

## PENGGUNAAN METODA PEMBANGKIT HIDRID SISTEM BATCH SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM UNTUK ANALISIS TIMBAL PADA AIR HUJAN DI KOTAMADYA PALEMBANG

Aldes Lesbani , Suheryanto, dan Aslihati  
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya

### ABSTRAK

*Telah dilakukan analisis timbal pada sampel air hujan di Kotamadya Palembang pada bulan september-oktober 1998 dengan metoda pembangkit hidrid sistem batch spektrofotometri serapan atom dengan menginjeksikan cuplikan, asam dan oksidator setelah reduktor masuk kedalam reaktor hidrida. Dalam penelitian ini dipelajari faktor-faktor yang berpengaruh terhadap atomisasi timbal yang meliputi suhu pengatoman, konsentrasi asam laktat, konsentrasi kalium dikromat, konsentrasi natrium hidroksida dan konsentrasi natrium borohidrid. Keberhasilan metoda analisis ini dievaluasi dengan menentukan limit deteksi, sensitivitas dan kecermatannya, setelah itu digunakan untuk analisis sampel air hujan di Kotamadya Palembang. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi pengatoman terbaik untuk analisis timbal dicapai pada suhu 550°C, konsentrasi asam laktat 5%(v/v), konsentrasi kalium dikromat 0,3%(w/v), konsentrasi reduktor natrium borohidrid 2%(w/v) dalam natrium hidroksida 0,4%(w/v). Metoda ini mempunyai sensitivitas sebesar 0,004 satuan absorbansi, limit deteksi sebesar 15,43 ng/mL serta kecermatan yang dinyatakan dalam relatif standar deviasi (RSD) sebesar 23,88% dan kadar timbal rata-rata keseluruhan di Kotamadya Palembang untuk bulan september-oktober 1998 adalah 16,97 ng/mL.*

### ABSTRACT

*Determination of lead in rain water in Palembang during september-october 1998 was done by hydride generation atomic absorption spectrometry (HG-AAS) batch system with injected sample, acid and oxidator after reductor solution put into the hydride reactor. In this research, factor that influencing on lead atomization was determined, such as temperature of atomization, lactic acid concentration, potassium dichromate concentration, sodium hydroxide concentration and sodium borohydride concentration. This method was evaluated by determination detection limit, sensitivity, and precision after that this method used for determination of lead in rain water in Palembang. The result of this research showed that the best atomization condition for lead analysis was obtained at 550°C of temperature atomization cell, lactic acid 5%(v/v), potassium dichromate 0,3%(w/v), 2%(w/v) sodium borohydride reductor concentration in sodium hydroxide 0,4%(w/v). This method had sensitivity 0.004, detection limit 15.43 ng/mL, precision was expressed as relative standard deviation (RSD) by 23.88% and lead concentration average in Palembang during september-october 1998 was 16.97 ng/mL.*

\* The whom correspondence should be addressed

## PENDAHULUAN

**T**imbal 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, sehingga 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 (Li, 1990), akan tetapi belum semua laboratorium mempunyai peralatan pembangkit hidrid yang ideal sehingga pada penelitian ini akan dicoba menganalisis timbal dengan metoda pembangkit hidrida 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. Kemudian dengan kondisi optimum yang diperoleh ditentukan kadar timbal dalam air hujan di Kotamadya Palembang untuk bulan september-oktober 1998.

