

PENENTUAN KADAR IODIDA DAN IODAT DALAM GARAM BERIODIUM DENGAN METODE KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI PASANGAN ION

[Determination of Iodate and Iodide Content in Iodized Salt
By Ion Pair High Performance Liquid Chromatography Method]

Wisnu Cahyadi ¹⁾, Kurnia Firman ²⁾, Slamet Ibrahim ²⁾, dan Embit Kartadarma ²⁾

¹⁾ Staf Pengajar Jurusan Teknologi Pangan Fakultas Teknik Universitas Pasundan Bandung,
Jl. Setiabudhi No. 193 Bandung 40153

²⁾ Staf Pengajar Departemen Farmasi FMIPA Institut Teknologi Bandung

Diterima 9 Desember 2003 / Disetujui 21 April 2004

ABSTRACT

Two species of iodine, i.e. iodide and iodate in commercial iodized salt were determined using ion pair HPLC. From 15 samples analysed, the iodide and iodate content ranged from $24,05 \pm 2,51$ to $70,25 \pm 3,78$ ppm and from $31,43 \pm 8,10$ to $87,59 \pm 0,44$ ppm, respectively. The method used was found satisfactory in terms of precision, accuracy, sensitivity and selectivity, therefore the method seem acceptable for the determination of iodide and iodate content in iodized salt samples.

Key words : iodine species, determination of iodine species content, and ion-pair HPLC

PENDAHULUAN

Kekurangan iodium masih menjadi masalah besar di beberapa negara di dunia, khususnya negara-negara berkembang. Dilaporkan sekitar 38% dari jumlah penduduk dunia terkena resiko gangguan akibat kekurangan iodium, hal ini juga melanda Indonesia. Rendahnya kandungan iodium pada garam dapat disebabkan karena adanya iodium yang hilang dari permukaan garam, ketidakstabilan iodat dalam garam selama proses pengolahan, waktu penyimpanan, proses pengolahan dalam makanan. (Rahn, R.O., 1991, Edmundson W.C., et al., 2000), (WHO, 1999, Bhatnagar, et al., 1997, Brahmhatt, S.R., et al., 2001).

Proses iodisasi garam hingga saat ini masih menghadapi beberapa permasalahan antara lain masih banyaknya garam konsumsi yang beredar belum memenuhi persyaratan yang dianjurkan oleh Departemen Kesehatan RI, yaitu 40-100 ppm KIO_3 . Dilaporkan dari 1717 sampel yang diproduksi dari 238 perusahaan garam beriodium yang ada di Indonesia sekitar 36% produk garam konsumsi mengandung iodium dibawah 30 ppm dan sebanyak 6% sama sekali tidak mengandung iodium. Khusus di Pulau Jawa dari 1057 sampel yang berasal dari 124 perusahaan garam beriodium sekitar 50,6% mengandung iodium dibawah 30 ppm dan 8,6% sama sekali tidak mengandung iodium. Hal ini menunjukkan pentingnya peningkatan pembinaan mutu garam di tingkat produksi (Benny, A.K., 1992).

Proses iodisasi garam adalah penambahan iodium (KIO_3 atau KI) dengan kadar 30-80 ppm secara mekanis yang dapat dilakukan dengan dua cara yaitu dengan cara basah dan cara kering. Cara basah merupakan cara yang paling baik. Untuk mengurangi dan mencegah kehilangan iodium pada garam, ditambahkan bahan penstabil seperti kalsium karbonat dengan perbandingan 20 : 1 terhadap jumlah KI atau KIO_3 dan kandungan KI atau KIO_3 saat iodisasi dibuat berlebih (sekitar 25%) dari kandungan yang seharusnya dibuat. Proses ini merupakan suatu cara yang praktis dan lebih luas penggunaannya dalam upaya penanggulangan dan pencegahan penyakit akibat kekurangan iodium (Diosady, L.L., et al., 1997, Pandav, C.S., et al., 2000).

Penentuan kandungan iodium dalam berbagai sampel telah dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya adalah titrasi iodometri. Metode ini merupakan metode konvensional berdasarkan reaksi redoks yang sering digunakan dalam analisis iodium tetapi mempunyai banyak kelemahan. Metode lain adalah spektrofotometri, kromatografi cair kinerja tinggi, metode aktivasi neutron, spektrofotometri berdasarkan reaksi redoks antara serium (Ce) dan arsen (As), "Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry" (ICP-AES), "Inductively coupled plasma mass spectrometry" (ICP-MS), kromatografi ion elektrostatik dan gabungan metode spektrofotometri dan spektrofotometri (Osman, A., et al., 1993, Gelinas, Y., et al., 1999, Bichsel, Y., et al., 1999, Xiaolin, H., et al., 1999,

Edmonds, J.S., et al., 1998, Wenzl, H., et al., 1999, Pandav, C.S., et al., 2000, Drobnik M., et al., 1998).

