Journal Matematika dan Pengetahuan Alam
Vol. 4, No. 1, Th. 1995 ISSN: 0853-0033

PENGARUH Sn DAN Co PADA PENENTUAN Fe SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

(The Effect of Sn and Co on the Determination of Fe by Atomic Absorption Spectrophotometry)

NOVESAR JAMARUN
Staf pengajar jurusan Kimia FMIPA Unand Padang

ABSTRAK

The 8,000 ppm Sn in 0.1 N HNO_3 and 15.000 ppm Sn in 0.1 N HCl decreased the iron absorption signal by 5.16% and 9.52%, respectively. However, those signals in the presence of 800 ppm Co^{2+} in 0.1 N HNO_3 and of 6,200 ppm Co^{2+} in 0.1 N HCl were decreased by 6,45% and 14.96% rexpectively.

PENDAHULUAN

Salah satu metoda yang umum dan banyak digunakan pada saat ini untuk analisis kualitatif dan kuantitatif pada penentuan ion logam adalah metoda Spektrofotometri Serapan Atom. Karena metoda ini relatif lebih cepat, teliti dan sederhana serta tidak memerlukan pemisahan unsur yang dianalisis dari unsur logam lainnya (Ismono 1978).

Pada penetapan unsur-unsur renik dalam cuplikan logam utama timah (Sn) dan cobal (Co) dengan menggunakan spektrometer serapan atom akan menimbulkan suatu masalah, dimana dengan adanya kadar Sn dan Co yang tinggi dalam sampel akan menyebabkan timbulnya gangguan dalam nyala, pada pengukuran unsur renik Fe, karena terjadi interaksi dan reaksi yang saling bersaing, sehingga mempengaruhi pembentukan atom-atom netral. Akibat dari adanya gangguan tersebut akan menimbulkan besaran absorban menjadi lebih besar atau menjadi lebih kecil.

J.M Ottaway, W.P Rowston dan D.R Bhanarai (1970), meneliti pengaruh beberapa unsur pada penetapan besi. Ditemukan bahwa unsur-unsur seperti Cr (III), Mn (II), Zn (II), Mg (II) dan Al (III) memberikan gangguan yang tidak signifikan sampai dengan konsentrasi 5000 ppm, sedangkan pengaruh asam khlorida, asam sulfat, asam nitrat, asam perkhlorat dan asam pospat juga memberikan gangguan yang tidak signifikan sampai dengan konsentrasi 5 %.

A.G. Hill, E. Bishop dan L.E Coles (1978) melaporkan bahwa unsur-unsur yang menunjukkan gangguan pada penetapan besi adalah Si, Cr, Ni dan W.

Menurut Slavin (1978) gangguan-gangguan kimia dapat terjadi bila unsur yang dianalisis mengalami reaksi kimia dengan kation atau anion tertentu membentuk senyawa yang sukar diatomkan. Gangguan yang dijumpai dalam analisis besi merupakan gangguan kimia oleh kation membentuk senyawa yang sukar diatomkan didalam nyala.

Ottaway dkk (1970) dan Rubeska dkk (1567) melaporkan adanya kation-kation Co (II) dan Cu (II) pada konsentrasi yang tinggi akan mengurangi serapan unsur besi, karena terbentuknya molekul oksida logam Fe dengan oksida logam pengganggu, dimana molekul oksida ini sukar terdissosiasi di dalam nyala.

Slavin (1978) gangguan pada spektrofotometer serapan atom dapat disebabkan oleh serapan molekul-molekul yang tidak terdissosiasi di dalam nyala. Gangguan ini terjadi bila konsentrasi cuplikan terlalu tinggi dan suhu nyala kurang tinggi.

Bertitik tolak dari hal diatas, maka dalam penelitian ini dicoba menyelidiki pengaruh (gangguan) unsur-unsur logam timah (Sn) dan cobal (Co) pada penetapan besi secara spektrofotometer serapan atom dalam medium asam.

METODOLOGI PENELITIAN

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : Spektrofotometer serapan atom, neraca analitis, pH meter, neraca teknis, mikroburet, pipet ukur, pipet gondok, pipet tetes, labu ukur, gelas piala, gelas ukur, kaca arloji, tabung reaksi, labu semprot, karet penghisap.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : $NH_4Fe(SO_4)_2.12H_2O$, $CoCl_2.6H_2O$, HNO_3, NH_4OH, Asam Asetat, Akuades, $SnCl_2.2H_2O$, HCl.

Prosedur Kerja

Penetapan kondisi optimum Besi. Tinggi pembakar optimum ditentukan dengan menggunakan larutan besi 12 ppm didalam medium HCl 0.1 N dan medium HNO_3 0.1 N dengan menvariasikan tinggi nyala dari 1 mm sampai 25 mm. Sedangkan laju alir gas asetilen optimum dilakukan dengan menvariasikan laju alir gas asetilen dari 2 L/menit sampai 20 L/menit.

