



Research Articles

Pengaruh berat resin dan konsentrasi eluen terhadap prekonsentrasi logam Pb menggunakan resin DOWEX 50WX2-200 dengan metode SSA di Laboratorium Pengujian Terpadu Fmipa Universitas Sriwijaya

Siti Nuraini *, Hanida Yanti

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya Sumatera Selatan 308622, Indonesia

Received 10 Maret 2021; Accepted 30 Juni 2021; Published 2 Juli 2021

Keywords: Preconcentration; DOWEX 50WX2-200 resin; AAS;	ABSTRACT: Research on preconcentration of Pb metal using DOWEX 50WX2-200 resin with SSA method has been done. This preconcentration technique is done by means of water samples inserted into columns, dilution with HNO_3 1 M, then measured by atomic absorption spectrophotometer (AAS). Several important parameters of this preconcentration technique have been studied. From the results of the study obtained optimum conditions for preconcentration of metal Pb is at the weight of resin 0.5 grams, volume of eluen 10 mL, concentration of eluen 1 M and volume of tap water samples 50 ml. Preconcentration method of Pb metal with Dowex 50WX2 resin can be an alternative method as the development of preconcentration method for analysis of Pb metal contamination in water in very low levels. This method is applied for Pb metal analysis on tap water samples with a recovery value of 90%. @2021 Published by UP2M, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University
Kata Kunci: Prekonsentrasi; Resin Dowex 50WX2-200; SSA;	ABSTRAK: Penelitian tentang prekonsentrasi logam Pb menggunakan resin DOWEX 50WX2-200 dengan metode SSA telah dilakukan. Teknik prekonsentrasi ini dilakukan dengan cara sampel air dimasukkan ke dalam kolom, dielusi dengan HNO_3 1 M, kemudian diukur dengan spektrofotometer serapan atom (SSA). Beberapa parameter penting pada teknik prekonsentrasi ini telah dipelajari. Dari hasil penelitian diperoleh kondisi optimum untuk prekonsentrasi logam Pb yaitu pada berat resin 0,5 gram, volume eluen 10 mL, konsentrasi eluen 1 M dan volume sampel air keran 50 ml. Metode prekonsentrasi logam Pb dengan resin Dowex 50WX2 bisa menjadi metode alternatif sebagai pengembangan metode prekonsentrasi untuk analisis cemaran logam Pb di dalam air dalam kadar yang sangat rendah. Metode ini diaplikasikan untuk analisis logam Pb pada sampel air keran dengan nilai perolehan kembali sebesar 90%. @2021 Published by UP2M, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University

* Corresponding author.

E-mail address: nuraini.siti99@gmail.com

PENDAHULUAN

Logam Timbal (Pb) adalah salah satu logam berat yang merupakan zat pencemar yang sangat berbahaya baik bagi lingkungan maupun manusia. Logam Pb dalam keadaan normal tidak terdapat pada tubuh manusia tetapi dapat terakumulasi di dalam tubuh. Berbagai macam cara dapat menjadi penyebab terkontaminasinya lingkungan oleh logam Pb terutama pembuangan limbah, baik rumah tangga maupun industri.

Analisis logam Pb pada air dan air limbah dapat dilakukan dengan metode spektrofotometer serapan atom (SSA). Laboratorium Pengujian Terpadu Fakultas MIPA Universitas Sriwijaya (LPT FMIPA) adalah salah satu laboratorium di Universitas Sriwijaya yang melakukan pengujian logam Pb menggunakan metode SSA. Hasil pengukuran limit deteksi untuk pengujian logam Pb di LPT FMIPA menggunakan metode SSA ini adalah sebesar 0,0628 mg/L [1] sedangkan kadar maksimum di air sungai untuk logam Pb adalah sebesar 0,03 mg/L[2], hal ini dikarenakan logam yang berada di dalam sampel air memiliki kadar yang sangat rendah (*trace metals*) [3][4], oleh karena itu penentuan kadar konsentrasi logam memerlukan teknik analisis yang sensitif dan handal. [5]