Pada umumnya dalam metode kromatografi untuk pemisahan spesi ion dilakukan dengan cara pertukaran ion, tetapi sekarang ini lebih mudah dicapai dengan menggunakan pasangan ion. Metode kromatografi cair kinerja tinggi pasangan ion pada umumnya menggunakan sistem pelarut air dicampur dengan metil alkohol atau asetonitril. Kolom yang digunakan adalah kolom fase balik dengan gugus alkil C₁₈. Agar senyawa ini mempunyai sifat lipofil yang memadai sehingga dapat tertahan dalam kolom, ditambahkan ion lawan ke dalam eluen. Senyawa yang terionisasi (R⁻)_{aq} yang larut dalam air dapat diekstraksi ke dalam pelarut organik dengan menggunakan ion lawan yang cocok (TBA⁺)_{aq} dan bergabung membentuk suatu pasangan ion (R⁻TBA⁺)_{org} yang mempunyai afinitas yang memadai terhadap kolom fase balik sehingga terjadi retensi yang berbeda (Ahuja, S., 1989).



Pada penelitian ini, iodium akan ditentukan dengan cara kromatografi cair kinerja tinggi pasangan ion. Metode ini mempunyai selektivitas yang tinggi, handal dan lebih baik dibandingkan dengan metode lain untuk penentuan sampel ionik. Selain itu metode ini mempunyai daya pisah yang sangat baik antara semua senyawa bukan ionik sehingga tidak ada gangguan antara elusi senyawa ionik dan bukan ionik, oleh karena itu metode ini dapat dipakai untuk memisahkan senyawa ionik dan bukan ionik dalam sampel (Ahuja, S., 1989).

Penelitian ini bertujuan untuk (1) memperoleh suatu metode analisis yang tepat, teliti dan handal dalam penentuan spesi kimia iodium dalam berbagai sampel, dan (2) memberikan informasi kepada masyarakat tentang keberadaan kandungan iodium dalam garam beriodium yang beredar di pasaran.

METODOLOGI

Bahan dan alat

Pereaksi pasangan ion atau ion lawan yaitu tetra butil ammonium klorida dan tetra metil ammonium hidroksida 0,001 M (E. Merck), pelarut (fase gerak) yang digunakan methanol pro HPLC (JT. Beacker) dan dapar fosfat 0,01 M, asetonitril pro HPLC (JT. Beacker), KIO₃ p.a (E. Merck), KI p.a (E. Merck), sampel simulasi (garam beriodium dan makanan yang diolah dengan garam beriodium), aquadest, NaCl p.a (E. Merck), aquabidest, KH₂PO₄ 0,01 M p.a (E. Merck) dan bahan penunjang penelitian lainnya.

Seperangkat sistem kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) Hitachi-Tokyo Jepang, penyuntik sampel, detector ultra violet, kolom fase balik (Phenomenex, C 18, Bondclone, 3,9 x 300 cm. ukuran partikel 10µm), kolom fase diam, dan peralatan penelitian lainnya.

Metode penelitian

Pengambilan sampel

Pengambilan sampel dilakukan secara acak dengan menggunakan metode sampling purposif yang dilakukan berdasarkan pertimbangan perorangan atau peneliti. Sampel garam beriodium diambil dari berbagai merk atau jenis yang beredar di pasar tradisional maupun supermarket yang berada di wilayah kota Bandung. Pengambilan ini dilakukan dalam satu periode waktu yang sama pada minggu pertama bulan Oktober 2003. Jumlah sampel yang diambil sebanyak 15 produk dengan merk yang berbeda dari 10 perusahaan (13 produk garam meja dan 2 produk garam briket), masing-masing produk/merk berjumlah 5 sampel.

Penyiapan bahan dan praperlakuan sampel

Pada penelitian ini dilakukan penyiapan bahan yang murni yaitu larutan standar spesi iodium (I⁻ dan IO₃⁻), garam beriodium, dan sampel simulasi garam beriodium, kemudian dilakukan pengujian dan pengukuran dengan metode kromatografi cair kinerja tinggi pasangan ion, selanjutnya dilakukan perhitungan dengan metode statistik. Selain penyiapan bahan untuk sampel, juga disiapkan pereaksi untuk analisis seperti pereaksi ion lawan tetrabutyl amonium klorida, larutan dapar kalium dihidrogen fosfat dan metanol.