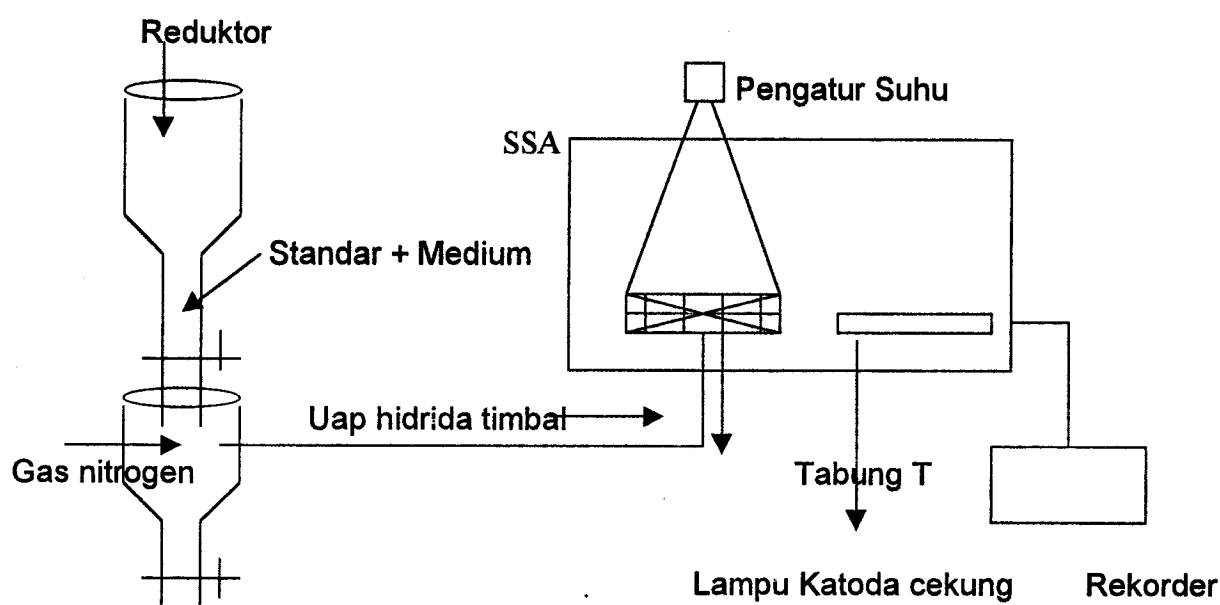
## METODOLOGI

1. *Sampling air hujan.* Sampel diambil dalam waktu tiga kali hujan dengan masing-masing tiga kali pengulangan. Sampel ditempatkan dalam botol polietilen dan ditambah HNO<sub>3</sub> pekat sampai pH<2 setelah itu siap dianalisa. Pengambilan sampel dilakukan di pelabuhan udara, boom baru, BMG km 10, dan di kertapati Palembang.

2. *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**

3. *Pengaruh suhu atomisasi.* Dari larutan standar timbal 50 ng/mL serta larutan natrium borohidrit 3% dalam natrium hidroksida 0,3% serta larutan kalium dikromat-asam laktat 0,3%-4% dan tekanan gas nitrogen 0,5 barr dilakukan pengamatan absorbansi larutan

standar timbal nitrat 50 ng/mL dengan variasi suhu atomisasi yakni 450, 500, 550, 600, 700.

4. *Pengaruh konsentrasi asam laktat.* Dari data suhu atomisasi yang optimum digunakan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi asam laktat yakni dengan mengamati

absorbansi larutan standar timbal 50 ng/mL pada variasi konsentrasi asam laktat 3%, 4%, 5%, 6% dengan natrium borohidrid-natrium hidroksida 3%-0,3% dan kalium dikromat 0,3% serta tekanan gas nitrogen sebesar 0,5 barr.

5. *Pengaruh konsentrasi kalium dikromat.* Kondisi optimum suhu atomisasi dan konsentrasi asam laktat digunakan untuk mengamati pengaruh konsentrasi kalium dikromat terhadap kestabilan hidrida yang terbentuk yakni dengan mengamati absorbansi larutan standar timbal 50 ng/mL pada seri konsentrasi kalium dikromat 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5%.

6. *Pengaruh konsentrasi natrium borohidrid.* Dipelajari melalui variasi konsentrasi natrium borohidrid 0,5%, 1%, 2%, 2,5%, 3% pada pengamatan absorbansi larutan standar timbal 50 ng/mL setelah kondisi optimum suhu atomisasi, konsentrasi asam laktat-kalium dikromat diketahui.

7. *Pengaruh konsentrasi natrium hidroksida.* Untuk mengamati pengaruh konsentrasi natrium hidroksida sebagai penstabil larutan natrium borohidrid sebagai reduktor, dibuat seri larutan natrium hidroksida 0,1%, 0,2%, 0,3%, 0,4%, 0,5% dan diamati absorbansinya

pada konsentrasi larutan standar timbal 50 ng/mL dengan kondisi optimum asam laktat, kalium dikromat dan natrium borohidrid.

