

PENETAPAN LOGAM TIMBAL SECARA SPEKTRFOTOMETRI SINAR TAMPAK**Imelda Fajriati, Eka Anastria Endah SW**

Program Studi Kimia Fak. Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.

Jl. Laksda Adi sucipto Yogya

Email: imel257_75@yahoo.co.id

Abstrak

Logam timbal merupakan salah satu logam berat yang sangat berbahaya bagi lingkungan. Keberadaan logam timbal dapat mencemari lingkungan air, tanah dan udara, sehingga sangat berbahaya bagi makhluk hidup yang ada disekitarnya. Teknik penetapan logam timbal yang paling sering digunakan adalah spektrofotometri serapan atom karena dianggap sebagai metode yang cepat dan akurat, tetapi penggunaan spektrofotometri serapan atom seringkali terjadi *background correction* serta ketersediaan Hollow Cathode Lamps Pb yang relatif mahal. Telah dilakukan penelitian dalam penetapan logam timbal secara spektrofotometri sinar tampak dengan pereaksi asam tartrat dan natrium sulfida. Analisis logam timbal secara spektrofotometri sinar tampak didasarkan pada pembentukan larutan berwarna biru kehitaman yang menyerap pada panjang gelombang 430 nm. Penelitian ini juga menentukan kondisi optimum yang meliputi konsentrasi pereaksi dan waktu pembentukan kompleks optimum, serta menentukan nilai ketepatan dan ketelitian. Hasil penelitian didapatkan, konsentrasi asam tartrat ($\text{HOOC}(\text{CHOH})_2\text{COOH}$) optimum adalah 1,5 M, penambahan volume Na_2S sebanyak 0,3 mL dengan waktu pembentukan senyawa kompleks maksimum selama 10 menit. Hasil penentuan ketepatan dan ketelitian pada konsentrasi timbal 100, 125 dan 150 ppm berturut-turut; 99,39% dan 99,87%, 99,57% dan 99,96%, 99,59% dan 99,92%. Dengan demikian, penetapan logam timbal secara spektrofotometri sinar tampak dapat menjadi metode alternatif dalam analisis logam timbal.

Keyword: Spektrofotometri sinar tampak, logam timbal, senyawa kompleks

PENDAHULUAN

Untuk melangsungkan kehidupan, air merupakan komponen terpenting setelah oksigen. Air merupakan pelarut yang sangat baik bagi banyak bahan, sehingga air merupakan media transport utama bagi zat-zat makanan dan produk buangan / sampah yang dihasilkan proses kehidupan. Oleh karena itu, air yang ada di bumi tidak pernah terdapat dalam keadaan murni, tetapi selalu ada senyawa atau mineral / unsur lain yang terdapat di dalamnya. Meskipun demikian tidak berarti bahwa semua perairan di bumi ini telah tercemar.

Dalam lingkungan perairan sering kali terdapat timbal karena kemudahan bagi logam ini untuk larut. Beberapa aktifitas manusia yang menggunakan bahan timbal misalnya produksi aki, pemakaian kendaraan bermotor dengan bahan bakar bensin, produksi solder serta beberapa sebab lain yang semakin mengakumulasi jumlah timbal yang mencemari lingkungan bertambah.

Dari uraian di atas sangat penting dikembangkan metode analisis penentuan timbal. Beberapa metode yang telah digunakan diantaranya adalah penetapan logam timbal secara Spektrofotometri Serapan Atom. Sebagai metode alternatif dari metode penentuan timbal diatas, telah dikembangkan metode lain yang pengerjaannya berdasarkan pembentukan senyawa berwarna untuk ditentukan secara spektrofotometri sinar tampak. Prinsip dasar

dari metode analisis secara spektrofotometri sinar tampak adalah pengukuran intensitas radiasi yang diserap oleh larutan berwarna. Zat yang menyerap warna atau panjang gelombang tertentu dari sinar tampak akan meneruskan warna komplementernya.

Keuntungan utama metode kolorimetri atau spektrofotometri sinar tampak adalah metode ini memberikan cara sederhana untuk menetapkan kuantitas zat yang sangat kecil. Batas atas metode kolorimetri pada umumnya adalah penetapan konstituen yang ada dalam kuantitas kurang dari 1 atau 2 persen. Pengembangan kolorimeter fotolistrik yang tidak mahal menyebabkan cabang analisis kimia instrumental ini bahkan dapat dilakukan dalam lembaga pendidikan yang kecil sekali pun. Dalam penelitian ini akan ditentukan kondisi optimum penetapan kadar timbal melalui variasi konsentrasi asam tartrat, volume penambahan natrium sulfida dan waktu kestabilan kompleks.

