



Penggunaan ultrasonik untuk prekonsentrasi logam Pb dengan metode SSA

SITI NURAINI^{1*}, HANIDA YANTI², DAN HARTAWAN³

^{1,2}Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya. ³Jurusan Farmasi FMIPA Universitas Sriwijaya

<p>Kata kunci: SSA, prekonsentrasi logam Pb, ultrasonik, resin Dowex 50WX2-200</p>	<p>ABSTRAK: Prekonsentrasi logam timbal (Pb) telah dilakukan menggunakan ultrasonik dengan metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala. Teknik prekonsentrasi ini dilakukan dengan tujuan untuk mendeteksi logam Pb di dalam sampel air yang memiliki kadar yang sangat rendah (<i>trace metals</i>). Prosedur yang dilakukan pada penelitian ini adalah sampel air ditambahkan resin Dowex 50WX2-200 kemudian dilakukan sonikasi didalam ultrasonik untuk prekonsentrasi dan ekstraksi setelah itu dilakukan proses filtrasi, resin kemudian ditambahkan eluen HNO₃ 1 M untuk mengelusi logam Pb, hasil elusi kemudian di ukur dengan SSA. Kondisi optimum yang didapatkan dalam penelitian ini antara lain waktu prekonsentrasi 20 menit, volume eluen 10 ml dan pH 2. Parameter variasi volume sampel didapatkan volume optimum pengujian ini adalah 50 ml dengan faktor pengayaan 5. Metode ini cukup handal dibuktikan dengan pengujian CRM Metal ERA-697 untuk akurasi dan presisi dengan hasil yaitu 92.07 % untuk akurasi dan dan RSD 3.6% (n=3) untuk presisi, nilai akurasi yang diperoleh memenuhi batas keberterimaan menurut AOAC yaitu 70% -125% dan presisi dengan % RSD lebih kecil dari CV Horwitz yaitu 14%. Teknik prekonsentrasi logam Pb menggunakan ultrasonik dengan metode SSA ini dapat dimanfaatkan dalam implementasi pengujian logam Pb dalam air dengan teknik yang cukup mudah, cepat dan akurat.</p>
<p>Keywords: AAS-flame, preconcentration of Pb metal, ultrasonic, DOWEX 50WX2-200 resin</p>	<p>ABSTRACT: Preconcentration of lead metal (Pb) has been done using ultrasonics by the method of Atomic Absorption Spektrofotometer (AAS)-flame. This preconcentration technique is done with the aim of detecting Pb metals in water samples that have very low levels (<i>trace metals</i>).The procedure carried out in this study is a sample of water added Dowex resin 50WX2-200 then sonicated in ultrasonic for preconcentration and extraction after which the filtration process is carried out, the resin is then added eluen HNO₃ 1 M to stroke the metal Pb, the results of the elusi are then measured with AAS-flame. The optimum conditions obtained in this study included a preconcentration time of 20 minutes, an eluent volume of 10 ml and a pH of 2.The parameter of variation in sample volume is 50 ml with an enrichment factor of 5. This method is quite reliable evidenced by testing METAL ERA-697 CRM for accuracy with 92.07% of recovery and RSD 3.6% (n=3) for precision, the accuracy value obtained the acceptable limit according to the AOAC which is 70%-125% and the precision with a % RSD is smaller than Horwitz's CV which is 14%. The technique of preconcentration of Pb metals using ultrasonics with SSA method can be utilized in the implementation of Pb metal testing in water with a fairly easy, fast and accurate technique.</p>

1 PENDAHULUAN

Logam timbal (Pb) adalah salah satu logam berat yang merupakan zat pencemar yang sangat berbahaya bagi lingkungan maupun manusia karena tidak dapat dihancurkan (*non degradable*) oleh organisme hidup. Logam Pb dalam keadaan normal tidak terdapat pada tubuh manusia tetapi dapat terakumulasi di dalam tubuh (Boldyrev, 2018).

Analisis logam Pb dalam sampel air dapat dilakukan dengan metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dan *inductively coupled plasma Optical Emission Spectrophotometer* (ICP OES). Analisis dengan SSA memiliki kelebihan antara lain alatnya lebih sensitif, sederhana, cepat, murah dan cuplikan yang diperlukan sedikit, serta tidak memerlukan pemisahan pendahuluan, tetapi mempunyai kelemahan antara lain limit deteksi yang cukup besar. Sedangkan analisis menggunakan ICP OES belum banyak digunakan karena biaya yang cukup

* Corresponding Author: email: nuraini.siti99@gmail.com

mahal tetapi memiliki kelebihan dalam menganalisis multilogam dan memiliki range linear yang besar serta limit deteksi yang kecil (Naschan, 2017). Logam Pb yang berada didalam sampel air memiliki kadar yang sangat rendah (trace metals)(Yuniar & Nuraini, 2019) (Destiarti & Zaharah, 2015) (Sari et al., 2017), kadar tersebut lebih rendah dari baku mutu lingkungan (Umum, 2002), oleh karena itu diperlukan suatu pengembangan metode analisis logam Pb yang dapat diandalkan, sensitif dan tepat untuk menentukan logam yang sangat kecil dengan akurasi yang tinggi dan biaya yang murah (Gugushe et al., 2019) (Faraji et al., 2016).

