

PENENTUAN KADAR TEMBAGA (II) PADA SAMPEL MENGGUNAKAN SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA) PERKIN ERLMER ANALYST 100 METODE KURVA KALIBRASI

Dian Farkhatas Solikha

Akademi Minyak dan Gas (AKAMIGAS) Balongan

Email : farkatussolikhadian@gmail.com

Abstrak

Pengujian kadar Cu (II) dapat dilakukan dengan menggunakan alat uji Spektroskopi Serapan Atom (SSA) metode kurva kalibrasi, pada penelitian kali ini digunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Perkin Erlmer Analyst 100. Sampel yang digunakan terdiri atas dua sampel yaitu sampel 1 dan sampel 2, analisis dilakukan duplo. Sedangkan Larutan deret standar yang digunakan terdiri atas enam konsentrasi dimana masing-masing konsentrasinya adalah 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm. Berdasarkan pengujian SSA didapatkan absorbansi pada 5 ppm sebesar 0,160 ; 10 ppm sebesar 0,334 ; 15 ppm sebesar 0,532 ; 20 ppm sebesar 0,589 ; 25 ppm sebesar 0,712 ; sampel 1 sebesar 0,543 dan sampel 2 sebesar 0,549. Terdapat penyimpangan pada larutan standar 15 ppm dikarenakan penyimpangan dalam hal syarat konsentrasi dan penyimpangan dalam hal syarat kimia. Kadar Cu (II) dalam sampel diperoleh sebesar 18,3 ppm pada sampel 1 dan pada sampel 2 sebesar 18,1 ppm, diperoleh menggunakan metode kurva kalibrasi.

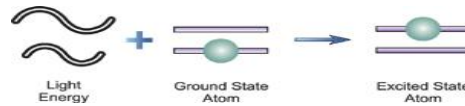
Kata kunci: Tembaga (II), SSA, Kurva Kalibrasi, Larutan Standar, Sampel 1, Sampel 2

Pendahuluan

. Peristiwa serapan atom pertama kali diamati oleh Fraunhofer, ketika menelaah garis-garis hitam pada spektrum matahari. Pentingnya garis-garis ini baru dipahami pada tahun 1859, ketika kirchhof menerangkan asal-usulnya setelah mengamati gejala yang serupa di laboratorium. Sedangkan yang memanfaatkan prinsip serapan atom pada bidang analisis adalah seorang Australia bernama Alan Walsh pada tahun 1955. Sebelumnya ahli kimia banyak tergantung pada cara-cara spektrofotometrik atau analisis spektrografik. Beberapa cara ini sulit dan memakan waktu, kemudian digantikan dengan spektroskopi serapan atom. Metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah.

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah suatu teknik analisis yang digunakan untuk menentukan kadar suatu logam dalam suatu senyawa dengan mengatomisasinya terlebih dahulu. Atomisasi dapat dilakukan dengan nyala.

Metode SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom, yang berakibat suatu atom pada keadaan dasarnya, dinaikkan ke tingkat energi eksitasi.



Gambar 1.1 Proses absorpsi cahaya oleh atom

Penjelasannya adalah sebagai berikut atom-atom menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya, dengan absorpsi energi maka akan diperoleh lebih banyak energi, kemudian suatu atom pada keadaan dasar dinaikkan tingkat energinya ke tingkat eksitasi. Logam akan mengabsorpsi energi cahaya, cahaya yang diabsorpsi spesifik sekali untuk tiap unsur, yaitu sesuai dengan energi emisi dari unsur tersebut.

Setiap alat SSA terdiri atas komponen-komponen berikut :

1. Sumber radiasi

Fungsi dari sumber sinar adalah memberikan radiasi sinar pada atom-atom netral hingga terjadi absorpsi, yang diikuti peristiwa eksitasi atom. Sumber sinar biasanya diperoleh dari lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp_HCl*) yang memberikan energi sinar yang khas untuk setiap atom. HCL dapat berupa unsur tunggal atau kombinasi beberapa unsur (Ca, Mg, Al, Fe, Mn, Cu, Zn, Pb, dan Sn).



