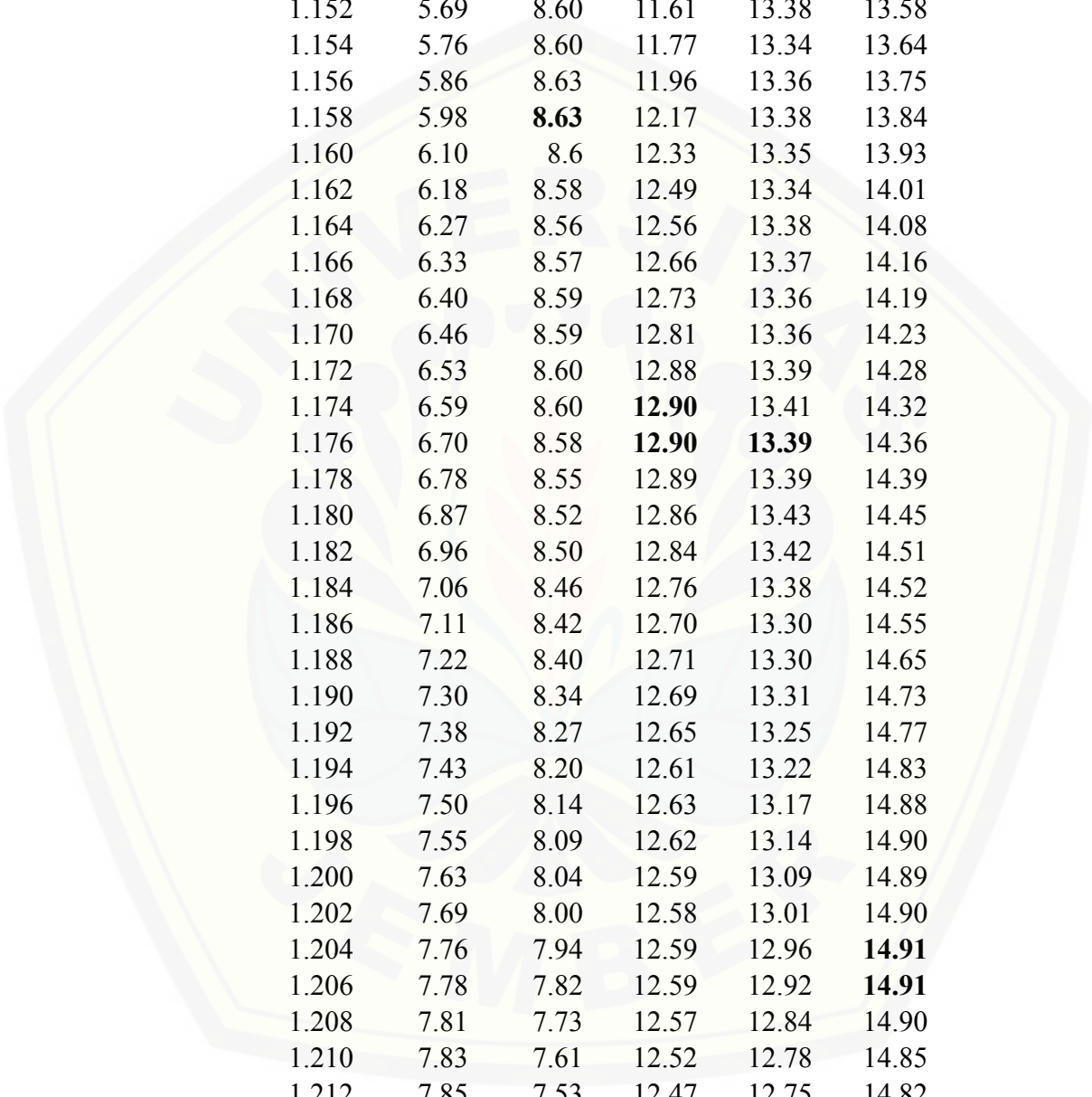
##### 4.1.2 Data Optimasi Konsentrasi Elektrolit $\text{KNO}_3$

Konsentrasi $\text{KNO}_3$				
0,05 M	0,10 M	0,15 M	0,20 M	0,25 M
8.24 $\mu\text{A}$	8.63 $\mu\text{A}$	12.9 $\mu\text{A}$	13.39 $\mu\text{A}$	14.91 $\mu\text{A}$

Tegangan n (V)	Arus ( $\mu\text{A}$ )				
	0.05 M	0.1 M	0.15 M	0.2 M	0.25 M
1.050	5.20	6.96	2.56	10.27	8.29
1.052	5.11	6.83	2.68	10.39	8.33
1.054	5.08	6.69	2.81	10.52	8.40
1.056	5.02	6.57	2.91	10.60	8.45



1.058	4.93	6.44	3.01	10.70	8.51
1.060	4.94	6.37	3.11	10.85	8.63
1.062	4.82	6.32	3.23	10.97	8.72
1.064	4.71	6.28	3.31	11.09	8.84
1.066	4.59	6.25	3.41	11.17	8.95
1.068	4.61	6.25	3.53	11.31	9.06
1.070	4.60	6.27	3.67	11.42	9.18
1.072	4.58	6.28	3.79	11.49	9.29
1.074	4.56	6.27	3.90	11.59	9.40
1.076	4.55	6.27	4.07	11.67	9.50
1.078	4.54	6.26	4.21	11.78	9.61
1.080	4.53	6.25	4.40	11.89	9.67
1.082	4.52	6.25	4.60	11.96	9.76
1.084	4.49	6.27	4.83	12.06	9.84
1.086	4.45	6.29	5.09	12.20	9.95
1.088	4.40	6.29	5.34	12.28	10.02
1.090	4.36	6.30	5.59	12.38	10.07
1.092	4.21	6.34	5.82	12.52	10.17
1.094	4.27	6.40	6.03	12.68	10.27
1.096	4.21	6.46	6.22	12.83	10.37
1.098	4.29	6.56	6.42	12.92	10.46
1.100	4.40	6.64	6.63	13.05	10.55
1.102	4.38	6.72	6.86	13.15	10.66
1.104	4.38	6.79	7.07	13.26	10.77
1.106	4.39	6.83	7.29	13.35	10.87
1.108	4.42	6.92	7.55	13.41	11.04
1.110	4.46	7.01	7.77	13.50	11.17
1.112	4.49	7.15	7.99	13.56	11.33
1.114	4.54	7.25	8.21	13.57	11.50
1.116	4.61	7.39	8.43	13.62	11.64
1.118	4.68	7.48	8.66	13.67	11.76
1.120	4.72	7.53	8.83	13.69	11.85
1.122	4.77	7.57	9.02	13.69	11.92
1.124	4.85	7.63	9.20	13.70	12.07
1.126	4.92	7.69	9.41	13.71	12.17
1.128	4.98	7.74	9.58	13.72	12.29
1.130	5.05	7.79	9.77	13.70	12.41
1.132	5.13	7.85	9.98	13.67	12.52
1.134	5.19	7.94	10.18	13.62	12.65
1.136	5.25	8.03	10.34	13.57	12.76
1.138	5.29	8.11	10.49	13.55	12.88
1.140	5.34	8.22	10.65	13.5	13.00



