

EFEKTIVITAS $\text{Sn}(\text{OH})_4$ SEBAGAI *COPRECIPITANT* PADA PENENTUAN TRACE NIKEL DAN KOBAL DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

Edi Nasra

Staf Pengajar Jurusan Kimia FMIPA UNP, e-mail: hardi_rais@yahoo.com

ABSTRACT

Trace amount of cobalt and nickel in water sample were studied by using Flame Atomic Adsorption Spectrometry after coprecipitation with Tin (IV) Hydroxide at pH 3-9 and using 8-15 mL $\text{Sn}(\text{OH})_4$ 0,2 M. The optimum condition of methods held in pH 8 and added 14 mL of Sn (IV) 0,2 M. The proposed method was effectively applied to determine the trace cobalt and nickel in sea water and river water. Cobalt in sea water and river water are 0,090 and 0,108 mg/L. Nickel in sea water and river water are 0,112 and 0,162 mg/L. The results indicated that used coprecipitant more effective than without using coprecipitant where the concentration Cobalt and Nickel in sea water were 0,023 and 0,057 mg/L, while in the river water 0,057 and 0,105 mg/L respectively for cobalt and nickel.

Keywords: Coprecipitant, Tin (IV) Hydroxide, Atomic Absorbtion Spectrometry

PENDAHULUAN

Logam berat ialah benda padat atau cair yang mempunyai berat 5 gram atau lebih untuk setiap cm^3 . Disisi lain logam yang beratnya kurang dari 5 gram adalah logam ringan.

Kehadiran logam-logam berat dalam perairan sangat merugikan baik bagi kehidupan di perairan tersebut maupun bagi kehidupan dan aktifitas manusia. Berbagai upaya telah dilakukan dalam penanggulangan logam-logam berat tersebut, baik pada konsentrasi yang cukup besar maupun dalam jumlah yang relatif kecil (*trace metal*). Logam berat dalam konsentrasi yang sangat kecil sekalipun sangat berbahaya bagi manusia, meskipun toksisitas yang dimilikinya baru bekerja dan memperlihatkan pengaruhnya apabila logam tersebut telah masuk ke dalam tubuh organisme perairan dan dalam jangka waktu tertentu terakumulasi dalam tubuh manusia. (Darmono, 2003)

Nikel merupakan logam transisi yang berada pada golongan VII B periode ke-4 dalam sistem periodik. Nikel mempuny

nyai nomor atom 28 dan nomor massa 58,69 dengan konfigurasi elektron $[\text{Ar}] 3d^8 4s^2$. Logam nikel berwarna putih perak, liat, kukuh dan dapat ditempa. logam ini bersifat sedikit paramagnetik (berhubungan dengan adanya elektron tidak berpasangan pada orbital d-nya) dan mempunyai titik leleh 1455°C . Nikel cukup elektropositif dan larut baik dalam asam nitrat dan asam sulfat pada konsentrasi rendah. Garam-garam nikel (II) diturunkan dari nikel (II) oksida, NiO. Larutan garam nikel berwarna hijau yang disebabkan terbentuknya kompleks heksaaquo nikelat (II), $\text{Ni}(\text{H}_2\text{O})_6^{2+}$.

Nikel merupakan logam yang umum terdapat dalam tanah dan lapisan batuan (bijih) tambang dalam bentuk sulfida. Dalam air tawar dan air laut, nikel cenderung bersifat ion, yang pada pH normal dapat mengalami hidrolisis. Kegiatan eksplorasi dan pemanfaatannya cenderung meningkatkan kadar nikel dalam perairan, sehingga menimbulkan dampak terhadap lingkungan (Considine, 1981).

Kobal dengan nomor atom 27 dan nomor massa 58,93 juga merupakan unsur

transisi yang letaknya segolongan dan seperiode dengan nikel yaitu golongan VIII B periode ke-4. Kobal merupakan logam keras tapi rapuh, berwarna putih kebiruan, tidak begitu reaktif dan larut dalam asam mineral encer tapi sangat lambat (Considine, 1981).

