

Verifikasi Metode Analisis Zat Aktif Ziram Menggunakan Titrasi Iodimetri

Verification Of Ziram Active Analysis Method Using Iodimetry Titration

Renny Futeri^{1*}, M.Ikhlas Armin¹, Gustiarini Rika Putri¹, Selfa Dewati Samah¹,
Syafrial¹

¹ Politeknik ATI Padang

*rennyfuteri290178@gmail.com

Abstrak

Penggolongan pestisida salah satunya yaitu fungisida. Salah satu dari fungisida adalah Ziram, Ziram merupakan fungisida di bidang pertanian yang digunakan pada berbagai macam jamur dan penyakit tanaman, terutama diterapkan pada dedaunan tanaman, dan juga digunakan sebagai perawatan tanah atau biji. Untuk itu perlu adanya pemastian komposisi atau zat aktif dalam contoh fungisida tersebut agar dapat bekerja sebagaimana peruntukannya. Dalam pemastian komposisi zat aktif ini diperlukan suatu metode analisis kadar uji, yaitu titrasi iodimetri. Sebelum suatu metode dijadikan sebagai metode standar, maka perlu dilakukan verifikasi terhadap metode tersebut agar metode ini memberikan hasil yang tepat dan teliti. Proses verifikasi melibatkan beberapa parameter yakni presisi, akurasi dan linearitas dengan syarat keberterimaan untuk masing-masing parameter adalah % RSD < 2 % untuk presisi, % recovery pada rentang 98-102 % dan determinasi >0.9970 untuk linearitas. Dari pengujian yang telah dilakukan didapatkan untuk parameter presisi dengan % RSD 0,017320 %, parameter akurasi dengan %recovery 99,80% dan parameter linearitas dengan koefisien determinasi (r^2) 0,027. Hasil penelitian terhadap sampel menunjukkan kadar Ziram 96% TC bervariasi antara 95-95,03 %. Rentang ini dalam batas kadar yang diperbolehkan berdasarkan CoA (Certificate of Analysis) yaitu 95-95,2 %.

Kata kunci: Pestisida, Fungisida, Ziram, Validasi, Titrasi Iodimetri.

Abstract

One of the classifications of pesticides is fungicides. One of the fungicides is Ziram. Ziram is a fungicide in agriculture that is used for various types of fungi and plant diseases, mainly applied to plant foliage, and is also used as a soil or seed treatment. For this reason, it is necessary to confirm the composition or active substance in the fungicide sample so that it can work as intended. To ascertain the composition of the active substance, a test concentration analysis method is required, namely iodimetry titration. Before a method is used as a standard method, it is necessary to verify the method so that this method provides precise and thorough results. The verification process involves several parameters, namely precision, accuracy and linearity with the acceptance requirements for each parameter being % RSD < 2 % for precision, % recovery in the range of 98-102 % and determination > 0.9970 for linearity. From the tests that have been carried out, it was found that the precision parameters had a % RSD of 0.017320%, the accuracy parameters had a %recovery of 99.80% and the linearity parameters had a

coefficient of determination (r^2) of 0.027. The results of research on samples showed that Ziram 96% TC levels varied between 95-95.03%. This range is within the permitted content limits based on the CoA (Certificate of Analysis), namely 95-95.2%.