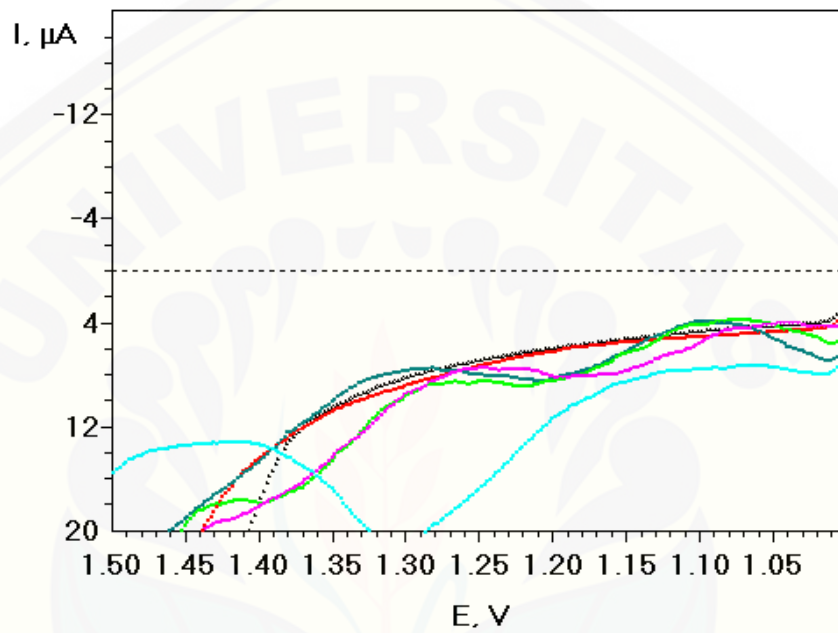
1.142	5.39	8.33	10.79	13.47	13.11
1.144	5.45	8.43	10.96	13.44	13.23
1.146	5.48	8.49	11.13	13.42	13.34
1.148	5.54	8.55	11.28	13.43	13.43
1.150	5.62	8.60	11.45	13.41	13.54
1.152	5.69	8.60	11.61	13.38	13.58
1.154	5.76	8.60	11.77	13.34	13.64
1.156	5.86	8.63	11.96	13.36	13.75
1.158	5.98	<b>8.63</b>	12.17	13.38	13.84
1.160	6.10	8.6	12.33	13.35	13.93
1.162	6.18	8.58	12.49	13.34	14.01
1.164	6.27	8.56	12.56	13.38	14.08
1.166	6.33	8.57	12.66	13.37	14.16
1.168	6.40	8.59	12.73	13.36	14.19
1.170	6.46	8.59	12.81	13.36	14.23
1.172	6.53	8.60	12.88	13.39	14.28
1.174	6.59	8.60	<b>12.90</b>	13.41	14.32
1.176	6.70	8.58	<b>12.90</b>	<b>13.39</b>	14.36
1.178	6.78	8.55	12.89	13.39	14.39
1.180	6.87	8.52	12.86	13.43	14.45
1.182	6.96	8.50	12.84	13.42	14.51
1.184	7.06	8.46	12.76	13.38	14.52
1.186	7.11	8.42	12.70	13.30	14.55
1.188	7.22	8.40	12.71	13.30	14.65
1.190	7.30	8.34	12.69	13.31	14.73
1.192	7.38	8.27	12.65	13.25	14.77
1.194	7.43	8.20	12.61	13.22	14.83
1.196	7.50	8.14	12.63	13.17	14.88
1.198	7.55	8.09	12.62	13.14	14.90
1.200	7.63	8.04	12.59	13.09	14.89
1.202	7.69	8.00	12.58	13.01	14.90
1.204	7.76	7.94	12.59	12.96	<b>14.91</b>
1.206	7.78	7.82	12.59	12.92	<b>14.91</b>
1.208	7.81	7.73	12.57	12.84	14.90
1.210	7.83	7.61	12.52	12.78	14.85
1.212	7.85	7.53	12.47	12.75	14.82
1.214	7.87	7.45	12.43	12.70	14.79
1.216	7.86	7.39	12.33	12.66	14.70
1.218	7.89	7.33	12.21	12.60	14.62
1.220	7.93	7.32	12.14	12.62	14.57
1.222	7.98	7.29	12.05	12.61	14.53
1.224	8.02	7.27	11.91	12.63	14.48

1.226	8.07	7.23	11.74	12.62	14.43
1.228	8.12	7.21	11.60	12.59	14.38
1.230	8.15	7.14	11.51	12.58	14.32
1.232	8.21	7.09	11.41	12.61	14.27
1.234	8.24	7.02	11.34	12.59	14.24
1.236	8.24	6.96	11.24	12.60	14.19
1.238	8.27	6.87	11.14	12.60	14.15
1.240	<b>8.28</b>	6.79	11.06	12.61	14.12
1.242	<b>8.28</b>	6.73	10.94	12.60	14.08
1.244	8.27	6.66	10.82	12.57	14.06
1.246	8.24	6.64	10.7	12.58	14.02
1.248	8.20	6.59	10.57	12.54	13.97
1.250	8.15	6.55	10.44	12.53	13.91
1.252	8.13	6.56	10.35	12.59	13.88
1.254	8.12	6.59	10.28	12.59	13.85
1.256	8.04	6.62	10.23	12.63	13.77
1.258	8.10	6.67	10.17	12.7	13.68
1.260	7.95	6.72	10.12	12.74	13.60
1.262	7.90	6.75	10.09	12.82	13.49
1.264	7.86	6.78	10.04	12.85	13.40
1.266	7.78	6.80	10.03	12.94	13.32
1.268	7.77	6.83	9.99	13.05	13.28
1.270	7.72	6.86	9.97	13.09	13.25
1.272	7.69	6.90	9.94	13.15	13.20
1.274	7.64	6.93	9.95	13.22	13.15
1.276	7.60	7.01	9.96	13.36	13.13
1.278	7.57	7.06	10.01	13.49	13.07
1.280	7.53	7.09	9.95	13.47	12.95
1.282	7.49	7.12	9.91	13.52	12.83
1.284	7.47	7.23	9.98	13.71	12.86
1.286	7.44	7.33	9.99	13.86	12.85
1.288	7.38	7.42	10.01	14.03	12.83
1.290	7.31	7.54	10.04	14.15	12.83
1.292	7.26	7.67	10.10	14.31	12.83
1.294	7.21	7.80	10.19	14.50	12.84
1.296	7.12	7.92	10.24	14.63	12.85
1.298	7.02	8.03	10.36	14.81	12.85
1.300	6.97	8.15	10.52	14.99	12.88



