

BAB III

METODE PENELITIAN DAN ANALISA HASIL

3.1. Metode Penelitian.

Dalam penelitian, penetapan kadar vitamin C dalam bentuk tablet ini, menggunakan metode kimia yaitu metode Yodimetri. Keunggulan dari metode ini adalah :

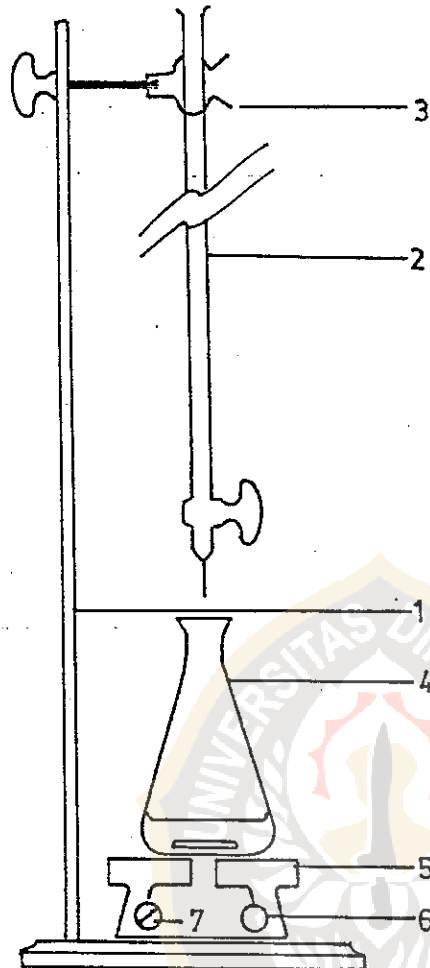
1. Ketelitian, hasil pengukuran cukup tinggi dan lebih praktis dari metode fisika maupun metode biologi.
2. Analisis hanya memerlukan waktu yang pendek , singkat.
3. Analisis vitamin C ini dengan yodimetri dapat bereaksi secara kuantitatif.
4. Analisis vitamin C dengan yodimetri sangat mudah untuk mendapatkan larutan bakunya dan sederhana dalam penggunaannya. Dan selain itu reagen atau pereaksi yang digunakan harganya relatif murah.
5. Kita tahu bahwa setiap tahap percobaan merupakan sumber kesalahan. Oleh sebab itu makin sedikit tahap percobaan, makin kecil kemungkinan terjadinya kesalahan. Tahap perlakuan analisa dengan yodimetri adalah sangat mudah dan sedikit tahap perlakuan percobaannya.

3.1.1. Alat-Alat Yang Dipergunakan.

Nama alat	volume (ml)	satuan
- Buret dengan warna gelap	50	1
- Statip , klem	-	1 set
- "Magnetic stirer"	-	1 set
- Iodine flask	200	10 buah
- Pipet gondok	5	2 buah
	10	2 buah
	25	2 buah
- Beker glass	100	4 buah
- Gelas ukur	50	2 buah
- Labu ukur	50	1 buah
	100	1 buah
	1000	1 buah
- Neraca analitis + anak timbangan	-	1 set
- Corong + kertas saring besar		3 buah



Gambar Rangkaian Alat.



Keterangan :

1. Statip.
2. Buret dengan kaca gelap.
3. Klem.
4. Iodine flask.
5. Magnetic stirrer.
6. Saklar hidup/mati.
7. Pengatur kecepatan putaran.

3.1.2. Bahan Kimia dan Larutan Yang Dipergunakan.

Bahan kimia yang dipakai untuk analisa :

- Iodium p.a [E.Merck]
- Kalium Iodida p.a [E.Merck]
- Amilum p.a [E.Merck]
- Vitamin C p.a [E.Merck]
- Methylene blue p.a [E.Merck]
- As_2O_3 p.a [E.Merck]
- NaOH p.a [E.Merck]
- Metil jingga p.a [E.Merck]
- HCl p.a [E.Merck]
- $NaHCO_3$ p.a [E.Merck]

3.1.3. Tablet Vitamin C Yang Dianalisa.

Tablet vitamin C yang dianalisa terdiri dari sepuluh macam yang berbeda merek, yang diproduksi oleh pabrik farmasi yang berlainan.

