

97/1990

FALIPA

LAPORAN PENELITIAN

STUDI PENGGUNAAN OKSIN SEBAGAI
PENGOMPLEK SELEKTIF DALAM
ANALISA LOGAM KALISIUM,
MAGNESIUM DAN STRONSIUM SECARA
EKSTRAKSI PELARUT.

OLEH :

Dra. DESWATI MS.



UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG
1990

ABSTRAK

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mencoba membuat reaksi antara oksin dengan ion logam Ca(II) , Mg(II) dan Sr(II) yang tidak selektif menjadi selektif, dengan cara pengaturan pH serta penambahan zat penopeng baik dalam keadaan murni maupun dalam campuran logam tersebut.

Proses pengekstraksian dilakukan dalam tabung reaksi tertutup, dimana pengocokan dilakukan dengan bantuan tenaga listrik. Kecepatan dan waktu pengocokan pengekstraksian diatur, sehingga seluruh proses tersebut berlangsung dengan cara yang sama.

Untuk melakukan pengamatan hasil ekstraksi seperti identifikasi serta pengujian kesempurnaan hasil ekstraksi digunakan alat Spektrofotometer UV-VIS dan Spektrofotometer Serapan Atom.

Dari hasil penelitian ini telah diperoleh suatu kondisi seperti pH serta penambahan zat penopeng yang sesuai untuk pemisahan campuran logam-logam kalsium, magnesium dan strontium secara ekstraksi pelarut dengan pereaksi oksin di dalam kloroform.

Dengan pengaturan pH dan penambahan zat penopeng seperti EDTA, DCTA, asam oksalat dan NTA disimpulkan bahwa prosedur I lebih memuaskan dibandingkan dengan prosedur skema II, untuk pemisahan ketiga campuran logam di atas.

BAB I PENDAHULUAN

Berbagai skema analisa kualitatif yang telah dikenal selama ini, seperti pada sistim H_2S , pemisahan atas golongan-golongan dilakukan dengan jalan pengendapan sebagian dari logam-logam tersebut dengan pereaksi-pereaksi tertentu, kemudian dilakukan penyaringan-penyaringan. Demikian pula pada pemisahan selanjutnya dari tiap-tiap golongan sehingga masing-masing logam dapat dipisahkan satu sama lain. Dengan demikian analisa ini memakan waktu yang relatif panjang. Disamping itu, hanya dapat digunakan untuk analisa logam-logam dalam jumlah makro ataupun semi makro. Oleh sebab itu, dirasakan penting untuk menyusun suatu skema pemisahan logam-logam yang lebih praktis dan dapat digunakan untuk analisa logam dalam jumlah renik.

Beberapa pemisahan penting ion-ion logam telah dikembangkan, antara lain mengenai pembentukan senyawa khelat dengan berbagai pereaksi organik, yakni 8-hidroksi khinolin yang juga sering disebut dengan nama trivialnya "oksin". Oksin merupakan salah satu zat yang digunakan secara luas dalam studi kimia analitik, anorganik dan organik. (1,2,7)

Penggunaan oksin sebagai reagen analitik, pertama kali diperkenalkan oleh Hajn dan Berg pada tahun 1927. Seterusnya Woeller pada tahun 1945, mempublikasikan penggunaan zat ini untuk analisa logam-logam berat. Semenjak di-

publikasikannya hasil penelitian Moeller, studi terhadap oksin dilakukan secara intensif oleh para ahli kimia. Iacrocic menggunakan oksin untuk meneliti sifat-sifat oksinat dari Aluminium, Gallium dan Indium. (6,14)

Penggunaan oksin secara luas telah dilakukan dalam ekstraksi pelarut, yang kebanyakan ion-ion logam membentuk kompleks oksinat yang larut dalam pelarut organik, seperti : campuran aseton anil asetat dan khloroform. Kompleks yang dihasilkan ini memberikan warna intensif, walaupun hampir seluruh kompleks logam oksinat berwarna kuning, serta mempunyai daerah serapan maksimum yang berdekatan antara satu kompleks logam oksinat dengan kompleks logam oksinat yang lainnya. Dengan pengaturan pH dan penambahan zat penopeng yang sesuai, campuran dari logam-logam kalsium, magnesium dan stronsium dapat dipisahkan secara ekstraksi pelarut. Namun sebegitu jauh teknik penggunaan oksin untuk pemisahan campuran ion-ion logam belum digunakan secara praktis.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mencari kondisi reaksi antara oksin dengan ion-ion logam alkali tanah dalam hal ini, logam Ca(II), Mg(II) dan Sr(II) dalam campuran ion logam tersebut dari tidak selektif menjadi selektif, yaitu dengan jalan pengaturan pH dan penambahan zat penopeng.

