

ANALISIS TIMBAL DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM NON NYALA PEMBANGKIT HIDRIDA

Aldes Lesbani
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya

ABSTRAK

Telah dilakukan analisis timbal dengan spektrofotometri serapan atom (SSA) pembangkit hidrida dalam medium asam klorida-hidrogen peroksida dengan menggunakan generator hidrida yang terbuat dari penggabungan dua corong pemisah. Faktor-faktor yang mempengaruhi atomisasi timbal ditentukan meliputi: (1) suhu pengatoman, (2) konsentrasi asam klorida-hidrogen peroksida, serta (3) konsentrasi natrium borohidrid-natrium hidroksida. Keberhasilan metoda analisis ditentukan dari limit deteksi serta sensitivitas metoda yang dikembangkan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi pengatoman terbaik untuk analisis timbal dicapai pada suhu pengatoman 700°C , konsentrasi asam klorida 5%(v/v)-0,3%(v/v) hidrogen peroksida, konsentrasi natrium borohidrid 3%(b/v)-0,3%(b/v) natrium hidroksida. Hasil perhitungan limit deteksi memberikan harga 2,365 ng/mL dan sensitivitas sebesar 6,128 ng/mL.

Kata kunci : Timbal, Spektrofotometri serapan atom pembangkit hidrida

ABSTRACT

Lead analysis by hydride generation atomic absorption spectrometry (AAS) method in hydrochloric acid-hydrogen peroxide medium using hydride generator which made two separating funnel connecting was done. The factor that influencing to lead atomization such as: (1) atomization temperature, (2) hydrochloric acid-hydrogen peroxide concentration and (3) sodium tetrahydroborate-sodium hydroxide concentration was studied in this research. The successful of this method evaluated from detection limit and sensitivity. The result of this research showed that the best atomization for lead analysis was achieved at 700°C , hydrochloric acid 5%(v/v)-0.3%(v/v) hydrogen peroxide concentration, and sodium tetrahydroborate 3%(w/v)-0.3%(w/v) sodium hydroxide concentration. The calculation of detection limit gives 2.365 ng/mL and 6.128 ng/mL sensitivity.

Key word: Lead, Hydride generation atomic absorption spectrophotometry

PENDAHULUAN

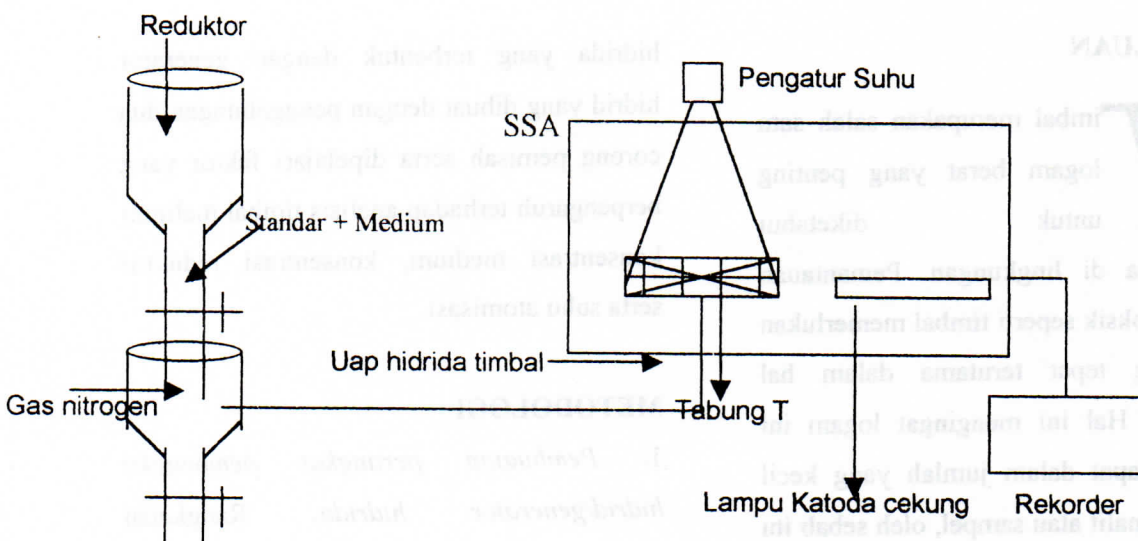
Timbal merupakan salah satu logam berat yang penting untuk diketahui keberadaannya di lingkungan. Pemantauan unsur-unsur toksik seperti timbal memerlukan metoda yang tepat terutama dalam hal ketelitiannya. Hal ini mengingat logam ini biasanya terdapat dalam jumlah yang kecil dalam suatu analit atau sampel, oleh sebab itu diperlukan suatu metoda alternatif disamping metoda rutin yang biasa digunakan yakni spektrofotometri serapan atom sistem pengatoman nyala api yang mempunyai limit deteksi 5,5 ppm (Sentimenti, 1990).