Perlakuan terhadap vitamin C yang akan dianalisa :

1. Tablet vitamin C diteliti langsung.
2. Tablet vitamin C diteliti setelah dikondisikan dalam :
 - Tempat tertutup terkena sinar matahari selama empat belas hari.
 - Tempat tertutup di tempat sejuk, kering selama empat belas hari.
 - Tempat terbuka terkena sinar matahari selama empat belas hari.

- Tempat terbuka di tempat sejuk, kering selama empat belas hari.
- Tempat tertutup terkena sinar matahari selama dua puluh delapan hari.
- Tempat tertutup di tempat sejuk, kering selama dua puluh delapan hari.
- Tempat terbuka terkena sinar matahari selama dua puluh delapan hari.
- Tempat terbuka di tempat sejuk, kering selama dua puluh delapan hari.

Setelah dikondisikan barulah vitamin C dianalisa.

3.1.4. Cara Kerja.

3.1.4.1. Larutan Iodium Standar (0,1 N.3)

- Ditimbang dengan seksama 20 gr KI bebas Iodat.
- Dilarutkan dalam 60 ml aquades.
- Dikocok hingga melarut sempurna.
- Kemudian ditimbang dengan seksama 12,69 gr iodium p.a .
- Dilarutkan dalam larutan KI.
- Dimasukkan dalam labu pengencer 1000 ml.
- Diencerkan dengan air hingga tanda batas.
- Disimpan dalam botol gelap bersumbat kaca.

- Dilarutkan dalam 20 ml larutan NaOH 1 N.
- Diencerkan dengan 40 ml aquades.
- Ditambahkan larutan jingga metil P.
- Ditambahkan asam klorida(P) encer hingga warna merah jambu.
- Ditambahkan 2 gr natrium bikarbonat (P), diencerkan dengan 50 ml aquades.
- Dititrasi dengan iodium dengan indikator larutan amilum.
- Dihitung normalitas larutan.

3.1.4.3. Larutan Natrium Hidroksida 1 N.³⁾

- Ditimbang 40,01 gr Na OH.
- Dilarutkan dengan aquades.
- Dimasukkan dalam labu pengencer 1000 ml.
- Diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

3.1.4.4. Larutan Jingga Metil P.³⁾

- Dilarutkan dalam etanol 20% larutan jingga metil P 0,04% b/v.

3.1.4.5. Larutan Asam Klorida P Encer.³⁾

- Dilarutkan 20 gr atau 17 ml asam klorida P pada 100 ml aquades.

3.1.4.6. Indikator Amylum.³⁾

- Ditimbang amyllum P sebanyak 1 gr.
- Dimasukkan dalam labu pengencer 100 ml.

- Ditambahkan aquades hingga tanda batas, dikocok hingga larut.
- Dipindahkan dalam beker glass 200 ml, dididihkan 1 menit, didiamkan hingga dingin.
- Disaring, disimpan dalam botol gelap bersumbat kaca.

3.1.4.7. Larutan Methylene Blue.³⁾

- Ditimbang 125 mg methylene blue.
- Dilarutkan dalam 100 ml etanol 95% .
- Diencerkan dengan air hingga 250 ml.

3.1.4.8. Uji Kualitatif.¹⁾

- Dibuat larutan vitamin C 2% b/v .
- Ditambahkan 4 tetes biru metilen P.
- Dipanaskan hingga suhu $\pm 40^{\circ} \text{C}$.
- Terjadi warna biru tua yang kemudian berangsur hilang, menunjukkan uji positif.

3.1.4.9. Uji Kuantitatif.³⁾

- Dilarutkan 500 mg vitamin C yang telah ditumbuk halus dengan 20 ml aquades hingga melarut sempurna.
- Dimasukkan dalam labu takar 100 ml.
- Diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.
- Diambil 10 ml larutan ini dengan pipet gondok.
- Dimasukkan dalam erlenmeyer 100 ml.

