

PEMISAHAN ANION-ANION SECARA KROMATOGRAFI ION
MENGUNAKAN KOLOM ODS YANG DILAPISI DENGAN
SETILTRIMETILAMONIUM BROMIDA

Skripsi Sarjana Kimia

Oleh :

David Aprivan
No. BP 02 132 039



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG

2007

ABSTRAK

Pemisahan Anion-anion Secara Kromatografi Ion Menggunakan Kolom ODS yang Dilapisi dengan Setiltrimetilamonium Bromida

Oleh

David Apriyan

Sarjana Sain (S.Si) dalam bidang Kimia Fakultas MIPA
Universitas Andalas

Dibimbing Oleh : Prof. Dr. Hamzar Suyani, M.Sc dan Dr. Hj. Safni, M.Eng.

Pemisahan anion-anion telah dilakukan secara kromatografi ion menggunakan kolom ODS (150 mm x 4,6 mm i.d) yang dilapisi dengan setiltrimetilamonium bromida. Kondisi fasa gerak dan laju alir eluen mempengaruhi pemisahan dari anion-anion. Fasa gerak yang digunakan berupa larutan NaCl 0,3 M + NaClO₄ 0,05 M + bufer fosfat 5 mM (pH 6,0) dengan laju alir 1,0 mL/menit pada sistem deteksi UV-Vis λ 224 nm. Pemisahan lima anion berlangsung selama 10 menit, dengan waktu retensi masing-masing anion adalah 1,717 menit untuk ion iodat, 2,025 menit untuk ion nitrit, 2,350 menit untuk ion nitrat, 4,125 menit untuk ion iodida dan 9,792 menit untuk ion tiosianat. Pemisahan menggunakan kondisi optimum memberikan nilai koefisien determinasi, batas deteksi, dan keterulangan data yang baik. Kondisi optimum ini digunakan untuk penentuan kadar ion iodat dan iodida yang terdapat di dalam tiga sampel garam dapur, dan didapatkan konsentrasi ion iodat dan ion iodida berturut-turut sebesar 40,09 mg/L dan 1,42 mg/L pada sampel 1; 43,61 mg/L dan 1,93 mg/L pada sampel 2; serta 34,18 mg/L dan 0,84 mg/L pada sampel 3.

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Teknik kromatografi ion telah mengalami perkembangan yang pesat sejak pertama kalinya diperkenalkan oleh Small, Stevens, dan Bauman pada tahun 1975¹. Kromatografi ion termasuk bagian dari kromatografi cair yang merupakan salah satu metoda analisis untuk pemisahan ion organik ataupun ion anorganik. Metoda ini telah menjadi suatu teknik yang populer untuk pemisahan anion dan kation yang biasanya sulit untuk dianalisis, karena metoda ini memiliki kecepatan analisis, sensitifitas, selektifitas, sistem pendeteksian, dan stabilitas kolom pemisah yang baik².

Para ahli kromatografi ion telah mengembangkan berbagai jenis tipe material paket kolom seperti fasa diam penukar anion yang dimodifikasi dengan anionik polisakarida, dimana dapat mempengaruhi kapasitas fasa diam penukar anion dan retensi anion^{3,4}. Kolom yang dimodifikasi dengan amonium kuartemer seperti kolom fasa terbalik (ODS), kolom silika gel dan kolom siano (CN)-silika juga telah dapat dipergunakan untuk pemisahan anionik anorganik dengan kapasitas yang tinggi sebagai fasa diam penukar anion.

Sejumlah reagen pemodifikasi berupa ammonium kuartemer yang terlapisi pada material kolom dapat digunakan untuk meningkatkan kapasitas penukar anion, seperti setiltrimetilamonium⁵⁻⁹, setilpiridium^{7,8,10}, tetrametilamonium⁸, dan didodesildimetilamonium¹¹. Pelapisan kolom menggunakan setiltrimetilamonium bromida (CTAB) dipilih karena CTAB merupakan suatu surfaktan ionik yang bersifat hidrofobik tinggi dari gugus setil-nya dan reagen yang mudah larut dalam air⁵. Sisi aktifnya yang bermuatan positif dapat meningkatkan kapasitas dan efisiensi kolom untuk pemisahan anion⁵⁻⁷. Oleh karena itu, pada penelitian ini digunakan kolom ODS yang dimodifikasi menggunakan CTAB untuk pemisahan beberapa anion pada batas deteksi UV.

1.2. Identifikasi dan Pembatasan Masalah

Pada penelitian ini, kolom ODS yang dilapisi oleh CTA^+ dalam bentuk garam bromida digunakan sebagai kolom penukar anion berkapasitas tinggi. Variasi laju alir dari fasa gerak ($\text{NaCl} + \text{NaClO}_4 + \text{Bufer fosfat pH } 6,0$) dilakukan untuk meningkatkan atau memperbaiki selektifitas kolom dan pemisahan beberapa anion menggunakan sistem pendeteksi UV-Vis.