Tabel 4.2 Optimasi pH

4.2.1 Voltamogram Optimasi pH



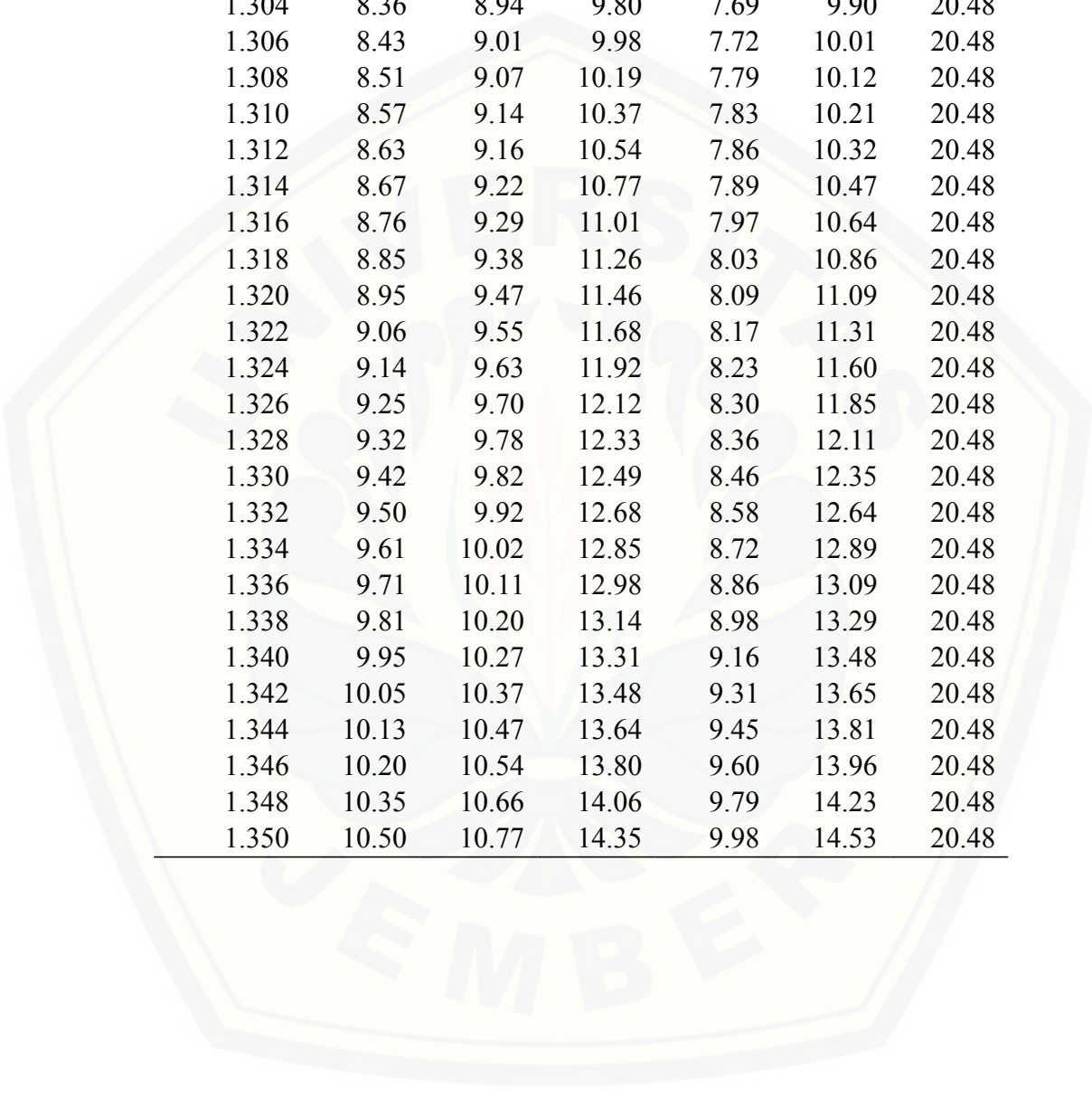
4.2.2 Data Optimasi pH

pH					
7	8	9	10	11	12
0	0	8.13 μA	8.36 μA	8.79 μA	0

Tegangan (V)	Arus (μA)					
	7	8	9	10	11	12
1.110	4.70	5.07	6.03	4.06	4.24	7.57
1.112	4.71	5.05	6.11	4.15	4.32	7.58
1.114	4.74	5.07	6.15	4.24	4.38	7.61
1.116	4.76	5.09	6.21	4.36	4.51	7.64
1.118	4.78	5.12	6.25	4.47	4.60	7.66
1.120	4.79	5.13	6.31	4.54	4.72	7.65
1.122	4.82	5.13	6.37	4.63	4.85	7.64
1.124	4.86	5.16	6.44	4.74	5.02	7.70

1.126	4.88	5.17	6.54	4.83	5.16	7.74
1.128	4.91	5.18	6.63	4.91	5.27	7.79
1.130	4.91	5.21	6.75	4.99	5.40	7.85
1.132	4.94	5.24	6.89	5.08	5.50	7.91
1.134	4.97	5.27	7.01	5.16	5.63	8.00
1.136	4.99	5.27	7.12	5.25	5.72	8.07
1.138	5.02	5.29	7.21	5.34	5.84	8.13
1.140	5.05	5.32	7.27	5.47	5.95	8.19
1.142	5.10	5.32	7.32	5.61	6.02	8.26
1.144	5.11	5.34	7.40	5.76	6.09	8.31
1.146	5.14	5.35	7.46	5.89	6.12	8.38
1.148	5.16	5.38	7.55	6.03	6.20	8.45
1.150	5.17	5.41	7.63	6.17	6.26	8.50
1.152	5.18	5.43	7.69	6.25	6.34	8.52
1.154	5.20	5.43	7.77	6.36	6.44	8.53
1.156	5.25	5.47	7.83	6.46	6.62	8.60
1.158	5.27	5.49	7.88	6.60	6.79	8.68
1.160	5.30	5.52	7.89	6.71	6.92	8.77
1.162	5.34	5.56	7.90	6.86	7.06	8.88
1.164	5.39	5.60	7.91	6.98	7.14	9.01
1.166	5.41	5.63	7.92	7.09	7.26	9.17
1.168	5.41	5.63	7.92	7.20	7.32	9.36
1.170	5.45	5.65	7.96	7.27	7.40	9.48
1.172	5.46	5.67	7.99	7.37	7.51	9.58
1.174	5.49	5.70	7.99	7.43	7.64	9.67
1.176	5.51	5.73	7.99	7.50	7.75	9.76
1.178	5.57	5.75	7.97	7.56	7.83	9.87
1.180	5.60	5.80	7.98	7.64	7.92	9.98
1.182	5.63	5.81	7.97	7.70	7.98	10.11
1.184	5.64	5.81	7.99	7.76	8.02	10.22
1.186	5.63	5.83	8.01	7.81	8.06	10.27
1.188	5.68	5.90	8.08	7.87	8.11	10.4
1.190	5.71	5.93	<b>8.13</b>	7.93	8.15	10.57
1.192	5.74	5.96	8.11	7.98	8.23	10.72
1.194	5.78	6.00	8.11	8.05	8.28	10.85
1.196	5.83	6.05	8.09	8.12	8.29	10.98
1.198	5.87	6.10	8.07	8.19	8.33	11.16
1.200	5.88	6.14	8.01	8.25	8.35	11.34
1.202	5.91	6.15	7.96	8.30	8.37	11.53
1.204	5.93	6.21	7.91	8.34	8.41	11.75
1.206	5.97	6.23	7.83	8.35	8.48	11.94
1.208	6.00	6.27	7.76	<b>8.36</b>	8.55	12.14

