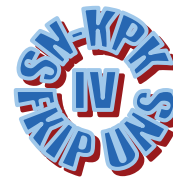


## MAKALAH PENDAMPING : PARALEL A



**SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA IV**  
"Peran Riset dan Pembelajaran Kimia dalam Peningkatan Kompetensi Profesional"  
Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS  
Surakarta, 31 Maret 2012



### EFEKTIVITAS *LIGHT EMITTING DIODE* (LED) SEBAGAI ALTERNATIF SUMBER SINAR PADA SISTEM *SOLID-PHASE SPECTROPHOTOMETRY* (SPS) UNTUK MIKROANALISIS Cr(VI) DALAM AIR ALAM

**Sarwendah RH<sup>1</sup> dan Sulistyo Saputro<sup>2\*</sup>**

1) Mahasiswa Prodi Pendidikan Kimia

2) Dosen Prodi Pendidikan Kimia

FKIP Universitas Sebelas Maret

Jl. Ir. Sutami No. 36A Ketingan, Surakarta-57126

\*Keperluan korespondensi : Telp. 081329196891, E-mail:sulistyo68@yahoo.com

#### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari: (1) Aplikasi LED sebagai alternatif sumber sinar dalam spektrofotometer sinar UV-Tampak sistem SPS, (2) Penentuan konsentrasi ion Cr(VI) dari mata air alam daerah *karst* Pracimantoro-Wonogiri. Penelitian ini menggunakan metode eksperimen. Sebagai sumber sinar digunakan LED tipe *day light*. Efektifitas penggunaan LED diperoleh dengan membandingkan 2(dua) parameter hasil analisis Cr(VI) dalam sampel air alam yang diukur menggunakan sinar *tungsten-halogen lamp* (TH2100L). Parameter yang dibandingkan adalah batas deteksi, dan *recovery*. Sampel dianalisis dengan cara menambahkan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 M, larutan DPC 0,25%, dan resin Muromac AG 50W sebanyak 0,06 ml. Hasil penelitian menunjukkan: (1) LED efektif untuk diaplikasikan sebagai sumber sinar dalam spektrofotometer sinar UV-Tampak sistem SPS, untuk pengukuran ion Cr(VI) dengan harga *recovery* 97,4 - 101,7% dan batas deteksi sebesar 0,037±0,012, (2) Konsentrasi Cr(VI) dalam ketiga sampel air alam yaitu Tritis, Mbeton dan Sambiroto tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan, berturut-turut yaitu 0,05 µg/L, 0,43 µg/L dan 0,16 µg/L, yang diukur dengan LED. Sedangkan yang terukur dengan sinar *tungsten-halogen lamp* yaitu 0,03 µg/L, 0,45 µg/L, dan 0,17 µg/L.

**Kata Kunci:** LED, SPS, Cr(VI), air alam daerah karst

#### PENDAHULUAN

Kromium merupakan salah satu elemen berbahaya di permukaan bumi dan dijumpai dalam kondisi oksida antara Kromium(II) sampai Kromium(VI). Di perairan, Kromium terdapat sebagai Cr(III) dan Cr(VI) dalam bentuk terlarut dengan konsentrasi sangat kecil yaitu µg/L. Kromium valensi tiga memiliki sifat racun yang rendah dibanding dengan valensi enam [1,2,8]. Masuknya Cr ke dalam tubuh manusia dapat melalui makanan dan

minuman yang akhirnya tertumpuk di liver dan ginjal secara bersamaan dan dalam waktu yang panjang dan mengendap serta dapat menimbulkan kanker [2].

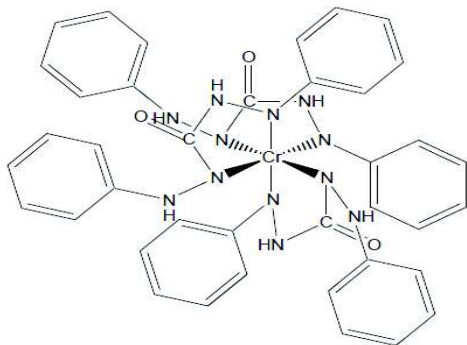
Berbagai metode analisis penentuan Kromium telah dilakukan. Salah satunya dengan metode *Neutron Activation Analysis* (NAA). Metode ini didasarkan pada aktivasi neutron dan memerlukan sumber neutron. Sampel yang akan dianalisis tersebut dibombardir dengan neutron, sehingga unsur-unsurnya membentuk isotop radioaktif. Meskipun metode ini tidak

akan merusak sampel. tetapi teknik ini sangat mahal dan membutuhkan waktu relative lama (5-6 minggu). Selain NAA, metode lain yang ikut dikembangkan adalah Spektroskopi Serapan Atom(SSA). Akan tetapi batas deteksi Kromium dengan SSA hanya 0,05-0,1 mg/L, sedangkan keberadaan Kromium di alam sangat kecil. Selain itu SSA tidak bisa menganalisis spesies Kromium, sebagai Cr(III) atau Cr(VI) karena keduanya membentuk atom Cr di dalam nyala [3].