Teknik prekonsentrasi memberikan solusi terhadap keterbatasan instrumen dalam pengukuran logam berat pada konsentrasi yang sangat rendah. Tahapan prekonsentrasi dengan teknik sorpsi tidak saja meningkatkan konsentrasi analit tetapi juga dapat menghilangkan efek matriks yang dapat mengganggu proses analisis. Metode prekonsentrasi logam dengan menggunakan resin penukar kation memiliki keunggulan dibanding cara prekonsentrasi yang lain, yaitu dapat meminimalkan kehilangan analit, jumlah resin yang digunakan sedikit (0,1 - 0,5 g), serta dapat digunakan berulang kali untuk analisis yang sama (diregenerasi). [6]

Beberapa penelitian tentang prekonsentrasi logam antara lain dengan teknik *solid phase extraction* (SPE) dari bahan *carbon nanotube* [7], resin Amberlyst-15 [8], resin Chromosorb-102 [9], resin Dowex Marathon C (DMC) resin [10], C18 termodifikasi [11], polystyrene-divinylbenzene *functionalized* dengan 2-Hydroxyacetophenone [12]. Pada penelitian ini akan dipelajari pengaruh berat resin dan konsentrasi eluen terhadap pre-konsentrasi logam Pb dalam air menggunakan resin DOWEX 50WX2-200 karena belum ada penelitian pre-

konsentrasi logam Pb sebelumnya yang menggunakan resin tersebut. Selain itu resin tersebut cukup murah dan teknik prekonsentrasinya sederhana.

BAHAN DAN METODE

Waktu dan Tempat

Penelitian dilakukan di Laboratorium Pengujian Terpadu jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya (LPT FMIPA) pada bulan Juni-Oktober 2020.

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah labu ukur pyrex kelas A, gelas beaker pyrex, pipet tetes, pipet volumetrik kelas A, neraca analitik merk Adam NBL 2541, kolom gelas pyrex diameter 1cm panjang 30 cm, SSA merk Shimadzu AA 7000.

Bahan yang digunakan resin Dowex 50WX2-200, larutan standar Pb 1000 mg/L, glasswool, asam nitrat Merck p.a, NaOH Merck p.a, *ultra pure water* dan sampel air keran.

Prosedur Penelitian

Prosedur prekonsentrasi

Gelas kolom panjang 30 cm dengan diameter 1 cm dilapisi glass wool, ditambahkan resin Dowex 50WX2 500 mg, dilapisi lagi glass wool. Prekondisi resin Dowex 50WX2 dengan cara melewatkan 50 ml larutan blanko yang telah diatur pada pH 3 menggunakan larutan HNO₃ atau NaOH 0,1 mol L⁻¹ dengan laju alir 1 ml per menit.

Pengaruh berat resin

Gelas kolom dilewatkan 50 ml larutan model yang mengandung Pb 100 µg dengan laju alir 1 ml per menit dan diatur pada pH 3 menggunakan larutan HNO₃ atau NaOH 0,1 mol L⁻¹ dengan variasi berat resin 0,5 – 1,5 gram dengan pengulangan 3 kali untuk masing-masing berat resin, kemudian di elusi menggunakan 5 ml larutan HNO₃ 1 M. Eluen kemudian ditampung dan diukur menggunakan alat SSA. Dari hasil pengukuran akan didapatkan berat resin yang paling optimum.

Pengaruh Konsentrasi dan Volume Eluen

Gelas kolom (dengan berat resin optimal) dilewatkan 50 ml larutan model yang mengandung Pb 100 µg. Larutan kemudian di elusi menggunakan 5 ml larutan HNO₃ dengan variasi konsentrasi 1-3 M dan

variasi volume 5 – 10 ml dengan pengulangan 3 kali untuk masing-masing konsentrasi dan volume. Hasil elusi diukur menggunakan alat SSA. Dari hasil pengukuran akan didapatkan konsentrasi dan volume eluen yang paling optimum.