1.210	6.04	6.29	7.66	8.35	8.61	12.36
1.212	6.09	6.35	7.61	8.34	8.69	12.58
1.214	6.13	6.40	7.54	8.32	8.72	12.8
1.216	6.15	6.42	7.48	8.29	8.75	13.02
1.218	6.15	6.45	7.43	8.27	8.75	13.23
1.220	6.21	6.50	7.44	8.24	<b>8.79</b>	13.47
1.222	6.24	6.55	7.44	8.22	<b>8.79</b>	13.69
1.224	6.29	6.59	7.42	8.17	8.78	13.93
1.226	6.33	6.65	7.46	8.13	8.76	14.15
1.228	6.38	6.70	7.47	8.08	8.70	14.41
1.230	6.44	6.75	7.50	8.05	8.67	14.64
1.232	6.44	6.80	7.50	8.02	8.59	14.82
1.234	6.50	6.83	7.53	8.00	8.55	15.05
1.236	6.53	6.89	7.54	7.99	8.49	15.29
1.238	6.57	6.93	7.52	7.98	8.46	15.51
1.240	6.61	6.97	7.48	7.97	8.46	15.76
1.242	6.67	7.03	7.42	7.96	8.42	15.98
1.244	6.71	7.06	7.39	7.97	8.44	16.18
1.246	6.73	7.12	7.37	7.96	8.43	16.39
1.248	6.77	7.17	7.36	7.93	8.44	16.54
1.250	6.78	7.21	7.37	7.92	8.45	16.72
1.252	6.83	7.29	7.44	7.91	8.51	16.93
1.254	6.89	7.33	7.49	7.88	8.58	17.17
1.256	6.94	7.41	7.49	7.81	8.60	17.36
1.258	7.02	7.46	7.53	7.76	8.62	17.55
1.260	7.04	7.53	7.53	7.69	8.57	17.75
1.262	7.09	7.6	7.57	7.66	8.53	17.94
1.264	7.11	7.65	7.61	7.63	8.47	18.09
1.266	7.17	7.70	7.69	7.62	8.45	18.25
1.268	7.23	7.76	7.78	7.63	8.47	18.43
1.270	7.31	7.83	7.90	7.62	8.53	18.63
1.272	7.38	7.90	8.01	7.60	8.57	18.81
1.274	7.42	7.95	8.08	7.57	8.60	19.00
1.276	7.49	8.02	8.19	7.54	8.62	19.19
1.278	7.53	8.07	8.28	7.48	8.62	19.37
1.280	7.53	8.10	8.34	7.43	8.61	19.45
1.282	7.55	8.12	8.40	7.38	8.60	19.57
1.284	7.65	8.21	8.57	7.43	8.71	19.75
1.286	7.73	8.29	8.73	7.44	8.82	20.00
1.288	7.81	8.39	8.87	7.47	8.93	20.14
1.290	7.89	8.44	8.99	7.49	9.06	20.30
1.292	7.93	8.52	9.08	7.49	9.16	20.45

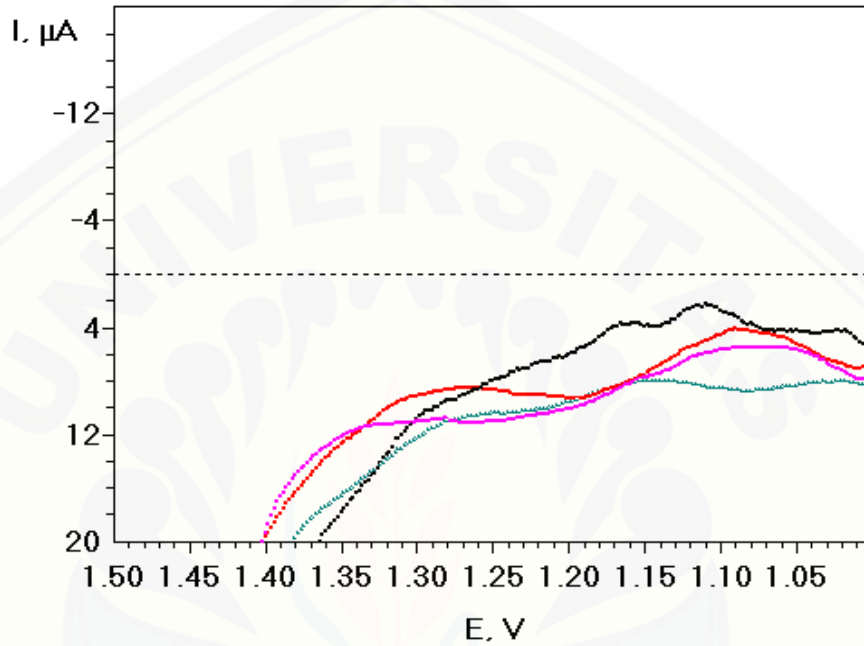


1.294	8.01	8.57	9.19	7.52	9.29	20.48
1.296	8.05	8.65	9.25	7.52	9.36	20.48
1.298	8.11	8.70	9.37	7.55	9.49	20.48
1.300	8.19	8.78	9.49	7.60	9.63	20.48
1.302	8.28	8.86	9.65	7.65	9.77	20.48
1.304	8.36	8.94	9.80	7.69	9.90	20.48
1.306	8.43	9.01	9.98	7.72	10.01	20.48
1.308	8.51	9.07	10.19	7.79	10.12	20.48
1.310	8.57	9.14	10.37	7.83	10.21	20.48
1.312	8.63	9.16	10.54	7.86	10.32	20.48
1.314	8.67	9.22	10.77	7.89	10.47	20.48
1.316	8.76	9.29	11.01	7.97	10.64	20.48
1.318	8.85	9.38	11.26	8.03	10.86	20.48
1.320	8.95	9.47	11.46	8.09	11.09	20.48
1.322	9.06	9.55	11.68	8.17	11.31	20.48
1.324	9.14	9.63	11.92	8.23	11.60	20.48
1.326	9.25	9.70	12.12	8.30	11.85	20.48
1.328	9.32	9.78	12.33	8.36	12.11	20.48
1.330	9.42	9.82	12.49	8.46	12.35	20.48
1.332	9.50	9.92	12.68	8.58	12.64	20.48
1.334	9.61	10.02	12.85	8.72	12.89	20.48
1.336	9.71	10.11	12.98	8.86	13.09	20.48
1.338	9.81	10.20	13.14	8.98	13.29	20.48
1.340	9.95	10.27	13.31	9.16	13.48	20.48
1.342	10.05	10.37	13.48	9.31	13.65	20.48
1.344	10.13	10.47	13.64	9.45	13.81	20.48
1.346	10.20	10.54	13.80	9.60	13.96	20.48
1.348	10.35	10.66	14.06	9.79	14.23	20.48
1.350	10.50	10.77	14.35	9.98	14.53	20.48