Timbal atau dalam keseharian lebih dikenal dengan nama timah hitam, dalam bahasa ilmiahnya dinamakan *plumbum*, dan logam ini disimbolkan dengan *Pb*. Logam ini termasuk dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada Tabel Periodik unsur kimia, mempunyai nomor atom (NA) 82 dengan bobot atau berat atom (BA) 207, 21 (Palar, 2008). Senyawanya beracun bagi manusia dan hewan (Tim, 2008). Penyebaran logam timbal di bumi sangat sedikit, diseluruh

lapisan bumi hanya 0,0002 % dari jumlah seluruh kerak bumi (Palar, 2008).

Konsentrasi standar maksimal yang diperbolehkan untuk timbal dalam air minum menurut Dep.Kes.R.I adalah sebesar 0,10 mg/L. Sedangkan Standar Internasional WHO (1963) adalah sebesar 0,05 mg/L (Totok, 2006). Logam timbal dan persenyawaannya adalah beracun. Untuk menimbulkan sifat racun ini diperlukan dosis yang besar dan jika jumlah Pb yang diserap tubuh hanya sedikit logam ini menjadi sangat bahaya karena timbal cenderung untuk berakumulasi dalam tubuh. Daya racun timbal yang akut pada perairan alami menyebabkan kerusakan pada ginjal, sistem reproduksi, hati dan otak serta system syaraf sentral, dan dapat menyebabkan kematian (Rukaesih, 2004).

a. Sifat fisis dan kimia timbal

Sifat – sifat fisika timbal antara lain sebagai berikut :

- 1) Timbal merupakan logam yang lunak, sehingga dapat dipotong dengan menggunakan pisau atau dengan tangan dan dapat dibentuk dengan mudah.
- 2) Merupakan penghantar listrik yang tidak baik.
- 3) Mempunyai berat jenis 11,34, titik didih 1740°C, kerapatan pada suhu 20°C adalah 11,35 g/mL dan mempunyai titik lebur 327,5 °C.
Sifat-sifat kimia timbal antara lain adalah sebagai berikut:
- 4) Kecenderungan membentuk senyawa dengan bilangan oksidasi +2 lebih besar dari unsur-unsur lain segolongan, ikatannya merupakan ikatan ion.
- 5) Ion plumbo, Pb^{2+} terhidrolisis sebagian dalam air.
- 6) Timbal tidak pernah ditemukan dalam bentuk logam murninya, seperti dalam persenyawaan bijih logam timbal dalam bentuk *galena* (PbS), *anglesit* ($PbSO_4$) dan dalam bentuk *minim* (Pb_3O_4).

b. Analisis Timbal dengan Spektrofotometer Sinar Tampak

Salah satu syarat untuk dapat melakukan analisis dengan menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak adalah sampel yang akan diamati harus merupakan suatu larutan berwarna. Untuk itu apabila sampel tersebut tidak berwarna maka perlu ditambahkan suatu larutan pengomplek agar diperoleh larutan berwarna, sehingga dalam penetapan logam timbal secara spektrofotometri sinar tampak sebab hanya larutan berwarna yang dapat memberikan suatu serapan sehingga besarnya absorbansi (A) atau % transmitansi (% T) dapat dibaca.

METODE PENELITIAN

1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah memenuhi derajat pro analis (p.a), kecuali yang disebut khusus : timbal nitrat ($Pb(NO_3)_2$), asam tartrat ($HOOC(CHOH)_2COOH$), kalium sianida (KCN), ammoniak (NH_4OH), natrium sulfida (Na_2S) dan akuades.

2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: seperangkat alat gelas, neraca analitik digital dengan penutup, spektroskop 20 D dengan kuvet.

3. Cara Kerja

1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ Maks)

Dipipet larutan timbal nitrat 100 ppm sebanyak 10 mL dan dituangkan dalam gelas piala 100 mL ditambahkan asam tartrat 1 M sebanyak 10 mL. Ditambahkan 1 mL kalium sianida 10 % ditambah 5 mL ammonia 1: 2 (larutan bersifat ammoniakal) dan ditambahkan 0,5 mL natrium sulfida 10%. Diencerkan hingga 100 mL. Absorbansi diukur dengan suatu spektrofotometer dari panjang gelombang 400 nm hingga 500 nm.