Kobal termasuk logam berbahaya. Terhirup bubuk kobal dalam waktu yang lama menyebabkan iritasi pada organ pernapasan, selanjutnya akan menjadi bronchitis kronis. Kobal dalam bentuk logam murni jarang sekali digunakan, yang paling penting adalah isotop Co-60 untuk pengobatan, proses industri, radiasi dan penghasil sinar gamma. Logam diperoleh dari bijih yang ditambang yang terdapat dalam bentuk aliansi dengan tembaga dan nikel. Proses ekstraksi pada kobal mengikuti cara biasa seperti yang dilakukan pada bijih, kemudian disempurnakan melalui proses metalurgi. Pemurnian terakhirnya melalui proses elektrolisis (Parker, 1983).

Banyak metoda yang digunakan pada penentuan logam berat dalam suatu sampel, salah satunya adalah dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrometry (AAS)*. (Haraide, M., Z.S. Chen dan H Kawaguchi, H, 1993). Metoda AAS didasarkan pada interaksi energi elektromagnetik dengan atom yang berada dalam keadaan dasar (*ground state*). Apabila seberkas energi radiasi dikenakan pada sekelompok atom-atom yang berada pada tingkat dasar dan apabila sinar tersebut sesuai maka energi tersebut akan diserap (absorpsi), dan atom-atom tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi tertentu (Khopkar, S. M, 1993).

Menurut Bourguer Lambert-Beer, banyaknya sinar yang diserap sebanding dengan banyaknya atom yang menyerap. Pengamatan besarnya sinar yang diserap tersebut dilakukan dengan membandingkan intensitas sinar sebelum dan sesudah diserap oleh atom-atom pada tingkat energi dasar, dapat ditulis sebagai:

$$A = -\log (P/P_0)$$

Dimana A merupakan Absorbansi, P_0 menunjukkan intensitas sinar mula-mula dan P merupakan intensitas sinar yang diteruskan.

Konsentrasi logam yang ada dalam perairan umumnya sangat kecil maka penentuan secara SSA cukup sukar dilakukan. Dengan dasar ini perlu metoda *pretreatment* sebelum diukur dengan SSA. Salah satu metoda *pretreatment* yang digunakan untuk mengukur kandungan logam dalam konsentrasi sangat kecil adalah metoda *coprecipitation*. Metoda *Coprecipitation* biasanya digunakan untuk tujuan pemekatan dari logam tersebut sehingga bisa dianalisa konsentrasinya. (Minezevski, 1982 dan Mizuiki, 1983). Metoda ini dilakukan dengan cara menggunakan suatu reagen yang dapat mengendapkan logam tersebut bersama-sama dengan *coprecipitant* membentuk koloidal sehingga terjadi pemekatan dan dapat diukur dengan SSA setelah koloid tadi dilarutkan dalam asam pekat.

Banyak *coprecipitant* yang telah dicobakan pada penelitian sebelumnya diantaranya menggunakan Magnesium Hidroksida tapi membutuhkan pemanasan untuk melarutkan *coprecipitant* tersebut (Yabutani, Tomoki dkk, 2006). Meskipun Indium Hidroksida merupakan *coprecipitant* yang sangat bagus, tapi serapan latar belakang dari indium mengganggu dalam analisis. Untuk mengatasinya dilakukan minimalisasi konsentrasi indium yang digunakan untuk mengurangi efektifitas fungsinya sebagai *coprecipitant* (Haraide, M., Chen, Z. S dan H Kawaguchi, 1993). Semuanya dilakukan pengukuran dengan *Grafit Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GFAAS)* atau Spektrofotometer Serapan Atom dengan pembakar grafit (GFSSA). Kashiwagi, Yasuto dan Kokufuta, Etsuo. 2000, menggunakan Besi (III) sebagai *coprecipitant* pada penentuan secara selektif selenat dan selenit dalam limbah cair dengan GFAAS.