#### Solid-Phase

*Spectrophotometry*(SPS). SPS adalah suatu metode analisis zat dimana penyerapan cahaya dilakukan oleh zat kimia target yang telah terakumulasi dalam fasa padat [4]. Metode ini mampu digunakan untuk menganalisis ion logam hingga dalam orde  $\mu\text{g/L}$ . Sehingga metode ini lebih sensitif jika dibandingkan dengan metode konvensional yang menggunakan instrumentasi mahal.

Berdasarkan *standard for water and waste water analysis of Chromium(VI)*, penentuan konsentrasi Cr(VI) dilakukan dengan penambahan *Diphenylcarbazida*(DPC), yaitu suatu reagen yang sangat baik untuk *coloring agent* dalam penentuan Cr(VI) dalam orde  $\mu\text{g/L}$ . DPC dengan Cr(VI) dalam asam akan membentuk senyawa kompleks *diphenylcarbazone* dan memberikan larutan berwarna merah violet [5,8].



Gambar 1. Struktur Kromium difenil karbazida

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari aplikasi LED sebagai alternatif sumber sinar dalam spektrofotometer sinar UV-Tampak sistem SPS dan untuk menentukan konsentrasi ion Cr(VI) dari mata air alam daerah karst Pracimantoro, Kabupaten Wonogiri.

LED adalah suatu semikonduktor yang memancarkan cahaya monokromatik, memiliki dua kaki yaitu anoda (kutub negatif) dan katoda (kutub positif), yang membuat dioda ini mampu berpendar

layaknya sumber cahaya seperti bohlam, dengan dialiri arus listrik dari baterai.

Selama ini, analisis dengan spektrofotometer lebih banyak dilakukan di laboratorium. Padahal ada beberapa variabel pengukuran yang memberikan hasil berbeda apabila tidak diukur secara langsung, misalnya pengukuran suhu, pH, dan lain-lain. Selain itu, kondisi daerah *sampling* pun turut berpengaruh, misalnya tidak adanya sumber arus listrik dapat menjadi penghambat dilakukannya analisis. Untuk itu perlu dicari alternatif sumber sinar agar analisis dengan spektrofotometer UV-tampak dapat dilakukan. Dalam penelitian ini digunakan LED sebagai salah satu alternatif sumber sinar dalam analisis dengan spektrofotometri UV-Tampak.

## PROSEDUR PERCOBAAN

### Bahan

Semua bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *analytical grade*(p.a). Larutan standar Cr(VI) 100 mg/L yang digunakan berasal dari Wako, Jepang. Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M dibuat dengan mengencerkan 2ml larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dengan akuades sampai volumenya 72 ml. Larutan DPC 0,25% dibuat dengan menimbang secara teliti 0,25 gram DPC kemudian dilarutkan dalam 100 ml aseton, kemudian diaduk hingga DPC larut sempurna. Resin penukar ion yang digunakan adalah Muromac AG 50W dari Wako, Jepang.

### Instrumen

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi satu unit spektrofotometer sinar UV-Tampak merk K-MAC Lab Junior(Satoda Science, Jepang), *black cell*(FLM 220 B-B-3 dari GL sciences, Tokyo), pH meter (HM-14P TOA DKK), *filtering unit*cellulosa acetat 20  $\mu\text{m}$  (Advantec), *aliquotting device* yang dirangkai menggunakan *syringe*, pipa kapiler teflon dan perangkat lain yang digunakan untuk mengambil resin sebanyak 0,06 ml dan botol *polytetraflouroethylene*(PTFE) sebagai tempat sampel [6].

### Prosedur pembuatan kurva kalibrasi Cr(VI)-DPC dengan LED

Larutan standar Cr(VI) dengan konsentrasi 1  $\mu\text{g/L}$ , 2  $\mu\text{g/L}$  dan 4  $\mu\text{g/L}$  masing-masing diambil 20 ml. Kemudian ditambahkan 1 ml larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M, 1 ml larutan DPC dan 0,06 ml resin. Kemudian distirer selama 20 menit dan

selanjutnya dianalisis menggunakan spektrofotometer sinar UV-tampak dengan panjang gelombang 540 nm dan panjang gelombang 682 nm. Kemudian diambil selisih absorbansi dari kedua panjang gelombang tersebut yang dinyatakan sebagai harga  $\Delta A$ , sehingga penentuan  $\Delta A$  dapat dirumuskan sebagai  $\Delta A = A_{540\text{nm}} - A_{682\text{nm}}$ . Harga  $\Delta A$  yang diperoleh kemudian diplotkan sehingga terbentuk satu kurva kalibrasi Cr(VI)-DPC.