Teknik prekonsentrasi (pemekatan) 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 penukaran 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)(Panggabean et al., 2012).

Beberapa penelitian yang telah dilakukan tentang prekonsentrasi logam antara lain menggunakan kolom menggunakan resin Dowex 50WX2-200 (Yuniar & Yanti, 2021) , vortex (Tokay et al., 2021) dan menggunakan ultrasonik dengan 1-nitroso-2-naphthol (Soylak & Maulana, 2021), zeolite MWCNTFe₃O₄@Zeo (Tavakoli et al., 2021).

Prekonsentrasi menggunakan metode dengan bantuan gelombang ultrasonik dengan frekuensi >20KHz memiliki kelebihan antara lain zat aktif yang didapat lebih banyak, lebih aman, dan lebih cepat proses ekstraksinya. Hal ini dikarenakan proses ekstraksi dengan bantuan gelombang ultrasonik dapat meningkatkan permeabilitas dinding sel (Dewa, 2015). Penelitian dengan menggunakan ultrasonik diharapkan dapat melakukan prekonsentrasi dengan waktu lebih singkat dan hasil yang didapat lebih optimal.

2 PERALATANDAN BAHAN

Alat-alat yang digunakan adalah tabung reaksi 70 ml pyrex, labu ukur kelas A iwaki pyrex, gelas beakeriwaki pyrex, pipet tetes, pipet volumetrik kelas Aiwaki pyrex, corong HirschID 15 mm W. Handen Wanger, erlenmeyer vacuum 50 ml pyrex, pompa vakum rocker 410, neraca analitik merk Adam NBL-254i,

SSA merk Shimadzu Tipe AA7000, pH meter Hanna HI 8010 dengan elektroda HI 1230B dan ultrasonik merk Wiggins model UE03SFD.

Bahan yang digunakan resin Dowex 50WX2-200, larutan standar Pb 1000 mg/L Merck, asam nitrat p.a merck, NaOH merck, Ultra pure Water, CRM metal ERA-697, kertas saring whatman dan sampel air keran

3 METODE

Prekondisi resin dilakukan dengan cara menambahkan resin Dowex 50WX2 500 mg dalam 50 ml larutan blanko yang telah diatur pada pH 3 menggunakan larutan HNO₃ atau NaOH 0,1 mol L⁻¹kemudian dilakukan sonikasi dengan menggunakan ultrasonik selama 10 menit dan dilanjutkan dengan proses filtrasi.

Prosedur prekonsentrasi logam Pb adalah sebagai berikut : 50 ml larutan model yang berisi Pb 100 µg atau CRM logam yang telah diatur pada pH 3 menggunakan larutan HNO₃ atau NaOH 0,1 mol L⁻¹ dimasukkan kedalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan resin Dowex 50WX2 500 mg dan dilakukan sonikasi dengan menggunakan ultrasonik selama 20 menit untuk ekstraksi dan prekonsentrasi. Selanjutnya dilanjutkan dengan proses filtrasi secara vakum, resin kemudian dimasukkan kembali kedalam tabung dan dilanjutkan dengan proses elusi dengan 10 ml eluen HNO₃ 1 M setelah itu dilakukan sonikasi kembali selama 10 menit dan dilanjutkan proses filtrasi. Hasil elusi kemudian dilakukan pengukuran dengan SSA.Dilakukan pengulangan 3 kali untuk sampel dan CRM logam.