Scandium Hidroksida juga digunakan sebagai *coprecipitant* yang baik pada penentuan tembaga, timbal, kadmium, kobal dan nikel pada sampel air laut dan juga menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom dengan pembakar grafit (GFSSA) (Minami, T dkk, 2003). Haraide, T dkk, 1995 menggunakan Tin (IV) Hydroxide dalam analisa logam-logam berat dengan GFAAS.

Berdasarkan latar belakang tersebut peneliti mencoba menentukan efektivitas $\text{Sn}(\text{OH})_4$ sebagai *coprecipitant* pada penentuan logam nikel dan kobal dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Nyala Udara-Asetilen. $\text{Sn}(\text{OH})_4$ atau Timah (IV) hidroksida merupakan senyawa dari stani (Sn^{4+}), yang terbentuk dari reaksi dengan NaOH. (Considine, 1981).

Tujuan penelitian ini adalah mencari kondisi optimum *coprecipitation* dengan menggunakan $\text{Sn}(\text{OH})_4$ seperti pH dan konsentrasi $\text{Sn}(\text{OH})_4$ sebagai *copresipitant* dengan menggunakan SSA Nyala Udara-Asetilen dan hasilnya diaplikasikan pada sampel air laut dan sungai.

METODE PENELITIAN

1. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer Serapan Atom, pH meter, magnetik stirrer, neraca analitik, kerta saring Whatman 44, sentrifuge dan peralatan gelas yang umum digunakan. Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah: $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Logam timah, NaOH, HNO_3 pa, HCl pa dan aquadest.

2. Prosedur

a. Penentuan pH Optimum

Diambil 25 mL larutan kobal dan nikel 10 ppm serta campuran kobal dan nikel 10 ppm masing-masing 12,5 mL dan tambahkan masing-masing 1 mL $\text{Sn}(\text{IV})$ secara tepat. Variasikan pH larutan antara 3-9 dengan penambahan NaOH 1M. Kemudian sentrifus selama 10 menit. Endapan disaring dengan kerta saring

whatman 44, kemudian filtrat dan residu yang sebelumnya dilarutkan dengan 0,5 mL HNO_3 pekat dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom Nyala Udara-Asetilen pada panjang gelombang 240,7 nm dan 232,1 nm untuk kobal dan nikel.

b. Penentuan Konsentrasi Optimum $\text{Sn}(\text{OH})_4$

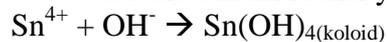
Penentuan konsentrasi dengan mengambil 25 mL larutan kobal dan nikel 10 ppm serta campuran kobal dan nikel 10 ppm masing-masing 12,5 mL dan tambahkan masing-masing $\text{Sn}(\text{IV})$ dengan volume bervariasi dari 8 sampai 15 mL secara tepat pada pH optimum dengan penambahan NaOH 1 M. Kemudian sentrifus selama 10 menit. Endapan disaring dengan kerta saring whatman 44, kemudian filtrat dan residu yang sebelumnya dilarutkan dengan 0,5 mL HNO_3 pekat di analisa dengan Spektrofotometri Serapan Atom Nyala Udara-Asetilen pada panjang gelombang 240,7 nm dan 232,1 nm untuk kobal dan nikel.

c. Aplikasi Metode Terhadap Sampel Alam

Setelah kondisi optimum metoda didapat dan setelah dilakukan pengukuran sederet larutan standar sampai didapatkan kurva kalibrasi, metoda diaplikasikan pada sampel alam. Sampel yang digunakan sampel air sungai tempat pembuangan limbah laboratorium kimia FMIPA UNP dan air laut pada sepanjang air tawar secara acak dengan 2 kali perulangan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Secara umum reaksi yang terjadi:

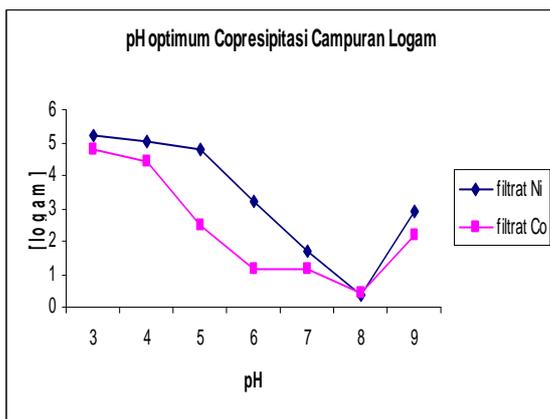
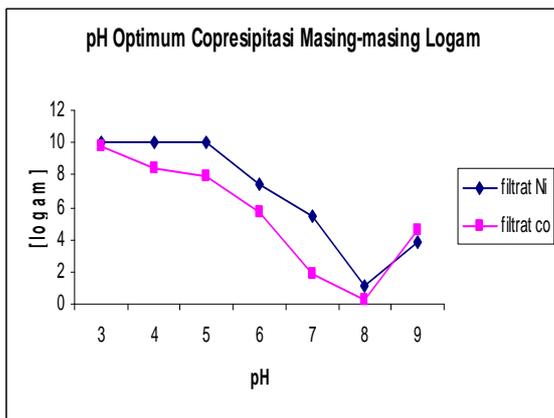


Sifat Amfoter dari Timah (IV) memungkinkan terbentuknya $\text{Sn}(\text{OH})_4$, yaitu suatu koloid yang bermuatan negatif yang dapat mengadsorpsi ion-ion logam yang bermuatan positif. Oleh sebab itu, kondisi pH sangat berpengaruh pada proses adsorpsi ion logam tersebut.

Penentuan pH optimum copresipitasi baik untuk masing-masing logam maupun dalam campuran logam dapat dilihat pada

Gambar 1. Logam yang diukur adalah logam yang masih tertinggal dalam filtrat setelah di copresipitasi.

Pada Gambar 1 terlihat bahwa pada pH 8 konsentrasi logam dalam filtrat baik nikel maupun kobal atau dalam campuran paling minimum dibandingkan pada pH lain. Berarti pada kondisi ini timah yang bersifat amfoter membentuk Sn(OH)_4 dan kelebihan ion OH^- membentuk koloid yang bermuatan negatif yang nantinya mengabsorpsi ion-ion logam sehingga terpekatkan konsentrasinya. Pada kondisi yang terlalu asam tidak terbentuk Sn(OH)_4 yang berfungsi sebagai pemekat. Sedangkan pada pH yang lebih basa endapan kembali larut membentuk garam stanat ($\text{SnO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). (Haraide, M dkk, 1995 dan Considine, 1981).

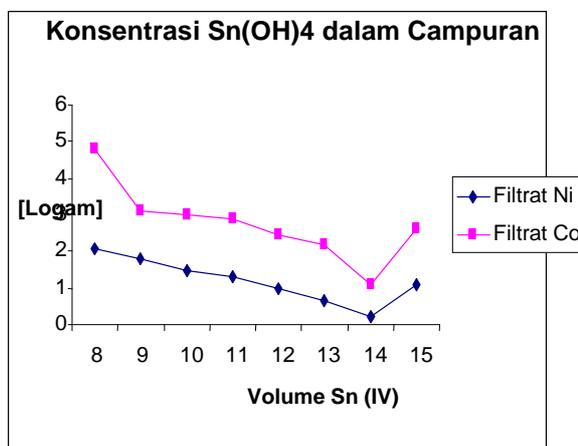
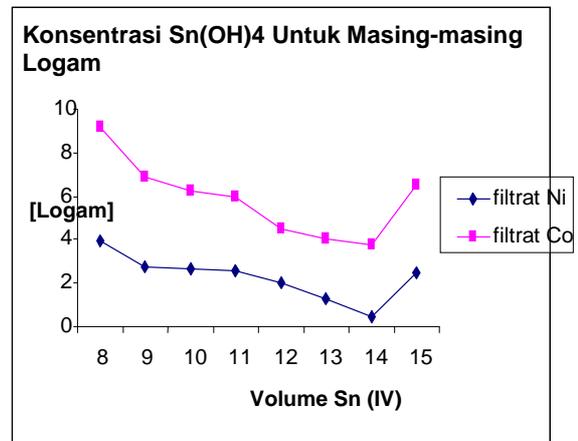