8. *Kurva Kalibrasi.* Kurva kalibrasi dibuat dengan mengamati absorbansi larutan standar timbal pada konsentrasi 15, 25, 50, 100 ng/mL pada kondisi optimum variabel suhu atomisasi, konsentrasi asam laktat-kalium dikromat, dan konsentrasi natrium borohidrid-natrium hidroksida.

9. *Analisa 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*

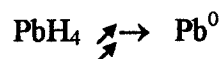
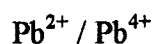
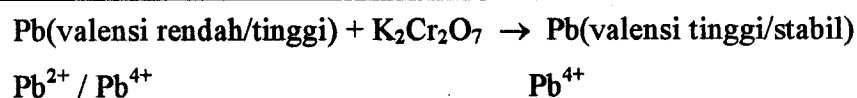
#### *Terhadap Atomisasi Timbal*

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

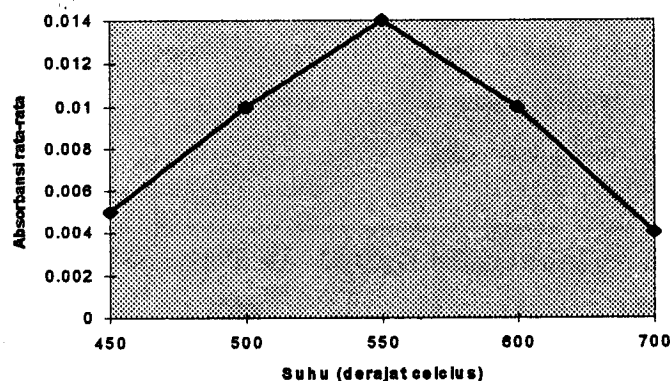
pemanasan pada suhu tertentu terhadap  $PbH_4$ , dimana  $PbH_4$  merupakan hasil reaksi yang terbentuk oleh reduktor  $NaBH_4$  dengan sebelumnya senyawa  $Pb$  dioksidasi oleh

$K_2Cr_2O_7$  dalam suasana asam (asam laktat) menjadi valensi tinggi yang stabil seperti reaksi berikut :



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  $550^{\circ}C$  absorbansi  $Pb$  yang didapat tinggi, hal ini berarti bahwa pada suhu  $550^{\circ}C$  sudah cukup untuk dekomposisi termal ( $PbH_4$ ) menjadi atom bebas timbal ( $Pb^0$ ) di ruang

pengatoman. Suhu dibawah  $550^{\circ}C$  belum cukup untuk mengunab  $PbH_4$  menjadi  $Pb^0$  sehingga serapan yang dihasilkan rendah. Suhu diatas  $550^{\circ}C$  mengakibatkan  $PbH_4$  di ruang pengatoman jadi tak stabil dan cepat terdekomposisi sehingga serapan yang dihasilkan menurun. Untuk selanjutnya digunakan suhu  $550^{\circ}C$  untuk pengatoman/dekomposisi  $PbH_4$  menjadi  $Pb^0$  dalam ruang pengatoman.



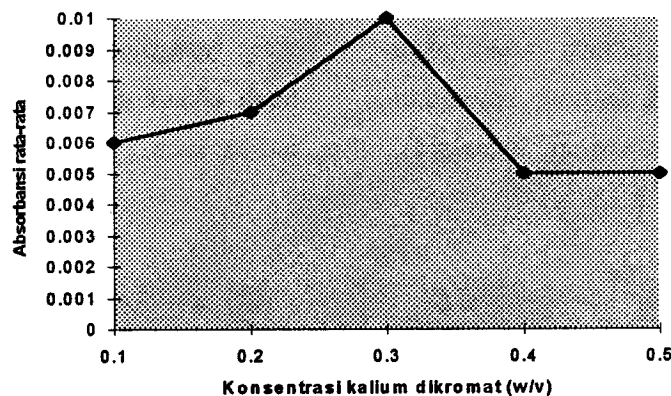
Gambar 2. Grafik optimasi suhu ruang pengatoman timbal

## 2. Pengaruh Konsentrasi Kalium Dikromat Terhadap Atomisasi Timbal

Penentuan konsentrasi kalium dikromat yang terbaik untuk mengetahui pengaruh konsentrasi oksidator dilakukan dengan memvariasi konsentrasi kalium dikromat dari 0,1 - 0,5% (w/v). Perlunya untuk mengoptimasi kalium dikromat 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 kalium dikromat yang didapat seperti tersaji pada gambar 3.