Metoda pembangkit hidrid spektrofotometri serapan atom merupakan salah satu metoda alternatif untuk analisis timbal karena mempunyai sensitivitas yang tinggi (Jinxiang, 1990), akan tetapi belum semua laboratorium mempunyai peralatan pembangkit hidrid yang ideal sehingga pada penelitian ini akan dicoba menganalisis timbal dengan metoda pembangkit hidrida menggunakan medium asam klorida-hidrogen peroksida sebagai pembangkit dan penstabil

hidrida yang terbentuk dengan generator hidrid yang dibuat dengan penggabungan dua corong pemisah serta dipelajari faktor yang berpengaruh terhadap analisis timbal meliputi konsentrasi medium, konsentrasi reduktor serta suhu atomisasi.

METODOLOGI

1. *Pembuatan perangkat pembangkit hidrid/generator hidrida.* Rangkaian pembangkit hidrid terdiri atas dua corong pemisah yang digabung dengan selang silikon rubber yang dihubungkan dengan pipa T yang dibuat dari gelas dengan ketahanan temperatur hingga 700 °C. Pipa T tersebut mempunyai panjang 16 cm dan diameter 1 cm serta dililit dengan kawat niklin yang berfungsi sebagai penghubung ke arus listrik untuk pemanasan. Kawat niklin tersebut mempunyai panjang 10 meter. Kemudian tabung T diletakkan diatas burner SSA Perkin Elmer 3110. Untuk tempat injeksi standar dan sampel dari syring serta selang untuk mengalirkan gas nitrogen sebagai gas pendorong. Alat tersebut dirangkai menjadi satu sistem pembangkit hidrid seperti terlihat pada gambar 1.



Gambar 1. Alat pembangkit hidrid sistem batch untuk analisis timbal

2. *Pengaruh suhu atomisasi.* Dari larutan standar timbal 50 ng/mL serta larutan natrium borohidrid 4% dalam natrium hidroksida 0,1% serta larutan asam klorida-hidrogen peroksida 4%-0,3% dan tekanan gas nitrogen 2 barr dilakukan pengamatan absorbansi larutan standar timbal nitrat 50 ng/mL dengan variasi suhu atomisasi yakni 450, 500, 550, 600, 700.

3. *Pengaruh konsentrasi hidrogen peroksida.* Dari data suhu atomisasi yang optimum digunakan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi asam klorida yakni dengan mengamati absorbansi larutan standar timbal 50 ng/mL pada variasi konsentrasi hidrogen peroksida 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, dan 0,5% dengan

natrium borohidrid-natrium hidroksida 4%-0,1% dan tekanan gas nitrogen sebesar 2 barr.

4. *Pengaruh konsentrasi asam klorida.* Kondisi optimum suhu atomisasi dan konsentrasi asam klorida digunakan untuk mengamati pengaruh konsentrasi asam klorida terhadap kestabilan hidrida yang terbentuk yakni dengan mengamati absorbansi larutan standar timbal 50 ng/mL pada seri konsentrasi asam klorida 3, 4, 5, dan 6 % pada tekanan gas nitrogen 2 barr.

5. *Pengaruh konsentrasi natrium borohidrid.* Dipelajari melalui variasi konsentrasi natrium borohidrid 1, 2, 3, dan 4% (% b/v) pada pengamatan absorbansi larutan standar timbal

50 ng/mL setelah kondisi optimum suhu atomisasi, konsentrasi asam klorida-hidrogen peroksida diketahui.