Variasi Volume Sampel

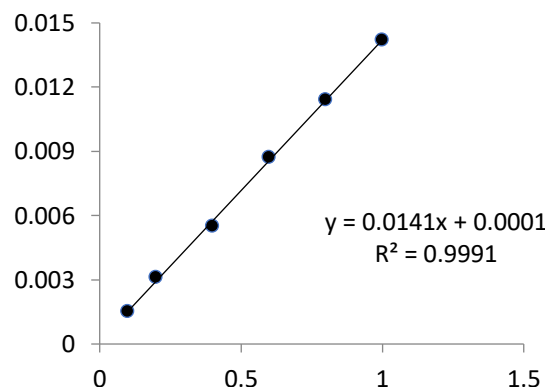
Metode prekonsentrasi logam Pb dengan berat resin serta konsentrasi dan volume eluen yang sudah optimal diaplikasikan pada sampel air keran yang ditambahkan analit logam Pb 30 ppb (0,03 ppm) dengan variasi volume 50 – 200 ml dengan pengulangan 3 kali untuk masing - masing volume sampel. Hasil elusi dari masing – masing sampel diukur menggunakan SSA dan dari hasil pengukuran akan didapatkan volume sampel yang paling optimum.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran dengan SSA

Hasil elusi yang didapat dari prekonsentrasi logam Pb diukur menggunakan alat SSA Flame dengan bahan bakar udara – asetilen dan lampu katoda berongga (*hallow cathode lamp*) Pb. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang logam Pb 283,3 nm, kurva kalibrasi standar Pb dengan deret 0,1 – 1

ppm mendapatkan koefisien korelasi (R^2) sebesar 0,9991 dan persamaan garis linear $y = 0,0141x + 0,0001$ (gambar 1).



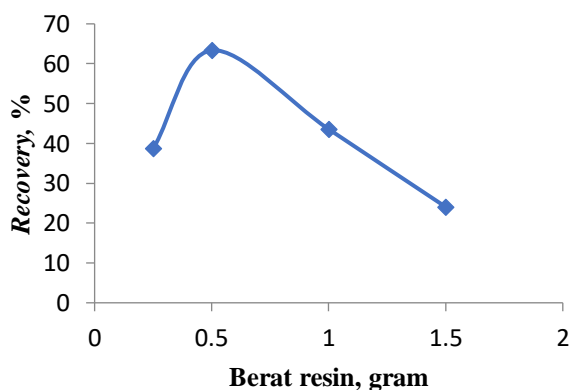
Gambar 1. Kurva kalibrasi standar Pb

Pengaruh Berat Resin

Hasil penelitian menunjukkan bahwa berat resin menambah hasil perolehan kembali (*recovery*) dari logam Pb (63,33%) tetapi setelah berat resin 1 gram, volume atau konsentrasi eluen yang digunakan (5 ml HNO₃ 1 M) tidak mencukupi lagi untuk mengadsorpsi ion Pb²⁺ sehingga mengakibatkan *recovery* menurun (Tabel 1 gambar 2).

Tabel 1 Pengaruh berat resin pada *recovery* logam Pb (n=3)

Berat (gram)	Konsentrasi logam Pb (ppm)		SD	Recovery (%)
	Awal	Prekonsentrasi		
0.25	0.1	0.3487	0.1118	34.87
0.5	0.1	0.6333	0.0218	63.33
1	0.1	0.4357	0.0495	43.57
1.5	0.1	0.2405	0.0546	24.05



Gambar 2. Pengaruh berat resin terhadap *recovery* logam Pb

Recovery logam Pb yang didapat dari hasil prekonsentrasi dengan variasi konsentrasi eluen masih sangat kecil yaitu 63.33 % (konsentrasi eluen yang paling optimum adalah HNO₃ 1 M), karena

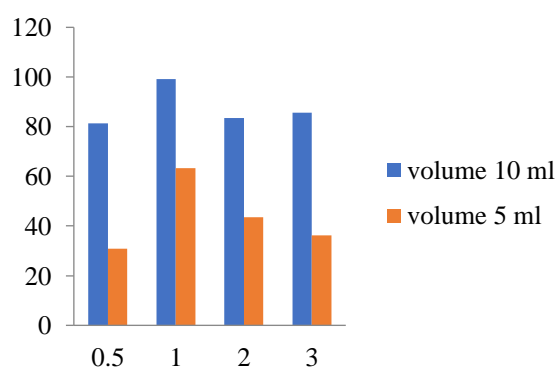
volume eluen tidak mencukupi lagi untuk mengadsorpsi ion Pb²⁺ oleh karena itu dilakukan prekonsentrasi lanjutan terhadap pengaruh volume eluen yang digunakan.

