

PROSEDING

SEMINAR NASIONAL BASIC SCIENCE II

Tema:

*Kontribusi Sains untuk Pengembangan Pendidikan,
Biodiversitas dan Mitigasi Bencana pada Daerah Kepulauan*



Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Pattimura

Ambon 2010

ISBN : 978-602-97522-0-5

PROSEDING

SEMINAR NASIONAL BASIC SCIENCE II

Kontribusi Sains Untuk Pengembangan Pendidikan,
Biodiversitas dan Mitigasi Bencana
Pada Daerah Kepulauan



SCIENTIFIC COMMITTEE:

Prof. H.J. Sohilait, MS
Prof. Dr. Th. Pentury, M.Si
Dr. J.A. Rupilu, SU
Drs. A. Bandjar, M.Sc
Dr.Ir. Robert Hutagalung, M.Si

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS PATTIMURA
AMBON, 2010**

2 Juli 2010

**TEKNIK PRAKONSENTRASI Sn(II) MENGGUNAKAN KOLOM RESIN
PENUKAR KATION DOWEX 50W-X8 BERBASIS
ANALISIS INJEKSI ALIR**

A. Sentosa Panggabean

*Jurusan Kimia FMIPA-Universitas Mulawarman Jl. Barong Tongkok Samarinda-75119**Email : amanspanggabean@yahoo.com***ABSTRAK**

Penelitian tentang teknik prakonsentrasi menggunakan kolom resin penukar kation untuk penentuan ion Sn(II) dalam sampel air telah dilakukan. Teknik prakonsentrasi dilakukan dengan menggunakan kolom mini yang berisi resin dowex 50W-X8 dan digabungkan dengan teknik analisis injeksi alir, yaitu sampel air dimasukkan ke dalam kolom mini dan dielusi dengan HCl 1M, kemudian eluatnya diukur dengan detektor spektrofotometer serapan atom (AAS). Beberapa parameter optimum yang dikembangkan dapat meningkatkan kinerja analitik secara simultan, ditunjukkan dengan nilai batas deteksi $0,18 \text{ mg L}^{-1}$. Tingkat kebolehlungan yang ditunjukkan dengan nilai persentase koefisien variansi (% KV) adalah 3,46%. Teknik ini dapat diaplikasikan untuk sampel air alam dengan persentase perolehan kembali $> 95\%$. Metoda spike yang dikembangkan dalam penelitian menunjukkan bahwa matriks sampel air tidak mempengaruhi hasil-hasil pengukuran.

Kata kunci: Prakonsentasi, Sn(II), Resin, FIA-AAS.

PENDAHULUAN

Pencemaran air saat ini telah menjadi suatu masalah yang sangat meresahkan masyarakat dan perlu mendapatkan perhatian serius dari semua pihak. Masalah pencemaran air terutama disebabkan oleh semakin banyaknya industri yang membuang limbahnya ke lingkungan secara langsung tanpa pengolahan yang baik terlebih dahulu. Pencemaran ini terjadi baik di sungai, danau maupun di laut [1].

Salah satu pencemar yang sangat berbahaya adalah pencemaran oleh ion logam berat yang terkandung di perairan dengan kadar yang melebihi ambang batas normalnya. Logam berat yang terdapat di perairan dapat terakumulasi ke dalam tubuh hewan-hewan perairan seperti ikan. Bila ikan-ikan ini dikonsumsi oleh manusia, maka ion logam berat yang terkandung di dalamnya dapat berakibat fatal bagi tubuh, diantaranya kerusakan ginjal, hati, dan syaraf. Bila terhirup dapat menyebabkan kanker paru-paru, kerusakan tulang, dan bagi anak-anak dapat menyebabkan penurunan kecerdasan serta kerusakan jaringan tubuh [2,3]. Logam-logam ini dalam sumber air cenderung terdapat dalam kadar yang sangat rendah (*trace metals*), namun dapat terakumulasi

2 Juli 2010

pada partikel, sedimen dan biota air. Oleh karena itu diperlukan adanya teknik tersendiri dalam penentuannya [4].

