



Prekonsentrasi Cr(VI) dalam sampel air menggunakan resin Dowex 50WX2-200

SITI NURAINI^{1*}, ROSMANIA², DAN HARTAWAN³

¹ Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya, Sumatera Selatan 30862, Indonesia

² Jurusan Biologi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya, Sumatera Selatan 30862, Indonesia

³ Jurusan Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya, Sumatera Selatan 30862, Indonesia

<p>Kata kunci: SSA, prekonsentrasi, resin Dowex 50WX2-200</p>	<p>ABSTRAK: Prekonsentrasi Cr(VI) telah dilakukan menggunakan resin Dowex 50WX2-200. Teknik prekonsentrasi ini dilakukan dengan tujuan untuk mendeteksi Cr(VI) di dalam sampel air yang memiliki kadar yang sangat rendah (<i>trace metals</i>). Prosedur yang dilakukan pada penelitian ini adalah sampel air ditambahkan larutan pengompleks 1,5-difenilkarbazida (DPC) 0,01 M, campuran didiamkan selama 5 menit sebelum dilewatkan pada kolom kromatografi yang berisi resin Dowex 50WX2-200, setelah proses adsorpsi dilakukan proses elusi dengan menambahkan eluen, hasil elusi kemudian diukur dengan SSA. Kondisi optimum yang didapatkan dalam penelitian ini antara lain eluen H₂SO₄ 1 M dalam metanol, berat resin 0,5 gram, pH 1 dan volume sampel 100 mL dengan faktor pengayaan 10. Kesimpulan hasil penelitian adalah teknik prekonsentrasi Cr(VI) menggunakan resin Dowex 50WX2-200 ini dapat dimanfaatkan dalam implementasi pengujian Cr(VI) dalam sampel air yang mempunyai kadar yang sangat rendah.</p>
<p>Keywords: AAS, preconcentration, Dowex 50WX2-200 resin</p>	<p>ABSTRACT: Preconcentration of Cr(VI) has been done using Dowex 50WX2-200 resin. This preconcentration technique is done with the aim of detecting trace amounts of Cr(VI) ion in water samples. The procedure carried out in this study is as follows water samples were added with a 1,5-diphenylcarbazine (DPC) 0.01 M complexing solution, the mixture was allowed to stand for 5 minutes before being passed on a chromatography column containing Dowex 50WX2-200 resin, after the adsorption process was carried out the elution process by adding an eluent, the elution result was then measured with AAS. The optimum result in this study were obtained using the following conditions H₂SO₄ eluent 1 M in metanol, resin weight 0.5 grams, pH 1 and sample volume 100 mL with enrichment factor of 10. The conclusion of the study results is that the Cr(VI) preconcentration technique using Dowex 50WX2-200 resin can be utilized in the implementation of Cr(VI) testing in water samples in very low levels.</p>

1 PENDAHULUAN

Polusi air adalah masuknya makhluk hidup, zat, energi dan/atau komponen lain ke dalam air dan/atau perubahan struktur air oleh aktivitas manusia atau proses alami sehingga kualitas air turun ke tingkat tertentu yang menyebabkan air menjadi kurang atau tidak lagi berfungsi sesuai dengan peruntukannya. Logam berat yang terdapat di suatu perairan dapat menjadi salah satu penyebab terjadinya polusi air. Logam berat adalah bahan beracun yang dapat menyebabkan kerusakan pada organisme akuatik. Sumber pencemaran logam sebagian besar

berasal dari pertambangan, peleburan logam, industri lainnya, dan juga dapat berasal dari limbah domestik yang menggunakan logam, serta lahan pertanian yang menggunakan pupuk yang mengandung logam (Azaman et al., 2015). Logam berat dalam keadaan normal tidak terdapat pada tubuh manusia tetapi dapat terakumulasi di dalam tubuh. Berbagai macam cara dapat menjadi penyebab terkontaminasinya lingkungan oleh logam berat terutama pembuangan limbah, baik rumah tangga maupun industri.

Kromium (Cr) merupakan salah satu logam berat yang sangat beracun. Organisasi Kesehatan Dunia

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

(WHO) melaporkan bahwa kadar Cr(VI) dalam air minum tidak boleh melewati 50 µg/L (Ozkantar, 2020) ; (Ghiasi & Malekpour, 2020). Namun, limbah yang mengandung kromium masih dibuang ke lingkungan melalui berbagai industri seperti penyepuhan krom, penyulingan minyak bumi dan tekstil.