Keywords : *Pesticides, Fungicides, Ziram, Validation, Iodimetric Titration.*

PENDAHULUAN

Ziram adalah fungisida dithiocarbamate pertanian yang digunakan pada berbagai jamur dan penyakit tanaman (Kamrin, 1997). Ini dapat diterapkan pada dedaunan tanaman, tetapi juga digunakan sebagai perawatan tanah atau benih. Ziram digunakan sebagai akselator dalam pembuatan karet, bahan kemasan, perekat dan tekstil. Penggunaan lain dari senyawa ini adalah sebagai reptil burung dan tikus. Ziram sering dipasarkan sebagai bubuk pembasah atau sebagai butiran. Ziram merupakan nama umum yang diterima dan disetujui oleh Internasional Standardisasi Organisasi (ISO) untuk pestisida zinc dimethyl dithiocarbamate yang diperkenalkan di Amerika Serikat pada tahun 1960 sebagai fungisida dibidang pertanian yang digunakan untuk mengatasi keropeng pada dedaunan tanaman. Menurut Wudianto, R.,2007 Wudianto, R.,2007 oleh karena itu perlu adanya pemastian komposisi zat-zat aktif dalam pestisida tersebut agar dapat bekerja sebagaimana peruntukannya. Salah satu proses penjamin mutu yang dapat dilakukan adalah menganalisa kadar- kadar zat aktif yang dikandungnya, untuk itu perlulah suatu metoda yang tepat dalam analisis ini. Untuk dapat melakukan suatu proses analisis, terlebih dahulu perlu dilakukan trial and eror penentuan metoda yang tepat untuk analisis. Pada fungisida, umumnya digunakan metode titrasi iodimetri dalam analisis zat-zat aktifnya. Menurut Kristianingrum, S. 2012 dalam penelitiannya menyatakan bahwa Sebelum dilakukan titrasi terlebih dahulu Ziram didestruksi, sebab pada fungisida terdapat campuran beberapa zat aktif sehingga perlu dilakukan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya agar dapat dianalisis. Destruksi merupakan suatu perlakuan pemecaha senyawa menjadi unsur- unsurnya sehingga mudah dianalisa. Titrasi iodimetri adalah titrasi berdasarkan reaksi oksidasi antara iodin sebagai peniter dengan reduktor yang memiliki potensial oksidasi lebih rendah dari sistem iodin-iodida dimana sebagai indikator larutan kanji. Titrasi dilakukan dalam suasana netral sedikit asam (pH 5-8). Setelah dilakukan trial and eror, didapatkan suatu metode pada penentuan kadar zat aktif Ziram ini. Menurut Harmita, 2004 dalam penelitiannya menyatakan akan tetapi, sebelum metode ini dapat digunakan sebagai metode standar, perlu dilakukan verifikasi untuk menilai apakah metode ini memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Menurut Mursyidi, Achmad dan Abdul Roman, 2007 dan Underwood dan Day JR. 1998 dalam penelitiannya menyatakan dimana jika suatu metode telah tervalidasi, maka hasil analisis yang didapatkan dapat terjamin ketelitian dan ketepatannya. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui apakah metode titrasi iodimetri dapat digunakan untuk menentukan kadar bahan aktif Ziram.

Menurut Riyanto, 2014 dan Astuti, J. & M. Sukiman. 2002 dalam penelitiannya menyatakan bahwa Verifikasi metode uji adalah konfirmasi ulang dengan cara menguji

suatu metode dengan melengkapi bukti-bukti yang objektif bahwa metode tersebut memenuhi persyaratan yang ditetapkan dan sesuai dengan tujuan dan Verifikasi juga merupakan metode uji bermaksud untuk membuktikan bahwa laboratorium mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan adalah satu set alat destruksi, peralatan gelas, neraca analitik, buret 50 ml, bulp, erlenmeyer 250 ml, heater, hot plate, klem, labu ukur 100 ml, pipet gondok 5 ml, pipet takar 5 ml, pipet tetes, spatula dan statif. Sedangkan bahan yang digunakan adalah asam asetat glacial (CH_3COOH) 30 %, asam sulfat (H_2SO_4) 1,1 N, EDTA 30 %, KOH 2 M, indikator fenolftalein, indikator kanji, larutan iod 0,1 N, Timbal (II) asetat ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$) 10 % dan sampel ziram.

Rancangan Penelitian

Penelitian merupakan pendekatan verifikasi metoda yang menggunakan Analisa kuantitatif yang difokuskan pada analisa titrasi Iodimetri pada pestisida yang mengandung zat aktif ziram.

Instrumen Penelitian

Instrumen penelitian ini yaitu eksperimen di laboratorium kimia dengan memanfaatkan peralatan gelas dan non gelas.

Teknik Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan adalah Ziram 96 % TC. Ziram 96% TC diperoleh dari supplier tahun 2020 dengan berat 400 gram. Sampel berbentuk bubuk dengan warna putih. Untuk penelitian sampel yang digunakan diambil dari kemasan yang telah tersedia.

Metode Analisa Sampel

Standarisasi Iod 0,1 N dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N

Sebanyak 5 ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N dipipet yang sudah distandarisasi, kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml. Sebanyak 5 ml aquadest dan 1 ml larutan kanji ditambahkan. Titrasi menggunakan larutan Iod hingga perubahan warna dari jernih menjadi warna biru. Volume titrasi dicatat dan hitung normalitas Iod.