Gambar 1. pH optimum copresipitasi Logam Co dan Ni serta campuran Co-Ni

1. Konsentrasi Optimum Copresipitan

Pada penentuan kondisi optimum copresipitan dilakukan dengan

memvariasikan volume Sn (IV) 0,2 M pada pH optimum yang sudah diperoleh pada percobaan sebelumnya. Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Variasi volume Sn (IV) 0,2 M pada pH optimum

Pada penambahan 8-14 mL Sn (IV) 0,2 M terjadi penurunan konsentrasi Logam Co dan Ni dalam filtrat hasil copresipitasi. Pada penambahan 14 mL Sn(IV) 0,2 M konsentrasi logam pada filtrat sangat sedikit berarti logam banyak terserap oleh Sn(OH)_4 . Pada saat volume Sn(IV) 0,2 M berada diatas 14 mL proses copresipitasi ion Co^{2+} dan Ni^{2+} akan terganggu karena kemungkinan Sn^{4+} yang bersaing dengan ion Co^{2+} dan Ni^{2+} untuk teradsorpsi pada permukaan Sn(OH)_4 yang terbentuk. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 1 bahwa konsentrasinya pada filtrat menjadi lebih besar pada penambahan 15 mL Sn (IV) 0,2 M.

Pada saat pencampuran, kondisi optimum yang didapat juga pada

penambahan 14 mL Sn (IV) 0,2 M. Sifat Co dan Ni yang mirip memungkinkan terjadinya persaingan antara kedua logam untuk teradsorpsi pada permukaan koloid yang terbentuk. Logam yang lebih elektropositif akan lebih teradsorb lebih baik sehingga konsentrasinya pada filtrat lebih sedikit.

2. Aplikasi Sampel

Setelah kondisi optimum didapat, metoda diaplikasikan ke sampel air laut sepanjang air tawar dan air sungai tempat aliran limbah laboratorium kimia FMIPA UNP. Hasil kemudian dibandingkan dengan tanpa menggunakan pemekatan seperti yang terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan Hasil Pengukuran Logam Co dan Ni Pada Air Laut dan Air Sungai Tanpa dan Menggunakan Copresipitan

Sumber Sampel		Dengan kopresipitasi	Tanpa kopresipitasi
[Co ⁺²]	Residu sungai	0,108	0,059
	Filtrat sungai	0,017	
	Residu laut	0,090	0,023
	Filtrat laut	0,011	
[Ni ⁺²]	Residu sungai	0,162	0,105
	Filtrat sungai	0,087	
	Residu laut	0,112	0,057
	Filtrat laut	0,026	

*2 kali perulangan dalam ppm

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa proses copresipitasi cukup efektif memekatkan konsentrasi logam dalam sampel yang ada di perairan dibandingkan dengan tanpa menggunakan metode copresipitasi. Adapun faktor pemekatannya adalah 2x untuk logam Co pada air sungai, dan 4x pada air laut. Sedangkan untuk logam Ni masing-masing 1,5x dan 2x untuk air sungai dan air laut. Meskipun begitu masih banyaknya konsentrasi logam pada filtrat mengindikasikan bahwa perlu penyelidikan lebih lanjut dari metoda sehingga diharapkan tidak ada lagi logam