Analisis Cr dalam sampel air dapat dilakukan dengan peralatan antara lain spektrofotometer serapan atom nyala (SSA-Nyala), spektrofotometer UV-Vis, elektothermal spektrofotometer serapan atom (ET-SSA), *inductively coupled plasma optical emission spectrophotometer* (ICP OES), *mass spectrometry - inductively coupled plasma optical* (ICP-MS) dan *X-ray fluorescence spectrometers* (XRF) (Ghiasi & Malekpour, 2020). 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 kebanyakan logam yang berada di dalam sampel air memiliki kadar yang sangat rendah (*trace metals*) (Yuniar & Nuraini, 2020); (Muslimah & Zaharah, 2015); (Kristianto et al., 2017).

Analisis Cr dengan konsentrasi yang sangat rendah (*trace element*) memiliki kesulitan dengan sensitivitas instrumen dan interferensi dari matriks sampel, oleh karena itu teknik preparasi dan prekonsentrasi (pemekatan) adalah hal yang sangat penting dilakukan sebelum melakukan analisis menggunakan peralatan lainnya (Ghiasi & Malekpour, 2020).

Prekonsentrasi memiliki keuntungan yaitu dapat meminimalisasi penggunaan reagen dan limbah (Altunay & Gürkan, 2016). Ekstraksi fase padat atau *solid phase extraction* (SPE) adalah salah satu teknik yang sering digunakan didalam prekonsentrasi pada banyak ion logam. Penggunaan SPE dalam teknik pemisahan memiliki keuntungan antara lain sensitivitas tinggi, dapat digunakan untuk prekonsentrasi secara simultan, dapat mengurangi interferensi matriks, penggunaan pelarut, meminimalisasi limbah dan waktu ekstraksi (Nomngongo, 2013).

Penelitian ini merupakan kelanjutan penelitian penulis sebelumnya, yaitu prekonsentrasi logam Pb menggunakan resin Dowex 50WX2-200, tetapi pada penelitian sebelumnya tidak menggunakan kolom kromatografi melainkan ultrasonik (Nuraini et al., 2022), resin Dowex 50WX2-200 masih dapat digunakan untuk penelitian ini tetapi harus direaksikan terlebih dahulu dengan 1,5-difenilkarbazida (DPC) untuk mengkomplekskannya. DPC adalah reagen pengompleks yang sering digunakan untuk mendeteksi keberadaan Cr(VI) karena spesifik dan selektif

untuk Cr(VI). Kompleks Cr(VI) dengan DPC didalam media asam berwarna ungu sangat, perubahan warna kompleks Cr(VI) dengan DPC terjadi sangat lambat, tetapi dengan penambahan konsentrasi asam perubahan warna yang terjadi akan sangat cepat (Ozkantar, 2020). Diharapkan dengan adanya penelitian ini didapatkan metode baru dalam analisis Cr(VI) di laboratorium.

2 BAHAN DAN METODE

Bahan dan alat yang digunakan adalah resin Dowex 50WX2-200 (Sigma-Aldrich), larutan standar Cr 1000 mg/L (Merck), kalium dikromat $K_2Cr_2O_7$ (Merck), asam nitrat p.a (Merck), asam sulfat p.a (Merck), metanol p.a (Merck), 1,5-difenilkarbazida (DPC) (Sigma-Aldrich), aseton p.a (Mallinckrodt), *Ultra pure Water* di produksi dengan alat *MilliQ-system direct Q*, sampel air keran, seperangkat alat gelas kelas A Iwaki pyrex, neraca analitik merk Adam NBL-254, SSA Shimadzu Tipe AA7000, pH meter Hanna HI 8010 dengan elektroda HI 1230B dan kolom kromatografi dengan diameter 1 cm.

Waktu dan Tempat

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analisa dan Instrumentasi Pengujian Fakultas MIPA Universitas Sriwijaya pada bulan Mei – November 2022.