---

4.3 Optimasi *Sampling Time*

4.3.1 Voltamogram Optimasi *Sampling Time*

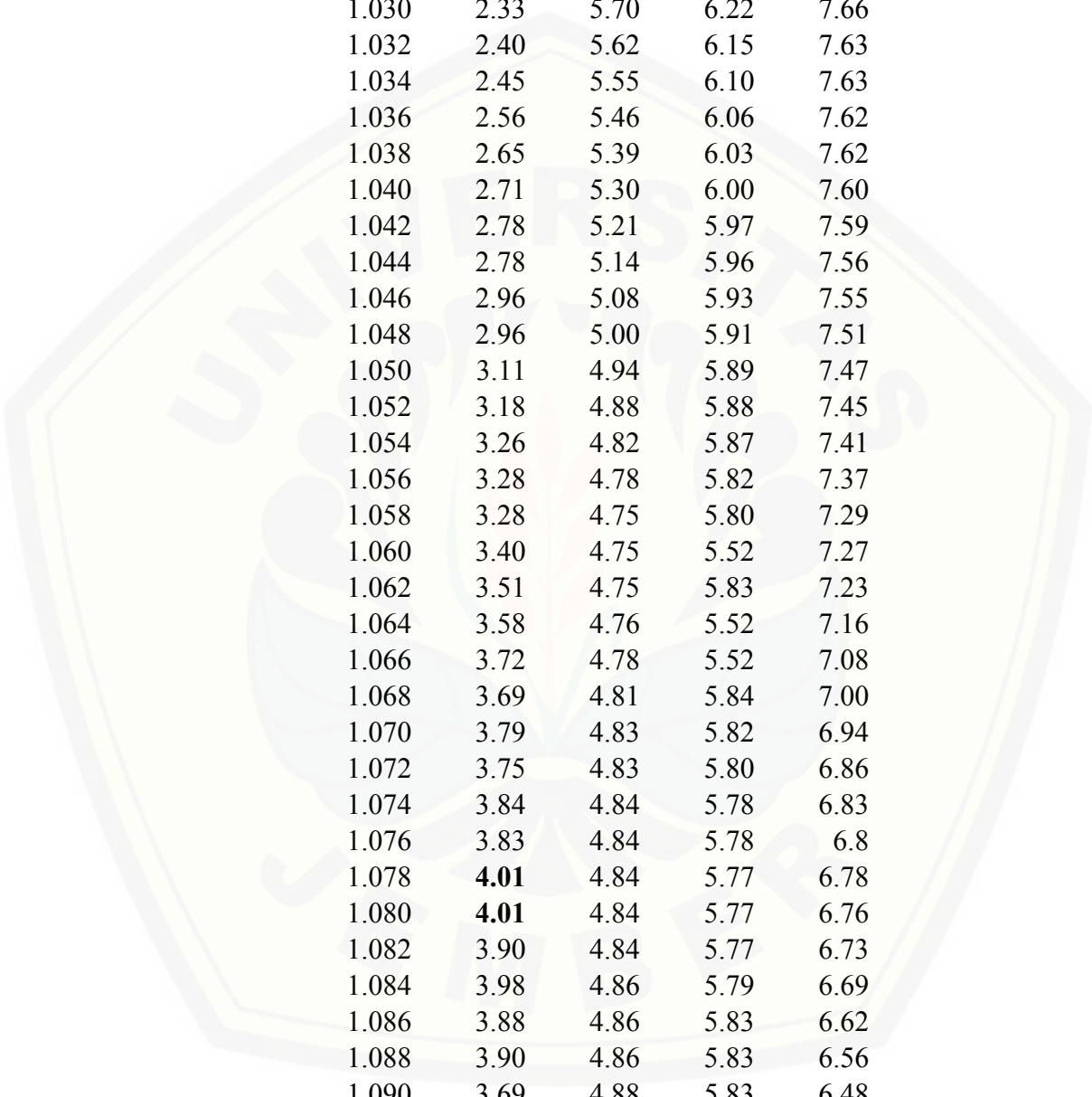


4.3.2 Data Optimasi *Sampling Time*

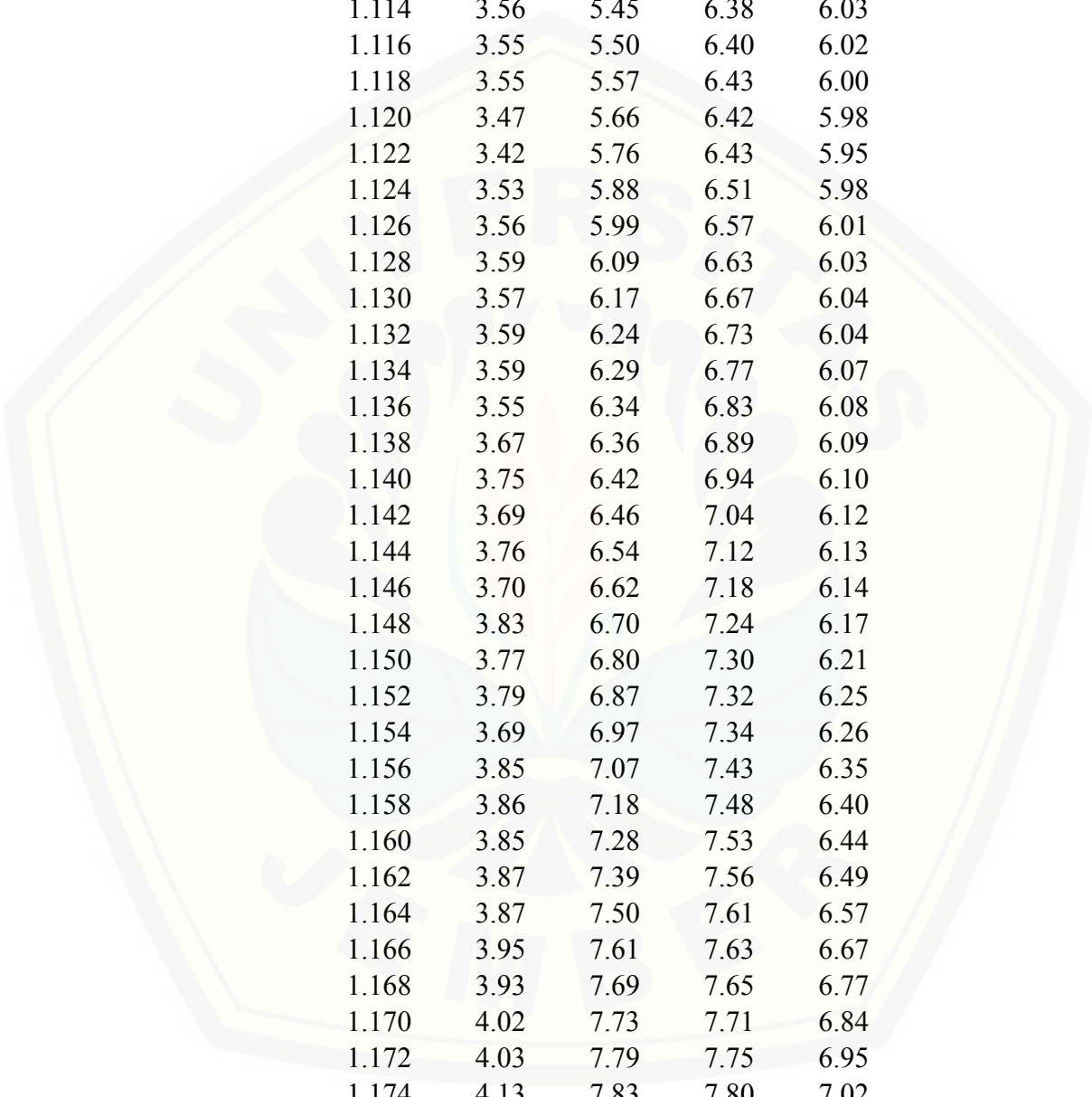
<i>Sampling time</i>			
5 ms	10 ms	20 ms	25 ms
4.01 $\mu\text{A}$	8.18 $\mu\text{A}$	8.84 $\mu\text{A}$	9.39 $\mu\text{A}$

Tegangan (V)	Arus ( $\mu\text{A}$ )			
	5 ms	10 ms	15 ms	20 ms
1.002	2.73	4.91	5.51	6.26
1.004	2.35	5.53	6.29	7.15
1.006	2.14	5.82	6.62	7.54
1.008	2.00	5.96	6.73	7.68
1.010	2.02	6.00	6.73	7.75
1.012	2.03	6.03	6.71	7.76
1.014	2.06	6.05	6.66	7.78
1.016	2.06	6.04	6.61	7.76
1.018	1.92	6.00	6.57	7.76