6. *Pengaruh konsentrasi natrium hidroksida.*

Untuk mengamati pengaruh konsentrasi natrium hidroksida sebagai penstabil larutan natrium borohidrid sebagai reduktor, dibuat seri konsentrasi natrium hidroksida 0,1%, 0,2%, 0,3%, 0,4%, (%b/v) dan diamati absorbansinya pada konsentrasi larutan standar timbal 50 ng/mL dengan kondisi optimum asam klorida, hidrogen peroksida dan natrium borohidrid.

7. *Kurva kalibrasi.* Kurva kalibrasi dibuat dengan mengamati absorbansi larutan standar timbal pada konsentrasi 1, 5, 10, 20 ng/mL pada kondisi optimum variabel suhu atomisasi, konsentrasi asam klorida-hidrogen peroksida, dan konsentrasi natrium borohidrid-natrium hidroksida.

8. *Analisis Data.* Percobaan dilakukan tiga kali pengukuran dan dihitung rata-ratanya kemudian dihitung limit deteksi dan sensitivitas metoda dari kurva kalibrasi yang didapat.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Pengaruh Suhu Ruang Pengatoman Terhadap Atomisasi Timbal

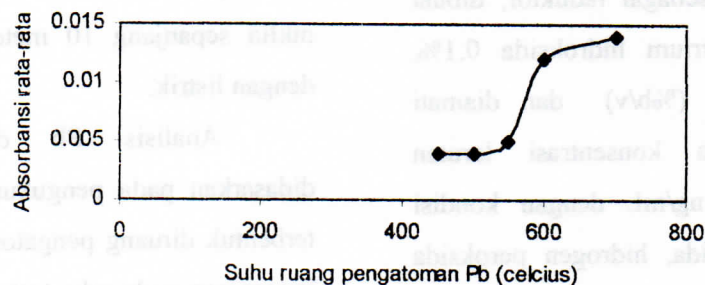
Pada penelitian ini digunakan ruang pengatoman yang berupa pipa T terbuat dari gelas dengan panjang 16 cm dan diameter 1 cm. Pipa T tersebut dililit dengan kawat niklin sepanjang 10 meter lalu dipanaskan dengan listrik.

Analisis Pb dengan HG-AAS didasarkan pada pengukuran atom Pb yang terbentuk diruang pengatoman akibat adanya pemanasan pada suhu tertentu terhadap PbH_4 , dimana PbH_4 merupakan hasil reaksi yang terbentuk oleh reduktor $NaBH_4$ dengan sebelumnya senyawa Pb dioksidasi oleh H_2O_2 dalam suasana asam (asam klorida) menjadi valensi tinggi yang stabil.

Untuk menentukan suhu ruang pengatoman yang optimum dilakukan dengan memvariasi suhu dari $450^{\circ}C$ sampai $700^{\circ}C$. Hasil penelitian pengaruh suhu ruang pengatoman Pb seperti terlihat pada gambar 2. menunjukkan bahwa pada suhu $700^{\circ}C$ absorbansi Pb yang didapat tinggi, hal ini berarti bahwa pada suhu $700^{\circ}C$ sudah cukup untuk dekomposisi termal (PbH_4) menjadi atom bebas timbal (Pb^0) di ruang

pengatoman. Suhu dibawah 700°C belum cukup untuk mengubah PbH_4 menjadi Pb^0 sehingga serapan yang dihasilkan rendah. Suhu diatas 700°C mengakibatkan PbH_4 di ruang pengatoman jadi tak stabil dan cepat

terdekomposisi sehingga serapan yang dihasilkan menurun. Untuk selanjutnya digunakan suhu 700°C untuk pengatoman/dekomposisi PbH_4 menjadi Pb^0 dalam ruang pengatoman.