Prosedur Penelitian

Persiapan Kolom dan Resin

Persiapan resin dalam kolom kromatografi dilakukan dengan metode yang digunakan oleh Nuraini, yaitu gelas kolom panjang 30 cm dengan diameter 1 cm dilapisi glass wool, ditambahkan resin Dowex 50WX2 500 mg, dilapisi lagi glass wool. Prekondisi resin dengan cara melewatkan 50 mL larutan blanko yang telah diatur pada pH 3 menggunakan larutan HNO_3 atau NaOH 0,1 mol L⁻¹ dengan laju alir 1 mL per menit (Nuraini, 2021).

Pengaruh Eluen

Pengaruh eluen diamati dengan mencampurkan larutan model yang mengandung Cr(VI) 0.1 ppm ditambah 1 mL larutan pengompleks DPC 0,01 M, kemudian didiamkan terlebih dahulu selama 5 menit sampai terjadi perubahan warna menjadi ungu. Campuran kemudian dilewatkan kedalam kolom untuk proses adsorpsi, setelah proses adsorpsi kemudian dilakukan proses elusi menggunakan larutan eluen dengan variasi HNO_3 , HNO_3 dalam metanol, H_2SO_4 dan H_2SO_4 dalam metanol dengan pengulangan 3 kali untuk masing-masing eluen.

Pengaruh Berat Resin

Pengaruh berat resin diamati dengan mencampurkan larutan model yang mengandung Cr(VI) 0.1 ppm ditambah 1 mL larutan pengompleks DPC 0,01 M, kemudian didiamkan terlebih dahulu selama 5 menit sampai terjadi perubahan warna menjadi ungu. Campuran kemudian dilewatkan kedalam kolom yang berisi resin dengan variasi berat 0,25 – 1 g. Setelah proses adsorpsi kemudian dilakukan proses elusi menggunakan larutan eluen pada eluen optimum dengan pengulangan 3 kali untuk masing-masing variasi berat resin.

Pengaruh pH

Pengaruh pH diamati dengan mengatur pH larutan larutan model yang mengandung Cr(VI) 0.1 ppm dengan menambahkan asam atau basa dengan variasi pH 1 - 5, larutan kemudian ditambah 1 mL larutan pengompleks DPC 0,01 M, campuran kemudian didiamkan terlebih dahulu selama 5 menit sampai terjadi perubahan warna menjadi ungu. Campuran kemudian dilewatkan dalam kolom yang berisi resin pada berat optimum. Setelah proses adsorpsi kemudian dilakukan proses elusi menggunakan larutan eluen pada eluen optimum dengan pengulangan 3 kali untuk masing-masing variasi pH.

Pengaruh Volume Sampel

Pengaruh volume sampel diamati dengan menggunakan sampel air keran dengan variasi volume 50 – 150 mL, kemudian sampel diatur pada pH optimum yang telah dilakukan sebelumnya dan ditambahkan Cr(VI) 0.05 ppm, sampel kemudian ditambah 1 mL larutan pengompleks DPC 0,01 M campuran kemudian didiamkan terlebih dahulu selama 5 menit sampai terjadi perubahan warna menjadi ungu sebelum dilewatkan dalam kolom yang berisi resin pada berat optimum. Setelah proses adsorpsi kemudian dilakukan proses elusi menggunakan larutan eluen pada kondisi optimum dengan pengulangan 3 kali untuk masing-masing variasi volume sampel.

Pengukuran SSA-Nyala

Semua hasil elusi diukur dengan SSA nyala dengan terlebih dahulu dilakukan pengukuran larutan standar Cr dengan rentang konsentrasi 0,1 – 1 ppm.

Analisis data

Analisis data pengaruh pH, volume serta konsentrasi eluen, berat resin dan volume sampel dihitung berdasarkan perolehan kembali (persen rekovery) Cr(VI) berdasarkan persamaan berikut :

$$\text{Kadar Cr} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \bar{x} \times \text{Faktor pengayaan} \quad (1)$$

$$\% R = \frac{\bar{x}}{\mu} 100\% \quad (2)$$

$$\text{Faktor pengayaan} = \frac{\text{Volume sampel}}{\text{Volume hasil elusi}} \quad (3)$$

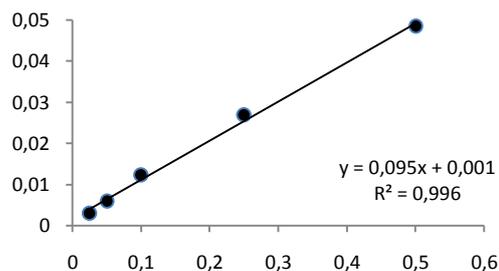
dengan: \bar{x} = konsentrasi rata-rata dari pengukuran, μ = konsentrasi larutan target (mg/L), dan %R = persen rekovery

3 HASIL

Dari penelitian yang telah dilakukan diperoleh data pengukuran kurva kalibrasi larutan standar Cr pada Tabel 1 dan Gambar 1.