Metode penentuan Sn dalam sampel alam selama ini dilakukan dengan mengukur secara langsung dengan AAS, akan tetapi kelemahannya ada pada batas deteksinya yang hanya berkisar pada tingkat konsentrasi mg/L (ppm) [5]. Penggunaan metode prakonsentrasi sebagai tahap awal analisis instrumental untuk menentukan konsentrasi logam kelumit dalam air, telah banyak dilakukan [6,7]. Hal-hal yang berkaitan dengan kekurangefektifan serta pengaruh matriks terhadap pengukuran dapat diminimalkan melalui metode prakonsentrasi yang sesuai. Teknik prakonsentrasi memberikan solusi terhadap keterbatasan kepekaan instrumen dalam hal penentuan logam berat dengan tingkat konsentrasi yang sangat rendah [8]. Kendala ini merupakan masalah utama dalam kimia analitik yang secara terus-menerus masih dicari solusinya.

Dalam penelitian ini telah dilakukan prakonsentrasi dengan resin penukar kation Dowex 50W-X8 dengan analisis berbasis injeksi alir (*flow injection analysis*). Prinsip metode prakonsentrasi ini adalah mekanisme retensi-elusi kation Sn(II) menggunakan minikolom yang berisikan resin Dowex 50W-X8. Beberapa parameter yang berpengaruh pada tahapan prakonsentrasi untuk menentukan konsentrasi ion Sn(II) dalam sampel air dengan detektor *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)* telah dipelajari, diantaranya; pengaruh volume larutan Sn(II), pengaruh konsentrasi eluen, pengaruh volume eluen, kinerja analitik metode yang dikembangkan, serta aplikasinya dalam penentuan ion Sn(II) dalam sampel air. Dari hasil penelitian ini dapat dijadikan sebagai salah satu alternatif penentuan ion Sn(II) dalam sampel air.

Metodologi

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas yang umum digunakan dalam laboratorium, pompa peristaltik (Ismatec[®]), minikolom dan pipa Tygon[®], Penentuan konsentrasi ion Sn(II) dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (*double beam GBC[®]-Avanta 6506*). Pencatatan data secara digital dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak Power Chrom (ADInstruments[®]) dan pengolah data Origin[™] 7.0.

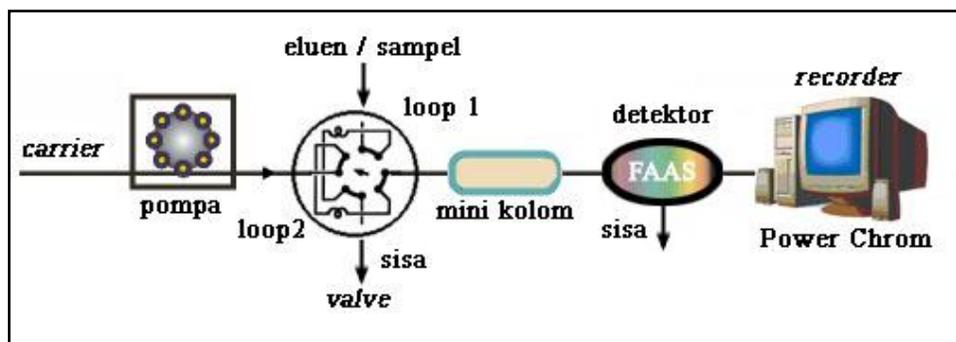
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini memiliki derajat kemurnian pro analisis (p.a.) yaitu: HNO₃, HCl, SnCl₂, resin Dowex 50W-X8 dan air kualitas HPLC (18 MΩ).

2 Juli 2010

Prosedur Penelitian

1. Konstruksi peralatan FIA-AAS untuk tahapan Prakonsentrasi ion Sn(II)

Sebanyak 0,2 gram material resin dowex 50W-X8 dimasukkan ke dalam minikolom yang mempunyai panjang 4,8 cm, diameter 0,4 cm. Laju alir carrier, sampel maupun eluen dibuat tetap, yaitu 2,5 mL/menit. Konstruksi alat FIA-AAS untuk analisis ion Sn(II) menggunakan minikolom yang berisikan resin dowex 50W-X8 berbasis analisis injeksi alir dapat dilihat pada Gambar 1.[9].