Gambar 1.2 *Hollow Cathode Lamp_HCl*

2. Unit atomisasi (Atomiser nyala)

Tujuan Atomisasi : untuk mendapatkan atom-atom netral Atomisasi dapat dilakukan dengan nyala api (paling banyak digunakan) atau tanpa nyala api. Tahap pembentukan atom dari larutan zat dapat dilakukan dengan 3 cara sebagai berikut :

a. Memakai nyala (pembakar)

Prosesnya adalah larutan dikabutkan terlebih dahulu sebelum dimasukkan ke pembakar atau burner. Kemudian udara bertekanan (kompresor) sebagai oksidan ditiupkan ke dalam ruang pengkabut (nebulizer) sehingga akan mengisap larutan sampel dan membentuk aerosol. Kabut halus dari aerosol kemudian dicampur dengan bahan bakar diteruskan ke pembakar, sedangkan butir-butir yang besar akan mengalir ke luar melalui pembuangan (waste).

Pemakaian nyala (pembakar) mempunyai keuntungan dan kekurangan sebagai berikut :

- Keunggulan
 - memberikan hasil-hasil yang bagus
 - mudah cara kerjanya
- Kekurangan
 - efisiensi pengatoman di dalam nyala rendah, sehingga membatasi tingkat kepekaan analisis yang dapat dicapai
 - penggunaan gas yang banyak, bahaya ledakan
 - jumlah sampel yang diperlukan relatif banyak

b. Tanpa nyala (memakai tungku grafit)

Prosesnya dimulai dengan memanaskan tungku grafit dengan listrik (*electrical thermal*). Suhu dari tungku dapat diprogram sehingga pemanasan larutan dilakukan secara bertahap:

- * tahap pengeringan (desolvasi)
- * tahap pengabuan (volatilisasi, dissosiasi)
- * tahap pendinginan
- * tahap atomisasi

Pemakaian tungku grafit mempunyai keuntungan dan kekurangan sebagai berikut :

- Keunggulan
 - sensitivitas lebih baik. Limit deteksi dapat mencapai 100-1000 kali lebih kecil dari sistem nyala api.

- sering dapat digunakan untuk analisa renik dengan kadar kurang dari 10 $\mu\text{g/L}$
 - suhu dapat diatur, sehingga sampel yang dijadikan atom lebih banyak
 - jumlah sampelnya sedikit (5 μL)
 - cara penyiapan sampel sederhana. Sampel yang mengandung asam-asam pekat, larutan kental, larutan organik serta cairan dengan kandungan zat padat cukup tinggi dapat langsung dianalisis
 - kepekaan lebih baik dari cara nyala
 - Kekurangan
 - perlu keterampilan khusus untuk pengoperasiannya
 - kemungkinan terbentuk senyawa karbida yang sulit diuraikan. Hal ini sudah mulai dikurangi dengan cara melapisi dengan grafit pirolisis
- c. Tanpa panas (dengan penguapan)
- Metode ini digunakan untuk menetapkan raksa (Hg), karena raksa pada suhu biasa mudah menguap dan berada dalam keadaan atom bebas.

3. Sistem Optik

Fungsi sistem optik adalah memfokuskan sinar dari sumber sinar, mengarahkannya kepada sampel dan kemudian meneruskannya ke monokromator sampai ke detektor.

4. Monokromator

Fungsi dari monokromator adalah mengisolasi sinar yang diperlukan (salah satu atau lebih garis-garis resonansi dengan λ tertentu) dari sinar (spektrum) yang dihasilkan oleh lampu katoda berongga, dan meniadakan λ yang lain. Peralatan yang digunakannya adalah cermin, lensa, filter, prisma atau kisi difraksi. Monokromator yang digunakan harus mampu memberikan resolusi yang terbaik, umumnya mempunyai resolusi 0,2 nm.