yang tidak teradsorpsi oleh koloid yang terbentuk.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang dilakukan untuk mengetahui efektivitas Sn(OH)₄ sebagai Copresipitan pada penentuan kobal dan nikel dalam air laut dan air sungai dengan Spektrofotometri Serapan Atom dengan Nyala Udara-Asetilen, dapat disimpulkan bahwa kondisi optimum copresipitasi terjadi pada pH 8 dan pada penambahan Sn(IV) 0,2 M sebanyak 14 mL. Konsentrasi logam Co dan Ni dalam air laut dan sungai dengan menggunakan metoda copresipitasi berturut-turut adalah 0,090 dan 0,108 ppm untuk Co dan 0,112 dan 0,162 ppm untuk Ni. Sn(OH)₄ cukup efektif sebagai copresipitan pada penentuan kobal dan nikel sebelum diukur dengan Spektrofotometri Serapan Atom dengan Nyala Udara-Asetilen.

Untuk kesempurnaan metoda disarankan untuk menyelidiki kondisi optimum lain seperti volume HNO₃ pekat sebagai pelarut kembali, waktu pendiaman dan panjang gelombang optimum. Disamping itu perlu diselidiki pengaruh timah sendiri maupun logam-logam lain dalam penentuan logam Ni²⁺ dan Co²⁺ dengan metoda copresipitasi ini, kemudian mengaplikasikan metoda untuk logam-logam lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Considine, D. M. (1981). **Encyclopedia of Chemistry**. Van Nostrand Reinhold Company, New York. Hal. 266-269.
- Darmono. (2003). **Toksikologi Logam Berat**. Makalah Pengantar Falsafah Sains. Pasca Sarjana IPB.
- Haraide, M dkk. (1995) **Coprecipitation with Tin (IV) Hydroxide Followed by Removal of Tin carrier for The Determination of Trace Heavy metal by Graphite Furnace Atomic Absorbtion Spectrometry**. Analytical Chimica Acta, Hal 103-107
- Haraide, M., Chen, Z. S dan H Kawaguchi. (1993). **Copretipitation with Mic**

- rogram Quantities of Indium Hydroxide for The Determination of Trace Heavy metal in Rain Water**, Bunseki Kagaku. Vol 42. Hal. 759.
- Kagaya, dkk. (2003). **Determination of Cadmium in River Water by Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry After Internal Standardization-Assisted Rapid Coprecipitation With Lanthanum Phosphate**. Analytical Sciences. Volume 19. Hal 1061-1064.
- Kashiwagi, Yasuto dan Kokufuta, Etsuo. (2000). **Selective Determination of Selenite and Selenate in Wastewater by Graphite Furnace AAS after Iron (III) Coprecipitation and Reductive Coprecipitation on Palladium Collector Using Hydrazinium Sulfate**. Analytical Sciences. Volume 16. Hal 1215-1219.
- Khopkar, S. M. (1993). **Konsep Dasar Kimia Analitik**. Universitas Indonesia, Jakarta.
- Minami, T dkk. (2003). **Determination of Cobalt and Nickel by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry after Coprecipitation with Scandium Hydroxide**. Analytical Sciences. Hal 313-315.
- Minezewski, J dkk. (1982). **Separation and Preconcentration Methods in Inorganic Trace Analysis**. Ellis Horwood, Chichester. Hal. 37.
- Mizuiki, A dkk. (1983). **Enrichment Techniques for Inorganic Trace Analysis**. Springer, Berlin. Hal. 56.
- Parker. (1983). **Encyclopedia of Chemistry**. McGraw Hill Book Company. Hal. 199-201.
- Yabutani, Tomoki dkk. (2006). **A Multielement Masking Method Using Magnesium Hydroxide Coprecipitation for Selective determination of Lead in Water Samples**. Analytical Sciences. Volume 22. Hal 1021-1024.