Tabel 1 Data Standar Cr

No	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	0.025	0.0029
2	0.05	0.0058
3	0.1	0.0122
4	0.25	0.0268
5	0.5	0.0484



Gambar 1 Kurva kalibrasi standar logam Cr

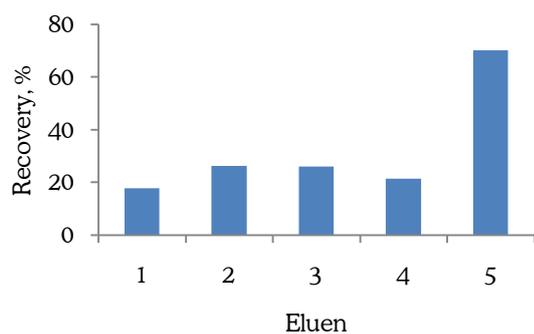
Pengukuran dengan kadar Cr dilakukan pada SSA Shimadzu AA7000 dengan slit 0.7, tipe nyala udara – asetilen dan laju alir gas 1.8 L/menit. Hasil pengukuran kurva kalibrasi larutan standar Cr didapatkan nilai R^2 sebesar 0.9963 dengan persamaan garis $y = 0.0952x + 0.0016$.

Pengaruh Eluen

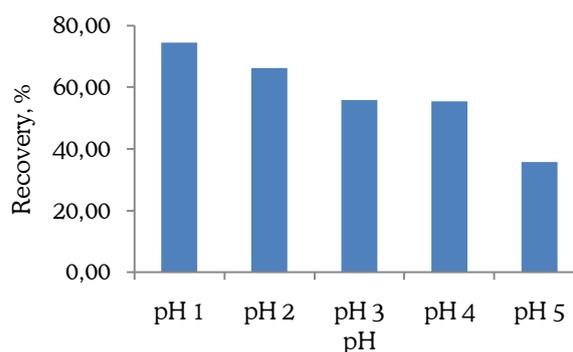
Hasil penelitian pengaruh eluen terhadap recovery Cr(VI) ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2 Pengaruh volume eluen terhadap recovery Cr(VI)

Variasi Eluen	% R
HNO ₃ 1 M (1)	17,92
HNO ₃ 2 M (2)	26,24
HNO ₃ 1 M dalam metanol (3)	26,19
H ₂ SO ₄ 0.5 M dalam metanol (4)	21,44
H ₂ SO ₄ 1 M dalam metanol (5)	70,13



Gambar 2 Pengaruh volume eluen terhadap *recovery* Cr(VI)



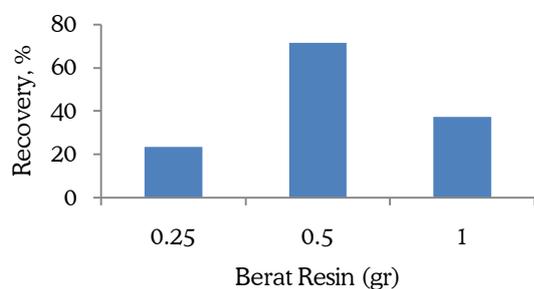
Gambar 4 Pengaruh pH terhadap *recovery* Cr(VI)

Pengaruh Berat Resin

Hasil penelitian pengaruh berat resin terhadap *recovery* Cr(VI) ditunjukkan pada Tabel 3 dan Gambar 3.

Tabel 3 Pengaruh berat resin terhadap *recovery* Cr(VI) n=3

Berat Resin (gr)	% R
0.25	23,35
0.5	71,34
1	37,05



Gambar 3 Pengaruh berat resin terhadap *recovery* Cr(VI)

Pengaruh pH

Hasil penelitian pengaruh pH terhadap *recovery* Cr(VI) ditunjukkan pada Tabel 4 dan Gambar 4.