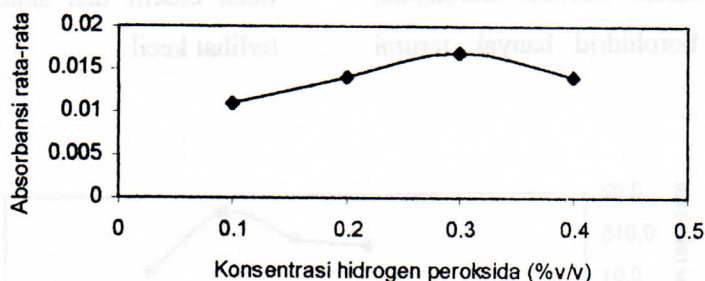
Gambar 2. Grafik optimasi suhu ruang pengatoman timbal

2. Pengaruh Konsentrasi hidrogen peroksida Terhadap Atomisasi Timbal

Penentuan konsentrasi hidrogen peroksida yang terbaik untuk mengetahui pengaruh konsentrasi oksidator dilakukan dengan memvariasi konsentrasi hidrogen peroksida dari 0,1 - 0,5% (v/v). Perlunya untuk mengoptimasi hidrogen peroksida sebagai oksidator mengingat senyawa timbal yang akan direduksi nantinya oleh natrium

borohidrid harus mempunyai kestabilan yang tinggi/mantap pada valensi tinggi (Pb^{4+}) sehingga nantinya dapat terbentuk PbH_4 di ruang pengatoman.

Untuk membentuk Pb pada valensi tinggi diperlukan oksidator yang optimum. Hasil penentuan pengaruh konsentrasi hidrogen peroksida yang didapat seperti tersaji pada gambar 3.



Gambar 3. Grafik optimasi konsentrasi hidrogen peroksida

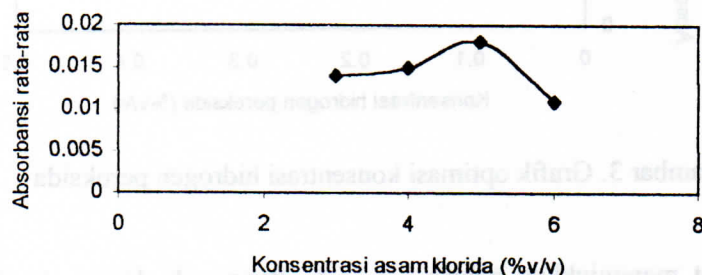
Grafik tersebut menunjukkan bahwa pada konsentrasi hidrogen peroksida 0,3% (v/v) menghasilkan absorbansi yang maksimum dimana Pb semuanya telah terbentuk jadi Pb valensi tinggi (Pb^{4+}). Di bawah konsentrasi hidrogen peroksida 0,3%(v/v) absorbansi yang didapat rendah karena belum semuanya Pb menjadi Pb^{4+} . Absorbansi terlihat menurun diatas konsentrasi hidrogen peroksida 0,3%(v/v) akibat terlalu banyaknya hidrogen peroksida yang bereaksi dengan Pb sehingga Pb yang seharusnya terbentuk Pb^{4+} yang stabil kembali ke keadaannya semula, yakni ada Pb^{2+} atau Pb^{4+} yang mengakibatkan rendahnya absorbansi yang terbaca.

3. Pengaruh Konsentrasi Asam klorida Terhadap Atomisasi Timbal.

Pengaruh konsentrasi asam klorida dipelajari dengan membuat variasi larutan asam klorida dari 3 - 6% (v/v). Hasil penelitian disajikan pada gambar 4, menunjukkan bahwa pada konsentrasi klorida 5% (v/v) menghasilkan absorbansi maksimum. Reaksi pembentukan hidrid timbal dengan reduktor natrium borohidrid memerlukan suasana asam yang berguna untuk menjaga agar spesies timbal tidak terionisasi, karena reduksi dengan natrium borohidrid tidak efektif bila timbal terion. Pada konsentrasi asam klorida dibawah 5%(v/v) masih banyak timbal yang terion sehingga serapan yang terbaca rendah, sedangkan pada konsentrasi asam klorida lebih besar dari 5%(v/v) suasana asam akan

mengganggu kestabilan natrium borohidrid yang dilarutkan dalam natrium hidroksida, dimana natrium borohidrid banyak terurai

yang mengakibatkan reduksi yang terjadi tidak efektif dan akhirnya absorbansi yang terlihat kecil.