#### Prosedur penentuan spesi Cr(VI) dalam sampel

Larutan sampel masing-masing diambil 20 ml. Kemudian ditambahkan 1 ml larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M, 1 ml larutan DPC dan 0,06 ml resin. Kemudian distirer selama 20 menit dan selanjutnya dianalisis menggunakan spektrofotometer sinar UV-tampak dengan panjang gelombang 540 nm dan panjang gelombang 682 nm. Kemudian diambil selisih absorbansi dari kedua panjang gelombang tersebut yang dinyatakan sebagai harga  $\Delta A$ , sehingga penentuan  $\Delta A$  dapat dirumuskan sebagai  $\Delta A = A_{540\text{nm}} - A_{682\text{nm}}$ . Harga  $\Delta A$  yang diperoleh akan disubstitusikan ke dalam persamaan kurva standar Cr(VI) sehingga diperoleh kadar spesi Cr(VI) dalam sampel.

#### Prosedur penentuan batas deteksi dan recovery

Larutan blanko (akuades) diambil 20 ml. Kemudian ditambahkan 1 ml larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M, 1 ml larutan DPC dan 0,06 ml resin. Kemudian distirer selama 20 menit dan selanjutnya dianalisis menggunakan spektrofotometer sinar UV-tampak dengan panjang gelombang 540 nm dan panjang gelombang 682 nm. Kemudian diambil selisih absorbansi dari kedua panjang gelombang tersebut yang dinyatakan sebagai harga  $\Delta A$ , sehingga penentuan  $\Delta A$  dapat dirumuskan sebagai  $\Delta A = A_{540\text{nm}} - A_{682\text{nm}}$ . Harga  $\Delta A$  yang diperoleh akan disubstitusikan ke dalam persamaan kurva standar Cr(VI) sehingga diperoleh kadar blanko. Penentuan standar deviasi relatif (RSD) dilakukan untuk menentukan harga batas deteksi yang dirumuskan sebagai  $\text{LOD} = 3 \cdot \text{RSD}$ .

Pengukuran *recovery* dilakukan dengan metode penambahan baku (*standard addition method*) yaitu dengan cara menambahkan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 M, larutan DPC 0,25% dan resin Muromac AG 50W sebanyak 0,06 ml pada larutan standar sampel yang sudah diketahui konsentrasinya. Larutan standar sampel

dibuat dengan mengencerkan larutan standar Cr(VI) pada konsentrasi 0,2  $\mu\text{g/L}$ , 0,4  $\mu\text{g/L}$  dan 0,8  $\mu\text{g/L}$ . Dalam hal ini, pengencernya adalah sampel ketiga, yaitu air alam dari mata air Sambiroto.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengambilan sampel air alam

Sampel air alam yang digunakan berasal dari 3 mata air yang berbeda. Mata air Tritis (sampel P1) dan mata air Mbeton (sampel P2) terletak kurang lebih 0,5 km dari kota di Kecamatan Pracimantoro ke arah utara. Mata air ketiga adalah mata air Sambiroto (P3), letaknya sedikit lebih jauh dari kedua mata air yang lain, yaitu kurang lebih 1,5 km dari Pracimantoro ke arah timur. Pada waktu pengambilan sampel air alam, dilakukan pengukuran suhu dan pH dari masing-masing mata air seperti yang terdapat pada Tabel 1. Selain itu dilakukan penyaringan dengan *filtering unit* (cellulosa acetat) untuk menghilangkan partikel koloid kemudian dimasukkan dalam botol PTFE.

### Pembuatan kurva kalibrasi Cr(VI)-DPC dengan LED

Harga  $\Delta A$  yang diperoleh baik dengan *tungsten halogen lamp* maupun dengan LED diplotkan, sehingga terbentuk satu kurva kalibrasi Cr(VI)-DPC seperti pada Gambar 2. Hasil kurva tersebut menunjukkan *linieritas* kurva, nampak dari harga  $R^2$  yaitu 0,985 yang terukur menggunakan LED, sedangkan yang menggunakan *tungsten halogen lamp* sebesar 0,986 (Gambar 3). Selain itu, harga kemiringan kurva (*slope*) dapat ditentukan dari persamaan  $y = mx + c$ , dimana  $m$  adalah *slope* yang berarti bahwa semakin besar harga *slope*, maka alat tersebut semakin sensitif.