Semua sampel yang akan dianalisis dilakukan praperlakuan secara khusus untuk memisahkan senyawa dalam sampel yang akan dianalisis dari bahan-bahan lain yang akan menimbulkan gangguan pada saat dilakukan pengujian dan pengukuran. Kemudian dilakukan penyaringan vakum dengan menggunakan kertas saring khusus dan dilakukan sentrifugasi bila perlu. Hal tersebut dilakukan pada kondisi sampel tidak berubah (stabilitas sampel) (Kathleen, A.S., et al. 2003).

Optimasi kondisi percobaan dan penentuan kesesuaian sistem

Bila memakai kromatografi cair kinerja tinggi pada umumnya dikehendaki adanya kepastian kesesuaian sistem dan kondisi percobaan yang dilakukan. Kondisi percobaan yang harus ditetapkan meliputi : keberulangan penyuntikan (KV < 2%) laju aliran (1ml/menit), faktor kapasitas (1, k' < 10), faktor selektivitas (α > 1), faktor ikutan/ simetris (T_r = 1), resolusi (R > 1,5) dan efisiensi kolom (N). Parameter-parameter tersebut dihitung dari

kromatogram campuran spesi iodida I^- dan IO_3^- dengan konsentrasi 4,0 μ M dan 10,0 μ M.

Kondisi optimum yang digunakan pada penelitian ini adalah komposisi fase gerak (metanol : dapar KH_2PO_4 0,01 M = 10 : 90), jenis dan konsentrasi ion lawan adalah tetrabutyl ammonium klorida (TBAK) 0,001 M, pH optimum 7,0, kondisi suhu percobaan 27°C, laju lair = 1 ml/menit, detektor ultra violet λ 226 nm dan jenis kolom fase balik (Bondclone, C 18, ukuran 300 x 3,9 mm, ukuran partikel 10 μ m).

Pembuatan larutan standar dan kurva kalibrasi

Larutan induk iodida dan iodat dibuat masing-masing konsentrasinya 10 mM, dengan cara ditimbang 41,7 mg KI dan 53,8 mg KIO_3 , dilarutkan dan diencerkan hingga tanda batas dengan larutan NaCl 0,1 M dalam labu takar 25 ml. Dari larutan induk dipipet masing-masing 0,25 ml dan diencerkan sampai tanda batas dengan aquabides dalam labu takar 25 ml (konsentrasi larutan tersebut 0,1 mM). Dari larutan ini dipipet masing-masing 200, 400, 600, 800, 1000, 1200 dan 1400 μ L ke dalam labu takar 10 ml dan diencerkan sampai tanda batas. Larutan ini adalah larutan kerja yang mengandung 2,0, 4,0, 6,0, 8,0, 10,0, 12,0, 14,0 μ M. Masing-masing larutan diukur luas puncak (area) dengan kromatografi cair kinerja tinggi pasangan ion, dengan kondisi percobaan sebagai berikut fase gerak methanol : dapar kalium dihidrogen fosfat 0,01 M = 10 : 90, yang mengandung tetrabutyl ammonium klorida 0,001 M dan pH = 7,0, laju alir = 1 ml/ menit, detektor ultra violet λ 226 nm. Kolom fase balik (Bondclone, C 18, ukuran 300 x 3,9 mm, ukuran partikel 10 μ m).

Penentuan batas deteksi dan batas kuantisasi

Batas deteksi dan batas kuantisasi ditentukan secara statistik melalui persamaan linier regresi kurva kalibrasi masing-masing larutan standar dengan menghitung simpangan baku residualnya. Batas deteksi dihitung dengan rumus $3 S_{y/x}/a$ dan batas kuantisasi dihitung dengan rumus $10 S_{y/x}/a$, dimana a adalah kemiringan kurva kalibrasi.

Penentuan kadar perolehan kembali dan koefisien variasi

Dibuat sampel garam dapur simulasi yang mengandung iodat masing-masing 0,31%, 0,62% dan 0,83%, dan sampel garam dapur simulasi yang mengandung iodida masing-masing 0,39%, 0,58% dan 0,78%. Masing-masing sampel yang sudah dilarutkan dalam aquabides diukur luas puncak (area) dengan kromatografi cair kinerja tinggi pasangan ion, kemudian dilakukan dengan perhitungan secara statistik.

