

**OPTIMASI PENENTUAN UNSUR RENIK CU (II)  
DALAM PELARUT ORGANIK SECARA  
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

**Yulizar Yusuf, Novesaar Jamarun  
Staf Pengajar FMIPA Unand**

**ABSTRACT**

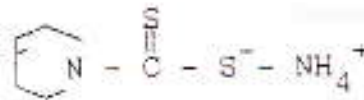
An optimization experiment for determination trace copper (II) in organic solvent using Atomic Absorbstion spektrofotometry has been done. The optimum condition found are : air flow rate 10 L/min, asetylene 1 L/min and viewing hight 5 mm. The optimum complex formation for extraction in organic solvent are pH 2-7, the stability of complex copper amonium pyrrolidyne dithiocarbonate (Cu-APDC) is four days. The method was applied for determination copper (II) in steel, the copper content found was 0,112%.

**PENDAHULUAN**

Analisa sejumlah kecil ion logam didalam sampel yang mengandung 10-50 gr/liter memerlukan suatu ketelitian dalam analisisnya. Analisa ini tidak bisa dilakukan secara konvensional melainkan membutuhkan teknik khusus dan kondisi tertentu antara lain pembentukan komplek logam yang dapat diextraksi kedalam pelarut organik (Ismono, 1978).

Agar suatu ion logam dapat terekstrak kedalam pelarut organik yang tidak bermuatan maka terlebih dahulu ion logam tersebut harus dikomplekkan dengan suatu zat pengomplek yang sesuai, dimana komplek yang terbentuk menjadi tak bermuatan sehingga dapat terekstrak kedalam pelarut organik dengan sempurna (Ismono, 1978).

Amnium pirolidine ditiokarbonat (APDC) merupakan salah satu pengomplek yang baik untuk analisa logam-logam renik. APDC dapat bersifat sebagai pelindung untuk logam-logam pada pH tertentu atau mempunyai range pH optimum untuk masing-masing logam. Struktur dari APDC dapat digambarkan sebagai berikut:



R.J Everson dan H.E Parker pada tahun 1974 telah melakukan penelitian terhadap kestabilan kompleks logam dengan APDC dibandingkan dengan zat pengomplek lainnya dimana sangat bergantung pada pH larutan serta sangat stabil.

Mary Carol William dan Edward J. Cocal tahun 1978 mengatakan bahwa untuk analisa unsur renik Cu sangat baik digunakan sistim ekstraksi APDC-MIBK, kemudian diukur dengan spektrofotometer serapan atom.

Dan juga Gary D. Christian tahun 1977 mengatakan bahwa untuk menganalisa unsur renik Cu dalam urine dilakukan dengan menggunakan pengomplek APDC dan pengestrak metil isobutil keton yang dilakukan pada pH 3.

### BAHAN DAN METODA.

Untuk pengukuran digunakan Spektrometer Serapan Atom "Shimadzu AA-630-12, pH meter Methrom E-603. Zat kimia digunakan berkualitas pro analisis dari pabrik Merck meliputi  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{HCl}$ , Metil isobutil keton, Amonium pirolidine dithiokarbonat, as. asetat, Natrium asetat,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ .

#### Penetapan Kondisi Optimum:

- Kedalam corong pisah 50 ml berturut-turut ditambahkan 8 ml larutan Cu (II) 10 ppm, 10 ml buffer pH 5 dan 5 ml APDC 0,1 M, encerkan sampai tepat batas 50 ml.
- Tambahkan 10 ml MIBK dan dikocok, pisahkan pelarut air dan pelarut organik. Kemudian ukur kandungan Cu pada pelarut organik dengan mempelajari panjang gelombang Cu, laju alir udara, laju alir asetilen dan tinggi nyala.
- Kondisi optimum tersebut dipergunakan untuk mempelajari kondisi optimum pembentukan kompleks dan pH.

## **Penentuan Cu dalam sampel:**

### **1. Pelarutan Sampel:**

- Ditimbang 0,25 gram cuplikan logam dan dilarutkan dengan 5 ml campuran  $\text{NH}_4\text{OH} + \text{HCl}$  (1:1), panaskan dan encerkan sampai tepat 50 ml.