2. Penentuan Kondisi Optimum

2.1. Variasi Konsentrasi Asam Tartrat

Disiapkan larutan timbal dengan konsentrasi akhir 150 ppm. Ditambahkan 10 mL asam tartrat 1 M, 1 mL kalium sianida 10 %, 5 mL ammonia 1: 2 (larutan bersifat ammoniakal) dan 0,5 mL natrium sulfida 10 %. Larutan diencerkan 100 mL. Dengan cara yang sama dilakukan untuk variasi sampel asam tartrat 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 M.

2.2. Variasi Volume Natrium Sulfida

Disiapkan larutan timbal dengan konsentrasi akhir 150 ppm dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan 10 mL asam tartrat konsentrasi optimum (percobaan 3.1), 1 mL kalium sianida 10 %, 5 mL ammonia 1: 2 (larutan bersifat ammoniakal) dan 0,5 mL natrium sulfida 10 %. Larutan diencerkan 100 mL. Dengan cara yang sama dilakukan untuk variasi sampel volume natrium sulfida 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 mL.

2.3. Waktu Kestabilan Kompleks

Disiapkan larutan timbal dengan konsentrasi akhir 150 ppm dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan 10 mL asam tartrat konsentrasi optimum (percobaan 3.1), 1 mL kalium sianida 10 %, 5 mL ammonia 1:2

(larutan bersifat amoniakal) dan ditambahkan sejumlah volume optimum (percobaan 3.2) natrium sulfida 10 %, Larutan diencerkan 100 mL. Dengan cara yang sama dilakukan untuk variasi waktu pendiaman 0, 5, 10, 15 dan 20 menit.

3. Penentuan Ketepatan dan Ketelitian

Dibuat tiga seri larutan dari empat macam konsentrasi larutan timbal yaitu: 100, 125, 150 ppm. Masing-masing konsentrasi ditambahkan 10 mL asam tartrat dengan konsentrasi optimum. Selanjutnya ditambahkan 1 mL kalium sianida 10 % ditambah 5 mL larutan ammonia 1: 2 yang sudah diatur (larutan bersifat amoniakal) dan ditambahkan sejumlah volume larutan natrium sulfida 10% yang sudah diatur. Larutan dipindahkan dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan akuades. Percobaan dilakukan 4 kali dalam waktu yang berbeda. Data absorbansi yang diperoleh diplotkan ke kurva baku hasil percobaan 4 kemudian dianalisa untuk mendapatkan nilai ketepatan dan ketelitian.

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Langkah pertama dalam analisis kuantitatif spektrofotometri sinar tampak adalah menentukan panjang gelombang maksimum yang digunakan, sehingga larutan analit akan memberikan absorpsi maksimal. Data absorbansi hasil analisis dari timbal yang diukur pada berbagai panjang gelombang dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Absorbansi timbal yang diukur pada berbagai panjang gelombang

Optimasi panjang gelombang (λ) dilakukan pada rentang 400 – 500 nm. λ_{maks} diperoleh 430 nm, sesuai dengan yang dinyatakan dalam Vogel (2004). Pada penelitian ini dipilih konsentrasi timbal 150 ppm yang menghasilkan absorbansi larutan timbal sebesar 0,449 dan masih memenuhi hukum Lambert-Beer. Dengan harga % T sebesar 35,56 % maka memiliki kesalahan

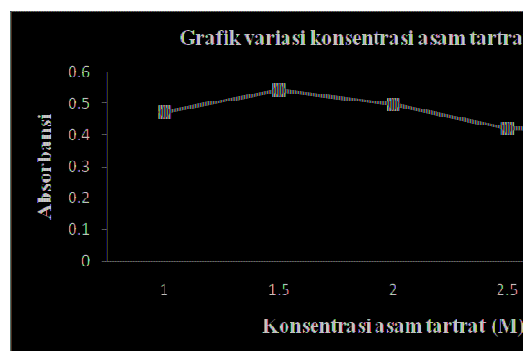
pembacaan minimal, karena kesalahan terkecil untuk daerah pembacaan prosen transmittan optimum adalah antara 20 - 80 %.