Evaluasi data dilakukan dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Kadar Pb} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \bar{x} \times \text{Faktor pengayaan}$$

$$\% R = \frac{\bar{x}}{\mu} 100\%$$

$$\text{Faktor pengayaan} = \frac{\text{Volume sampel}}{\text{Volume hasil elusi}}$$

$$t_0 = \frac{\bar{x} - \mu_0}{\frac{s}{\sqrt{n}}}$$

dengan:

\bar{x} = konsentrasi rata-rata dari pengukuran

μ = konsentrasi larutan target

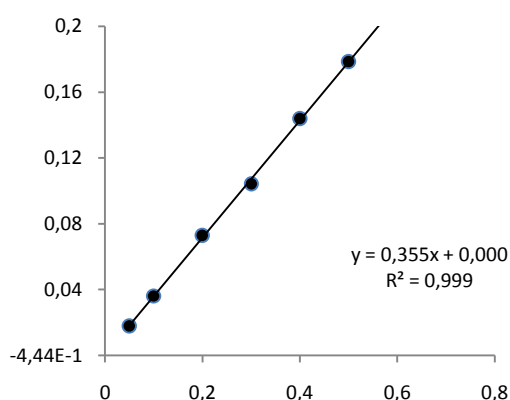
s = standar deviasi

4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari penelitian yang telah dilakukan diperoleh data pengukuran kurva kalibrasi larutan standar Pb pada tabel 1 dan gambar 1.

Tabel 1. Data standar Pb

No	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	0.05	0.0180
2	0.1	0.0363
3	0.2	0.0729
4	0.3	0.1043
5	0.4	0.1439
6	0.5	0.1785
7	0.6	0.2136



Gambar 1. Kurva kalibrasi standar logam Pb

Pengukuran dengan kadar logam Pb dilakukan pada SSA Shimadzu AA7000 dengan λ 283.55nm, slit 0.7, tipe nyala udara – asetilen dan laju alir gas 1.8 L/menit. Hasil pengukuran kurva kalibrasi larutan standar logam Pb didapatkan nilai R^2 sebesar 0.9996 dengan persamaan garis $y = 0.3555x + 0.0005$.

Pengaruh Volume Eluen

Hasil penelitian pengaruh volume eluen terhadap recovery logam Pb ditunjukkan pada tabel 2.

Tabel 2. Pengaruh volume eluen terhadap recovery logam Pb

No	Sampel	y	x	SD	% R
1	Sampel awal	0.0019	0.1149		
2	5' ml 1	0.0036	0.2297		
3	5' ml 2	0.0040	0.2568	0.0376	22.94
4	5' ml 3	0.0047	0.3041		
5	10' ml 1	0.0050	0.3243		
6	10' ml 2	0.0057	0.3716	0.0334	60.59
7	10' ml 3	0.0038	0.2432		

Pengaruh volume eluen HNO_3 1 M pada elusi logam Pb dilakukan dengan variasi volume 5 dan 10

ml. Elusi analit dilakukan dengan eluen yang tepat dan volume yang tepat sehingga analit terelusi secara kuantitatif, pada tabel 2 volume eluen 10 ml memberikan hasil recovery yang paling optimum (60.59 %), sedangkan volume eluen 5 ml belum cukup untuk mengelusi logam Pb sehingga hasil recovery yang didapatkan lebih rendah, untuk tahap yang selanjutnya dipakai eluen 10 ml HNO_3 1 M.

Pengaruh Waktu Prekonsentrasi

Hasil penelitian pengaruh waktu prekonsentrasi terhadap recovery logam Pb ditunjukkan pada tabel 3.

Tabel 3. Pengaruh waktu prekonsentrasi terhadap recovery logam Pb

Variasi waktu	% R
15	68.84
20	77.31
25	58.25

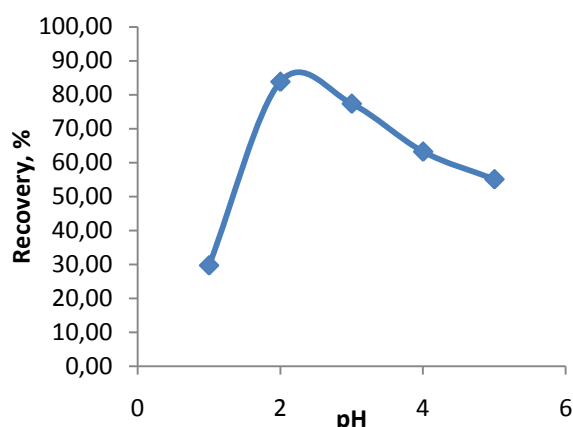
Pengaruh waktu prekonsentrasi dilakukan dengan variasi waktu 15 - 25 menit, pada tabel 3 didapatkan waktu prekonsentrasi 20 menit dengan hasil recovery yang paling optimum (77.31 %), Semakin lama waktu prekonsentrasi maka recovery logam Pb yang diperoleh semakin meningkat, Peningkatan ini disebabkan kontak antara resin dan logam Pb, tetapi untuk waktu yang lebih lama menimbulkan kejenuhan, sehingga hasil recovery nya tetap bahkan menurun. Penurunan terjadi karena efek kavitas ultrasonik awalnya bekerja untuk membantu mengambil analit logam Pb dengan cara memperbesar penetrasi resin. Semakin lama waktu prekonsentrasi dan ekstraksi akan menyebabkan logam Pb yang telah diserap oleh resin terpisah kembali sehingga bergabung kembali dengan air (Andriani, 2019). Waktu prekonsentrasi optimum 20 menit ini lebih singkat dibandingkan dengan prekonsentrasi logam Pb menggunakan teknik kolom kromatografi (Nuraini & Yanti, 2021) sehingga proses pengujian logam Pb menggunakan ultrasonik ini lebih efisien.

