

PENENTUAN SIANIDA SECARA TIDAK LANGSUNG DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

Hamzar Suyani, Novesar Jamarun
Staf Pengajar Jurusan Kimia FMIPA Unand

ABSTRACT

Atomic absorption spectrophotometry has been utilized for indirect determination of cyanide. Cyanide ion forms a complex of cuprocyanide with copper. The complex cuprocyanide formed was determined by atomic Absorption Spectrophotometry.

The method utilized was passing a cyanide solution at pH 11 through a mini column filled with cupric sulfide, so that copper was released as cuprocyanide complex that was then determined by atomic absorption spectrophotometry.

The results showed that a good correlation between absorbance and cyanide concentration with a correlation coefficient (r) of 0,9986. Detection limit of the method was 0,96 ppm and relative standard deviation at cyanide concentration of 10 ppm was 1,69%.

The method was applied for determine of cyanide in rubber tree seed. The cyanide content found was 0,0731%.

PENDAHULUAN

Sianida merupakan suatu senyawa yang bersifat racun kuat, dimana tingkat keracunannya dapat menimbulkan kematian pada manusia. Karena sianida dapat mempengaruhi aktivitas dari enzim (Partington, 1957).

Beberapa metoda digunakan untuk penentuan kandungan sianida dari berbagai sampel yaitu metoda titrasi Liebig (visual), titrasi spektrofotometris, kolorimetri dan metoda katalitik. Pada umumnya semua metoda tersebut membutuhkan beberapa tahap (proses) pengeringan untuk memisahkan substansi pengganggu yang berinterferensi dan menggunakan

bahan-bahan yang mahal serta bersifat karsinogen (Guilbault 1966, Hamprey 1979).

Amin T, et. al (1986) melaporkan suatu metoda penentuan sianida secara flow injeksi dimana sianida dilewatkan pada kolom berisi kuprisulfida. Karena sianida dapat membentuk kompleks dengan kuprisulfida membentuk komplek kuprosianida yang stabil. Kompleks kuprosianida yang terbentuk diukur dengan spektrofotometri serapan atom.

Berdasarkan hal tersebut diatas, maka dalam penelitian ini dilakukan modifikasi penentuan sianida, secara tidak langsung dengan spektrofotometri serapan atom, menggunakan kolom mini kuprisulfida dengan penginjeksian sampel secara manual.

BAHAN DAN METODA

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain spektrofotometer Serapan Atom Dial Atom III Jarrel ASH (Division of Fisher Scientific Co), pH meter Fisher account Model 230 A, Neraca analitis Ainsworth (Denver Colorado US), Kolom mini kuprisulfida, "Syringe" (dibuat dari bekas kolom mini Sep-pak Diol Cartridge for rapid sample preparation keluaran Milipore Water associate, US Patent No. 4,211,658).

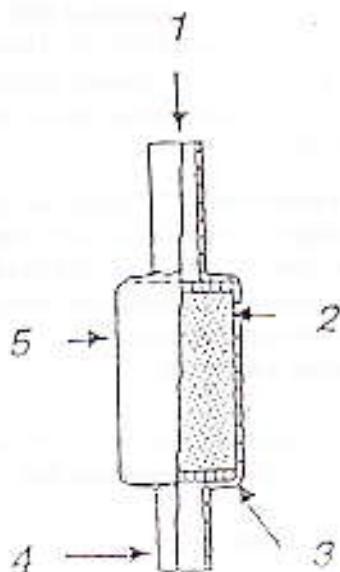
Zat kimia yang digunakan antara lain : CuSO₄.5H₂O, KCN, KOH, HCl yang berlabel proanalitis dari Merk. CuS (dibuat), H₂S, FeS dan aquades dari Media scientific.

Pembuatan tembaga sulfida (CuS).

Masukan pirit (FeS) kedalam pesawat Kipp kemudian tambahkan asam klorida (HCl) 1:1 sehingga timbul gelembung. Hubungkan pipa dari pesawat Kipp kedalam larutan tembaga sulfat yang telah disiapkan didalam gelas piala 300 ml. Maka akan timbul gelembung dalam larutan tembaga sulfat yang akhirnya terbentuk endapan hitam tembaga sulfida (CuS). Biarkan hal ini dalam satu malam sehingga terbentuk endapan yang banyak dan sempurna. Endapan yang telah terbentuk disaring dengan kertan saring, dicuci kemudian dikeringkan.