Gambar 1. Konstruksi alat FIA-AAS menggunakan minikolom resin dowex 50W-X8

Penelitian lanjutan adalah mencari kondisi optimum untuk prakonsentrasi ion Sn(II) secara FIA-AAS dengan menggunakan resin dowex 50W-X8 yang meliputi penentuan pengaruh jumlah volume sampel, pengaruh konsentrasi asam dan pengaruh volume jumlah asam yang digunakan sebagai eluen, kinerja analitik FIA-AAS dan penentuan konsentrasi ion Sn (II) dalam sampel air.

2. Prakonsentrasi ion Sn(II) dengan resin dowex 50 W-X8 secara FIA-AAS

a. Pengaruh volume sampel

Larutan standar Sn(II) 0,4 ppm dialirkan ke dalam minikolom yang berisikan resin dowex 50 W-X8 dengan berbagai variasi volume, mulai dari 1 mL sampai 5 mL. Pada kondisi pengukuran ini, diatur volume dan konsentrasi eluen HCl adalah tetap yaitu 2 mL dan konsentrasi HCL adalah 3 M. Dari data tinggi sinyal yang diperoleh kemudian ditentukan volume sampel yang akan digunakan.

b. Pengaruh Konsentrasi HCl

2 Juli 2010

Sebanyak 1 mL larutan standar Sn(II) 0,4 ppm dialirkan ke dalam kolom yang berisikan resin dowex 50 W-X8, kemudian dielus dengan berbagai variasi konsentrasi eluen HCL 3 M, mulai dari 0,5 M sampai 4 M. Pada kondisi pengukuran ini, diatur volume eluen HCl adalah tetap yaitu 2 mL. Dari data tinggi sinyal yang diperoleh kemudian ditentukan konsentrasi HCl yang akan digunakan.

c. Pengaruh Volume HCl

Sebanyak 1 mL larutan standar Sn(II) 0,4 ppm dialirkan ke dalam kolom yang berisikan resin dowex 50 W-X8, kemudian dielus dengan eluen HCl 1 M pada berbagai variasi volume, mulai dari 0,5 mL sampai 4 mL. Dari data tinggi sinyal yang diperoleh kemudian ditentukan konsentrasi HCl yang akan digunakan.

3. Kinerja Analitik Prakonsentrasi ion Sn(II) dengan FIA-AAS

Pada penelitian ini akan dipelajari kinerja analitik dari metode prakonsentrasi ion logam dengan menggunakan resin dowex 50 W-X8 secara FIA-AAS yang meliputi penentuan linearitas, batas deteksi, keboleholangan, pengaruh matriks dan perolehan kembali (*% recovery*).

4. Penentuan ion Sn(II) dalam sampel air secara FIA-AAS

Masing-masing larutan sampel air diukur dengan kondisi pengukuran yang sama seperti diatas. Dari data tinggi sinyal yang diperoleh dapat ditentukan konsentrasi ion Sn(II) berdasarkan kurva kalibrasi dan persamaan garis regresi yang diperoleh.

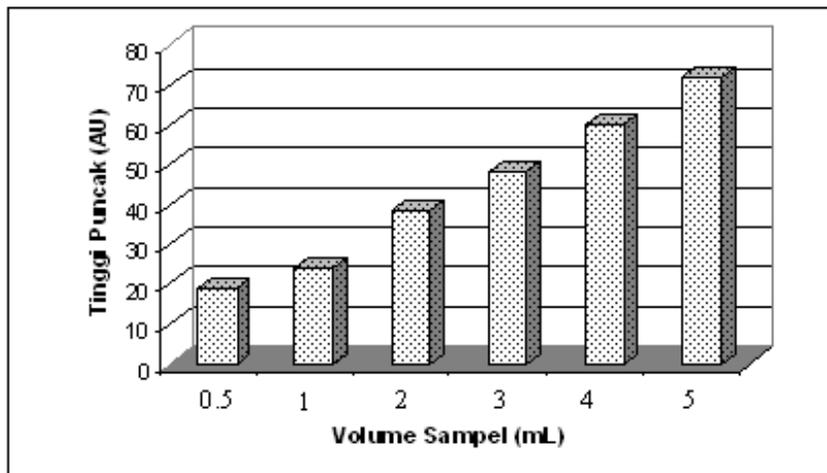
HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Prakonsentrasi Ion Sn(II) dengan Resin dowex 50W-X8 secara FIA-AAS