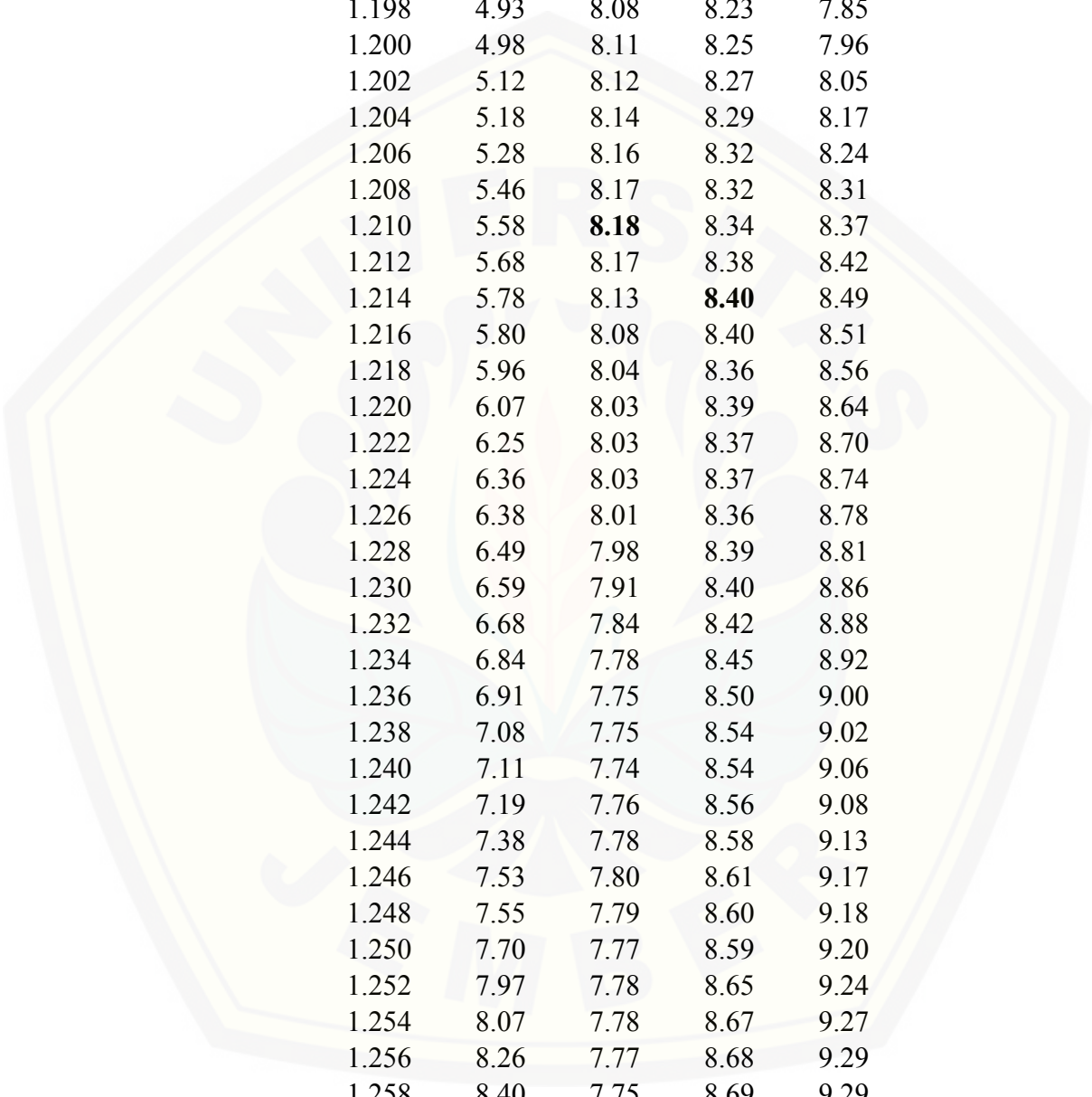




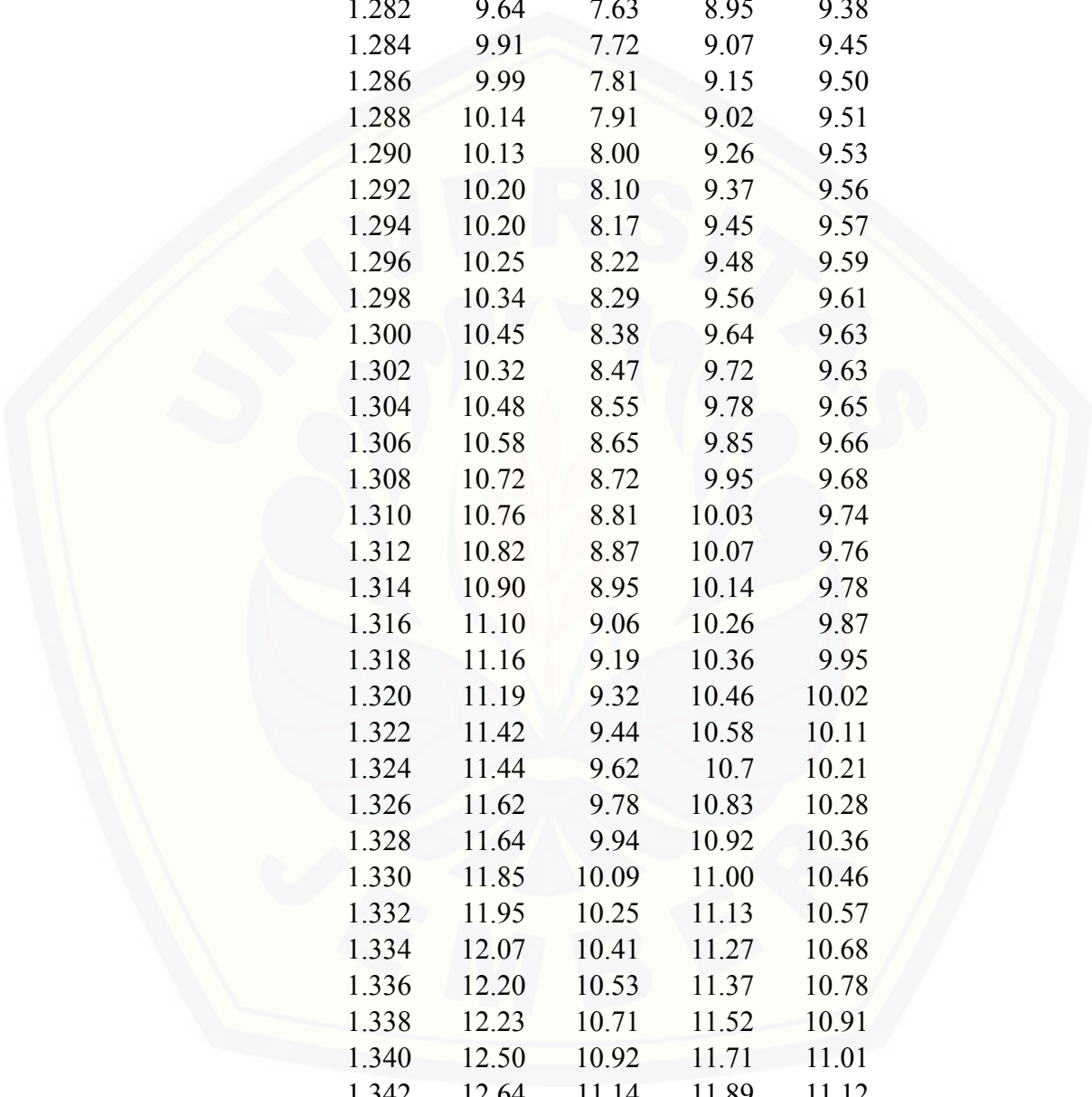
1.020	2.09	5.99	6.49	7.75
1.022	2.16	5.94	6.47	7.74
1.024	2.12	5.89	6.41	7.75
1.026	2.21	5.83	6.36	7.72
1.028	2.30	5.77	6.28	7.70
1.030	2.33	5.70	6.22	7.66
1.032	2.40	5.62	6.15	7.63
1.034	2.45	5.55	6.10	7.63
1.036	2.56	5.46	6.06	7.62
1.038	2.65	5.39	6.03	7.62
1.040	2.71	5.30	6.00	7.60
1.042	2.78	5.21	5.97	7.59
1.044	2.78	5.14	5.96	7.56
1.046	2.96	5.08	5.93	7.55
1.048	2.96	5.00	5.91	7.51
1.050	3.11	4.94	5.89	7.47
1.052	3.18	4.88	5.88	7.45
1.054	3.26	4.82	5.87	7.41
1.056	3.28	4.78	5.82	7.37
1.058	3.28	4.75	5.80	7.29
1.060	3.40	4.75	5.52	7.27
1.062	3.51	4.75	5.83	7.23
1.064	3.58	4.76	5.52	7.16
1.066	3.72	4.78	5.52	7.08
1.068	3.69	4.81	5.84	7.00
1.070	3.79	4.83	5.82	6.94
1.072	3.75	4.83	5.80	6.86
1.074	3.84	4.84	5.78	6.83
1.076	3.83	4.84	5.78	6.8
1.078	<b>4.01</b>	4.84	5.77	6.78
1.080	<b>4.01</b>	4.84	5.77	6.76
1.082	3.90	4.84	5.77	6.73
1.084	3.98	4.86	5.79	6.69
1.086	3.88	4.86	5.83	6.62
1.088	3.90	4.86	5.83	6.56
1.090	3.69	4.88	5.83	6.48
1.092	3.69	4.90	5.87	6.46
1.094	3.69	4.94	5.90	6.42
1.096	3.74	4.93	5.93	6.37
1.098	3.64	4.97	5.94	6.31
1.100	3.70	5.00	5.99	6.25
1.102	3.66	5.06	6.06	6.19