Untuk keperluan tersebut dicoba menyusun suatu skema pemisahan dari logam : kalsium, magnesium dan stronsium yang terdapat dalam campuran, dengan menggunakan zat pengompleks serta pemasking antara lain : asam oksalat, asam nitriilotriasetat (NTA), asam etilen diamin tetra asetat (EDTA) dan asam 1,2-di-

BAB IV

HASIL DAN DISKUSI

Pada proses pengekstraksian ion-ion logam dalam keadaan murni (tanpa campuran ion-ion logam lain), dimana larutan ion logam tersebut tanpa mengandung zat penopeng maka terlihat dengan jelas sekali efek perubahan pH. Dari hasil yang didapatkan, pengaruh variasi pH terhadap ekstraksi ion Ca^{+2} dengan larutan oksin 5 % (0,02 M) dalam pelarut khloroform-butyl cellusolve, dimana pada pH 8,0 sampai dengan pH 9,0 proses ekstraksi tidak berlangsung sama sekali. Bila pH dinaikkan menjadi 9,5 ekstraksi terhadap ion Ca^{+2} hanya sedikit kali. Jika pH dinaikkan terus hingga 11 baru sebagian ion Ca^{+2} yang terekstraksi, dalam hal ini proses ekstraksi belum sempurna.

Penambahan larutan EDTA pada ion Ca^{+2} sangat besar sekali artinya pada proses ekstraksi, dimana ion Ca^{+2} tidak terekstraksi sama sekali ke fasa organiknyanya, karena kestabilan kompleks Ca dengan EDTA yang lebih besar dari pada kompleks Ca-okalat. Efek penambahan asam oksalat, NTA dan DOTA dari pH 8,0 sampai pH 9,5, dapat dikatakan ion Ca^{+2} belum terekstraksi, hanya baru dapat terlihat bila pH larutan 10,0. Setelah pH dinaikkan sampai pH 13, hanya sebagian ion Ca^{+2} yang terekstraksi oleh larutan oksin ke fasa organiknyanya.

Ekstraksi ion logam Mg^{+2} dengan larutan oksin 3% dalam campuran khloroform-butyl cellusolve, di dalam larutan tidak ada zat penopeng baru kelihatan pada pH 8,0. Dengan menaikkan

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil-hasil penelitian yang telah diuraikan sebelumnya terhadap ion-ion logam kalsium, magnesium dan Stronsium dengan metode ekstraksi pelarut dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Reaksi ion logam kalsium, magnesium dan stronsium dengan oksin yang tidak selektif dapat dijadikan selektif dengan melakukan pengaturan pH larutan dan penambahan zat penopeng (zat pemasking) yang tepat.
2. Efek penambahan larutan EDTA terhadap ion-ion logam kalsium, magnesium dan stronsium menyebabkan proses ekstraksi tidak berlangsung sama sekali.
3. Prosedur skema I dapat digunakan untuk pemisahan kualitatif, secara memuaskan dengan pH ekstraksi 9,5-10,0.
4. Prosedur skema II tidak baik untuk pemisahan kalsium dengan magnesium pada pH ekstraksi 13,0.
5. Larutan oksin yang encer, menyebabkan ion logam stronsium tidak terekstraksi ke fasa organikya pada semua harga pH.
6. Pengujian terhadap hasil ekstraksi dengan larutan oksin ternyata tidak bisa dengan menggunakan alat

DAFTAR PUSTAKA

1. Morrison, H. George, Freizer Henry, "Solvent Extraction in Analytical Chemistry", John Willey & Sons hal 10-15, 22-49, 162-165, 199, 216, 235, (1957).
2. Jiry Stary, Analitica Chemica Acta, 28, hal 132-149, (1963).
3. Ismono, "Ekstraksi Pelarut", Diktat Kuliah S-2, Kimia ITB (1984).
4. Sandell, E.B., "Calorimetric Determination of Traces of Metals", Interscience Publishers, hal 179-234, 387-389, (1959).
5. Kolthoff, I.M., "Quantitative Chemical Analysis", 4 th ed., The Macmillan Co, London, hal 53-107, (1971).
6. Andres Ringbom, "Complexation an Analytical Chemistry", Interscience Publishers, hal 259-270, (1963).
7. Welcher, F.J, "Organic Analytical Reagent", D Van Nostrand Co., Inc., hal 263-275, (1947).
8. Gentry, C, H.R., Sherington, L.G., Analyst, 75, 17-21, (1950).
9. Barber, H.H, Industrial and Engineering Chemistry, 13, 8, hal 572-575, (1941).
0. Ibert Mellan, "Organic Reagents in Inorganic Analysis", The Blakiston Co, Philadelphia, hal 119-121, (1972).
1. Luke, C.L., Cempel E. Mary, Analytical Chemistry, 27, 7, hal 1125-1128, (1955).
2. Kenyon. Ollie A., Oplinger George., Analytical Chemistry, 27, 7, hal 1125-1128, (1955).
3. Lacroix, S., Analitica Chemica Acta, 1, 260, (1947).
4. Therald Moller, Industrial and Engineering Chemistry, 15, 5, hal 346-348, (1943).
5. Stone. H.G., Friedman Lewis, Industrial and Engineering Chemistry, 59, hal 209-211, (1947).