

## **OPTIMASI METODE SPEKTROFOTOMETRI UNTUK PENENTUAN TIOSIANAT BERDASARKAN PEMBENTUKAN SENYAWA HIDRINDANTIN MENGGUNAKAN OKSIDATOR HIPOKLORIT**

**Nadia Mira Kusumaningtyas, Hermin Sulistyarti\*, Qonitah Fardiyah**

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya*

*Jl. Veteran Malang 65145*

\*Alamat korespondensi, Tel: +62-341-575838, Fax : +62-341-575835

Email: *hermin@ub.ac.id*

### **ABSTRAK**

Tiosianat adalah senyawa yang mempunyai sifat goitrogenik. Sifat ini akan menyebabkan gangguan akibat kekurangan iodium (GAKI). Penentuan tiosianat dapat dilakukan dengan mereaksikan ninhidrin 1% dan oksidator hipoklorit membentuk senyawa hidrindantin biru dalam suasana basa. Senyawa hidrindantin biru yang terbentuk dianalisa secara spektrofotometri pada panjang gelombang maksimum 590 nm. Variabel penelitian ini meliputi waktu pengukuran dari 10-40 menit, pH larutan 9-14, dan konsentrasi hipoklorit 0,02-0,2 M sebagai oksidator dalam reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida untuk pembentukan senyawa hidrindantin. Hasil penelitian menunjukkan waktu optimum reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida untuk pembentukan senyawa hidrindantin adalah 10 menit dan stabil sampai menit ke-20. Reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida dan pembentukan senyawa hidrindantin secara optimum terjadi pada pH 12,5, konsentrasi optimum hipoklorit yang digunakan pada proses oksidasi tiosianat adalah 0,15 M.

**Kata kunci :** GAKI, goitrogenik, hidrindantin, ninhidrin, tiosianat

### **ABSTRACT**

Thiocyanate is a substance which has goitrogenic properties causing iodine deficiency disorders (IDD). Thiocyanate was oxidized with hypochlorite in alkaline condition in the presence of ninhydrin to form blue colored hydrindantin substance which is analyzed by spectrophotometry at wavelength of 590 nm. In this research the method was optimized towards oxidizing time from 10-40 minutes, pH of solution from 9-14, and hypochlorite concentration from 0.02-0.2 M. The results showed that the optimum time for thiocyanate oxidation was 10 minutes and was stable up to 20 minutes, optimum solution pH of 12.5, and optimum concentration of hypochlorite of 0.15 M.

**Keywords:** IDD, goitrogenic, hydrindantin, ninhydrin, thiocyanate

### **PENDAHULUAN**

Tiosianat terkandung di dalam sayur kol, rebung, sawi, dan kangkung yang sering dikonsumsi oleh penduduk endemik [1]. Kadar tiosianat yang tinggi di lingkungan dapat menyebabkan keracunan seperti mual, lemah, dan kematian [2]. Tiosianat mempunyai sifat goitrogenik, yaitu zat yang menekan sekresi hormon tiroid [3]. Gangguan pembentukan hormon tiroid ini dapat menyebabkan GAKI (Gangguan Akibat Kekurangan Iodium) [4]. GAKI merupakan masalah serius yang terjadi di Indonesia. Penderita akan mengalami gondok endemik, kapasitas mental terbatas akibat defisiensi iodium, dan kretin endemik [5].

Berdasarkan hal tersebut maka perlu dikembangkan metode penentuan tiosianat yang mudah, murah, dan cepat sehingga bahaya GAKI di masyarakat dapat dicegah.

Metode standar penentuan tiosianat dilakukan dengan metode spektrofotometri, dengan penambahan besi(III) sehingga terbentuk besi(III) tiosianat yang berwarna merah [6]. Selain itu, telah dikembangkan metode tes kit tiosianat yang didasarkan pada pembentukan kompleks besi(III) tiosianat yang berwarna merah pada konsentrasi 1-30 ppm [7]. Nagaraja dkk, 2005 [8] telah mengembangkan metode penentuan sianida dengan pembentukan senyawa hidrindantin yang menghasilkan sensitifitas dan linieritas yang tinggi. Sementara itu, Sulistyarti dkk, 2010 [9] melaporkan bahwa tiosianat dapat dioksidasi menjadi sianida. Oleh karena itu berdasarkan metode tersebut, pada penelitian ini dilakukan pengembangan metode alternatif penentuan tiosianat yaitu dengan mengoksidasi tiosianat menjadi sianida menggunakan oksidator hipoklorit, dan sianida yang dihasilkan direaksikan dengan ninhidrin dalam suasana basa sehingga membentuk senyawa hidrindantin berwarna biru. Mengingat waktu reaksi dan konsentrasi oksidator sangat berpengaruh terhadap kesempurnaan reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida dan juga pembentukan hidrindantin, maka pada penelitian ini dilakukan optimasi terhadap dua parameter tersebut.