5. Detektor

Fungsi dari detektor adalah menentukan intensitas radiasi foton dari garis resonansi yang keluar dari monokromator dan mengubahnya menjadi arus listrik. Biasanya menggunakan tabung pengganda foton (*photo multiplier tube*). Syarat dari detektor adalah harus peka terhadap cahaya.

Tenaga listrik yang dihasilkan dari detektor diteruskan ke amplifier, kemudian ke sistem pembacaan, dimana skala yang dibaca dapat dalam satuan % T atau absorbansi

6. Amplifier

Berfungsi sebagai penguat sinyal listrik yang dihasilkan oleh detektor.(Underwood, 2002) Proses pengerjaan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dapat dijelaskan sebagai berikut :



Gambar 1.3 Alat spektrofotometri serapan atom (SSA)

Metode Penelitian

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode pengujian sample menggunakan alat Alat spektrofotometri serapan atom (SSA) dengan metode analisis kurva kalibrasi untuk mengetahui kandungan tembaga (II). Berikut ini adalah penjelasan dari pengujian yang dilakukan :

1. Alat dan bahan

a. Alat

- Gelas Kimia 100 mL
- Batang Pengaduk
- Labu Takar 100 mL
- Labu Takar 50 mL
- Labu Takar 25 mL
- Pipet Ukur
- Corong
- Statif Corong

- Pipet Tetes
 - Alat SSA Perkin Erlmer Analyst 10
- b. Bahan
- Larutan HNO₃ 1 M
 - Aquades
 - H₂O₂ 30 %
 - Larutan Stock
 - Larutan Uji
2. Prosedur Kerja

Berikut ini adalah prosedur pengujian yang dilakukan :

a. Pembuatan Larutan Blanko

Diambil 0,3125 ml HNO₃ dengan konsentrasi 16 M ke dalam labu takar 10 ml lalu ditambahkan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

b. Pembuatan Larutan Kerja Tembaga (II)

Larutan kerja tembaga (II) dibuat dalam konsentrasi 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm (untuk jumlah volum dapat dilihat di tabel D.1) dan diambil dari larutan stock. Larutan kerja tembaga (II) dalam masing-masing konsentrasi (kecuali untuk konsentrasi 5 ppm dimasukan ke dalam labu takar 50 ml) dimasukan ke dalam labu takar 25 ml lalu ditandabatkan menggunakan larutan blanko.

Tabel 2.1 Konsentrasi dan Volume Larutan Kerja Tembaga (II)

Konsentrasi (ppm)	Volume (mL)
5	0,25
10	0,25
15	0,375
20	0,5
25	0,625

3. Preparasi Sampel

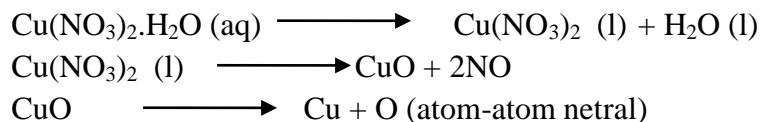
25 ml contoh uji diambil secara duplo dan dimasukan ke dalam labu takar 50 ml. kemudian ditepatkan pH contoh uji sampai 2 dengan cara menambahkan larutan HNO₃ 1M kemudian tepatkan volume sampai dengan 50 ml dengan cara menambahkan aquades. Jika masih ada yang tidak larut maka disaring menggunakan kertas saring whatmann.

Hasil dan Pembahasan

Pada penelitian yang dilakukan penentuan konsentrasi Cu (II) dalam suatu sampel menggunakan instrumen spektroskopi serapan atom dengan metode analisis kurva kalibrasi. Metode kurva kalibrasi digunakan karena dianggap tidak ada gangguan.

Larutan deret standar yang digunakan terdiri atas enam konsentrasi dimana masing-masing konsentrasinya adalah 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm. Spada pembuatan larutan sampel dilakukan penambahan asam nitrat (HNO₃) sehingga kondisi pH=2 yang bertujuan agar tidak terjadi hidrolisis dan logamnya larut (tidak mengendap), viskositas yang tinggi, tegangan permukaan, dan tekanan uap pelarut meninggi sehingga proses analisis akan efisien.