Penentuan kadar iodida dan iodat dalam sampel garam beriodium

Sejumlah 0,1463 g sampel garam beriodium yang beredar di pasar ditimbang, dilarutkan dan diencerkan dengan aquabides sampai tanda batas dalam labu takar 25 ml (larutan garam tersebut konsentrasinya 0,1 M tanpa penambahan larutan standar iodida dan iodat). Kemudian masing-masing larutan tersebut dilakukan pengukuran dengan kromatografi cair kinerja tinggi pasangan ion pada kondisi yang sesuai, dan dilakukan perhitungan dengan metode statistik.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penyiapan bahan dan praperlakuan sampel atau preparasi sampel merupakan bagian yang penting dalam analisis dengan kromatografi cair kinerja tinggi. Praperlakuan ini dimaksudkan untuk mendapatkan suatu larutan yang homogen dan reproduksibel, bebas dari ion pengganggu/ memisahkan analit dari matriks yang dapat mengganggu pada analisis, mencegah penyumbatan pada kolom, dan cocok untuk analisis dengan metode kromatografi cair kinerja tinggi. Preparasi sampel yang dilakukan dalam penelitian ini dengan cara penyaringan vakum menggunakan "membrane filters" ukuran 0,22 dan 0,45 μ m. Hal ini dimaksudkan untuk memisahkan partikel-partikel padat atau bahan-bahan lain yang dapat menyebabkan penyumbatan pada kolom saat penyuntikan sampel (Snyder, L. R., et al., 1997).

Penentuan kesesuaian sistem dalam suatu pengembangan metode analisis sangat diperlukan untuk memastikan atau menjamin menghasilkan suatu metode yang mempunyai presisi dan akurasi yang handal dan dapat diterima ("acceptable"). Beberapa parameter yang dapat digunakan dalam penentuan kesesuaian sistem, diantaranya adalah keefisienan kolom/jumlah plat (N), faktor ikutan (T_r), faktor kapasitas (k), faktor selektifitas (α), daya pisah/resolusi R_s dan koefisien variasi (standar deviasi relatif) tinggi puncak/luas puncak dari keterulangan penyuntikan. Suatu metode analisis dikatakan handal atau "acceptable" apabila memenuhi criteria sebagai berikut ; keefisienan kolom $N \geq 10.000/m$ koefisien variasi $< 2\%$, daya pisah $R_s \geq 1,5$ faktor selektifitas $\alpha > 1$, faktor kapasitas $1 < k < 10$, faktor ikutan $T_r = 1$ dan bentuk kromatogram lancip, tajam tidak melebar dan tidak berekor (Snyder, L.R., et al., 1997). Hasil penelitian penentuan kesesuaian sistem dapat dilihat pada Tabel 5 dan Gambar 1 dan 2.

Batas deteksi adalah konsentrasi terendah analit dalam sampel yang dapat dideteksi dibawah kondisi pengujian yang ditetapkan. Batas kuantisasi adalah konsentrasi terendah analit yang dapat ditentukan dengan ketelitian dan ketepatan (repeabilitas) yang dapat diterima

dibawah kondisi pengujian yang ditetapkan (Miller, J. N. et al., 2000). Batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ) untuk iodida adalah 1,16 µM dan 3,86 µM (Tabel 1) , sedangkan untuk iodat adalah 2,15 µM dan 7,17 µM (Tabel 2). Batas deteksi dan batas kuantisasi digunakan untuk pengujian sensitifitas (kepekaan) suatu metode analisis, yang dapat ditentukan secara statistik melalui persamaan linier regresi kurva kalibrasi masing-masing larutan standar dengan menghitung simpangan baku residualnya. Batas deteksi dihitung dengan rumus $3 S_{y/x/a}$ dan batas kuantisasi dihitung dengan rumus $10 S_{y/x/a}$, dimana a adalah kemiringan kurva kalibrasi.

Hasil penelitian memperoleh persen perolehan kembali rata-rata standar deviasi dan koefisien variasi untuk iodat adalah 99,33%, 2,80 dan 2,82%, sedangkan untuk iodida adalah 99,08%, 1,43 dan 1,45% (Tabel 3 dan 4). Hasil penelitian ini menunjukkan suatu metode analisis yang mempunyai ketelitian (akurasi) dan ketepatan (presisi) yang tinggi, karena telah memenuhi criteria persyaratan dalam pengujian validasi metode, yaitu persen perolehan kembali mendekati 100% dan koefisien variasi <2%. Dalam menentukan ketepatan (presisi) suatu metode dapat diperoleh melalui standar deviasi dan koefisien variasi. Suatu metode analisis mempunyai ketepatan yang tinggi apabila nilai koefisien variasi < 2% (Snyder, L.R., et al., 1997, Miller, N.N. et al., 2000).