1.104	3.58	5.13	6.12	6.15
1.106	3.56	5.20	6.18	6.10
1.108	3.53	5.29	6.26	6.07
1.110	3.67	5.34	6.32	6.05
1.112	3.55	5.41	6.35	6.05
1.114	3.56	5.45	6.38	6.03
1.116	3.55	5.50	6.40	6.02
1.118	3.55	5.57	6.43	6.00
1.120	3.47	5.66	6.42	5.98
1.122	3.42	5.76	6.43	5.95
1.124	3.53	5.88	6.51	5.98
1.126	3.56	5.99	6.57	6.01
1.128	3.59	6.09	6.63	6.03
1.130	3.57	6.17	6.67	6.04
1.132	3.59	6.24	6.73	6.04
1.134	3.59	6.29	6.77	6.07
1.136	3.55	6.34	6.83	6.08
1.138	3.67	6.36	6.89	6.09
1.140	3.75	6.42	6.94	6.10
1.142	3.69	6.46	7.04	6.12
1.144	3.76	6.54	7.12	6.13
1.146	3.70	6.62	7.18	6.14
1.148	3.83	6.70	7.24	6.17
1.150	3.77	6.80	7.30	6.21
1.152	3.79	6.87	7.32	6.25
1.154	3.69	6.97	7.34	6.26
1.156	3.85	7.07	7.43	6.35
1.158	3.86	7.18	7.48	6.40
1.160	3.85	7.28	7.53	6.44
1.162	3.87	7.39	7.56	6.49
1.164	3.87	7.50	7.61	6.57
1.166	3.95	7.61	7.63	6.67
1.168	3.93	7.69	7.65	6.77
1.170	4.02	7.73	7.71	6.84
1.172	4.03	7.79	7.75	6.95
1.174	4.13	7.83	7.80	7.02
1.176	4.27	7.85	7.81	7.10
1.178	4.18	7.83	7.85	7.12
1.180	4.35	7.86	7.88	7.18
1.182	4.26	7.89	7.90	7.24
1.184	4.36	7.89	7.92	7.28
1.186	4.34	7.91	7.94	7.32



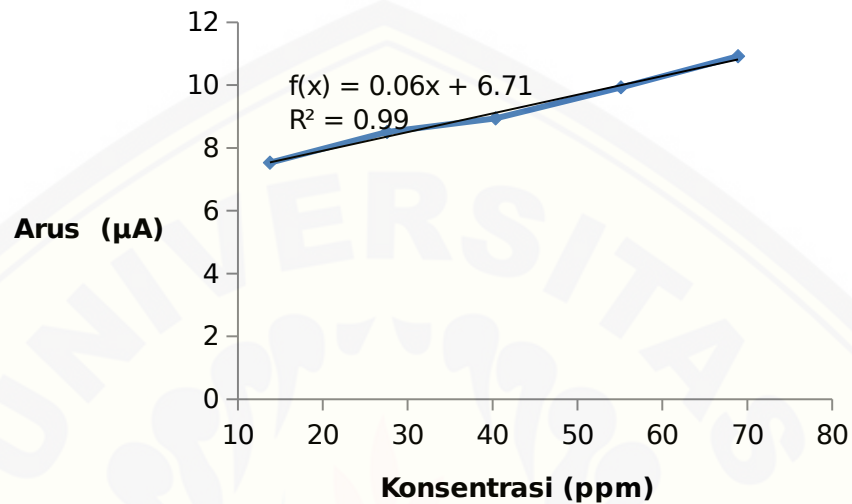
1.188	4.49	7.93	8.02	7.42
1.190	4.68	7.96	8.07	7.52
1.192	4.74	7.99	8.12	7.60
1.194	4.81	8.02	8.15	7.69
1.196	4.90	8.05	8.19	7.76
1.198	4.93	8.08	8.23	7.85
1.200	4.98	8.11	8.25	7.96
1.202	5.12	8.12	8.27	8.05
1.204	5.18	8.14	8.29	8.17
1.206	5.28	8.16	8.32	8.24
1.208	5.46	8.17	8.32	8.31
1.210	5.58	<b>8.18</b>	8.34	8.37
1.212	5.68	8.17	8.38	8.42
1.214	5.78	8.13	<b>8.40</b>	8.49
1.216	5.80	8.08	8.40	8.51
1.218	5.96	8.04	8.36	8.56
1.220	6.07	8.03	8.39	8.64
1.222	6.25	8.03	8.37	8.70
1.224	6.36	8.03	8.37	8.74
1.226	6.38	8.01	8.36	8.78
1.228	6.49	7.98	8.39	8.81
1.230	6.59	7.91	8.40	8.86
1.232	6.68	7.84	8.42	8.88
1.234	6.84	7.78	8.45	8.92
1.236	6.91	7.75	8.50	9.00
1.238	7.08	7.75	8.54	9.02
1.240	7.11	7.74	8.54	9.06
1.242	7.19	7.76	8.56	9.08
1.244	7.38	7.78	8.58	9.13
1.246	7.53	7.80	8.61	9.17
1.248	7.55	7.79	8.60	9.18
1.250	7.70	7.77	8.59	9.20
1.252	7.97	7.78	8.65	9.24
1.254	8.07	7.78	8.67	9.27
1.256	8.26	7.77	8.68	9.29
1.258	8.40	7.75	8.69	9.29
1.260	8.60	7.73	8.70	9.33
1.262	8.72	7.70	8.70	<b>9.39</b>
1.264	8.76	7.67	8.71	<b>9.39</b>
1.266	8.95	7.65	8.72	9.37
1.268	9.04	7.65	8.74	9.36
1.270	9.29	7.65	8.79	9.32