### Penentuan spesi ion kromium dalam air alam

Hasil percobaan diperoleh spesi ion kromium dalam sampel air alam, baik menggunakan sinar *tungsten-halogen lamp* maupun LED dapat dilihat pada Tabel 2. Konsentrasi Cr(VI) dalam ketiga sampel air alam yaitu Tritis, Mbeton dan Sambiroto tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan, berturut-turut yaitu 0,05  $\mu\text{g/L}$ , 0,43  $\mu\text{g/L}$  dan 0,16  $\mu\text{g/L}$ , yang diukur dengan LED. Sedangkan yang terukur dengan sinar *tungsten-halogen lamp* yaitu 0,03  $\mu\text{g/L}$ , 0,45  $\mu\text{g/L}$ , dan 0,17  $\mu\text{g/L}$ .

Hal ini menunjukkan bahwa LED mampu dijadikan alternatif sumber sinar dalam analisis menggunakan

spektrofotometer UV-Tampak. Intensitas LED perlu diperhatikan karena akan berpengaruh terhadap serapan. Intensitas cahaya adalah ukuran dari sinar yang dipancarkan oleh suatu sumber cahaya pada arah tertentu, yang dinyatakan dalam Candela(CD). Setiap sumber cahaya akan memiliki intensitas cahaya berbeda untuk arah yang berbeda. Semakin fokus sinar LED yang digunakan sebagai sumber cahaya, maka intensitasnya pun akan semakin besar karena *angle beam* akan semakin sempit.

#### Penentuan batas deteksi dan recovery

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Penentuan batas deteksi suatu metode berbeda-beda tergantung pada metode analisis itu menggunakan instrumen atau tidak. Pada analisis yang tidak menggunakan instrumen batas tersebut ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sampel pada pengenceran bertingkat. Pada analisis instrument, batas deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blangko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku respon blangko [7]. Hasil percobaan diperoleh harga batas deteksi sebesar  $(0,023 \pm 0,008)$  terukur menggunakan sinar *tungsten-halogen lamp*, sedangkan yang terukur dengan LED sebesar  $(0,037 \pm 0,012)$ .

*Recovery* adalah persen perolehan kembali analit yang ditambahkan. *Recovery* dinyatakan sebagai rasio antara hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya. Biasanya persyaratan untuk *recovery* adalah tidak boleh lebih dari 5% [7]. Hasil percobaan diperoleh *recovery* dapat dilihat pada Tabel 3. Berdasarkan tabel tersebut diperoleh *recovery* sebesar 98 – 102% terukur menggunakan sinar *tungsten-halogen lamp*, sedangkan yang terukur dengan LED sebesar 97 – 101%. Jika suatu metode analisis menunjukkan *recovery* yang baik, maka akan menunjukkan akurasi yang baik pula. Dimana akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya [7].

#### Aplikabilitas LED untuk pengukuran on-site

LED tipe *daylight* dengan intensitas 27000 mcd, yang dihubungkan dengan dua resistor untuk menghasilkan arus konstan

20 mA. Dengan 6 buah baterai Ni-MH 12 volt akan menghasilkan arus listrik bagi LED sehingga spektra tetap dapat digunakan untuk analisis Cr(VI) daerah *visible(daylight)*.

## KESIMPULAN

LED efektif untuk diaplikasikan sebagai sumber sinar dalam spektrofotometer sinar UV-Tampak sistem SPS, untuk pengukuran ion Cr(VI) dengan harga *recovery* 97,4 - 101,7% dan batas deteksi sebesar  $0,037 \pm 0,012$ . Konsentrasi Cr(VI) dalam ketiga sampel air alam yaitu Tritis, Mbeton dan Sambiroto tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan, berturut-turut yaitu 0,05 µg/L, 0,43 µg/L dan 0,16 µg/L, yang diukur dengan LED. Sedangkan yang terukur dengan sinar *tungsten-halogen lamp* yaitu 0,03 µg/L, 0,45 µg/L, dan 0,17 µg/L.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kami ucapkan kepada laboratorium kimia prodi pendidikan kimia Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Sub Lab Kimia Laboratorium Pusat MIPA Universitas Sebelas Maret Surakarta dan seluruh pihak yang turut berperan dalam penelitian ini.