Hasil penentuan kadar iodida dan idodat dalam sampel garam beriodium yang beredar di pasar dapat dilihat pada Tabel 6. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari 15 produk/merk garam beriodium yang beredar di pasar, 6 produk diantaranya tidak mengandung iodida tetapi mengandung iodat dengan rentang kadar rata-rata berkisar antara $31,43 \pm 8,10$ ppm dan $87,59 \pm 0,44$ ppm. Hal ini menunjukkan sampel garam beriodium tersebut

telah memenuhi syarat sesuai standar ditetapkan pemerintah. Sedangkan 8 produk lainnya tidak mengandung iodat tetapi terdeteksi mengandung iodida dengan rentang kadar rata-rata berkisar antara $24,05 \pm 2,51$ ppm dan $70,25 \pm 70,25 \pm 3,78$ ppm. Satu sampel terdeteksi mengandung kedua spesi iodium yaitu iodida dan iodat. Terdeteksinya spesi iodida dalam sampel garam beriodium, menunjukkan spesi iodat dari KIO_3 kurang stabil dan mudah tereduksi menjadi iodida atau iodium yang dapat menyebabkan hilangnya atau menurunnya kadar KIO_3 dalam sampel selama penyimpanan dan proses pengolahan maupun pemasakan. Beberapa penyebab kemungkinan yang terjadi adalah adanya proses dekomposisi iodat menjadi iodida dan gas I_2 . Kedua spesi ini sangat tidak stabil dan mudah menguap yang merupakan mekanisme paling penting pada hilangnya spesi iodium (sebagai KIO_3) dalam garam beriodium. Reaksi tersebut terjadi melalui reaksi redoks yang difasilitasi oleh kandungan air, zat-zat pereduksi dan keasaman pada garam. Kestabilan KIO_3 pada garam ditentukan oleh kualitas garamnya. Kandungan zat-zat pengotor (senyawa Ca dan Mg) maupun yang bersifat pereduksi pada garam akan menentukan kestabilan iodium (Diosady, L.L, et al., 1997, Pandava, C.S., et al., 2000)

Pada umumnya proses iodisasi garam adalah penambahan iodium (KIO_3 dan KI) dengan kadar 30-80 ppm secara mekanis yang dapat dilakukan dengan dua cara yaitu cara kering dan carah basah. Stabilitas iodida dan iodat dalam garam beriodium maupun dalam makanan yang diberi garam beriodium dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya kelembaban udara, suhu dan waktu penyimpanan, jenis pengemas, kandungan air, cahaya dan sifat keasaman (Diosady, L.L., et al., 1997. Pandav, C.S., et al., 2000)

Tabel 1. Penentuan batas deteksi dan batas kuantisasi I⁻ dalam matriks NaCl

No.	Konsentrasi I ⁻ (µM)	Luas Puncak (Y)	Luas Puncak (Y')	(Y - Y') ²
1	2.0	15652	18352.6	7293240
2	4.0	39924	39274.6	421720.4
3	6.0	57837	60196.6	5567712
4	8.0	86097	81118.6	24784467
5	10.0	107221	102040.6	26836544
6	12.0	120057	122962.6	8442511
7	14.0	141040	143884.6	8091749
Standar Deviasi (SD)		= 4035,79		
Batas Deteksi (BD)		= 1,16 µM		
Batas Kuantisasi (BK)		= 3,86 µM		

Tabel 2. Penentuan batas deteksi dan batas kuantisasi IO₃ dalam matriks NaCl

No.	Konsentrasi IO ₃ (μM)	Luas Puncak (Y)	Luas Puncak (Y')	(Y - Y') ²
1	2.0	5357	5766.1	167362.81
2	4.0	6968	7145.1	31364.41
3	6.0	8654	8524.1	16874.01
4	8.0	10770	9903.1	751515.61
5	10.0	11456	11282.1	30241.21
6	12.0	12534	12661.1	16154.41
7	14.0	13583	14040.1	208940.41
Standar Deviasi (SD) = 494,46				
Batas Deteksi (BD) = 2,15 μM Batas Kuantisasi (BK) = 7,17 μM				

Tabel 3. Hasil penentuan perolehan kembali, standar deviasi dan koefisien variasi Larutan standar IO₃ dengan matriks (NaCl)

Konsentrasi Teoritis (%)	Kadar PK (%)	Persentase PK (%)	Standar Deviasi	Koefisien Variasi (%)
0,31	0,302	97,42	3,91	3,94
	0,296	95,50		
	0,299	96,50		
	0,321	103,50		
	0,321	103,50		
0,62	0,626	100,97	3,22	3,25
	0,578	93,40		
	0,623	100,50		
	0,626	100,97		
	0,616	99,40		
0,83	0,838	100,96	1,24	1,24
	0,815	98,23		
	0,838	100,96		
	0,824	99,28		
	0,821	98,91		
Nilai Total	Rata-rata Persentase Perolehan Kembali = 99,33 %		Koefisien Variasi (KV) = 2,82	
	Standar Deviasi (SD) = 2,80			

Tabel 4. Hasil penentuan perolehan kembali, standar deviasi dan koefisien variasi larutan standar I⁻ dengan matriks (NaCl).