1.272	9.36	7.63	8.81	9.32
1.274	9.51	7.63	8.85	9.34
1.276	9.58	7.63	8.91	9.35
1.278	9.65	7.65	8.96	9.38
1.280	9.62	7.62	8.94	9.36
1.282	9.64	7.63	8.95	9.38
1.284	9.91	7.72	9.07	9.45
1.286	9.99	7.81	9.15	9.50
1.288	10.14	7.91	9.02	9.51
1.290	10.13	8.00	9.26	9.53
1.292	10.20	8.10	9.37	9.56
1.294	10.20	8.17	9.45	9.57
1.296	10.25	8.22	9.48	9.59
1.298	10.34	8.29	9.56	9.61
1.300	10.45	8.38	9.64	9.63
1.302	10.32	8.47	9.72	9.63
1.304	10.48	8.55	9.78	9.65
1.306	10.58	8.65	9.85	9.66
1.308	10.72	8.72	9.95	9.68
1.310	10.76	8.81	10.03	9.74
1.312	10.82	8.87	10.07	9.76
1.314	10.90	8.95	10.14	9.78
1.316	11.10	9.06	10.26	9.87
1.318	11.16	9.19	10.36	9.95
1.320	11.19	9.32	10.46	10.02
1.322	11.42	9.44	10.58	10.11
1.324	11.44	9.62	10.7	10.21
1.326	11.62	9.78	10.83	10.28
1.328	11.64	9.94	10.92	10.36
1.330	11.85	10.09	11.00	10.46
1.332	11.95	10.25	11.13	10.57
1.334	12.07	10.41	11.27	10.68
1.336	12.20	10.53	11.37	10.78
1.338	12.23	10.71	11.52	10.91
1.340	12.50	10.92	11.71	11.01
1.342	12.64	11.14	11.89	11.12
1.344	12.65	11.34	12.01	11.18
1.346	12.80	11.55	12.14	11.26
1.348	13.03	11.77	12.33	11.43
1.350	13.15	11.99	12.50	11.60

**Lampiran 5.** Perhitungan penentuan konsentrasi  $\text{OCl}^-$  pada sampel air cucian beras berpemutih

Kurva Kalibrasi  $\text{NaOCl}$  :



y : puncak arus yang dihasilkan saat pengukuran sampel

x : konsentrasi  $\text{OCl}^-$  yang dicari

Persamaan garis linier dari kurva kalibrasi :  $y = 0,0596x + 6,7145$

$$y = 0,0596x + 6,7145$$

$$8,51 = 0,0596x + 6,7145$$

$$8,51 - 6,7145 = 0,0596 x$$

$$1,7955 = 0,0596x$$

$$x = 30,125 \text{ ppm}$$

Pengulangan	Arus (Y)	$(Y - \hat{Y})$	$(Y - \hat{Y})^2$
1	8.75	0.24	0.0576
2	8.58	0.07	0.0049
3	8.20	-0.31	0.0961
<b>Rata-rata (<math>\hat{Y}</math>)</b>	<b>8.51</b>		$\sum (Y - \hat{Y})^2 =$ <b>0.1586</b>



$$SD = \sqrt{\frac{\sum(Y - \hat{Y})^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0.1586}{3-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0.1586}{2}}$$

$$= \sqrt{0.0793}$$

$$= 0.28$$

$$KV = \frac{SD}{\hat{Y}} \times 100\%$$

$$= \frac{0.28}{8.51} \times 100\%$$

$$= 0.329 \times 100\%$$

$$= 3.29\%$$

**Lampiran 6. Perhitungan Faktor Pengenceran (FP)**

Sampel beras diambil 20 g dan disemprotkan larutan NaOCl 206,76 ppm dalam 25 mL. Beras dilarutkan dalam 50 mL aquademin. Diambil 10 mL sampel air cucian beras dan diencerkan dalam 25 mL aquademin (2,5x pengenceran)

- a. Konsentrasi NaOCl setelah beras dilarutkan dalam 50 mL aquademin :

$$206,76 \text{ ppm} \times \frac{25 \text{ mL}}{50 \text{ mL}} = 103,38 \text{ ppm}$$

- b. Konsentrasi NaOCl setelah 2,5x pengenceran :

$$2,5 \times 103,38 \text{ ppm} = 258,45 \text{ ppm}$$

**Lampiran 7. Perhitungan Karakterisasi Metode Kerja**

## 7.1 Penentuan Limit deteksi (LOD) dari kurva kalibrasi

Pengulangan	Konsentrasi OCl <sup>-</sup>				
	10 ppm	20 ppm	30 ppm	40 ppm	50 ppm
1	7.35 $\mu$ A	7.87 $\mu$ A	8.83 $\mu$ A	9.98 $\mu$ A	11.97 $\mu$ A
2	7.66 $\mu$ A	8.85 $\mu$ A	9.43 $\mu$ A	10.79 $\mu$ A	11.30 $\mu$ A
3	7.53 $\mu$ A	8.51 $\mu$ A	8.94 $\mu$ A	9.93 $\mu$ A	10.92 $\mu$ A
Rata-rata	7.51 $\mu$ A	8.41 $\mu$ A	9.06 $\mu$ A	10.23 $\mu$ A	11.39 $\mu$ A

Perhitungan LOD dengan kurva kalibrasi :

Keterangan : x = konsentrasi larutan standar OCl<sup>-</sup> pada kurva kalibrasi (ppm)

y = puncak arus yang dihasilkan dari larutan standar OCl<sup>-</sup> pada kurva kalibrasi ( $\mu$ A)

y<sub>1</sub> = puncak arus teoritis ( $\mu$ A)

X	Y	y <sub>1</sub>	y-y <sub>1</sub>	(y-y <sub>1</sub> ) <sup>2</sup>
13.78	7.51	7.40	0.11	0.0121
27.56	8.41	8.36	0.05	0.0025
40.35	9.06	9.32	-0.26	0.0676
55.13	10.23	10.27	-0.04	0.0016
68.92	11.39	11.23	0.16	0.0256
				$\sum (y-y_1)^2 = 0.1094$

$$S(x/y) = \sqrt{\frac{\sum (y - y_1)^2}{n - 2}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,1094}{5 - 2}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,1094}{3}}$$

$$= \sqrt{0,036}$$

$$= 0,19$$

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S(x/y)}{\text{slope}}$$

$$= \frac{3 \times 0,19}{0,0596}$$

$$= \frac{0,57}{0,0596}$$
$$= 9,563 \text{ ppm}$$

## 7.2 Penentuan Presisi

Konsentrasi (ppm)	Arus ( $\mu\text{A}$ )	SD	KV (%)
13.70	7.35	0.15	1.99%
	7.66		
	7.53		
27.56	7.87	0.49	5.82%
	8.85		
	8.51		
40.35	8.83	0.31	3.42%
	9.43		
	8.94		
55.13	9.98	0.48	4.69%
	10.79		
	9.93		
68.92	11.97	0.52	4.56%
	11.30		
	10.92		
Rata-rata KV (%)			4.09%