Persiapan Kolom Mini

Kolom diambil dari bekas Sep-Pak Cartridge Diol keluaran Water (Division of Millipore) yang telah dipakai. Adsorban fasa terikat (isi 'packing') dari Sep-Pak Cartridge berupa diol ini dikeluarkan dengan cara melubangi, kemudian dibersihkan dengan aquades sampai bersih. Kolom diisi kembali dengan CuS sampai penuh dan dipadatkan hingga sempurna. Kemudian kolom dilem kembali dengan lem plastik merk Alteco. Biarkan selama 1 jam, kolom siap digunakan.



Gambar 1: Anatomi kolom mini kuprisulfida.

Keterangan:

1. Bagian atas yang dapat dihubungkan dengan "Syringe".
2. Isi "packing" berupa kuprisulfida.
3. Saringan dari gelas berpori.
4. Bagian bawah tempat keluaranya larutan.
5. Kulit luar dari poli etilen.

Pembuatan Larutan

Larutan standar Cu^{++} 1000 ppm dibuat dengan melarutkan 3,9291 g, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan HNO_3 0,15 N dalam labu ukur 1000 ml.

Larutan standar CN^- 1000 ppm dibuat dengan melarutkan 2,5029 g KCN pada larutan KOH pH 11 dalam labu ukur 1000 ml.

Prosedur Penggunaan Kolom Mini.

Mula-mula kolom mini dicuci dengan larutan KOH pH 11 sebanyak 2,5 ml dengan cara menginjeksikan larutan KOH pH 11 kedalam kolom mini dengan "Syringe". Hasil pencucian ini diukur absorbannya dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Ulangi kerja diatas sampai didapatkan hasil absorbannya yang terkecil.

Untuk mendapatkan kurva standar CN^- dengan menggunakan larutan standar CN^- yang dibuat dengan berbagai variasi konsentrasi. Ambil 2,5 ml larutan standar CN^- dengan "Syringe" kemudian injeksikan kedalam kolom mini dengan perlakuan-lahan, hasilnya ditampung pada botol kecil dan diukur absorbannya dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Lakukan hal ini mulai dari larutan terkecil konsentrasi standar CN^- .

Ketelitian analisis dilakukan dengan cara memvariasikan penginjeksian terhadap standar CN^- 10 ppm sebanyak lima kali.

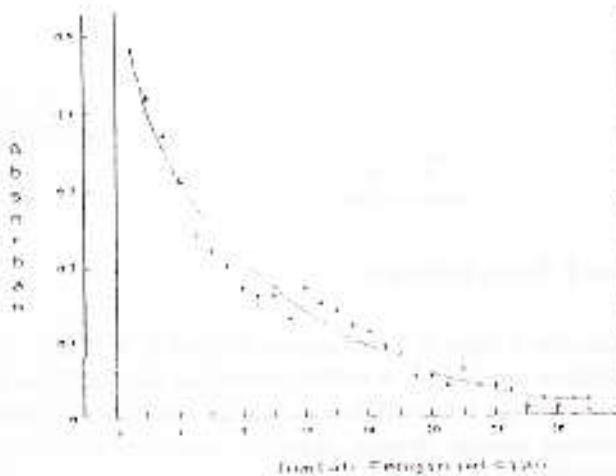
Penentuan Sianida Pada Buah Karet.

Buah karet dibuang kulitnya, diambil isinya dan dihaluskan kemudian ditimbang sebanyak 5 g, direndam dalam labu ukur 100 ml dengan larutan KOH pH 11 selama 24 jam. Kemudian cek pH larutan dengan pH meter. Untuk mengetahui apakah larutan yang sudah ini mengandung logam Cu maka larutan diukur absorbannya tanpa diinjeksikan kedalam kolom mini. Encerkan larutan dengan cara mengambil sebanyak 5 ml dan masukkan kedalam labu ukur 25 ml, kemudian tepatkan dengan larutan KOH pH 11. Ambil larutan yang telah diencerkan ini sebanyak 2,5 ml dengan "Syringe" dan injeksikan kedalam kolom mini, ukur absorbannya dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

HASIL DAN DISKUSI

Pencucian kolom mini

Pencucian kolom mini bertujuan untuk membebaskan kolom dari Cu^{++} bebas yang terbawa pada proses pembuatan cuprisulfida. Pencucian ini dilakukan dengan cara menginjeksikan berulang-ulang larutan KOH pH 11 ke dalam kolom mini menggunakan "Syringe". Hasil penginjeksian diukur absorbannya dengan SSA dapat dilihat dalam Gambar 2.