1. Pengaruh Volume Sampel

Pada penentuan pengaruh jumlah volume sampel, dilakukan pengukuran tinggi puncak larutan ion logam dengan bervariasi jumlah volume standar ion logam 0,4 ppm, dengan konsentrasi dan volume eluen HCl dibuat tetap. Hasil pengukuran dapat dilihat pada Gambar 2. berikut :

2 Juli 2010

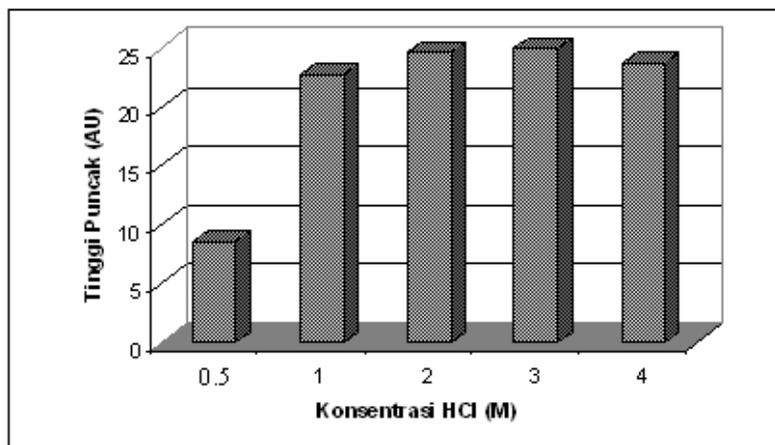


Gambar 2. Pengaruh jumlah volume sampel terhadap tinggi puncak sinyal

Dari Gambar 2. dapat diketahui, terdapat korelasi yang linear antara pertambahan jumlah volume sampel standar dengan tinggi puncak yang dihasilkan, yaitu makin banyak jumlah volume standar, makin tinggi pula tinggi puncak sinyal yang dihasilkan.

2. Pengaruh Konsentrasi HCl

Untuk mengelusi ion Sn(II) yang teretensi pada resin dowex 50W-X8 digunakan eluen HCl yang konsentrasinya dibuat bervariasi, dengan jumlah volume HCl dan volume sample standar ion Sn(II) dibuat tetap. Hasil pengukuran pada berbagai konsentrasi eluen HCl, dapat dilihat pada Gambar 3. berikut :



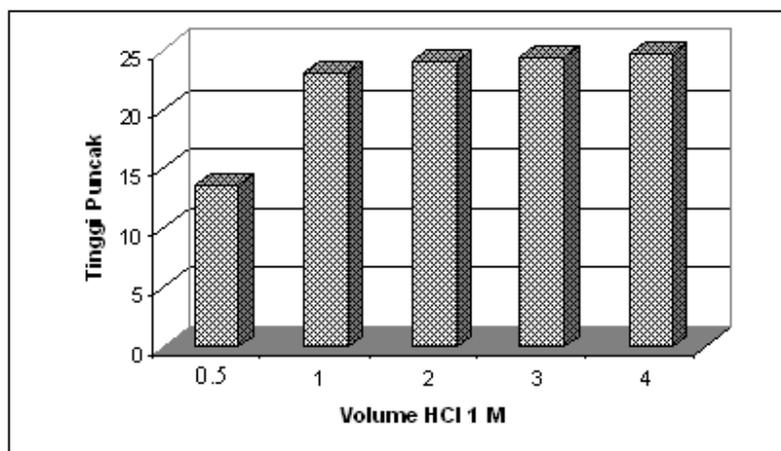
Gambar 3. Tinggi puncak Sn(II) 0,4 ppm pada berbagai konsentrasi HCl (M)

2 Juli 2010

Dari Gambar 3. dapat diketahui, bahwa makin tinggi konsentrasi eluen HCl yang digunakan untuk mengelusi ion logam hasil prakonsentrasi dalam kolom resin, makin tinggi pula tinggi puncak yang dihasilkan. Dalam penelitian ini diperoleh bahwa pada konsentrasi eluen HCl dibawah 1 M, terlihat ion logam yang terdapat dalam kolom resin belum terelusi semua, sedangkan pada konsentrasi eluen HCl diatas 2 M telah diperoleh tinggi puncak yang tetap, sehingga dipastikan semua ion logam telah terelusi dengan baik. Konsentrasi optimum eluen HCl yang diperoleh adalah 1 M, sehingga untuk pekerjaan selanjutnya konsentrasi HCl 1 M inilah yang digunakan untuk mengelusi ion logam dalam resin.