Gambar 3. Grafik optimasi konsentrasi kalium dikromat

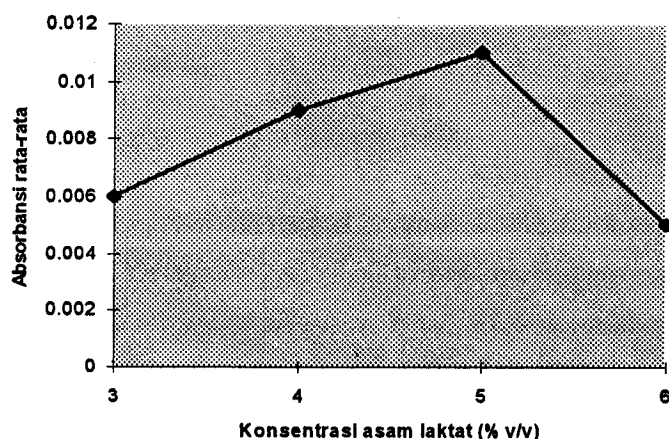
Grafik tersebut menunjukkan bahwa pada konsentrasi kalium dikromat 0,3% (w/v) menghasilkan absorbansi yang maksimum dimana Pb semuanya telah terbentuk jadi Pb valensi tinggi ( $Pb^{4+}$ ). Dibawah konsentrasi kalium dikromat 0,3%(w/v) absorbansi yang didapat rendah karena belum semuanya Pb menjadi  $Pb^{4+}$ . Absorbansi terlihat menurun diatas konsentrasi kalium dikromat 0,3%(w/v) akibat terlalu banyaknya kalium dikromat 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 Laktat Terhadap Atomisasi Timbal.

Pengaruh konsentrasi asam laktat dipelajari dengan membuat variasi larutan asam laktat dari 3 - 6% (v/v). Hasil penelitian disajikan pada gambar 4, menunjukkan bahwa pada konsentrasi asam laktat 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 laktat dibawah 5%(v/v) masih banyak timbal yang terion sehingga serapan yang terbaca rendah,

sedangkan pada konsentrasi asam laktat 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 laktat

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

Konsentrasi NaOH dapat mempengaruhi keefektifan  $\text{NaBH}_4$  karena  $\text{NaBH}_4$  relatif tidak stabil dengan cenderung mengurai dan melepaskan  $\text{H}_2$  untuk itu distabilkan dengan NaOH. Larutan  $\text{NaBH}_4$  dibuat dengan melarutkan serbuk  $\text{NaBH}_4$  dalam NaOH.

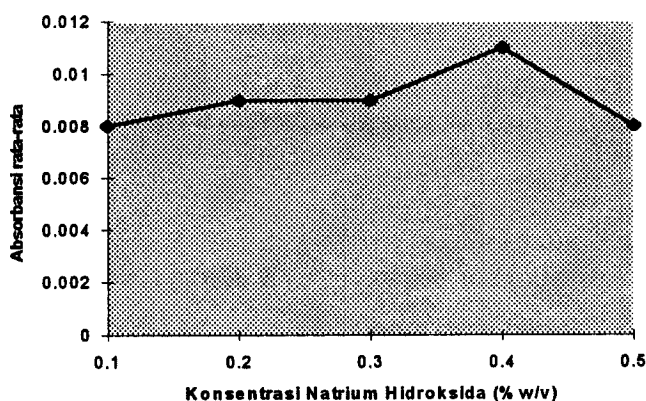
Pengaruh konsentrasi NaOH sebagai stabilisator  $\text{NaBH}_4$  dipelajari dengan memvariasi konsentrasi NaOH 0,1 - 0,5% (w/v) dimana  $\text{NaBH}_4$  dilarutkan dalam NaOH yang divariasikan tersebut.