Pengaruh pH

Hasil penelitian pengaruh pH terhadap recovery logam Pb ditunjukkan pada tabel 4 dan gambar 2.

Tabel 4. Pengaruh pH terhadap recovery logam Pb (n=3)

Variasi pH	% R	SD	% RSD
1	29.68	0.0391	22.35
2	83.79	0.0196	3.96
3	77.32	0.0942	20.65
4	63.20	2.2727	63.20
5	55.06	3.0123	55.06



Gambar 2. Pengaruh pH terhadap recovery logam Pb

Kelarutan dari kebanyakan ion logam sangat tergantung dari pH. Pengaruh pH dimaksudkan untuk mengetahui pada rentang pH berapa resin Dowex 50WX2-200 berinteraksi dengan ion logam tersebut. Pengaruh variasi pH 1 - 5 terhadap recovery logam Pb ditunjukkan pada Tabel 4 dan Gambar 2. Gambar 2 menunjukkan bahwa nilai penyerapan terbaik resin terjadi pada pH 2 dengan recovery sebesar 83.79%.

Pengukuran CRM Metal ERA-697

Hasil Pengukuran CRM Metal ERA-697 pada metode prekonsentrasi logam Pb menggunakan ultrasonik dengan metode SSA ditunjukkan pada tabel 5.

Tabel 5. Hasil Pengukuran CRM Metal ERA-697

Analit	Potable WatR (cat.697), ERA a Waters Company, μL			
	Kadar (sertifikat)	Hasil pengukuran	% R	%RSD
Pb	27.1 \pm 2.98	24.9 \pm 2.58	92.07	3.6

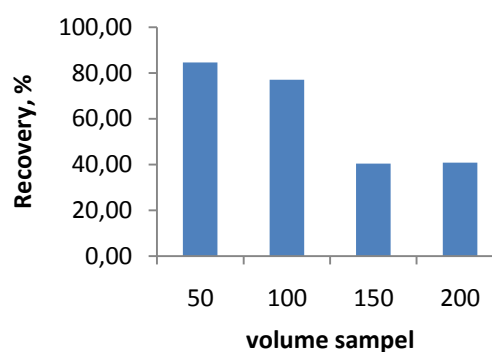
Pengukuran CRM Metal ERA-697 membuktikan bahwa metode prekonsentrasi logam Pb menggunakan ultrasonik ini cukup akurat digunakan untuk pengujian logam Pb yang mempunyai konsentrasi yang sangat kecil hal ini dibuktikan dengan % akurasi yang didapat pada pengujian CRM Metal ERA-697 sebesar 92.07% dan hasil analisis menggunakan uji t didapatkan nilai t_0 sebesar 1.30 dan t_{tabel} sebesar 2.45, hasil nilai ini adalah memenuhi karena nilai $t_0 < t_{\text{tabel}}$.

Variasi Volume Sampel

Hasil penelitian variasi volume sampel terhadap recovery logam Pb ditunjukkan pada tabel 6 gambar 3.

Tabel 6. Variasi volume sampel recovery logam Pb (n=3)

Variasi Volume Sampel (ml)	% R
50	84.66
100	77.01
150	40.37
200	40.86



Gambar 3. Variasi volume sampel terhadap recovery logam Pb

Pengaruh volume sampel dilakukan dengan variasi volume sampel air keran 50 – 200 ml. Tabel 6 dan Gambar 3 menunjukkan bahwa kenaikan volume sampel tidak menambah hasil recovery Logam Pb dan volume sampel 50 ml memberikan hasil recovery yang paling optimum (84.66 %) sehingga didapatkan faktor pengayaan prekonsentrasi logam Pb menggunakan ultrasonik ini adalah sebesar 5.