Penentuan Daerah Konsentrasi

- Buat larutan standar Fe dalam HCl 0.1 N berturut-turut : 2 ppm, 4 ppm, 8 ppm, 12 ppm, 16 ppm, 20 ppm, 24 ppm, 32 ppm, dan 40 ppm.,

- Ukur absorban larutan standar Fe mulai dari konsentrasi yang terendah, (larutan NCl 0,1 N sebagai blanko).
- Ulangi percobaan diatas dengan mengganti medium Hcl 0,1 N dengan medium HNO_3 0,1 N.

Studi gangguan Co dan Sn terhadap absorban Fe

- 6 ml larutan Fe (III) 50 ppm, masukkan berturut-turut kedalam 13 buah labu ukur 25 ml.
- Tambahkan pada setiap labu ukur larutan Co (II) 2500 ppm dengan volume 0,25; 0,50; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 12,5 ml dan pada labu ke 10 sampai 13, tambahkan berturut turut 6,25; 7,50; 8,75 dan 11,25 ml larutan Co 20.000 ppm.
- Enceskan larutan tersebut dengan HNO_3 0,1 N sampai tanda batas.
- Gunakan blanko untuk mengatur absorban sama dengan nol dengan menekan tombol auto zero. - Ukur absorban Fe (III) dengan spektrofotometer serapan atom.
- Lakukan hal yang sama untuk larutan Sn (II) dengan variasi konsentrasi 100 sampai dengan 20.000 ppm.
- Ulangi percobaan diatas dengan mengganti medium HNO_3 0,1 N dengan medium HCl 0,1 N.

HASIL DAN DISKUSI

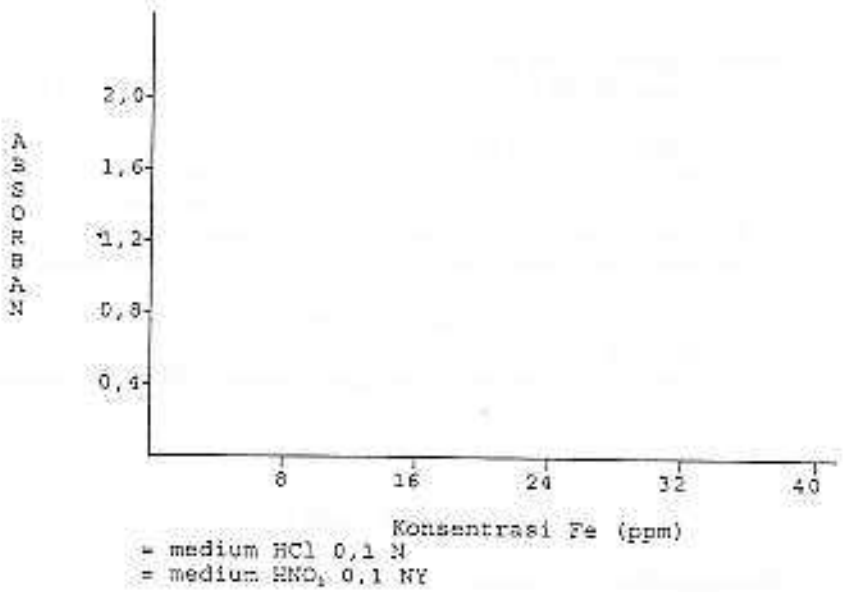
Penetapan Kondisi Optimum Fe dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

Hasil penetapan kondisi optimum Fe dalam medium HCl 0,1 N dan HNO_3 0,1 N diperoleh tinggi nyala 7 mm, laju alir gas asetilen 6 L/menit pada panjang gelombang 248,8 nm. Dari kedua medium asam yang digunakan didapatkan kondisi yang sama, ini disebabkan oleh sifat dari Fe sendiri, dimana ia akan dapat larut sempurna dalam kedua asam tersebut.

Penentuan Konsentrasi Besi

Ewing G.W (1987) melaporkan bahwa daerah konsentrasi adalah konsentrasi suatu unsur yang dianalisis yang menghasilkan absorban antara 0,2 sampai dengan 1,6. Pada konsentrasi ini, presisi pengukuran adalah optimum.

Dalam percobaan ini dilakukan terhadap larutan standar 0, 2, 4, 8, 12, 16, 20, 28, 32, 40 ppm dan diukur serapan larutan tersebut. Hasil percobaan ini dapat dilihat pada Gambar 1. Dari hasil percobaan dapat ditarik kesimpulan, bahwa daerah konsentrasi besi adalah 2 sampai dengan 32 ppm, karena memberikan nilai absorban 0,2 sampai 1,6. Dari gambar juga kelihatan linearitas garis yang diperoleh sampai dengan konsentrasi 32 ppm.



Gambar 1. Kurva kalibrasi Fe pada tinggi burner 4 mm dan laju alir asetilen 5 L/menit.