Gambar 4. Grafik optimasi konsentrasi asam klorida

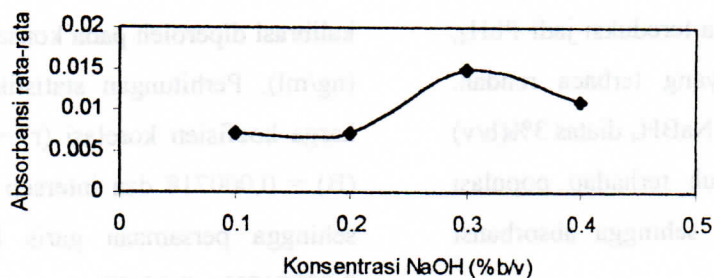
4. Pengaruh Konsentrasi Natrium Hidroksida Sebagai Stabilisator Reduktor Natrium Borohidrid.

Konsentrasi NaOH dapat mempengaruhi keefektifan NaBH_4 karena NaBH_4 relatif tidak stabil dengan cenderung mengurai dan melepaskan H_2 untuk itu distabilkan dengan NaOH. Larutan NaBH_4 dibuat dengan melarutkan serbuk NaBH_4 dalam NaOH. Pengaruh konsentrasi NaOH sebagai stabilisator NaBH_4 dipelajari dengan memvariasi konsentrasi NaOH 0,1 - 0,4% (b/v) dimana NaBH_4 dilarutkan dalam NaOH yang divariasikan tersebut.

Hasil penelitian dapat dilihat pada gambar 5, dimana pada konsentrasi NaOH 0,3% (b/v) absorbansi yang dihasilkan maksimum, yang menunjukkan bahwa PbH_4 yang terbentuk oleh NaBH_4 maksimum sehingga Pb^0 pada ruang pengatoman banyak dan serapan yang terjadi besar. Pada konsentrasi NaOH dibawah 0,3 % (b/v) jumlah PbH_4 yang terbentuk belum banyak sehingga Pb^0 yang dihasilkan diruang pengatoman sedikit dan serapan menjadi kecil, sedang konsentrasi NaOH diatas 0,3% (b/v) mengakibatkan Pb^{4+} yang tereduksi tidak efektif akibat NaOH terlalu banyak dalam reduktor dan dapat

mempengaruhi terurainya NaBH_4 oleh asam klorida sehingga populasi PbH_4 kecil,

berakibat populasi Pb^0 sedikit dan absorbansi yang terbaca jadi menurun.

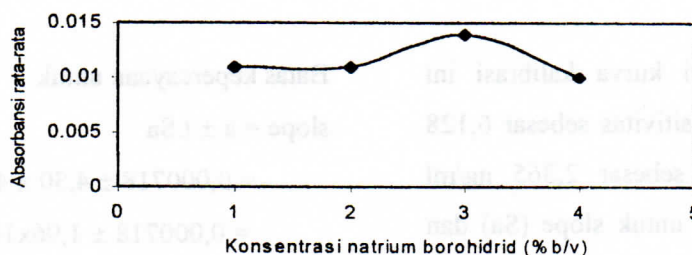


Gambar 5. Grafik Optimasi konsentrasi Natrium hidroksida

5. Pengaruh Konsentrasi Natrium Borohidrid

NaBH_4 diperlukan untuk mereduksi $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ menjadi PbH_4 yang kemudian oleh gas nitrogen PbH_4 di dorong ke ruang pengatoman yang oleh pemanasan menjadi

Pb^0 . Konsentrasi NaBH_4 yang optimum diperlukan agar PbH_4 yang dihasilkan maksimum. Konsentrasi NaBH_4 optimum dicari dengan memvariasikan konsentrasi NaBH_4 dari 1-4%(b/v). Hasil penelitian dapat dilihat pada gambar 6.