Penentuan Kadar Ziram 96 % TC

Sebanyak 300 mg sampel ditimbang ke dalam labu didih, kemudian ditambahkan 10 ml EDTA 30% dan 50 ml H_2SO_4 1.1 N kedalam labu didih dan batu didih. Sebanyak 10 ml $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ 10% dimasukkan ke dalam penampung 1 dan 25 ml larutan KOH 2 M kedalam penampung 2. Kecepatan gelembung diatur, 1 gelembung/detik, lalu sampel dipanaskan \pm 2 jam pada suhu 150°C . Pemanasan dihentikan, kemudian dilepaskan penampung 2 yang berisi KOH, lalu dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 ml. Sampel

ditambahkan 3 tetes indikator fenolftalein. Larutan tersebut kemudian dinetralkan dengan asam asetat glacial 30%. Sampel ditambahkan 2 atau 3 tetes indikator amilum, kemudian dititrasi dengan menggunakan larutan Iod 0,1 N hingga menimbulkan warna biru. Volume titrasi dicatat dan hitung kadar Ziram. %

Verifikasi Analisis Ziram 96% TC

Akurasi dan Linearitas Metode

Sebanyak 0,1 g, 0,2 g, 0,3 g, 0,4 g, 0,5 g dan 0,6 g sampel ditimbang ke dalam labu didih, kemudian ditambahkan 10 ml EDTA 30% dan 50 ml H₂SO₄ 1.1 N kedalam labu didih dan beberapa batu didih. Sebanyak 10 ml Pb(CH₃COO)₂ 10% dimasukkan ke dalam penampung 1 dan 25 ml larutan KOH 2 M kedalam penampung 2. Kecepatan gelembung diatur, 1 gelembung/detik, lalu sampel dipanaskan ± 2 jam pada suhu 150°C. Pemanasan dihentikan, kemudian dilepaskan penampung 2 yang berisi KOH, lalu dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml. Sampel ditambahkan 3 tetes indikator fenolftalein. Larutan tersebut kemudian dinetralkan dengan asam asetat glacial 30%. Sampel ditambahkan 2 atau 3 tetes indikator amilum, kemudian dititrasi dengan menggunakan larutan Iod 0,1 N hingga menimbulkan warna biru. Volume titrasi dicatat dan hitung kadar Ziram.

Presisi Metode

Sebanyak 300 mg sampel ditimbang ke dalam labu didih, kemudian ditambahkan 10 ml EDTA 30 % dan 50 ml H₂SO₄ 1.1 N kedalam labu didih dan beberapa batu didih. Sebanyak 10 ml Pb(CH₃COO)₂ 10% dimasukkan ke dalam penampung 1 dan 25 ml larutan KOH 2 M kedalam penampung 2. Kecepatan gelembung diatur, 1 gelembung/detik, lalu sampel dipanaskan ± 2 jam pada suhu 150 °C. Pemanasan dihentikan, kemudian dilepaskan penampung 2 yang berisi KOH, lalu dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml. Sampel ditambahkan 3 tetes indikator Fenolftalein. Larutan tersebut kemudian dinetralkan dengan asam asetat glacial 30 %. Sampel ditambahkan 2 atau 3 tetes indikator amilum, kemudian dititrasi dengan menggunakan larutan Iod 0,1 N hingga menimbulkan warna biru. Volume titrasi dicatat dan hitung kadar Ziram.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Presisi

Akurasi metode dilakukan dengan cara menimbang 0,3 g sampel Ziram 96 % TC. Berikut data hasil analisis:

Tabel .1 Presisi

Sampel	M (gram)	Kadar (%)	RSD
Ziram 96% TC	0,3007	95,18	0,01732
	0,3009	95.15	
	0,3009	95.12	

Presisi Metode, RSD ≤ 1 %

RSD Metode – 0,01732

Akurasi

Akurasi metode dilakukan dengan cara menimbang 0,1 g, 0,2 g, 0,3 g, 0,4 g, 0,5 g dan 0,6 g sampel Ziram 96% TC. Berikut data hasil analisis:

Tabel .2 Data Uji Akurasi

Sampel	M (gram)	Kadar (%)	Akurasi
Ziram 96% TC	0,1508	95	99,50 %
	0,2017	95.03	
	0,3028	95.01	
	0,4001	95.01	
	0,502	95.03	
	0,6006	95.01	