Pengaruh ion Sn (II) dan Co (II) terhadap analisa besi

Pengaruh ion Sn (II) dan Co (II) terhadap analisa besi dapat dilihat pada Gambar 2 dan 3. Dari Gambar tersebut kelihatan bahwa ion logam Sn (II) dan Co (II) mengganggu dalam penetapan besi. Ion logam Sn (II) mulai mengganggu pada konsentrasi 8000 ppm yang menyebabkan penurunan absorban besi sebesar 5,16 %, sedangkan penambahan ion logam Sn selanjutnya lebih besar dan sangat nyata pada konsentrasi Sn 10.000 ppm, yang menyebabkan penurunan absorban besi sebesar 7,74 % didalam medium HNO_3 0,1 N. Pada medium HCl 0,1 N, konsentrasi Sn (II) 12.000 ppm belum memberikan gangguan yang berarti, karena hanya menimbulkan penurunan absorban besi sebesar 2,72 %. Penambahan Sn (II) dengan konsentrasi 15.000 ppm mengganggu pada penetapan besi, yang menimbulkan penurunan absorban besi sebesar 9,52%.

Ion logam Co (II) pada penetapan Fe mulai mengganggu pada konsentrasi 800 ppm, yang menimbulkan penurunan absorban besi sebesar 6,45 %, sedangkan penambahan Co selanjutnya gangguannya lebih besar dan nyata pada konsentrasi Co 1250 ppm, yang menimbulkan penurunan absorban besi sebesar 7,74 % didalam medium HNO_3 0,1 N. Pada medium HCl 0,1 N konsentrasi Co (II) sampai dengan 5000 ppm belum memberikan gangguan yang berarti, karena hanya menimbulkan penurunan absorban besi sebesar 4,76 %. Penambahan Co (II) dengan konsentrasi 6000 ppm mengganggu pada penetapan besi yang menimbulkan penurunan absorban besi sebesar 14,96%.

Dari hasil percobaan kelihatan, bahwa logam Co mengganggu pada konsentrasi lebih rendah dibanding logam Sn pada penetapan Fe secara spektrofotometri serapan atom. Gangguan logam Co lebih besar bila dibandingkan degan logam Sn. Berdasarkan susunan unsur dalam sistim berkala, atom Fe dan Co terdapat dalam satu golongan yaitu VIII B, sedangkan logam Sn terdapat dalam goolongan IV A. Dalam hal ini unsur unsur yang terdapat dalam satu golongan akan mempunyai sifat yang hampir sama, sehingga penggabungan oksida Fe dan oksida Co akan lebih kuat dan lebih bersifat refraktori dari pada gabungan oksida Fe dengan oksida Sn.

Hasil percobaan juga memperlihatkan, bahwa gangguan ion logam Sn dan Co sangat tergantung pada medium asam yang digunakan. Tampak bahwa gangguan logam Co (II) dan Sn (II) dalam medium asam khlorida lebih rendah dari pada dalam medium asam nitrat. Hal ini dapat disebabkan oleh sifat asam nitrat yang merupakan asam oksidator, sehingga mempercepat terbentuknya oksida-oksida. Fenomena ini juga ditemukan pada penelitian yang dilakukan oleh Wallace (1963) gangguan Al pada penetapan Mg.

Konsentrasi Sn (x 1000 ppm)

Gambar 2. Pengaruh konsentrasi ion logam Sn terhadap absorban Fe 12 ppm.
0 ---- 0 = medium HNO_3 0,1 N
x ---- x = medium HCl 0,1 N

Konsentrasi Co (x 1000 ppm)

Gambar 3. Pengaruh konsentrasi ion logam Co terhadap absorban Fe 12 ppm.,
0 — 0 = medium HNO_3 0,1 N
x — x = medium HCl 0,1 N

KESIMPULAN

1. Ion logam Sn (II) mulai mengganggu pada konsentrasi 8000 ppm, yang menyebabkan penurunan absorban Fe sebesar 5,16 %, sedangkan penambahan konsentrasi Sn 10.000 ppm menyebabkan penurunan absorban besi sebesar 7,74 % didalam medium HNO_3. Pada medium HCl 0,1 N, ion logam Sn (II) mulai mengganggu pada konsentrasi 15.000 ppm, yang menyebabkan penurunan absorban Fe sebesar 9,52 %.
2. Ion logam Co (II) mulai mengganggu pada konsentrasi 800 ppm, yang menyebabkan penurunan absorban besi sebesar 6,45 %. Sedangkan penambahan konsentrasi Co 1250 ppm menyebabkan penurunan absorban besi sebesar 7,74 % didalam medium HNO_3 0,1 N pada medium HCl 0.1 N, ion logam Co (II) mulai mengganggu pada konsentrasi 6000 ppm yang menyebabkan penurunan absorban besi sebesar 14,96 %.

DAFTAR PUSTAKA

Ewing G.W "Instrument Methods of Chemical Analysis" M.C. Graw Hill 1987.

Hil., A.G, E. Bishop and L.E Coles, "Analyst" 103, 1978, 643-647.

Ismono, "Cara-cara optik dalam analisa kimia", Jurusan kimia, ITB, Bandung, 1978.

Ottaway., J.M, W.F.Rowston and D.R. Bhattarai "Analyst" 95, 1970, 567-573.

Rubeska., I and Moldan, " Anal.Chim.acta " 37, 1967, 421-428.

Slavin., M., " Atomic absorption Spectroscopy " 2nd .ed. New York, 1978.,

Wallace., F.J, " Analyst ", 88 1963, 259-265.