Seiring dengan pemberian tegangan pada arus tertentu (22 mA) maka logam pun mulai memijar dan atom-atom logam katodanya akan teruapkan (proses atomisasi). Proses atomisasi sendiri bertujuan untuk mendapatkan atom-atom netral. Proses pembentukan atom Cu dari Cu(NO₃)₂ adalah sebagai berikut:



Kemudian setelah terjadi proses atomisasi maka atom yang tereksitasi akan mengemisikan radiasi pada panjang gelombang tertentu (324,8 nm). Berikut akan dipaparkan pengaturan alat yang dilakukan :

Panjang gelombang	: 324,8 nm
Kuat arus	: 22 Ma
Lebar Split	: 0,7 nm
Fuel : Oksidan	: 2 : 4
Lama Pembacaan	: 0,7 detik
Pengulangan Pembacaan	: 3 kali

Larutan standar dan sampel yang diaspirasikan kedalam nyala api akan mengalami reaksi yang urutannya sebagai berikut : desolvasi, volatilisasi, dan disosiasi. larutan garam → padatan bermuatan → gas bermuatan → gas tidak bermuatan (atom-atom netral) Atau



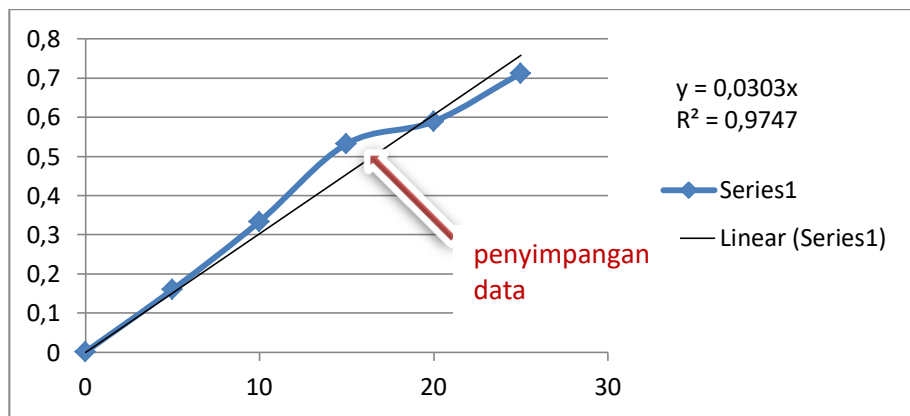
Bahan bakar yang digunakan pada instrumen spektroskopi serapan atom ini adalah asetilen dan udara yang menghasilkan suhu 2300⁰C, pemilihan bahan bakar ini disesuaikan dengan logam yang akan dianalisis. Katoda lamp (hollow katode) yang digunakan adalah Cu, karena logam yang akan dideteksi adalah logam Cu. Katoda lamp ini merupakan sumber energi yang menghasilkan cahaya emisi. Cahaya emisi ini terjadi karena adanya perpindahan elektron ketika arus listrik dialirkan.

Setelah proses penganalisaan menggunakan instrumen spektroskopi serapan atom maka didapatkan data absorbansi dari larutan deret standar dan sampel duplo. Data percobaan tersebut seperti yang tertulis pada tabel di bawah ini :

Tabel 3.1 Data percobaan

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0,001
5	0,160
10	0,334
15	0,532
20	0,589
25	0,712
Sampel 1	0,543
Sampel 2	0,549

Bedasarkan data di atas dapat ditentukan konsentrasi dari tembaga (II) dengan cara memplotkan data absorbansi dan terhadap konsentrasi sebagai berikut :