Tabel 2 Pengaruh konsentrasi eluen terhadap *recovery* logam Pb (volume eluen 5 ml, n=3)

Konsentrasi HNO ₃ (M)	Konsentrasi logam Pb (ppm)		SD	<i>Recovery</i> (%)
	awal	Prekonsentrasi		
0.5	0.0993	0.3073	0.0108	30.95
1	0.0993	0.6288	0.0217	63.33
2	0.0993	0.4326	0.0246	43.57
3	0.0993	0.3593	0.0178	36.19

Tabel 3 Pengaruh konsentrasi eluen terhadap *recovery* logam Pb (volume eluen 10 ml, n=3)

Konsentrasi HNO ₃ (M)	Konsentrasi logam Pb (ppm)		SD	<i>Recovery</i> (%)
	awal	Prekonsentrasi		
0.5	0.1135	0.4616	0.0322	81.36
1	0.1135	0.5628	0.0449	99.19
2	0.1135	0.4735	0.0458	83.46
3	0.1135	0.4854	0.0052	85.55



Gambar 3. Pengaruh konsentrasi dan volume eluen terhadap *recovery* logam Pb

Elusi analit dilakukan dengan eluen yang tepat dan volume yang tepat sehingga analit terelusi secara kuantitatif (Gambar 3.), eluen 10 ml HNO₃ 1 M memberikan hasil *recovery* yang paling optimum (99.19 %), oleh karena itu untuk tahap yang selanjutnya dipakai eluen 10 ml HNO₃ 1 M.

Variasi Volume Sampel

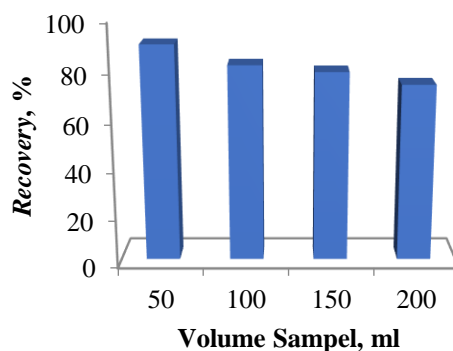
Tujuan akhir dari penelitian ini adalah mengaplikasikan teknik prekonsentrasi yang dikembangkan untuk analisis logam Pb dalam sampel air

keran. Untuk mengetahui apakah matriks sampel air keran dapat mengganggu hasil pengukuran, dilakukan dengan menentukan persen perolehan kembali (% *recovery*) dengan metode spike, dimana sampel air keran ditambahkan dengan sejumlah tertentu larutan standar analit logam Pb dengan konsentrasi 0,03 ppm.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa *recovery* tertinggi terdapat pada volume sampel 50 ml (90%) setelah volume ini *recovery* menurun, jadi volume yang ideal untuk prekonsentrasi logam Pb ini adalah 50 ml.

Tabel 4 Variasi volume sampel terhadap *recovery* logam Pb (n=3)

Volume Sampel (ml)	Konsentrasi logam Pb (ppm)		SD	Recovery (%)
	awal	Prekonsentrasi		
50	0.0268	0.1208	0.0067	90.00
100	0.0268	0.2192	0.0140	81.67
150	0.0268	0.3177	0.0279	78.89
200	0.0268	0.3960	0.0349	73.75

**Gambar 4.** Variasi volume sampel terhadap *recovery* logam Pb

KESIMPULAN

Kondisi optimum yang diperoleh untuk pengujian logam Pb dengan metode prekonsentrasi menggunakan resin Dowex 50WX2 sebagai resin pengisi kolom adalah berat resin 0,5 gram, 10 ml eluen HNO_3 1 M, volume sampel air adalah 50 ml.