Akurasi Metode, (98-102%)

Akurasi Metode = 99,80%

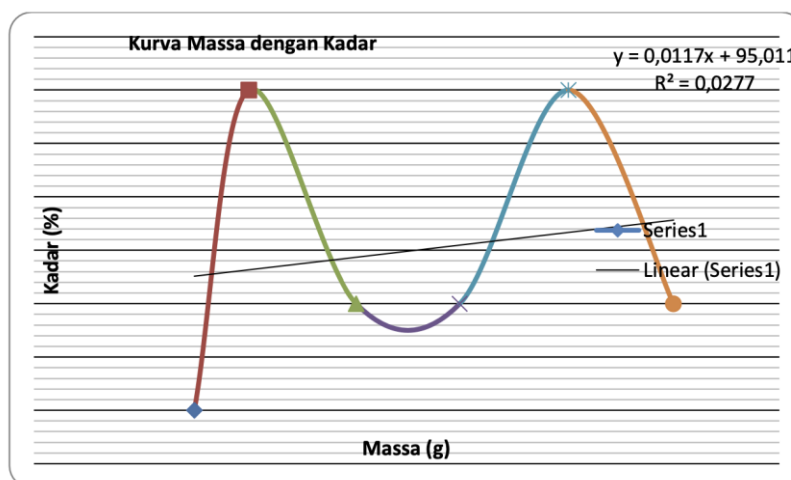
Linearitas

Linearitas metode dilakukan dengan cara menimbang 0,1 g, 0,2 g, 0,3 g, 0,4 g, 0,5g dan 0,6 g sampel Ziram 96% TC. Berikut data hasil analisis: Tabel 3 Data Uji Linieritas.

Tabel.3 Data Uji Linieritas

Sampel	M (gram)	Kadar (%)	Kadar Teoritis (%)
Ziram 96% TC	0,1508	95	95,2 %
	0,2017	95.03	
	0,3028	95.01	
	0,4001	95.01	
	0,502	95.03	
	0,6006	95.01	

Berikut Kurva Linearitas



Gambar .1 Grafik hubungan massa 96% TC Linieritas ($R \leq 0,9970$)

Untuk mempermudah analisis rutin dalam penentuan kadar zak aktif yang terkandung dalam produk maka diperlukan suatu metode standar untuk penentuan kadar

zak aktif tersebut, maka digunakanlah metode titrasi iodimetri untuk dapat melakukan analisis kuantitatif terhadap sampel dan destruksi basah. Dalam proses destruksi basah material yang digunakan sebagai destruktur adalah asam sulfat pekat untuk mempercepat reaksi. Proses destruksi dilakukan dengan menimbang sampel, kemudian ditambahkan EDTA 30% dan H₂SO₄ 1.1 N yang bertujuan untuk memecah struktur membentuk gas CO₂, COS dan CS₂. Pada tahap destruksi dengan asam sulfat dipanaskan pada suhu 150°C. Pada penampung 1 berisi Pb(CH₃COO)₂, penambahan Pb(CH₃COO)₂ bertujuan untuk mengikat gas CO₂ dan COS yang dihasilkan, lalu pada penampung 2 berisi KOH 2 M, tujuan penambahan KOH adalah untuk mengikat gas CS₂ yang lolos. Gas CS₂ yang lolos akan bereaksi dengan KOH yang kemudian dititrasi secara iodimetri. Titrasi ini dimaksud untuk menentukan seberapa banyak volume Iod yang diperlukan untuk merubah warna larutan yang tadinya berwarna bening berubah menjadi biru sebagai titik akhir titrasi. Pada tahap titrasi ini harus diperhatikan betul karena jika Iod yang digunakan untuk titrasi terlalu banyak/sedikit maka akan mempengaruhi perhitungan kadar Ziram nantinya. Secara keseluruhan kadar Ziram 96% yang didapat dari pengujian menggunakan titrasi iodimetri berkisar 95-95,03%. Kadar yang didapat masih memenuhi syarat yang telah ditetapkan dimana rentang ini dalam batas kadar yang diperbolehkan berdasarkan Certificate of Analysis (CoA) yaitu 95- 95,2%.