### **2. Penetapan Cu dalam pelarut organik:**

- 2,5 ml larutan sampel diatas ditambah 10 ml buffer pH 5,3 ml diamonium H-sitrat 1 M, 5 ml APDC 0,1 M dan encerkan sampai 50 ml.
- Tambahkan 10 ml pelarut MIBK dan kocok lebih kurang 1 menit, pisahkan fasa organiknya.
- Ukur absorban Cu pada kondisi optimum.
- Kadar Cu dalam cuplikan dihitung berdasarkan regresi dalam pelarut organik.

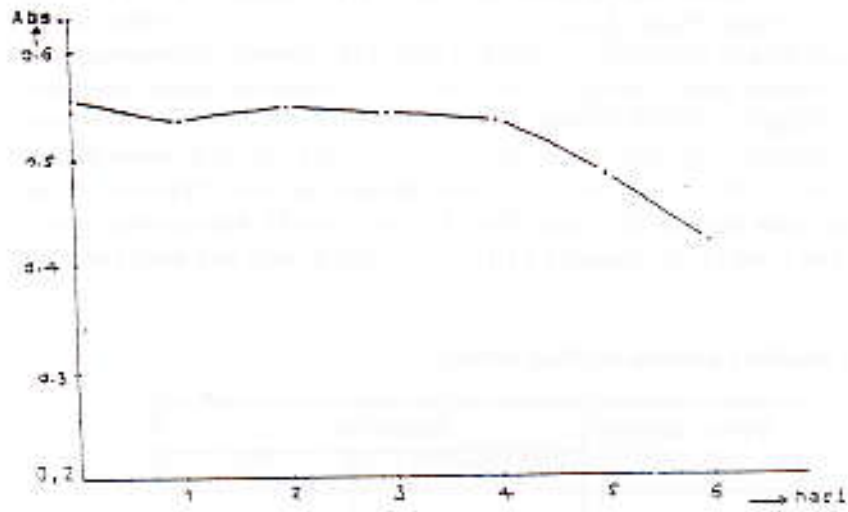
## **HASIL DAN DISKUSI**

### **- Penetapan kondisi optimum Cu dalam pelarut organik:**

Hasil penetapan kondisi optimum Cu dalam pelarut organik adalah, tinggi nyala 5 mm, laju gas asetilen 1 L/menit dan laju alir udara 10 L/menit. Dari hasil tersebut diatas kelihatan bahwa antara pelarut air dengan pelarut organik yang berbeda hanya pada tinggi nyala. Hal ini disebabkan adanya korelasi antara tinggi nyala dengan suhu nyala yang dihasilkan, dimana makin tinggi nyalanya maka suhu nyala/intensitas nyala akan berkurang. Sedangkan untuk senyawa-senyawa yang menggunakan pelarut organik yang mudah menguap untuk terjadinya atomisasi akan lebih mudah dan tidak membutuhkan ketajaman nyala yang lebih besar dibandingkan dengan pelarut  $\text{H}_2\text{O}$ .

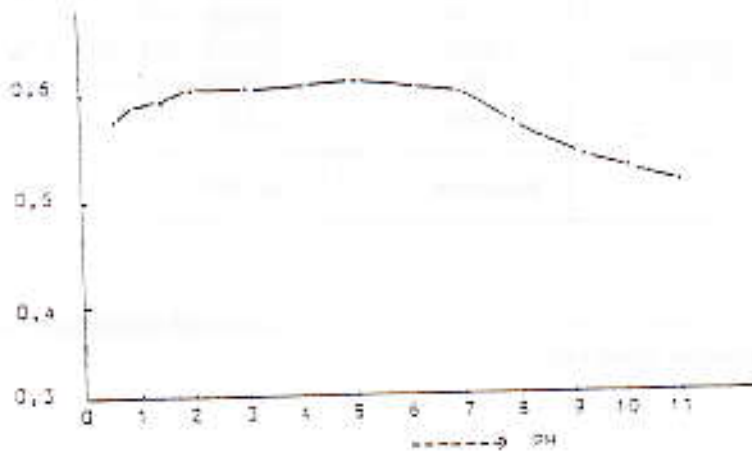
### **- Penetapan kestabilan kompleks Cu-APDC:**

Dari saat pembentukan kompleks Cu-APDC sampai 4 hari berikutnya relatif tak mengurangi nilai absorban Cu. Hal ini disebabkan karena kompleks yang terbentuk lebih stabil. Sedangkan pengukuran absorban Cu pada hari ke 5 dan seterusnya ternyata menurunkan nilai absorbannya. Hal ini menandakan bahwa kestabilan kompleks berkurang dan laju penurunan dipercepat oleh suatu sebab misalnya otokatalis. Namun hal ini perlu dibuktikan lebih lanjut.