Hasil penelitian dapat dilihat pada gambar 5, dimana pada konsentrasi NaOH 0,4% (w/v) absorbansi yang dihasilkan maksimum, yang menunjukkan bahwa  $\text{PbH}_4$  yang terbentuk oleh  $\text{NaBH}_4$  maksimum



sehingga  $Pb^0$  pada ruang pengatoman banyak dan serapan yang terjadi besar. Pada konsentrasi NaOH dibawah 0,4 %(w/v) jumlah  $PbH_4$  yang terbentuk belum banyak sehingga  $Pb^0$  yang dihasilkan diruang pengatoman sedikit dan serapan menjadi kecil, sedang konsentrasi NaOH diatas

0,4%(w/v) mengakibatkan  $Pb^{4+}$  yang tereduksi tidak efektif akibat NaOH terlalu banyak dalam reduktor dan dapat mempengaruhi terurainya  $NaBH_4$  oleh asam laktat sehingga populasi  $PbH_4$  kecil, berakibat populasi  $Pb^0$  sedikit dan absorbansi yang terbaca jadi menurun.

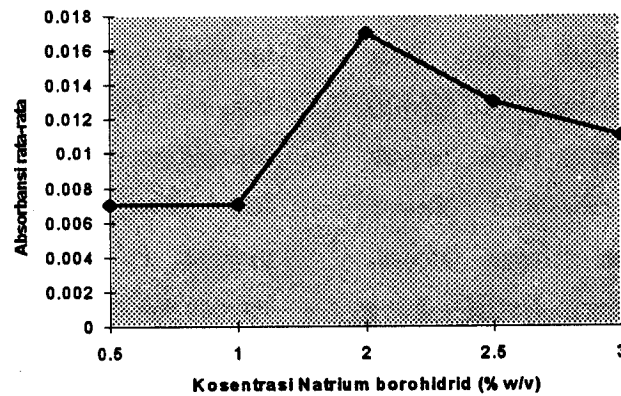


Gambar 5. Grafik Optimasi konsentrasi Natrium hidroksida

##### 5. Pengaruh Konsentrasi Natrium Borohidrid

$NaBH_4$  diperlukan untuk mereduksi  $Pb(NO_3)_2$  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 0,5 - 3%(w/v). Hasil penelitian dapat dilihat pada gambar 6.

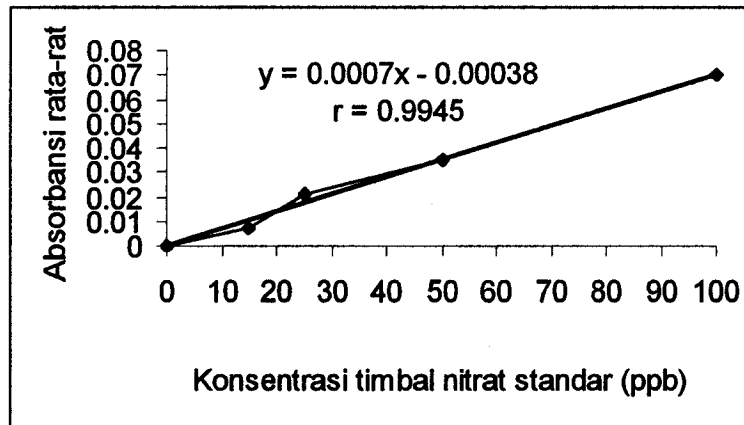


Gambar 6. Grafik Optimasi Konsentrasi Natrium borohidrid

Grafik tersebut menunjukkan bahwa pada konsentrasi  $\text{NaBH}_4$  2%(w/v) absorbansi yang dihasilkan maksimum. Konsentrasi  $\text{NaBH}_4$  dibawah 2%(w/v) menyebabkan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  belum semua tereduksi jadi  $\text{PbH}_4$ , sehingga absorbansi yang terbaca rendah. Sedangkan konsentrasi  $\text{NaBH}_4$  diatas 2%(w/v) tak banyak berpengaruh terhadap populasi  $\text{PbH}_4$  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 15 - 100 ppb (ng/ml). Perhitungan statistik menghasilkan harga koefisien korelasi ( $r$ ) = 0,9945, slope (B) = 0,0007 dan intersep (A) = -0,00038 sehingga persamaan garis liniernya  $Y = 0,0007 X - 0,00038$ .