3. Pengaruh Volume HCl

Jumlah volume eluen HCl memberikan pengaruh yang cukup signifikan pada proses elusi ion Sn(II) yang teretensi pada resin dowex 50W-X8. Pemakaian jumlah eluen yang berlebih dapat menurunkan kebolehlungan pemakaian resin dowex 50W-X8. Untuk itu perlu dicari volume eluen HCl pada konsentrasi optimum pada kondisi volume standar ion Sn(II), dan konsentrasi eluen HCl tetap. Hasil pengukuran pada berbagai volume eluen HCl, dapat dilihat pada Gambar 4. berikut :



Gambar 4. Tinggi puncak Sn(II) 0,4 ppm pada berbagai variasi volume HCl 1 M

Dari Gambar 4. dapat diketahui, bahwa makin banyak jumlah volume eluen HCl yang digunakan untuk mengelusi ion logam hasil prakonsentrasi dalam kolom resin, makin tinggi pula tinggi puncak yang dihasilkan. Dalam penelitian ini diperoleh bahwa pada jumlah volume eluen HCl dibawah 0,5 mL, terlihat ion logam yang terdapat dalam kolom resin belum terelusi semua, sedangkan pada jumlah volume eluen HCl diatas 1 mL telah diperoleh tinggi puncak yang tetap,

2 Juli 2010

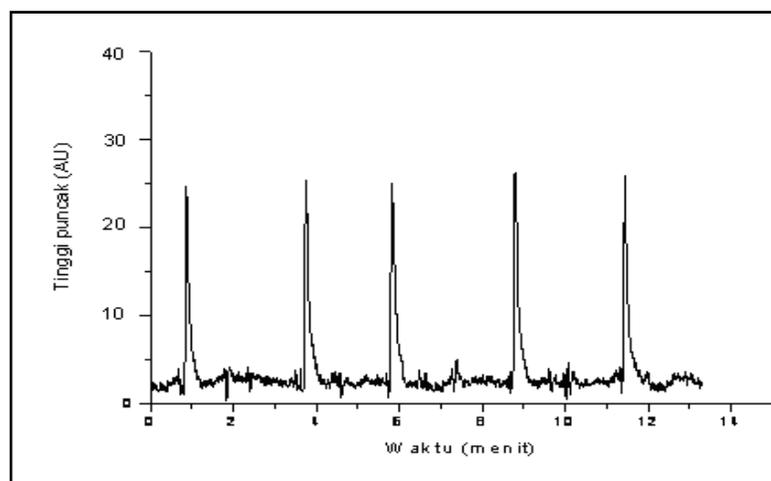
sehingga dipastikan semua ion logam telah terelusi dengan baik. Jumlah volume optimum eluen HCl yang diperoleh adalah 1 mL, sehingga untuk pekerjaan selanjutnya akan digunakan jumlah volume eluen HCl 1 mL untuk mengelusi ion logam dalam resin.

Dari point 1,2 dan 3 diatas dapat diketahui bahwa kondisi optimum untuk prakonsentrasi ion-ion logam dengan menggunakan mini kolom yang berisikan resin dowex 50W-X8 secara FIA-AAS adalah pada volume sampel/standar 1 mL, konsentrasi eluen HCl 1 M dan volume eluen HCl 1 mL. kondisi inilah yang akan dilakukan pada penelitian selanjutnya sampai penentuan konsentrasi ion logam dalam sampel air.

b. Kinerja Analitik Penentuan Ion Sn(II) secara FIA-AAS

1. Presisi

Pada penentuan tingkat kebolehulangan atau nilai presisi dalam penelitian ini, dilakukan pengukuran tinggi puncak sinyal ion Sn(II) 0,4 ppm beberapa kali dengan kondisi optimum yang dibuat tetap tetap. Profil sinyal kebolehulangan standar Sn(II) 0,4 ppm, dapat dilihat pada Gambar 5. berikut:

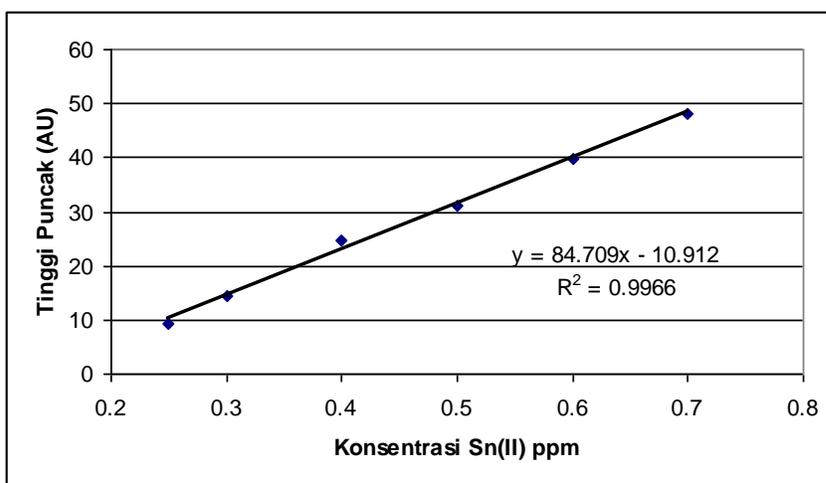


Gambar 5. Profil sinyal kebolehulangan pengukuran Sn(II) 0,4 ppm

Tingkat kebolehulangan yang dinyatakan dengan koefisien variansi (KV) yang diperoleh dari hasil pengukuran diatas adalah sebesar 3,46 %. Hasil ini cukup baik, mengingat % KV yang masih diperbolehkan adalah $\leq 5\%$

2 Juli 2010

Kurva kalibrasi dibuat untuk mencari daerah linearitas pengukuran, dimana akan diperoleh suatu transformasi matematika yang baik dan proporsional antara konsentrasi analit dalam sampel dengan daerah range yang diberikan. Linearitas dievaluasi secara grafik, yaitu dengan menplot antara tinggi sinyal atau luas puncak sinyal; sebagai fungsi dari konsentrasi analit, yang biasa disebut grafik atau kurva kalibrasi.



Gambar 6. Kurva kalibrasi ion Sn(II) secara FIA-AAS

Berdasarkan hasil pengukuran kurva kalibrasi untuk ion Sn(II), seperti yang dapat dilihat pada Gambar 6. diperoleh persamaan garis regresi $Y = 84,709 x - 10,912$, dengan koefisien korelasi (R^2) = 0.9966 pada daerah rentang konsentrasi 0,25 ppm sampai dengan 0,7 ppm.

3. Batas deteksi

Batas deteksi dinyatakan sebagai perbandingan sinyal antara standar (S) terhadap sinyal blanko (N) atau $S/N=3$. Pengertian lain dari batas deteksi adalah konsentrasi atau massa minimum analit yang masih terdeteksi dengan tingkat kepercayaan yang tinggi.

Dari hasil penelitian yang dilakukan untuk prakonsentrasi ion logam Sn(II) resin dowex 50W-X8 secara FIA-AAS, diperoleh batas deteksi 0,18 mg/L. Metoda prakonsentrasi yang dikembangkan cukup baik, apabila dibandingkan dengan metoda pengukuran secara langsung dengan AAS. Pada pengukuran ion Sn(II) secara langsung diperoleh batas deteksi pengukuran adalah 4,65 mg/L [10]. Hal ini menunjukkan bahwa metode FIA-AAS yang dikembangkan mampu meningkatkan limit deteksi 26 kali dibanding pengukuran langsung dengan AAS.

2 Juli 2010

c. Penentuan ion Sn(II) dalam sampel air

Metode prakonsentrasi FIA-AAS dengan menggunakan resin dowex 50W-X8 yang telah divalidasi untuk penentuan Sn(II) ini juga diuji cobakan terhadap sampel air yang diambil dari sungai Mahakam dan sungai Karang Mumus yang mengalir di kota Samarinda. Untuk melihat pengaruh matriks terhadap penentuan Sn(II) dilakukan dengan metode *spike*. Hasil pengukuran seperti ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Penentuan ion Sn(II) dalam sampel air dengan metode FIA-AAS