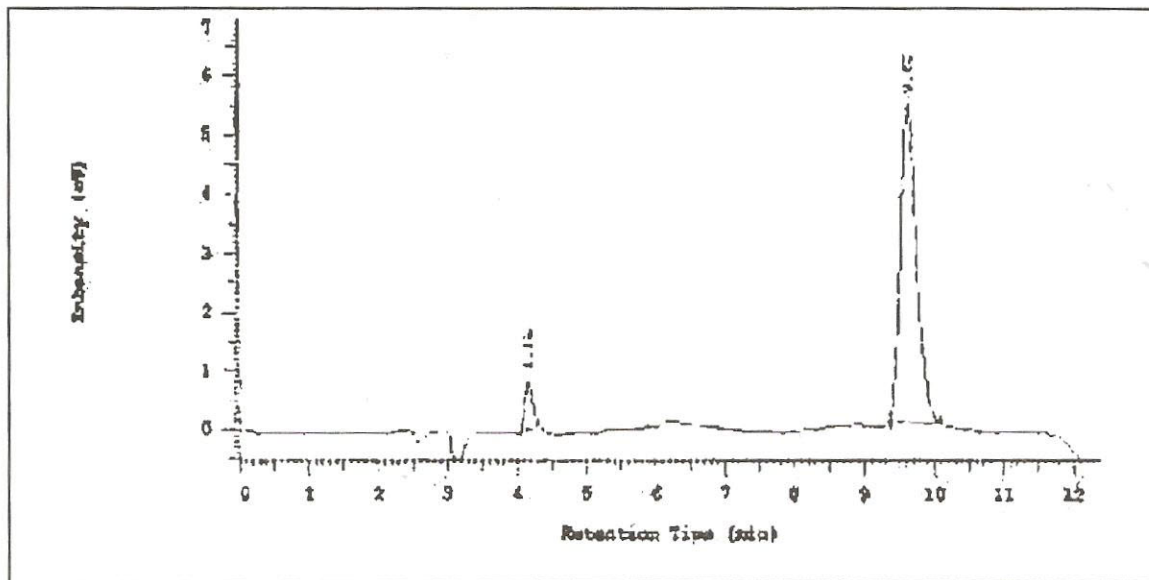
Konsentrasi Teoritis (%)	Kadar Perolehan Kembali (%)	Persentase Perolehan Kembali (%)	Standar Deviasi	Koefisien Variasi (%)
0,39	0,386	98,97	1,28	1,28
	0,396	101,54		
	0,386	98,97		
	0,396	101,50		
	0,392	100,50		
0,58	0,580	100,00	0,66	0,67
	0,573	98,79		
	0,573	98,79		
	0,580	100,00		
	0,573	98,78		
0,78	0,766	98,20	0,85	0,87
	0,753	96,54		
	0,769	98,59		
	0,764	97,95		
	0,757	97,05		
Nilai Total	Rata-rata Persentase Perolehan Kembali = 99,08 %		Koefisien Variasi (KV) = 1,45	
	Standar Deviasi (SD) = 1,43			

Tabel 5. Hasil Perhitungan penentuan kesesuaian sistem dari beberapa parameter kromatogram campuran spesi iodium I- dan IO- konsentrasi 4,0 µM dan 10,0 µM.