Metode prekonsentrasi logam Pb dengan resin Dowex 50WX2 bisa menjadi metode alternatif sebagai pengembangan metode prekonsentrasi untuk analisis cemaran logam Pb di dalam sampel air keran dalam kadar yang sangat rendah, matriks sampel air keran tidak mengganggu hasil pengukuran ini dibuktikan dengan % perolehan kembali yang didapat yaitu sebesar 90%.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih kepada Dekan Fakultas MIPA Universitas Sriwijaya Bapak Prof. Dr. Iskhaq Iskandar, M.Sc periode 2017 - 2021 yang telah mengizinkan kami turut berpartisipasi dalam hibah Penelitian dan PPM dana FMIPA 2020, Mudah-mudahan tahun depan kegiatan serupa dapat dilaksanakan kembali. Selanjutnya terimakasih diucapkan kepada Ketua Jurusan Kimia, Kepala

Laboratorium LPT dan teman-teman PLP FMIPA Unsri yang selalu memberikan dukungan atas penelitian ini.

REFERENSI

- [1]. Yuniar and Nuraini, S. (2019). "Penentuan Limit Deteksi Metode Pengujian Logam Cd Dan Pb Dalam Air Secara SSA-NYALA,". Jurnal Temapela, 2(2), 102-105.
- [2]. Air, P. P. T. P. K., Air, D. P. P., & Umum, K. (2002). "Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 Tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air Presiden Republik Indonesia".
- [3]. Muslimah, L. D., & Zaharah, T. A. (2015). Prekonsentrasi Timbal (II) pada Air Sungai Kapuas Menggunakan Kitosan Terimobilisasi Ditizon. Jurnal Kimia Khatulistiwa, 4(3).
- [4]. Kristianto, S., Wilujeng, S., & Wahyudiarto, D. (2017). Analisis logam berat kromium (Cr) pada Kali Pelayaran sebagai bentuk upaya penanggulangan pencemaran lingkungan di wilayah Sidoarjo. Jurnal Biota, 3(2), 66-70.

- [5]. Faraji, M., Shariati, S., Yamini, Y., & Adeli, M. (2016). Preconcentration of trace amounts of lead in water samples with cetyltrimethylammonium bromide coated magnetite nanoparticles and its determination by flame atomic absorption spectrometry. *Arabian Journal of Chemistry*, 9, S1540-S1546.
- [6]. Panggabean, A. S., Pasaribu, S. P., & Sari, I. Y. (2019). "Prakonsentrasi ion Cu (II) menggunakan resin berbasis mikrokapsul Ca-Alginat secara off-line dengan metode kolom". *Chemistry Progress*, 5(2).
- [7]. A. Islam, N. Zaidi, H. Ahmad, and S. Kumar, (2019). "Functionalized carbon nanotubes for dispersive solid-phase extraction and atomic absorption spectroscopic determination of toxic metals ions," *Int. J. Environ. Sci. Technol.*, vol. 16, no. 2, pp. 707–718.
- [8]. Tunçeli, A. Ulaş, O. Acar, and A. R. Türker, (2019). "Solid Phase Extraction of Cadmium and Lead from Water by Amberlyst 15 and Determination by Flame Atomic Absorption Spectrometry," *Bull. Environ. Contam. Toxicol.*, vol. 102, no. 2, pp. 297–302,
- [9]. Khadem, M., Shahtaheri, S. J., Golbabaee, F., Rahimi Froushani, A., Ganjali, M. R., & Faridbod, F. (2015). Biological evaluation of occupational exposure to nickel and lead with the solid-phase extraction method using Chromosorb-102 resin. *Journal of School of Public Health & Institute of Public Health Research*, 12(4).
- [10]. T. Daşbaşı, Ş. Saçmacı, A. Ülgen, and Ş. Kartal, (2015). "A solid phase extraction procedure for the determination of Cd(II) and Pb(II) ions in food and water samples by flame atomic absorption spectrometry," *Food Chem.*, vol. 174, no. li, pp. 591–596.
- [11]. L. Salcedo, M. S. Pomares-Alfonso, Y. de la Nuez Pantoja, and M. E. Villanueva Tagle, (2017). "Comparison of three chelating resins for the preconcentration of Cd, Cu and Pb in the analysis of waters by flame atomic absorption spectrometry," *Microchem. J.*, vol. 132, pp. 190–197.
- [12]. V. A. Lemos, G. S. Do Nascimento, and L. S. Nunes, (2015). "A new functionalized resin for preconcentration and determination of cadmium, cobalt, and nickel in sediment samples," *Water. Air. Soil Pollut.*, vol. 226, no. 2.