Gambar 7. Kurva kalibrasi larutan standar timbal nitrat

Selain itu dari kurva kalibrasi ini didapat pula harga sensitivitas sebesar 0,004, limit deteksi sebesar 15,43 ppb(ng/ml)

.Harga standar deviasi untuk slope ( $S_b$ ) dan intersep ( $S_a$ ) kurva kalibrasi diperoleh  $S_a = 0,00316$  dan  $S_b = 0,000055$ .

$$\begin{aligned} \text{Batas kepercayaan untuk slope} &= b \pm t.S_b \\ &= -0,00038 \pm 0,000237 \\ \text{Batas kepercayaan untuk intersep} &= a \pm t.S_a \\ &= 0,0007 \pm 0,01359 \end{aligned}$$

### 7. Penentuan Kadar Air Hujan

Secara kuantitatif kadar timbal pada air hujan di Kotamadya Palembang selama bulan September-Oktober 1998 ditentukan dengan mengintrapolasikan absorbansi cuplikan yang diperoleh dengan kurva

kalibrasi, dalam hal ini ditentukan dari persamaan garis regresi yang diperoleh. Hasil perhitungan pada tabel 1. Memberikan konsentrasi timbal untuk bulan september-oktober 1998 di Kotamadya Palembang secara keseluruhan sebesar 16,97 ng/mL

(ppb) dimana batas maksimum yang dibolehkan yakni 0,1 ppm (100 ppb), berarti konsentrasi tersebut masih jauh dibawah

ambang batas (Kepmen KLH No.Kep-02/men.KLH/I/1998).

Tanggal	Lokasi	Konsentrasi, ng/mL	Konsentrasi Rata-rata, ng/mL	Konsentrasi keseluruhan, ng/mL	
7-9-98	-Boom baru	30,54	18,04	16,97	
	-Kertapati	14,83			
	-BMG km 10	21,97			
	-Pel. Udara	4,83			
25-9-98	-Boom baru	19,11	21,26		16,97
	-Kertapati	23,40			
	-BMG km 10	24,83			
	-Pel. Udara	17,69			
14-10-98	-Boom baru	9,11	11,61		
	-Kertapati	9,11			
	-BMG km 10	11,97			
	-Pel. Udara	16,26			

Uji F satu arah digunakan untuk menentukan apakah kadar timbal pada air hujan di Kotamadya Palembang pada setiap tanggal pengambilan sampel berbeda nyata atau tidak. Hasil perhitungan ternyata memberikan F hitung lebih kecil daripada F tabel pada tingkat kepercayaan 95% ( $P=0,05$ ) yang berarti bahwa tidak terdapat perbedaan yang nyata antara tiap tanggal pengambilan sampel.

#### 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 laktat 5% (v/v), konsentrasi kalium dikromat 0,3% (w/v), konsentrasi reduktor natrium borohidrid 2%(w/v)

dalam Natrium hidroksida 0,4%(w/v) dan suhu ruang pengatoman 550°C.

3. Sensitivitas metoda yang digunakan sebesar 0,004, dan limit deteksi sebesar 15,43 ppb(ng/ml).
4. Kadar timbal rata-rata secara keseluruhan di Kotamadya Palembang untuk bulan September-Oktober 1998 sebesar 16,97 ng/mL.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Aslihati, 1997, Analisis Arsen dengan Spektrometri Serapan Atom Pembangkitan Hidrid Termodifikasi, *Skripsi*, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Sriwijaya.
- 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 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 Tnhe 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-Potasium Dichromate Medium and Its Application to The Determination of Lead in Fish, Vegetable and Drink Samples, *Analytical Chemica Acta*, 181-187, Amsterdam.