5 KESIMPULAN DAN SARAN

Metode prekonsentrasi ini cukup handal dibuktikan dengan pengujian CRM Metal ERA-697 untuk akurasi dengan hasil yaitu 92.07% untuk akurasi dan dan RSD 3.6% (n=3) untuk presisi, nilai akurasi yang diperoleh memenuhi batas keberterimaan menurut AOAC yaitu 70% -125% dan presisi dengan % RSD lebih kecil dari CV Horwitz yaitu 14%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa teknik prekonsentrasi logam Pb menggunakan ultrasonik dengan metode SSA ini dapat dimanfaatkan dalam implementasi pengujian logam Pb dalam air dengan teknik yang cukup mudah, cepat dan akurat.

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terimakasih kepada Universitas Sriwijaya atas hibah Tenaga Kependidikan 2021 dengan Kontrak Nomor :0009/UN9/SK.LP2M.PT/2021.

REFERENSI

- [1] Andriani, M. (2019). PENGARUH SUHU DAN WAKTU EKSTRAKSI DAUN BELIMBING WULUH (*Averrhoa bilimbi* L.) TERHADAP AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DENGAN METODE ULTRASONIC ASSISTED EXTRACTION (UAE). 8(3), 11.
- [2] Boldyrev, M. (2018). Lead: Properties, history, and applications. *WikiJournal of Science*, 1(2), 7. <https://doi.org/10.15347/wjs/2018.007>
- [3] Destiarti, L., & Zaharah, T. A. (2015). PREKONSENTRASI TIMBAL (II) PADA AIR SUNGAI KAPUAS MENGGUNAKAN KITOSAN TERIMOBILISASI DITIZON. 4, 6.
- [4] Dewa, R. P. (2015). Analisa Kandungan Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) Pada Air Minum Dalam Kemasan Di Kota Ambon. 11(2), 7.
- [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. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2012.04.005>
- [6] Gugushe, A. S., Mpupa, A., & Nomngongo, P. N. (2019). Ultrasound-assisted magnetic solid phase extraction of lead and thallium in complex environmental samples using magnetic multi-walled carbon nanotubes/zeolite nanocomposite. *Microchemical Journal*, 149, 103960. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2019.05.060>
- [7] Naschan, M. (2017). UJI VALIDITAS ANALISIS Fe DALAM SEDIMEN SUNGAI KALIGARANG DENGAN FAAS DAN ICP-OES. 8.
- [8] Nuraini, S., & Yanti, H. (2021). 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. 6.
- [9] Panggabean, A. S., Pasaribu, S. P., & Sari, I. Y. L. (2012). PRAKONSENTRASI ION Cu(II) MENGGUNAKAN RESIN BERBASIS MIKROKAPSUL Ca-ALGINAT SECARA OFF-LINE DENGAN METODE KOLOM. . . November, 5, 7.
- [10] Sari, S. H. J., Kirana, J. F. A., & Guntur, G. (2017). Analisis Kandungan Logam Berat Hg dan Cu Terlarut di Perairan Pesisir Wonorejo, Pantai Timur Surabaya. *Jurnal Pendidikan Geografi*, 22(1), 1–9. <https://doi.org/10.17977/um017v22i12017p001>
- [11] Soylak, M., & Maulana, R. (2021). Ultrasound assisted magnetic solid phase extraction of copper(II) and lead(II) in environmental samples on Magnetic Activated Carbon Cloth. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*, 1–13. <https://doi.org/10.1080/03067319.2021.1895136>
- [12] Tavakoli, M., Jamali, M. R., & Nezhadali, A. (2021). Ultrasound-Assisted Dispersive Liquid–Liquid Microextraction (DLLME) Based on Solidification of Floating Organic Drop Using a Deep Eutectic Solvent for Simultaneous Preconcentration and Determination of Nickel and Cobalt in Food and Water Samples. *Analytical Letters*, 54(18), 2863–2873. <https://doi.org/10.1080/00032719.2021.1897990>
- [13] Tokay, F., Günaydin, R., & Bağdat, S. (2021). A novel vortex assisted dispersive solid phase extraction of some trace elements in essential oils and fish oil. *Talanta*, 230, 122312. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2021.122312>
- [14] Umum, K. (2002). Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 Tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air.
- [15] Yuniar, Y., & Nuraini, S. (2019). Penentuan Limit Deteksi Metode Pengujian Logam Cd Dan Pb Dalam Air Secara SSA-NYALA. *Jurnal Temapela*, 2(2), 102–105.
- [16] Yuniar, Y., & Yanti, H. (2021). Peningkatan limit deteksi metode pengujian logam Cd secara kolom ekstraksi fase padat menggunakan resin DOWEX 50WX2: Pengaruh pH, laju alir dan volume eluen. *Jurnal Penelitian Sains*, 23(1), 46–51.