b. Penentuan Kondisi Optimum

Analisis kuantitatif dengan metode ini dilakukan dalam 3 tahapan, diantaranya penentuan kondisi optimum, pembuatan kurva standar dan penentuan ketepatan dan ketelitian. Penentuan kondisi optimum dilakukan untuk menentukan kondisi dimana asam tartrat, volume natrium sulfida dan waktu kestabilan kompleks memiliki absorbansi maksimum pada panjang gelombang maksimum, sedangkan pembuatan kurva standar dilakukan untuk mengetahui korelasi konsentrasi dan absorbansi dari timbal sehingga bila absorbansi sampel diketahui maka konsentrasi sampel dapat dihitung dengan cara memplotkan ke persamaan kurva standar $Y = a x + C$. Penentuan kondisi optimum dilakukan dalam 3 tahapan yaitu penentuan asam tartrat optimum, penentuan volume natrium sulfida dan waktu kestabilan kompleks optimum.

1. Penentuan konsentrasi asam tartrat optimum

Pengaruh konsentrasi asam tartrat dipelajari dengan memvariasi konsentrasi asam tartrat dari sampel timbal sehingga dapat diketahui konsentrasi asam tartrat yang memiliki absorbansi maksimum. Data hasil percobaan dapat dilihat pada gambar 2.

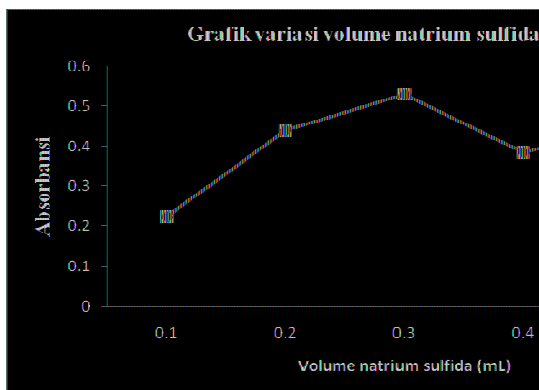


Gambar 2. Absorbansi larutan timbal pada berbagai konsentrasi asam tartrat yang direaksikan dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

Optimasi konsentrasi asam tartrat dilakukan untuk memperoleh pada konsentrasi asam tartrat berapakah yang memberikan serapan maksimum untuk dapat bereaksi dengan larutan timbal. Dari hasil percobaan diperoleh asam tartrat yang memberi serapan maksimum pada konsentrasi 1,5 M.

2. Penentuan volume natrium sulfida optimum

Pengaruh penambahan volume natrium sulfida dipelajari dengan memvariasi penambahan natrium sulfida dari sampel timbal sehingga dapat diketahui volume natrium sulfida yang memiliki absorbansi maksimum. Data hasil percobaan dapat dilihat pada gambar 3.



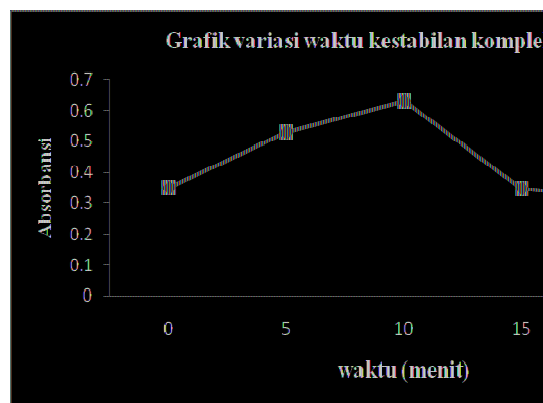
Gambar 3. Absorbansi larutan timbal pada berbagai penambahan volume natrium sulfida yang direaksikan dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

Optimasi penambahan volume natrium sulfida dilakukan untuk memperoleh pada volume natrium sulfida berapakah yang memberikan serapan maksimum untuk dapat bereaksi dengan larutan timbal. Dari hasil percobaan diperoleh natrium sulfida yang memberi serapan maksimum pada penambahan volume 0,3 mL.

3. Penentuan waktu kestabilan kompleks optimum

Pengaruh waktu kestabilan kompleks dipelajari dengan memvariasi waktu dari sampel timbal sehingga dapat diketahui waktu kestabilan kompleks yang memiliki absorbansi maksimum. Data hasil percobaan dapat dilihat gambar 4.

Penentuan waktu kestabilan optimum dilakukan untuk memperoleh waktu kestabilan larutan timbal dengan memberikan serapan pada panjang gelombang maksimum (λ) yang dikenakan. Dari data percobaan diperoleh waktu kestabilan kompleks optimum selama 10 menit. Hal ini menunjukkan bahwa semakin lama terjadinya reaksi maka akan berlangsung baik, apabila reaksi sudah mencapai titik kesetimbangan setelah semua teroksidasi, maka reaksi akan turun dan seterusnya reaksi akan konstan.