Tabel 4 Pengaruh pH terhadap *recovery* Cr(VI) n=3

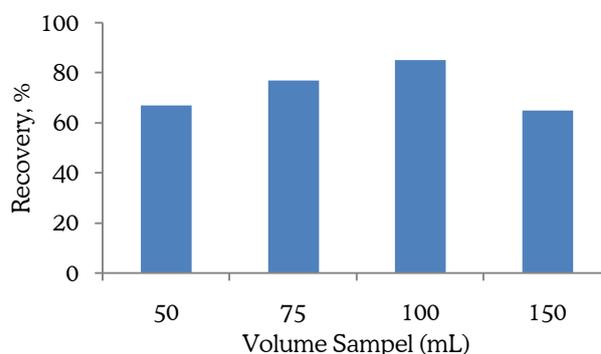
pH	% R
pH 1	74,47
pH 2	66,19
pH 3	55,89
pH 4	55,43
pH 5	35,68

Variasi Volume Sampel

Hasil penelitian variasi volume sampel terhadap *recovery* Cr(VI) ditunjukkan pada Tabel 5 Gambar 5.

Tabel 5 Variasi volume sampel *recovery* Cr(VI) (n=3)

Variasi Volume Sampel (mL)	% R	faktor Pengayaan
50	66,97	5
75	76,95	7,5
100	85,09	10
150	64,87	15



Gambar 5 Variasi volume sampel terhadap *recovery* Cr(VI)

4 PEMBAHASAN

Pengaruh Eluen

Pemilihan eluen yang tepat sangat mempengaruhi proses pelepasan (desorpsi) Cr(VI), oleh karena itu pada penelitian ini eluen yang digunakan adalah H₂SO₄ dan HNO₃ dengan pelarut akuades dan metanol dengan konsentrasi 0,5 – 2 M, pada Tabel 2 eluen H₂SO₄ 1 M dalam metanol memberikan hasil *recovery* yang paling optimum (70.13 %). Hal ini sejalan dengan penelitian (Tunçeli & Türker, 2002), di mana H₂SO₄ dalam metanol adalah eluen yang cocok untuk elusi Cr(VI) dibandingkan dengan HNO₃.

Konsentrasi H_2SO_4 yang paling optimum adalah 1 M sedangkan untuk konsentrasi 0.5 M belum cukup untuk melepaskan Cr(VI) pada resin, untuk tahap yang selanjutnya dipakai eluen 10 mL H_2SO_4 1 M dalam metanol.

Pengaruh Berat Resin

Pengaruh berat resin dilakukan dengan variasi berat 0,25 – 1 g, pada Tabel 3 didapatkan berat 0.5 g dengan hasil *recovery* yang paling optimum (71.34 %). *Recovery* dari analit sangat dipengaruhi dari berat resin yang digunakan, jumlah resin yang tidak mencukupi (0.25 g) tidak akan cukup untuk adsorpsi lengkap analit. tetapi setelah berat resin 1 gram, volume atau konsentrasi eluen yang digunakan tidak mencukupi lagi untuk mengelusi ion Cr (Gugushe et al., 2019)

Pengaruh pH

pH adalah variabel yang sangat penting pada pembentukan kompleks Cr(VI) dengan DPC. Pengaruh variasi pH 1 - 5 terhadap *recovery* Cr(VI) ditunjukkan pada Tabel 4 dan Gambar 4. Semakin asam maka *recovery* Cr(VI) bertambah, Gambar 4 menunjukkan bahwa nilai penyerapan terbaik resin terjadi pada pH 1 dengan *recovery* sebesar 74.47%.

Pengaruh Volume Sampel

Pengaruh volume sampel dilakukan dengan variasi volume sampel air keran 50 – 150 mL. Tabel 5 dan Gambar 5 menunjukkan bahwa volume 100 mL memberikan hasil *recovery* yang paling optimum (85.09%) sehingga didapatkan faktor pengayaan prekonsentrasi Cr(VI) menggunakan resin Dowex 50WX2-200 ini adalah sebesar 10.

5 KESIMPULAN

Resin Dowex 50WX2-200 dapat digunakan untuk prekonsentrasi Cr(VI) dengan cara dikomplekskan terlebih dahulu dengan DPC. Kondisi optimum yang didapatkan dalam penelitian ini antara lain H_2SO_4 1M dalam metanol 10 mL, berat resin 0,5 gram, pH 1 dan volume sampel 100 mL dengan faktor pengayaan 10. Kesimpulan hasil penelitian adalah teknik prekonsentrasi Cr(VI) menggunakan resin Dowex 50WX2-200 dengan metode SSA ini dapat dimanfaatkan dalam implementasi pengujian Cr(VI) dalam sampel air yang mempunyai kadar yang sangat rendah.