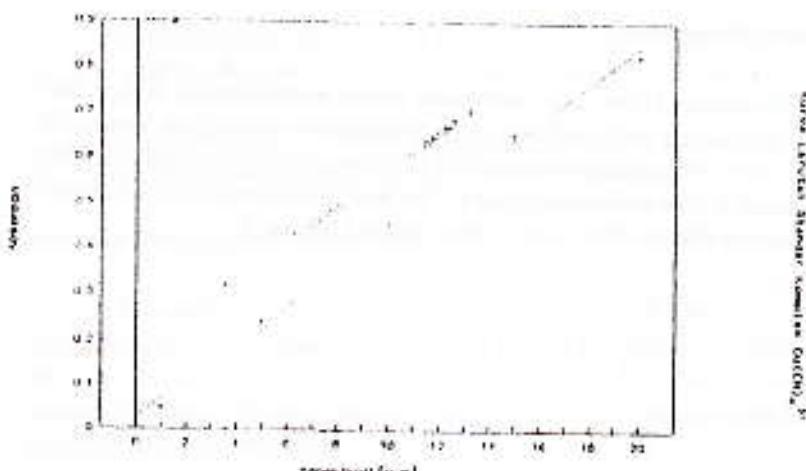
Gambar 2. Kurva pencucian kolom mini.

Dari gambar 2 terlihat bahwa absorbansi ion Cu^{++} bebas didapatkan semakin kecil dengan peningkatan jumlah penginjeksian. Setelah penginjeksian dilakukan sebanyak tiga puluh kali akhirnya didapatkan hasil yang mendekati konstan pada absorbansi 0,02.

Kurva Kalibrasi.

Larutan standar KCN dengan berbagai variasi konsentrasi diinjeksikan kedalam kolom mini kuprisulfida. Kemudian hasil injeksi diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

Hasil penentuan kurva kalibrasi dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Kurva Kalibrasi.

Dari Gambar 2 diperoleh persamaan Regresi $Y = 0.0291 + 0.0409 X$, dengan koefisien korelasi (r) = 0.9986 lebih besar dari koefisien korelasi tabel 0.811 pada derajat bebas (db) = 4. Hal ini berarti bahwa hubungan antara konsentrasi sianida dengan absorban mempunyai korelasi yang diterima (Miller 1984).

Batas deteksi (BD) pengukuran ditentukan dengan menghitung standar deviasi hasil pengukuran blanko terhadap harga kemiringan (b) yang diperoleh dari persamaan regresi. Hasil penentuan batas deteksi untuk pengukuran sianida dalam bentuk kuprostanida adalah 0.96. Batas deteksi merupakan konsentrasi terendah yang memberikan signal yang dapat dipercaya dari suatu metode. Hasil pengukuran standar deviasi standar deviasi relatif pada konsentrasi sianida 10 ppm adalah $7,6811 \times 10^{-3}$ untuk standar deviasi dan 1,69% untuk standar deviasi relatif. Nilai tersebut cukup baik karena nilai SDR yang diperoleh termasuk dalam nilai ideal yaitu 2%. Standar deviasi dan SDR merupakan suatu ukuran reproduksibilitas dan ketepatan suatu hasil analisis. Metode ini telah dicoba diaplikasikan terhadap sampel alam biji karet, diperoleh kandungan sianida pada biji karet tersebut 0.0731%.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa Spektrofotometer Serapan Atom melalui kolom mini kuprisulfid dapat digunakan untuk penentuan sianida. Hasil penelitian memberikan koefisien korelasi antara absorban dengan konsentrasi CN^- ($r = 0.9984$). Batas deteksi 0.96 ppm dan standar deviasi relatif = 1.6%.

DAFTAR PUSTAKA

- Amin, T. and Haj Hussein, 1986. "Determination of Cyanide by atomic Absorption Using aflow Injektion conversion Methods". Anal. Chem 58, 38-42.
- Guilbault, GG, and Kramer, DN, 1966 " Ultra Sensitif, Specific Method for Cyanide using p. Nitrobenzaldehyd and o. dinitrobenzene". Anal. Chem. 38, 834-836.
- Humphrey, R.E laird, L.E. 1971 " Polarography Determination of Chloride, Cyanide, Fluoride and sulfide with method chloranilate", Anal. Chem 43, 1995-1997.
- Partington, JR. 1957. "Text Book of Inorganic Chemistry" 6 th ed. Macmillan and Co Ltd London, 638-641.
- Miller, J.G., Miller, J.N. 1989. "Statistics for analytical chemistry" 2 nd ed. Halsted Press, John Wiley and Sons, Inc, New York 85-99.