Maka konsentrasi dari tembaga (III) dalam larutan contoh uji

$$\begin{aligned} \text{Sampel 1 :} \quad & y = 0,030 x \\ 0,549 &= 0,030 x \\ x &= 18,3 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{sampel 2 :} \quad & y = 0,030 x \\ & 0,543 = 0,030 x \\ & x = 18,1 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Secara teoritik untuk mendapatkan kurva kalibrasi yang lurus perlu diperhatikan absorbansi pada panjang gelombang tersebut harus memenuhi rentang 0,2-0,8 agar memenuhi hukum lambert-beer. Jika ditinjau dari ketercapaian rentang tersebut maka pada percobaan yang dilakukan secara keseluruhan data yang didapat memenuhi rentang tersebut namun secara fakta terdapat penyimpangan yang ditunjukkan pada grafik diatas (yang ditunjukkan oleh tanda panah merah). Hipotesis yang kami ajukan mengenai penyimpangan tersebut adalah dikarenakan adanya penyimpangan hukum lambert-beer yang terjadi akibat faktor selain pemenuhan rentang 0,2-0,8 tersebut, yaitu:

1. Penyimpangan dalam hal syarat konsentrasi

Hukum lambert-beer sangat baik untuk larutan encer . Pada percobaan yang telah dilakukan kemungkinan penyimpangan terjadi karena syarat larutan encer tersebut tidak tercapai. Sehingga jarak rata-rata diantara zat-zat pengabsorpsi menjadi kecil sehingga masing-masing zat mempengaruhi distribusi muatan tetangganya. Interaksi tersebut akan mengubah kemampuan untuk mengabsorpsi cahaya pada panjang gelombang yang telah ditentukan.

Kemungkinan kedua dari penyimpangan dalam hal syarat konsentrasi adalah mengenai konsentrasi zat pengabsorpsi yang rendah namun konsentrasi zat non-pengabsorpsi yang tinggi, terutama elektrolit. Interaksi elektrostatis ion-ion yang berdekatan dengan zat pengabsorpsi akan mempengaruhi harga molar absorptivitas.

2. Penyimpangan dalam hal syarat kimia

Zat pengabsorpsi harus dalam keadaan tidak terdisosiasi, berasosiasi, atau bereaksi dengan pelarut menghasilkan suatu produk pengabsorpsi spektrum yang berbeda dari zat yang dianalisis.

Sedangkan pada percobaan yang dilakukan dengan menggunakan spektrometri serapan atom dalam pengerjaannya dapat terjadi beberapa gangguan diantaranya :

- Pengendapan Unsur yang akan dianalisa yang disebabkan oleh hidrolisis ion-ion logam dalam air dan bereaksi dengan anion lain
- Jumlah cuplikan dan standar yang mencapai nyala tidak sama yang disebabkan adanya perbedaan sifat-sifat fisik larutan cuplikan dan larutan standar. Jika

larutan cuplikan mempunyai viskositas atau tegangan permukaan yang berbeda nyata dengan standard, maka jumlah larutan yang teraspirasi kedalam ruang pencampur akan berbeda.

- Dengan demikian jumlah yang sampai ke dalam nyala berbeda, sehingga jumlah atom yang terbentukpun akan berbeda, akibatnya absorbansi yang terukur tidak akan menunjukkan korelasi antara standar dan cuplikan.
- Terjadinya ionisasi atom-atom didalam nyala yang akan mengurangi intensitas pancaran garis spektrum atom di dalam spektroskopi serapan.

Kesimpulan

Berdasarkan pada percobaan yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Konsentrasi tembaga (II) pada sampel 1 = 18,3 ppm dan pada sampel 2 = 18,1 ppm
2. Terdapat dua penyimpangan pada pengujian yang dilakukan yaitu penyimpangan dalam hal syarat konsentrasi dan penyimpangan dalam hal syarat kimia.

BIBLIOGRAFI

A.L.Underwood and R.A. Day.2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Diterjemahkan oleh: Hilarius Wibi H dan Lemeda Simarmata. Jakarta : Erlangga

Hendayana,Sumar.1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang : IKIP Semarang Press.

Tim Kimia Analitik Instrumen.2009. *Penuntun Praktikum Kimia Analitik Instrumen*. Bandung : FPMIPA UPI.