Sebelum melakukan suatu metode titrasi iodimetri sebagai metode standar untuk analisis rutin, perlu terlebih dahulu dilakukan penilaian apakah metode tersebut memenuhi syarat untuk penggunaannya. Oleh sebab itu, dilakukanlah verifikasi metode yang melibatkan beberapa parameter, yakni presisi, akurasi, dan linearitas. Dan dilakukanlah verifikasi terhadap suatu metode uji analisis kadar Ziram.

Sebagai acuan pada parameter presisi ini dilihat dari persen relatif standar deviasinya (%RSD) dari 6 kali penimbangan sampel. Dimana syarat keberterimaan pada penentuan zat aktif Ziram ini adalah jika $\%RSD \leq 1\%$. Dari hasil pengujian didapatkan %RSD adalah 0,01732%. Hasil ini menunjukkan metode ini telah presisi karena memberikan hasil % RSD dibawah 1% dan didapatkan hasil akurasi untuk Ziram 96% TC yakni 99,80%., syarat keberterimaan akurasi Ziram 96% TC adalah 98-102 % . Hasil yang didapatkan pun memenuhi syarat keberterimaan akurasi. Parameter linearitas bertujuan untuk menilai kemampuan metode ini apakah memberikan hubungan yang proposional antara respon atau hasil uji secara langsung atau matematis, berbanding lurus terhadap konsentrasi analit dalam contoh pada rentang tertentu. Dimana syarat terpenuhinya parameter linearitas ini adalah jika didapatkan koefisien determinasi (r^2) yang besar dari 0,9970. Hasil yang didapatkan tidak memenuhi syarat keberterimaan linearitas yakni dengan nilai koefisien determinasi 0,027. Hasil ini disebabkan karena pada metode ini menggunakan metode konvensional yaitu metode tradisional yang menggunakan peralatan gelas kaca dan pada saat titrasi disebabkan I₂ yang mudah menguap.

KESIMPULAN

Penelitian ini dapat disimpulkan bahwa verifikasi metode penentuan kadar zat aktif Ziram menggunakan metode titrasi iodimetri telah memenuhi syarat keberterimaan yang telah ditetapkan. Metode ini akan memberikan data yang valid bila digunakan untuk analisis di Laboratorium Produksi PT CBA Chemical Industry. Proses verifikasi melibatkan beberapa parameter yakni presisi, akurasi dan linearitas dengan syarat keberterimaan untuk masing-masing parameter adalah % RSD < 2% untuk presisi, % recovery pada rentang 98-102 % dan determinasi >0.9970 untuk linearitas. Dari pengujian yang telah dilakukan didapatkan untuk parameter presisi dengan % RSD 0,005262327%, parameter akurasi dengan % recovery 99,80% dan parameter linearitas dengan koefisien determinasi (r^2) 0,027. Hasil penelitian terhadap sampel menunjukkan kadar Ziram 96% TC bervariasi antara 95-95,03%. Rentang yang didapatkan masih dalam batas kadar yang diperbolehkan berdasarkan Certificate of Analysis (CoA) yaitu 95 – 95,2%. Bagi peneliti selanjutnya disarankan untuk menggunakan instrumen spektrofotometer ataupun kromatografi gas agar datanya dapat dibandingkan dengan metode titrasi yang telah dilakukan.

DAFTAR PUSTAKA

- Astuti, J. & M. Sukiman. 2002. Peranan Validasi Metode Uji dalam Menghasilkan Data Hasil Uji yang Baik. Akademi Kimia Analisis. Bogor.
- Badan Standarisasi Nasional SNI 7313: 2008. Batas Maksimum Residu Pestisida Pada Hasil Pertanian.
- Harmita, 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metoda dan Cara Perhitungan. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Indian Standards, 1977. Specification for Ziram Technical (First Revision). New Delhi: IS 3900.
- Kamrin, A. Michael. 1997. Pesticide Profiles. Institute for Environmental Toxicology Michigan State University East Lansing, Michigan.
- Kristianingrum, S. 2012. Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Mursyidi, Achmad dan Abdul Roman, 2007. Pengantar Kimia Farmasi Analisis Volumetri dan Gravimetri. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- Riyanto. 2014. Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi. Deepublish. Yogyakarta. .
- Underwood dan Day JR. 1998. Analisis Kimia Kuantitatif Edisi keenam. Jakarta: Erlangga.
- Wudianto, R., 2007. Petunjuk Penggunaan Pestida. Penerbit Penebar Swadaya. Jakarta.