## **METODOLOGI**

### **Alat dan Bahan**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat gelas, pH meter, neraca analitik, dan spektrofotometer Genesys 10s UV-Vis sedangkan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $\text{NH}_4\text{SCN}$  (Merck), ninhidrin (Merck),  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (Merck), NaOH, NaOCl (12 %), dan akuadem.

### **Optimasi waktu terhadap oksidasi tiosianat dan pembentukan senyawa hidrindantin**

Larutan  $\text{SCN}^-$  5 ppm diambil 1 mL, dimasukkan dalam tabung reaksi, ditambahkan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,5 % sebanyak 2 mL, ninhidrin 1 % sebanyak 1 mL, dan hipoklorit 0,1 M sebanyak 0,25 mL, kemudian ditunggu sampai 2 menit. Selanjutnya dilakukan penambahan NaOH 1 M dengan volume 0,2 mL untuk mengkondisikan pada pH 12, kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada range waktu 10-40 menit, setiap 5 menit sekali pada panjang gelombang maksimum 590 nm.

### **Optimasi pH terhadap oksidasi tiosianat dan pembentukan senyawa hidrindantin**

Larutan  $\text{SCN}^-$  5 ppm diambil 1 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,5 % sebanyak 2 mL, ninhidrin 1 % sebanyak 1 mL, dan hipoklorit 0,1

M sebanyak 0,25 mL, kemudian ditunggu selama 2 menit untuk menghasilkan senyawa hidrindantin warna merah. Larutan merah ini diatur pHnya dengan penambahan NaOH 1 M sesuai variasi 9, 10, 11, 11,5, 12, 12,5, 13, 13,5, dan 14, kemudian dibiarkan selama waktu pembentukan hidrindantin optimum selama 10 menit, dan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang maksimum 590 nm.

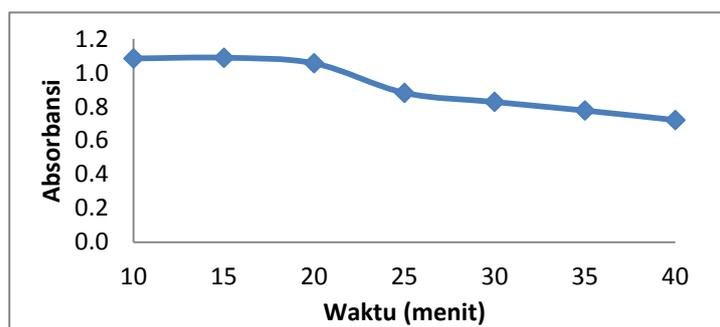
### **Optimasi konsentrasi oksidator terhadap oksidasi tiosianat menjadi sianida**

Larutan  $\text{SCN}^-$  5 ppm diambil 1 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,5 % sebanyak 2 mL, ninhidrin 1 % sebanyak 1 mL, dan larutan hipoklorit dengan berbagai konsentrasi yaitu konsentrasi 0,02, 0,05, 0,1, 0,15, dan 0,2 M. Larutan ini dibiarkan selama 10 menit pada pH pembentukan hidrindantin optimum (12,5), kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang maksimum 590 nm.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Penentuan waktu optimum dalam proses oksidasi tiosianat dan pembentukan senyawa hidrindantin**

Penentuan waktu optimum reaksi oksidasi tiosianat dan pembentukan senyawa hidrindantin dilakukan untuk mengetahui waktu proses oksidasi tiosianat dan pembentukan senyawa hidrindantin secara sempurna dan mencapai kesetimbangan. Optimasi waktu kestabilan senyawa hidrindantin berwarna biru dilakukan mulai 10-40 menit dengan interval 5 menit, kemudian dilakukan pengukuran absorbansi dengan spektrofotometer pada panjang gelombang maksimum 590 nm. Hasil pengukuran ditunjukkan pada Gambar 1.