- Diencerkan bila perlu.
- Dititrasi dengan iodium standar hingga mendekati warna agak kuning.
- Ditambahkan 4 tetes indikator amylum.
- Diteruskan titrasi hingga timbul warna biru.
- Dicatat volume iodium yang dipakai.
- Kemudian dilakukan titrasi blangko dengan mengganti larutan vitamin C dengan aquades.
- Dihitung kadar asam askorbat dalam vitamin C, dimana volume titrasi sebenarnya adalah :
titrasi sebenarnya = titrasi sampel dikurangi
titrasi blangko.

3.2. Analisa Hasil.

Data-data hasil percobaan dapat dilihat pada lampiran 2 sampai dengan lampiran 5

3.2.1. Standarisasi Iodium.

- Standarisasi Iodium (A).

Volume Iodium yang dibutuhkan adalah :

Titrasi I	25,7 ml
Titrasi II	25,8 ml
Titrasi III	25,7 ml
Rata-rata	25,73 ml

Berat As_2O_3 = 150 mg

maka normalitas Iodium standar A dapat

dicari dengan persamaan :

$$L_A \times N_A = L_B \times N_B \quad 8)$$

dimana :

$$L_B \times N_B = \text{ekuivalen B} \quad 8)$$

atau

$$L_{I_2} \times N_{I_2} = L_{As_2O_3} \times N_{As_2O_3}$$

dimana :

$$L_{As_2O_3} \times N_{As_2O_3} = \text{ekuivalen } As_2O_3$$

$$\text{ekuivalen } As_2O_3 = \frac{g(As_2O_3)}{g(As_2O_3)/\text{ekuiiv}}$$

sedangkan :

$$1 As_2O_3 = 2 H_3AsO_3 = 4 \text{ ekuiiv}$$

maka :

$$\text{ekuivalen } As_2O_3 = \frac{150 \cdot 10^{-3} \text{ g}}{197,84 \text{ g/4 ekuiiv}}$$

$$\text{ekuivalen } As_2O_3 = 3,033 \cdot 10^{-3} \text{ ekuivalen}$$

Maka :

$$\text{ekuivalen } AS_2O_3$$

N_{I_2}

$$= \frac{\text{ekuivalen } AS_2O_3}{L_{I_2}}$$

$$N_{I_2} = \frac{3,033 \cdot 10^{-3} \text{ ekuivalen}}{25,73 \cdot 10^{-3} \text{ L}} = 0,1179 \text{ N}$$

- Standarisasi Iodium (B).

Volume Iodium yang dibutuhkan adalah :

Titrasi I	30,6 ml
Titrasi II	30,7 ml
Titrasi III	30,6 ml
Rata-rata	30,63 ml

$$\text{Berat As}_2\text{O}_3 = 150 \text{ mg}$$

maka normalitas Iodium standar B dapat dicari dengan persamaan :

$$L_A \times N_A = L_B \times N_B \quad (8)$$

dimana

$$L_B \times N_B = \text{ekuivalen}_B \quad (8)$$

atau :

$$L_{I_2} \times N_{I_2} = L_{\text{As}_2\text{O}_3} \times N_{\text{As}_2\text{O}_3}$$

dimana :

$$L_{\text{As}_2\text{O}_3} \times N_{\text{As}_2\text{O}_3} = \text{ekuivalen As}_2\text{O}_3$$

$$\text{ekuivalen As}_2\text{O}_3 = \frac{g(\text{As}_2\text{O}_3)}{g(\text{As}_2\text{O}_3) / \text{ekwiv}}$$

sedangkan

$$1 \text{ As}_2\text{O}_3 \approx 2 \text{ H}_3\text{AsO}_3 \approx 4 \text{ ekwiv}$$

maka :

$$\text{ekuivalen As}_2\text{O}_3 = \frac{150 \cdot 10^{-3} \text{ g}}{197,84 \text{ g} / 4 \text{ ekuiv}}$$

$$\text{ekuivalen As}_2\text{O}_3 = 3,033 \cdot 10^{-3} \text{ ekuivalen.}$$

maka :

$$N_{I_2} = \frac{\text{ekuivalen As}_2\text{O}_3}{L_{I_2}}$$

$$N_{I_2} = \frac{3,033 \cdot 10^{-3} \text{ ekuivalen}}{30,63 \cdot 10^{-3} \text{ L}}$$