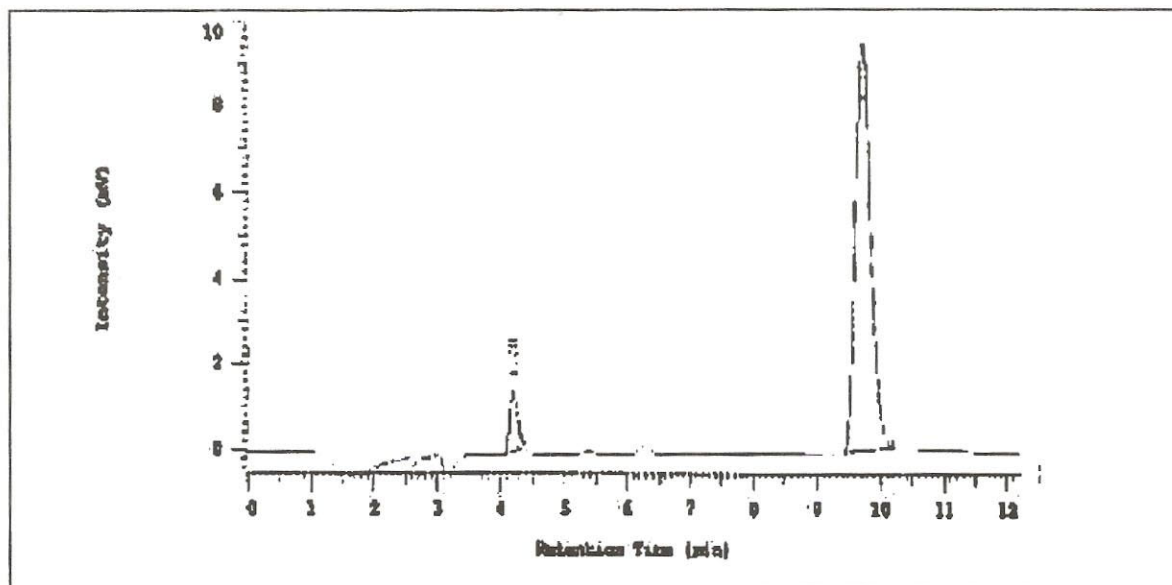
No.	Parameter	Perhitungan	
		Konsentrasi 4,0 µM	Konsentrasi 10,0 µM
1	Resolusi ®	$R = 2 (t_{RB}-t_{RA}) / W_B + W_A$ = 2 (9,62 - 4,16) / 0,22 + 0,5 = 15,17	$R = 2 (t_{RB}-t_{RA}) / W_B + W_A$ = 2 (9,71 - 4,20) / 0,25 + 0,45 = 15,74
2	Efisiensi Kolom (N)	$N = 16 (t_R / W)^2$ = 16 (9,62/0,5) ² = 5922,84	$N = 16 (t_R / W)^2$ = 16 (9,71/0,45) ² = 7449,61
3	Faktor kapasitas (K')	$t_M = V_m / F = 0,5 L d_c^2 /$ = 0,5 x 30 x (0,39) ² / = 2,28 menit $K' A = (4,16 - 2,28) / 2,28$ = 0,82 $K' B = (9,62 - 2,28) / 2,28$ = 3,22	$t_M = V_m / F = 0,5 L d_c^2 /$ = 0,5 x 30 x (0,39) ² / = 2,28 menit $K' A = (4,20 - 2,28) / 2,28$ = 0,84 $K' B = (9,71 - 2,28) / 2,28$ = 3,26
4	Faktor Selektivitas (α)	$\alpha = K'_B / K'_A$ = 3,22 / 0,82 = 3,93	$\alpha = K'_B / K'_A$ = 3,26 / 0,84 = 3,93
5	Faktor Ikutan (T _i)	$T_i = (A + B) / 2A$ = (2,2 + 2,5) / 2 (2,2) = 1,07	$T_i = (A + B) / 2A$ = (2,4 + 2,6) / 2 (2,4) = 1,08

Tabel 6. Kadar iodida dan iodat dalam garam beriodium yang beredar di pasar

Kade Sampel	Kadar Rata-rata (ppm)	
	Iodida	Iodat
GB ₁	48,09 ± 3,81	-
GB ₂	61,12 ± 4,88	-
GB ₃	24,05 ± 2,51	-
GB ₄	70,25 ± 3,78	-
GB ₅	-	65,63 ± 7,79
GB ₆	62,94 ± 4,74	-
GB ₇	34,20 ± 5,86	-
GB ₈	52,62 ± 3,75	-
GB ₉	54,65 ± 4,39	31,43 ± 8,10
GB ₁₀	41,57 ± 8,22	-
GB ₁₁	-	66,60 ± 13,33
GB ₁₂	-	70,58 ± 3,38
GB ₁₃	-	68,60 ± 8,35
GB ₁₄	-	50,45 ± 2,16
GB ₁₅	-	87,59 ± 0,44



Gambar 1. Kromatogram larutan standar campuran iodat dan iodida 4 μM



Gambar 2. Kromatogram larutan standar campuran iodat dan iodida 10 μM

KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan rentang kadar rata-rata iodida dalam berbagai sampel garam beriodium yang beredar di pasar yang berada di wilayah kota Bandung berkisar antara $24,05 \pm 2,51$ ppm dan $70,25 \pm 3,78$ ppm, dan iodat berkisar antara $31,43 \pm 8,10$ ppm dan $87,59 \pm 0,44$ ppm (memenuhi standar yang telah ditetapkan