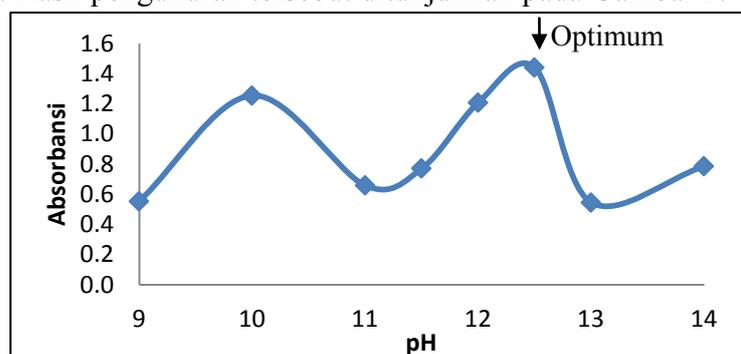
**Gambar 1.** Grafik hubungan antara waktu dan absorbansi terhadap pembentukan senyawa hidrindantin

Berdasarkan Gambar 1, proses reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida dan pembentukan senyawa hidrindantin berwarna biru optimum pada waktu 10 menit, selanjutnya

senyawa yang terbentuk akan stabil sampai menit ke-20. Pada waktu 25 sampai 40 menit absorbansi mulai mengalami penurunan. Hal ini menunjukkan terjadinya proses oksidasi lebih lanjut yang ditunjukkan dengan warna biru senyawa hidrindantin semakin memudar.

### **Penentuan pH optimum dalam proses oksidasi tiosianat dan pembentukan senyawa hidrindantin**

Penentuan pH optimum dalam proses oksidasi tiosianat dan pembentukan senyawa hidrindantin dilakukan untuk mengetahui kondisi optimum terjadinya reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida dan mendapatkan intensitas warna senyawa hidrindantin yang paling tinggi. Proses penentuan tiosianat berdasarkan pembentukan senyawa hidrindantin akan optimum apabila bereaksi dalam kondisi basa menurut Nagaraja, dkk, 2005 [8]. Sehingga optimasi pH dilakukan pada kisaran pH 9-14, melalui pengukuran absorbansi pada panjang gelombang maksimum 590 nm. Hasil pengukuran tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.

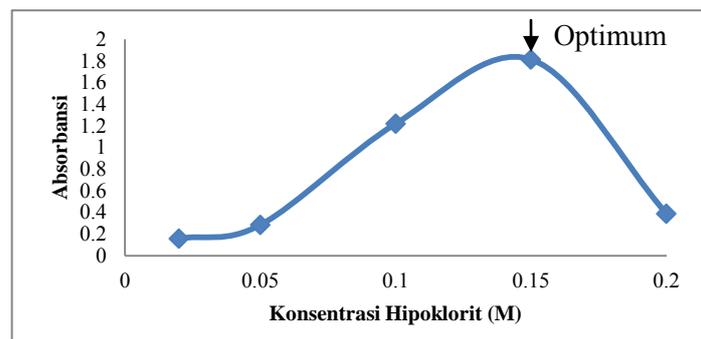
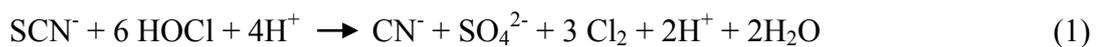


**Gambar 2.** Grafik hubungan pH dan absorbansi terhadap pembentukan senyawa hidrindantin

Pada pH 9-10 terjadi peningkatan absorbansi karena pada pH tersebut mulai terjadi proses oksidasi tiosianat menjadi sianida yang ditandai dengan munculnya warna merah akibat pembentukan senyawa hidrindantin merah, yang kemudian turun pada pH 11 karena terjadi pergeseran batokromik dari 490 nm ke 590 nm. Sedangkan pada pH 11,5-12,5 terjadi peningkatan absorbansi kembali karena pembentukan senyawa hidrindantin berwarna biru. pH optimum untuk pembentukan senyawa hidrindantin biru adalah 12,5. Karena pada metode ini hidrindantin yang digunakan sebagai dasar pengukuran adalah hidrindantin berwarna biru, maka pH 12,5 ditentukan sebagai pH optimum pengukuran dan digunakan untuk percobaan selanjutnya. Peningkatan pH di atas 12,5 dapat menyebabkan ninhidrin yang bereaksi akan terdekomposisi sehingga menurunkan senyawa hidrindantin yang terbentuk.