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terimakasih kepada Rektor Universitas Sriwijaya Bapak Prof. Dr. Ir. H. Anis Saggaff, MSCE, IPU., ASEAN.

Eng. yang telah mengizinkan kami turut berpartisipasi dalam hibah Tenaga Kependidikan Tahun 2022 dengan Nomor Kontrak : 0109/UN9/SB3.LP2M.PT/2022. Mudah-mudahan tahun depan kegiatan serupa dapat dilaksanakan kembali. Selanjutnya terimakasih diucapkan kepada Dekan Fakultas MIPA, Ketua Jurusan Kimia, Kepala Laboratorium LKAIP dan teman-teman PLP Unsri yang selalu memberikan dukungan atas penelitian ini

REFERENSI

- [1] Azaman, Fazureen, et al. "Heavy metal in fish: Analysis and human health-a review." *Jurnal Teknologi* 77.1. 2015.
- [2] Ozkantar, Nebiye, Mustafa Soylak, and Mustafa Tuzen. "Ultrasonic-assisted supramolecular solvent liquid-liquid microextraction for inorganic chromium speciation in water samples and determination by UV-vis spectrophotometry." *At. Spectrosc* 41.1 43-50. 2020.
- [3] Ghiasi, A., & Malekpour, A. Octyl coated cobalt-ferrite/silica core-shell nanoparticles for ultrasonic assisted-magnetic solid-phase extraction and speciation of trace amount of chromium in water samples. *Microchemical Journal*, 154, 104530, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2019.104530>
- [4] Yuniar, Y., & Nuraini, S. Penentuan Limit Deteksi Metode Pengujian Logam Cd Dan Pb Dalam Air Secara SSA-NYALA. *Jurnal Temapela*, 2(2) , 102-105. 2019.
- [5] Muslimah, L. D., & Zaharah, T. A. Prekonsentrasi Timbal (II) pada Air Sungai Kapuas Menggunakan Kitosan Terimobilisasi Ditizon. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 4(3). 2015.
- [6] Kristianto, S., Wilujeng, S., & Wahyudiarto, D. Analisis logam berat kromium (Cr) pada Kali Pelayaran sebagai bentuk upaya pe-nanggulang pencemaran lingkungan di wilayah Sidoarjo. *Jurnal Biota*, 3(2) ,66-70. 2017.
- [7] Altunay, N., & Gürkan, R. Separation/preconcentration of ultra-trace levels of inorganic Sb and Se from different sample matrices by charge transfer sensitized ion-pairing using ultrasonic-assisted cloud point extraction prior to their speciation and determination by hydride generation AAS. *Talanta*, 159, 344–355. 2016 <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2016.06.054>
- [8] Nomngongo, P. N., Ngila, J. C., Kamau, J. N., Msagati, T. A., Marjanovic, L., & Moodley, B. Pre-concentration of trace elements in short chain alcohols using different commercial cation exchange resins prior to inductively coupled plasma-optical emission spectrometric detection. *Analytica Chimica Acta*, 787, 78-86. 2013.
- [9] Nuraini, S., Yanti, H., & Hartawan, H. Penggunaan Ultrasonik Untuk Prekonsentrasi Logam Pb Dengan Metode SSA. *Jurnal Penelitian Sains*, 24(1), 38-42. 2022.
- [10] Nuraini, S. N., & Yanti, H. Pengaruh berat resin dan konsentrasi eluen terhadap prekonsentrasi logam Pb menggunakan resin DOWEX 50WX2-200 dengan me-

tode SSA di Laboratorium Pengujian Terpadu Fmipa Universitas Sriwijaya. *Jurnal Penelitian Sains*, 23(2), 96-101. 2021

- [11] Tunçeli, A., & Türker, A. R. Speciation of Cr (III) and Cr(VI) in water after preconcentration of its 1, 5-diphenylcarbazone complex on amberlite XAD-16 resin and determination by FAAS. *Talanta*, 57(6), 1199-1204. 2002.

- [12] Gugushe, A. S., Mpupa, A., & Nomngongo, P. N. 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. 2019. _____