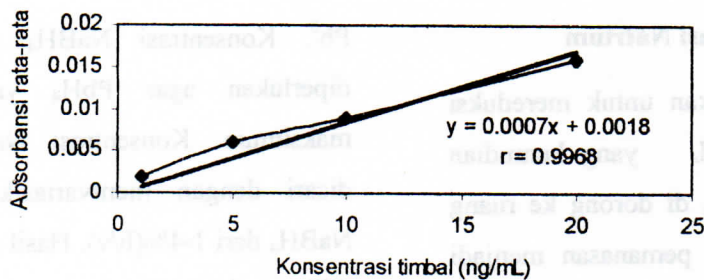


Gambar 6. Grafik Optimasi Konsentrasi Natrium borohidrid

Grafik tersebut menunjukkan bahwa pada konsentrasi NaBH_4 3%(b/v) absorbansi yang dihasilkan maksimum. Konsentrasi NaBH_4 dibawah 3%(b/v) menyebabkan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ belum semua tereduksi jadi PbH_4 , sehingga absorbansi yang terbaca rendah. Sedangkan konsentrasi NaBH_4 diatas 3%(b/v) tak banyak berpengaruh terhadap populasi PbH_4 yang dihasilkan sehingga absorbansi yang terbaca menurun .

6. Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi standar timbal disajikan pada gambar 7. Grafik tersebut menunjukkan bahwa garis linier untuk kurva kalibrasi diperoleh pada konsentrasi 1-20 ppb (ng/ml). Perhitungan statistik menghasilkan harga koefisien korelasi (r) = 0,9968, slope (B) = 0,000718 dan intersep (A) = 0,00179 sehingga persamaan garis liniernya $Y = 0,000718X + 0,00179$.



Gambar 7. Kurva kalibrasi larutan standar timbal nitrat

Selain itu dari kurva kalibrasi ini didapat pula harga sensitivitas sebesar 6,128 ng/mL, limit deteksi sebesar 2,365 ng/ml. Harga standar deviasi untuk slope (S_a) dan intersep (S_b) kurva kalibrasi diperoleh $S_a = 4,57 \times 10^{-4}$ dan $S_b = 2,80 \times 10^{-6}$.

Batas kepercayaan untuk

$$\text{slope} = a \pm t.S_a$$

$$= 0,000718 \pm 4,30 \times 4,57 \times 10^{-4}$$

$$= 0,000718 \pm 1,96 \times 10^{-3}$$

Batas kepercayaan untuk

$$\text{intersep} = b \pm t.S_b$$

$$= 0,00179 \pm 4,30 \times 2,80 \times 10^{-6}$$

$$= 0,00179 \pm 1,20 \times 10^{-5}$$

KESIMPULAN

1. Analisis Timbal (Pb) dapat dilakukan dengan metoda HG-AAS Sistem Batch dengan menggunakan reaktor yang terbuat dari penggabungan dua corong pemisah sebagai pembangkit hidrid.
2. Kondisi pengatoman terbaik untuk analisis timbal dengan metoda HG-AAS Sistem batch adalah konsentrasi asam klorida 5% (v/v), konsentrasi hidrogen peroksida 0,3% (b/v), konsentrasi reduktor natrium borohidrid 3%(b/v) dalam Natrium hidroksida 0,3%(b/v) dan suhu ruang pengatoman 700^oC.
3. Sensitivitas metoda yang digunakan sebesar 6,128 ng/mL, dan limit deteksi sebesar 2,365 ng/ml.

DAFTAR PUSTAKA

- Absorption Spectrometry, *Analytical Chemica Acta*, 151-155, Amsterdam.
- Sentimenti.E. et al., 1990, Detection of Trace Elements in Pure Indium by Flame, Zeeman Graphite Furnace and Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry, *Analytical Chemica Acta*, 425-431, amsterdam
- Shu Zhen Zhang,et.al, 1990, Determination of Lead by Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry in The Presence of Nitroso-R-Salt, *Analytical Chemica Acta*, 88-90, Amsterdam.
- Underwood.A.L, dan Day.R.A, 1990, Analisa Kimia Kuantitatif, Edisi IV, PT.Erlangga, Jakarta.
- Y.Madrid,et.al, 1990, Lead Hydride Generation in Lactic Acid-Potassium Dichromate Medium and Its Application to The Determination of Lead in Fish, Vegetable and Drink Samples, *Analytical Chemica Acta*, 181-187, Amsterdam.
- Cantle.J.E, 1982, ,Atomic Absorption Spectrometry, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam.
- Hendaryana,dkk, 1994, Kimia Analitik Instrumen, Edisi I, IKIP Semarang Press, Semarang.
- Jinxiang Li,et.al, 1990, Determination of Lead by Hydride Generation Atomic