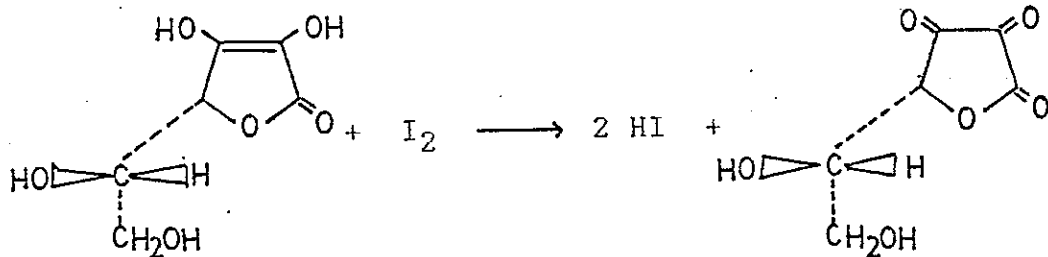
$$N_{I_2} = 0,099 \text{ N}$$

3.2.2. Uji kualitatif vitamin C dengan methylene blue.

Karena semua sample vitamin C dari berbagai merek yang telah diuji dengan menggunakan methylene blue ternyata melunturkan warna biru dari methylene blue ini, maka berarti semua sampel adalah vitamin C atau asam askorbat.

3.2.3. Uji kuantitatif vitamin C.

Untuk menentukan kadar (dalam mg) kandungan asam askorbat dalam sampel tablet vitamin C, maka kita harus memperhatikan dahulu persamaan reaksinya :



Dapat kita lihat bahwa :

$$\text{BE asam askorbat} = 1/2 \text{ BM}$$

$$\text{BE I}_2 = 1/2 \text{ BM}$$

Maka bila I_2 yang digunakan 0,1 N sebanyak 1 ml :

$$\text{grek I}_2 \approx \text{grek asam askorbat}$$

$$0,1 \text{ N} \times 1 \text{ ml} \approx \text{miligrek asam askorbat}$$

$$0,1 \text{ miligrek} \approx \text{miligrek asam askorbat}$$

Maka :

gram asam askorbat dapat ditentukan sebagai berikut :

$$= [0,1 \cdot 10^{-3} \times \text{BE asam askorbat}] \text{ gram}$$

$$= [0,1 \cdot 10^{-3} \times 176,13 \times 1/2] \text{ gram}$$

$$= 8,8065 \cdot 10^{-3} \text{ gram}$$

$$= 8,8065 \text{ miligram}$$

Jadi, berdasarkan perhitungan di atas didapat bahwa setiap satu mililiter iodium 0,1 N, setara dengan 8,8065 miligram asam askorbat.

Atau

$$1 \text{ ml I}_2 \text{ 0,1179 N (standar A)} \approx 10,3898 \text{ mg asam askorbat.}$$

$$1 \text{ ml I}_2 \text{ 0,099 N (standar B)} \approx 8,717 \text{ mg asam askorbat.}$$

Berdasarkan hasil perhitungan ini, maka dari data-data yang dapat dilihat pada lampiran 2 sampai dengan lampiran 5, setelah dihitung volume titrasi sesungguhnya, yaitu titrasi dari sampel dikurangi titrasi blangko dan kemudian dilakukan perhitungan berdasarkan apa yang telah diuraikan di atas, maka terdapatlah kadar asam askorbat dalam tablet vitamin C, seperti yang tertera dalam tabel-tabel pada lampiran 6 sampai dengan lampiran 10.