Gambar 4. Absorbansi larutan timbal pada berbagai waktu kestabilan kompleks yang direaksikan dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

c. Penentuan Ketepatan Dan Ketelitian

Untuk penentuan keepatan dan ketelitian, dibuat sampel buatan dengan konsentrasi timbal : 100, 125 dan 150 ppm dilakukan selama empat kali dalam waktu (hari) yang berbeda. Dari analisa menggunakan persamaan regresi kurva standar dengan persamaan $Y = 0,002704 X$ ($r = 0,9987$) diperoleh hasil pengukuran yang disajikan dalam tabel 1.

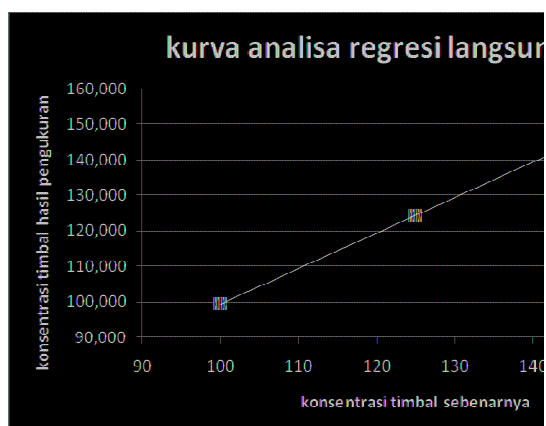
Penentuan ketepatan dan ketelitian juga menggunakan analisa regresi langsung seperti pada gambar 5, sehingga diperoleh persamaan:

$$X_1 = 0,789350161 X_1^*$$

Dimana

X_1^* = konsentrasi timbal hasil pengukuran

X_1 = konsentrasi timbal sebenarnya



Gambar 5. Penentuan nilai ketepatan dengan analisis regresi

Tabel 1. Hasil pengukuran ketepatan dan ketelitian

Konsentrasi timbal (ppm)	Hasil perolehan kembali	Ketepatan (%)	Ketelitian (%)
100	99,3897929 ± 0,125371279	99,39 % ± 0,126 %	99,87 %
125	124,4452663 ± 0,045589559	99,57 % ± 0,037 %	99,96 %
150	149,3158284 ± 0,125371291	99,59 % ± 0,084 %	99,92 %

Pada tahap penentuan perolehan kembali ini tidak dicapai hasil ketepatan 100 %, tetapi diperoleh ketepatan rata-rata sebesar 99,52 %. Hasil ini dapat disebabkan adanya oksidator lain yang dapat mengoksidasi timbal. Dengan berdasarkan hasil percobaan dan penggunaan metode yang relatife mudah, maka dapat disimpulkan bahwa metode ini cukup baik.

SIMPULAN

Hasil penelitian didapatkan, konsentrasi asam tartrat ($\text{HOOC}(\text{CHOH})_2\text{COOH}$) optimum adalah 1,5 M, penambahan volume Na_2S sebanyak 0,3 mL dengan waktu pembentukan senyawa kompleks maksimum selama 10 menit. Hasil penentuan ketepatan dan ketelitian pada konsentrasi timbal 100, 125 dan 150 ppm berturut-turut; 99,39% dan 99,87%, 99,57% dan 99,96%, 99,59% dan 99,92%. Dengan demikian, penetapan logam timbal secara spektrofotometri sinar tampak

dapat menjadi metode alternatif dalam analisis logam timbal.

DAFTAR PUSTAKA

- Achmad , Rukaesih . 2004. *Kimia Lingkungan*, Yogyakarta : Penerbit Andi, hal : 100.
- Arikunto, Suharsimi. 2006. *Prosedur Penelitian Suatu Pendekatan Praktik*, Jakarta : PT. Rineka Cipta..
- Khamidinal. 2009. *Teknik Laboratorium Kimia*, Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Palar, Heryando . 2008. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Jakarta : PT. Rineka Cipta
- Sutrisno , Totok. 2006, *Teknologi Penyediaan Air Bersih* . Jakarta :PT. Rineka Cipta
- Sastrohamidjojo, H. 1984, *Spektroskopi*, Jogjakarta: Liberty
- Vogel, A. I, *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, edisi kesatu, alih bahasa Pudjaatmaka. Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran, EGC, 1994