pemerintah). Metode analisis yang digunakan dalam penelitian ini mempunyai ketelitian, ketepatan, sensitifitas dan selektifitas yang tinggi, handal dan "acceptable" untuk penentuan kadar spesi iodium dalam sampel garam beriodium. Selain itu dalam penelitian ini dapat terdeteksi dan terukurinya kedua spesi iodium tersebut yaitu iodat dan iodida dalam suatu sampel yang mempunyai waktu retensi yang berbeda.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih atas bantuan dana penelitian dari Departemen Pendidikan Nasional RI, Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi melalui Beasiswa Program Pascasarjana (BPPs), PT. Indofood Sukses Makmur Tbk. Jakarta, Departemen Farmasi FMIPA ITB dan Fakultas Teknik Universitas Pasundan Bandung yang telah membantu penulis selama melakukan penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahuja, S., 1989, Selectivity and Detectability Optimizations in HPLC, John Wiley & Sons, Vol. 104, New York, 265-286.
- Benny, A.K., 1992, Masalah yang Dihadapi Dalam Penyelenggaraan Intervensi Garam Fortifikasi dan Upaya Mengatasinya, PAU Pangan dan Gizi IPB, Bogor.
- Bhatnagar, A., Maharda, N.S., Ambardar, V.K., Dham, D.N., Magdum, M., and Sankar, R., 1997, Iodine Loss from Iodised Salt on Heating, Indian J. Pediatr, 64(6), Nov-Dec, 883-885.
- Bichsel, Y., and von Gunten, U., 1999, Determination of iodine and iodate by Ion Chromatography with Postcolumn Reaction and UV/Visible Detection, J. Anal. Chem., 71(1), 34-38.
- Brahmbhatt, S.R., Feamley, R.A., Brahmbhatt, R.M., Eastman, C.J., and Boyages, S.C., 2001, Biochemical Assessment of Iodine Deficiency Disorders in Baroda and Dang Districts of Gujarat State, Indian J. Pediatrics, 38, 247-255.
- Diosady, L.L., Alberti, J.O., Venkatesh Mannar, M.G. and Stone, T., 1997, Stability of Iodine in Iodized Salt Used for Correction of Iodine Deficiency Disorders, Food and Nutrition Bulletin, 18(4), 388-96.
- Diosady, L.L., Alberti, J.O., Venkatesh Mannar, M.G. and Stone, T., 1998, Stability of Iodine in Iodized Salt Used for Correction of Iodine Deficiency Disorders II, Food and Nutrition Bulletin, 19(3), 239-49.
- Drobnik, M., and Latour, T., 1998, A Determination of Iodides in Salt : A Validation of Methods, Roc. Panstw. Zakl. Hig., Polish, 49 (2), 169-176.
- Edmonds, J.S., and Morita, M., 1998, The Determination of Iodine Species in Environmental and Biological Samples, IUPAC, Pure Appl. Chem, 79(8), pp. 1567-1584.
- Edmundson Wade, C. and Stella A.E., 1999, Goitre in Asia, Report of a Seminar on Goitre Control, New Delhi, WHO, SEATO.
- Gelinas Yves, Antoaneta, K., and Ramon, M.B., 1998, Determination of Total Iodine in Nutritional and Biological Samples by ICP-MS Following Their Combustion within an Oxygen Stream, J. Anal. Chem., 70(5), 1021-1025.
- Miller, J.N., and Jane, C.M., 2000, Statistic and Chemometrics for Analytical Chemistry, 4th ed., Prentice Hall, New York, 110-123.
- Osman, A., Muda, K., Abu Bakar, A., Jamil R., Tan, T.T., Wu, L.L., Sakinah, S.O., and Khalid, B.A.K., 1993, Iodine Content in Drinking Water not an Important Determinant of Endemic Goitre, Asia Pacific J. Clin. Nutr., 2, 115-118.
- Pandav, C.S., Narendra, K.A., Anand K., Rajan, S., Smita, P., and Madhu, G.K., 2000, Validation of Spot-Testing Kits to Determine Iodine Content in Salt, Bulletin of the World Health Organization, 78 (8), 975-980.
- Rahn, R.O., 1991, Determination of Iodine Formed from Inorganic Iodine in Aqueous Solution, Analytica Chimica Acta, 246, 595-602.
- Snyder, L.R., Kirkland, J.J., Glajch, J.L., 1997, Practical HPLC Method Development, 2nd edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 6-16, 100-108, 520, 643-645.
- Wenzi, H., Paul, R.H., Kyoshi, H., Kazuhiko, T., Philip, T., and Cheang, K., 1999, Direct Determination of Bromide, Nitrate, and Iodide in Saline Matrixes Using Electrostatic Ion Chromatography with an Electrolyte as Eluent, J. Anal. Chem., 71(8), 1617-1620.
- World Health Organization (WHO), 1996, Iodine, WHO, Geneva, pp. 816-822.
- World Health Organization, 1999, World Health Organization Sets Out to Eliminate Iodine Deficiency Disorder, WHO, WHA in Geneva.
- Xiaolin, H., Dahlgaard, H., Rietz, B., Jacobsen, U., Nielsen, S.P., and Aarkrog, A., 1999, Determination of Chemical Species of Iodine in Seawater by Radiochemical Neutron Activation Analysis Combined with Ion-Exchange Preseparation, J. Anal. Chem., 71(14), 2745-2750.