## Penentuan konsentrasi hipoklorit optimum terhadap reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida

Konsentrasi oksidator berpengaruh terhadap proses oksidasi tiosianat menjadi sianida karena konsentrasi oksidator yang ditambahkan akan berbanding lurus dengan pembentukan sianida sebagai produk yang akan dihasilkan. Oleh karena itu perlu dilakukan optimasi konsentrasi oksidator agar sianida yang dihasilkan dalam jumlah yang maksimal. Oksidator yang digunakan yaitu hipoklorit karena hipoklorit memiliki potensial reduksi sebesar 1,63 yang mampu mengoksidasi tiosianat menjadi sianida, selain itu hipoklorit merupakan larutan yang tidak berwarna sehingga diharapkan proses oksidasi tiosianat tidak mengganggu pembentukan senyawa hidrindantin yang berwarna biru. Optimasi konsentrasi hipoklorit dilakukan dengan variasi konsentrasi 0,02, 0,05, 0,1, 0,15, dan 0,2 M. Selanjutnya diatur pada waktu dan pH optimum dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum 590 nm. Reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida dapat dilihat pada persamaan 1, sedangkan hasil dari proses optimasi konsentrasi hipoklorit seperti pada Gambar 3.



**Gambar 3.** Grafik hubungan konsentrasi hipoklorit dan absorbansi terhadap pembentukan senyawa hidrindantin

Berdasarkan hasil optimasi konsentrasi hipoklorit, pada konsentrasi 0,02 - 0,15 M terjadi peningkatan absorbansi yang menunjukkan sianida hasil proses oksidasi tiosianat telah terbentuk, yang ditunjang dengan pembentukan warna biru pada senyawa hidrindantin. Konsentrasi hipoklorit yang semakin besar berbanding lurus dengan jumlah sianida yang terbentuk, dengan konsentrasi optimum hipoklorit sebesar 0,15 M. Peningkatan konsentrasi hipoklorit selanjutnya (0,2 M) terjadi penurunan absorbansi; penurunan ini menunjukkan bahwa konsentrasi hipoklorit yang ditambahkan tidak boleh melebihi kondisi optimumnya. Hipoklorit yang berlebih akan bereaksi lebih lanjut dengan senyawa hidrindantin biru yang

telah terbentuk sehingga menyebabkan warna biru pada senyawa hidrindantin semakin memudar.

## **KESIMPULAN**

Tiosianat dapat ditentukan menggunakan metode spektrofotometri berbasis reaksi pembentukan senyawa hidrindantin biru dengan waktu optimum reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida dan pembentukan senyawa hidrindantin adalah 10 menit. Senyawa akan stabil sampai menit ke-20, pH optimum reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida dan pembentukan senyawa hidrindantin adalah 12,5, dan konsentrasi oksidator optimum reaksi oksidasi tiosianat menjadi sianida dan pembentukan senyawa hidrindantin adalah 0,15 M.

## **UCAPAN TERIMAKASIH**

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Dr. Hermin Sulistyarti dan Qonitah Fardiyah, S.Si., M.Si. atas bimbingan dan saran yang diberikan kepada penulis.

## **DAFTAR PUSTAKA**

1. Firdanisa, R., 2011, *Hubungan Antara Konsumsi Sianida Makanan dengan Ekskresi Iodium Urin pada Anak SD di Daerah Endemik GAKI*, Skripsi, Fakultas Kedokteran, Universitas Diponegoro, Semarang.
2. Pudjaatmaka, A.H., 2002, *Kamus Kimia*, Balai Pustaka, Jakarta.
3. Rumahorbu, H., 1997, *Asuhan Keperawatan Klien dengan Gangguan Sistem Endokrin*, Buku Kedokteran EGC, Jakarta.
4. Thaha, A.R., Djunaidi M.D., dan Nurhaedar J., 2002, Analisis Faktor Resiko Coastal Goitier, *Jurnal GAKY Indonesia (Indonesian Journal of IDD)*, 1(1), pp. 9-20.
5. Benoist, de Bruno, Maria A., Ines E., Bahl T., dan Henrletta A., 2004, *Iodine Status Worldwide WHO Global Database on Iodine Deficiency*, WHO, Geneva.
6. American Public Health Association Washington, 1992, *Standart Methods 18<sup>th</sup> Edition for the Examination of Water and Wastewater*, American Public Health Association, Washington DC.

7. Dini, P. A., Hermin S., dan Atikah, 2013, Pembuatan Tes Kit Tiosianat berdasarkan Pembentukan Kompleks Merah Besi(III) Tiosianat, *Kimia Student Journal*, 1, pp. 188-193.
8. Nagaraja, P., Mattighatta S.H.K., Hemmige S.Y., 2002, Novel Sensitive Spectrophotometric Method for the Trace Determination of Cyanide in Industrial Effluent, *Analytical Sciences*, 18, pp. 1027-1030.
9. Sulistyarti, H., Spas D.K., dan Stephanie L., 2010, Development of Flow Injection Method for Online Determination of Thiocyanate Based on Oxidation by Permanganate, *Indonesian Journal of Chemistry*, 10(2), pp. 167-171