Sampel	Sn(II), mg L ⁻¹		Recovery %
	Added	Found	
Sungai Mahakam	0	0.3107 ± 0,07	-
	0,3	0,6082 ± 0,08	99.59 ± 0.82
Sungai Karang Mumus	0	nd*	-
	0,3	0,2957 ± 0,03	98,57 ± 0,37
Tap water	0	nd*	-
	0,3	0,2913±0.08	97.10±0.81

Hasil perolehan kembali (*% recovery*) yang dihasilkan untuk analisis sampel air memberikan nilai > 95 %, yang menunjukkan bahwa akurasi metode yang dikembangkan ini sangat baik. Berdasarkan hal tersebut dapat disimpulkan bahwa metode ini dapat digunakan untuk analisis ion Sn(II) dalam sampel air.

KESIMPULAN

Teknik prakonsentrasi menggunakan minikolom yang berisi resin dowex 50W-X8 dan digabungkan dengan teknik analisis injeksi alir-detektor spektrofotometer serapan atom (FIA-AAS) dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi ion Sn(II) dalam sampel air. Kondisi optimum kinerja analitik teknik FIA-AAS adalah volume injeksi sampel 1 mL, konsentrasi eluen HCL 1M dan volume eluen HCl 1 mL, semuanya menunjukkan suatu kinerja yang sangat baik ditunjukkan oleh tingkat kebolehlungan yang ditunjukkan dengan nilai persentase koefisien variansi (% KV) adalah 3,46%, dengan batas deteksi 0,18 mg L⁻¹. Teknik ini dapat diaplikasikan untuk sampel air alam dengan persentase perolehan kembali > 95%. Metoda *spike* yang dikembangkan dalam penelitian menunjukkan bahwa matriks sampel air tidak mempengaruhi hasil-hasil pengukuran.

2 Juli 2010

DAFTAR PUSTAKA

1. Arisandi, P. (2001) *Mangrove Jenis Api-api (Avicennia marina) Alternatif Pengendalian Pencemaran Logam Berat Pesisir*, Lembaga Kajian Ekologi Tanah Basah, Gresik.
2. Alcantara, I.R., Paulo, S. (2004) *Determination of Cadmium in River Water Samples by Flame AAS after On-line Preconcentration in Minicoloumn Packed With 2-aminothiazole-modified Silica Gel*, J. of Anal. Sci. 20, pp. 1029-1032.
3. Moelyo, D.M. (1996) *Studi Tingkat Pencemaran Sumber Air Berdasarkan Analisis Logam Berat Kelumit Secara Spektrofotometri Serapan Atom-Tungku Karbon*, Tesis ITB. Bandung.
4. Anonymous (2004) SK. MENLH No. 51, Departemen Kementerian Negara Lingkungan Hidup Republik Indonesia, Jakarta.
5. Attar, K.M., (1996). *Analytical Methods for Speciation of Organotin in the Environment*. Appl. Org. Chem. 10. pp. 317 – 337.
6. Leyden, D. E., Wegscheider, W. (1981) *Preconcentration for Trace Element Determination in Aqueous Samples*, Anal. Chem. 53, pp. 1059A - 1065A.
7. Fang, Z.L, Sperling, M., Weis, B. (1991) *Flame Atomic Absorption Spectrometri Determination of Lead in Biological Samples Using a Flow Injection System With On-line Preconcentration by Coprecipitation Without Filtration*, J. Anal. At. Spectrom., 6, pp. 301-306.
8. Koester, C. J., Moulik, A. (2005) *Trends in Environmental Analysis*, Analyst, 126, pp. 933–937.
9. Suwarsa, S, Buchari, Panggabean, A.S. (2008) *Pengembangan Metode Prakonsentrasi secara Analisis Injeksi Alir untuk Analisis Ion Cu^{2+} dan Pb^{2+} dalam Air Aliran Sungai Citarum dan Waduk Saguling*. Jurnal Matematika & Sains (JMS). Vol 13. No. 3. ISSN 0854-5154.
10. Panggabean, A.S., Amran, M.B, Buchari, Achmad, S. (2007) *Modified Gas-Liquid Separator for the Determination of Sn(II) With Hydride Generation-Quartz Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry (HG-QFAAS)*. Proceeding International Conference On Chemical Sciences (ICCS-2007) UGM-USM. Yogyakarta. ISSN : 1410-8313. ANL-46-1.