Gambar IV.4. Pengaruh kestabilan kompleks Cu(APDC)<sub>2</sub> dengan konsentrasi Cu (II) 1 ppm yang ditambahkan dalam H<sub>2</sub>O

- Pengaruh pH dalam penetapan Cu:



Gambar IV.1. Pengaruh pH terhadap ekstraksi kompleks Cu(APDC)<sub>2</sub> 6 µg/ml. MIBK



Berdasarkan hal diatas bahwa pada pH 0,5 sampai 1,5 nilai absorban naik sedikit. Hal ini disebabkan karena kompleks  $\text{Cu}(\text{APDC})_2$  tidak terbentuk dengan sempurna. Sedangkan pada pH 2 sampai 7 didapatkan nilai absorban yang konstan karena kompleksnya terbentuk dengan sempurna sehingga terekstrak sempurna kedalam pelarut organik. Pada pH 7 nilai absorban turun, hal ini disebabkan terbentuknya kompleks-komplek hidroso dari Cu (II) sehingga sukar terekstrak kedalam pelarut MIBK. Hal ini juga tak jauh berbeda dari yang dilaporkan oleh Jhon D. Kinrade dan Jhon C. Van Loon (1974) dimana Cu (II) terekstraksi dengan baik pada range pH 2-6.

• Analisa Cu dalam cuplikan logam:

Berat Cuplikan	Kadar Cu	
	ppm (regress)	%
0,25 gram	1,4800	0,1183
	1,4230	0,1144
	1,4610	0,1186
0,25 gram	1,2139	0,0972
	1,2519	0,1004
	1,1949	0,0956
0,25 gram	1,5086	0,1204
	1,5751	0,1260
	1,5466	0,1236
	Rata-rata	0,1120

Dari analisa yang telah dilakukan diatas ddiperoleh kandungan Cu dalam sampel logam rata-rata 0,1120%.

## KESIMPULAN:

Dari data diatas dapat disimpulkan bahwa kestabilan lampu katoda Cu 15 menit, panjang gelombang 324,7 nm, laju alir udara 10 L/menit, laju alir gas asetilen 1 L/menit dan tinggi nyala 5 mm. Kondisi optimum pembentukan kompleks untuk ekstraksi dalam pelarut organik pH 2-7, kestabilan kompleks Cu-APDC selama 4 hari. Metoda ini telah diaplikasikan terhadap sampel cuplikan logam dimana diperoleh kadar Cu 0,1120%.

## DAFTAR PUSTAKA

- T.T. Chao, M.J. Fishman and J.W. Ball, 1969 "Determination of Traces of Silver in Waters by Anion Exchange and Atomic Absorbtion Spektrofotometry" *Anal. Chem. Acta*, 47, hal. 189-195.
- Mary C. William and E.J. Cocal, 1986 "Masking, Chelation and Solven Extraction for the Determination of Sub-Part per million Levels of Trace Element in High Iron and Salt Matrices". *Anal. Chem.* 58, hal 1541-1547.
- Ismono, 1978 "Cara-cara Pemisahan dan Cara-cara Elektrokimia dan Pengantar Termo Analisis", Dept. Kimia ITB, Agustus, hal 1-1 s/d 1-12.
- George K. Schweitzer, 1964 "A Theoretical Approach to The Solvent Extraction of Metal Chelates", *Anal. Chem. Acta*, 30, hal. 68-78.
- J.D. Kinrade and J.C Van Loon, 1974 "Solvent Extraction for Use With Flame Atomic Absorbtion Spektrometry", *Anal. Chem.* 46, 13, hal. 1894-1898.