## DAFTAR RUJUKAN

- [1] Suhendrayatna, 2001, Bioremoval Logam Berat dengan Menggunakan Mikroorganisme: Suatu Kajian Kepustakaan. Seminar on-air Bioteknologi Untuk Indonesia Abad 21, Sinergy Forum-PPI Tokyo Institute of Technology 1-14 February 2001.
- [2] YC. Danarto, 2007, Kinetika Adsorpsi Logam Berat Cr(VI) dengan Adsorben Pasir yang Dilapisi Besi Oksida, *Ekuilbrium: UNS, Surakarta*.
- [3] Khopkar. S.M., 1990, Konsep Dasar Kimia Analitik, diterjemahkan oleh A.Saptoraharjo. cetakan 1. UI Press, Jakarta, 351-354.
- [4] Matsuoka S, Yu Nakatsu, Kô Takehara, Sulisty S dan Yoshimura K., 2006, *Anal Sci.*, 22, 1519-1524.
- [5] Sandell, E.B., 1959, *Colorimetric Determination Of Traces Of Metals Edisi Ke 3*. Interscience Publishers. New York.
- [6] Saputro S, Yoshimura K, Matsuoka S, Takehara K dan Narsito., 2009, *Anal Sci.*, 12:1445-50.

[7]Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya.:117-135.

[8]Dionex Application Note 26,"Determination of Dissolved

Hexavalent Chromium in Drinking Water, Groundwater, and Industrial Waste Water Effluents by Ion Chromatography.

## LAMPIRAN

Tabel 1. Hasil pengukuran suhu dan pH dalam sampel air alam

Sampel	Suhu /°C	pH
Sampel P1	28,1	6,86
Sampel P2	28,5	6,86
Sampel P3	28,3	6,86

Tabel 2. Hasil penentuan kadar Cr(VI) dalam sampel

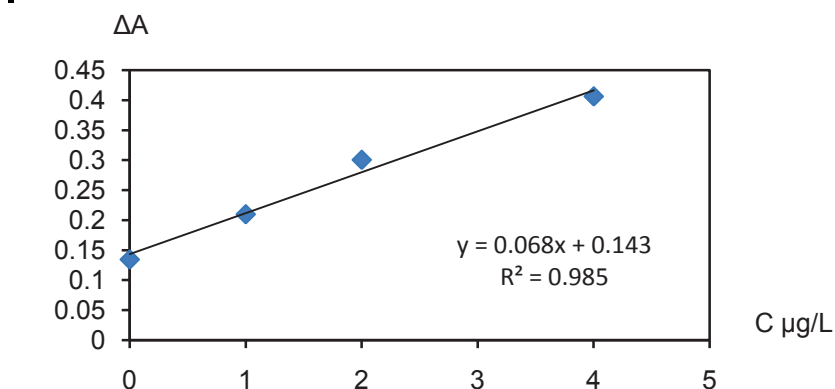
Sampel	[Cr(VI)] (µg/L)*	[Cr(VI)] (µg/L)**
Sampel P1	0.04	0.05
Sampel P2	0.45	0.43
Sampel P3	0.17	0.16

\* menggunakan *Tungsten Halogen-Lamp*

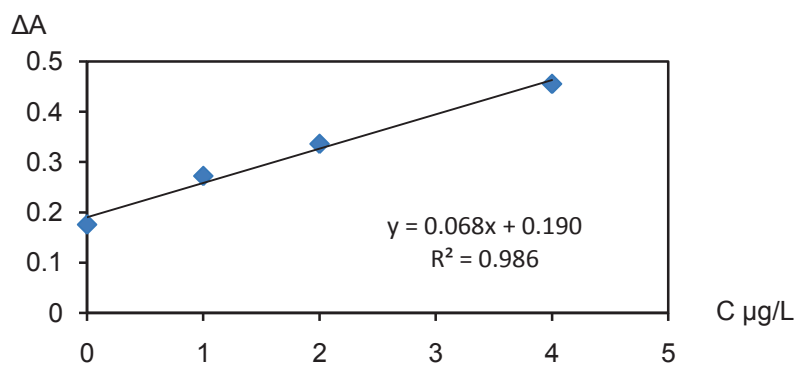
\*\* menggunakan *LED*

Tabel 3. Hasil penentuan % recovery

Sampel	Penambahan [Cr(VI)]	[Cr(VI)] terbaca (µg/L)	Recovery %
Sampel P3	0	0,16	-
	0,2 µg/L	0,38	101,7
	0,4 µg/L	0,57	99,3
	0,8 µg/L	0,95	97,4



Gambar 2. Kurva Kalibrasi Larutan standar Cr(VI)-DPC menggunakan LED



Gambar 3. Kurva Kalibrasi Larutan standar Cr(VI)-DPC menggunakan tungsten halogen-lamp