1.3. Tujuan dan Manfaat Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk pemisahan beberapa anion menggunakan kolom ODS yang dilapisi oleh CTAB dengan menentukan kondisi optimum pemisahan. Kondisi optimum pemisahan diperoleh dengan cara bervariasi laju alir dari fasa gerak.

Kolom ODS yang dilapisi oleh CTAB diharapkan dapat digunakan untuk pemisahan beberapa anion anorganik dengan menggunakan sistem pendeteksi UV-Vis. Penelitian ini diharapkan dapat dimanfaatkan untuk mendeteksi kandungan beberapa anion yang terdapat di lingkungan kita serta bermanfaat bagi pengembangan teknik kromatografi ion.

1.4. Perumusan Masalah

Masalah yang akan diteliti pada penelitian ini meliputi peningkatan efektifitas kolom ODS yang dimodifikasi dengan CTAB sebagai fasa diam penukar anion dengan menggunakan fasa gerak $\text{NaCl} + \text{NaClO}_4 + \text{buffer fosfat pH } 6,0$. Apakah terjadi pemisahan anion-anion yang sempurna menggunakan fasa gerak $\text{NaCl} + \text{NaClO}_4 + \text{buffer fosfat pH } 6,0$ dengan melakukan variasi laju alir fasa gerak pada kolom ODS yang dimodifikasi dengan CTAB.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Proses pemisahan anion-anion secara kromatografi ion menggunakan fasa gerak berupa larutan NaCl 0,3 M + NaClO₄ 0,05 M + bufer fosfat 5 mM (pH 6,0) optimum pada laju alir 1,0 mL/menit dengan waktu retensi 1,717 menit untuk ion iodat, 2,025 menit untuk ion nitrit, 2,350 menit untuk ion nitrat, 4,125 menit untuk ion iodida dan 9,792 menit untuk ion tiosianat. Penentuan koefisien determinasi (R^2) dan batas deteksi dari kelima anion dilakukan pada kondisi optimum pemisahan. Didapatkan nilai R^2 dan batas deteksi berturut-turut sebesar 0,9839 dan 3,6242 mg/L untuk ion iodat, 0,9981 dan 1,2467 mg/L untuk ion nitrit, 0,9965 dan 1,6865 mg/L untuk ion nitrat, 0,9998 dan 0,3563 mg/L untuk ion iodida, serta 0,9999 dan 0,3255 mg/L untuk ion tiosianat. 3,6242 mg/L. Untuk mengetahui ketepatan ulang pemisahan, dilakukan penentuan standar deviasi relatif (SDR) dari masing-masing anion. Didapatkan nilai SDR ion iodat 3,99 % untuk luas area dan 0,19 % untuk waktu retensi, ion nitrit 2,35 % untuk luas area dan 0,16 % untuk waktu retensi, ion nitrat 3,35 % untuk luas area dan 0,14 % untuk waktu retensi, ion iodida 5,79 % untuk luas area dan 0,00 % untuk waktu retensi, serta ion tiosianat 0,47 % untuk luas area dan 0,31 % untuk waktu retensi.

5.2 Saran

Bagi peneliti selanjutnya disarankan untuk mencari kondisi perlakuan untuk mendapatkan pemisahan lebih banyak anion secara serentak dan mengaplikasikan metoda ini untuk menentukan kadar anion-anion yang ada di lingkungan sekitar, misalnya penentuan kadar anion dalam sumber air minum.

DAFTAR KEPUSTAKAAN

1. P.R Haddad and P.E. Jackson, *Ion Chromatography; Principles and Applications*, Elsevier, Amsterdam, Netherland, 1990.
2. J. Weiss, *Ion Chromatography 2nd ed*, VCH, Weinheim, Germany, 1995.
3. T. Takeuchi, Safni and T. Miwa, Ion Chromatography Using Anion exchangers Modified with Anionic Polysacarides, *LCGC*, 200, 18, 418.
4. Safni, T. Takeuchi, T. Miwa, Y. Hashimoto and H. Moriyama, Effect of Eluent Composition on Retention Behavior on Anions in Ion Chromatography on Anion-Exchanger Modified with Heparin, *J. Chromatogr. A*, 1999, 850, 65.
5. K. Ito, Y. Ariyoshi, F. Tanabiki and H. Sunahara, Anion Chromatography Using Octadecylsilane Reversed-Phase Columns Coated with cetyltrimetilammonium and its Application to Nitrite and Nitrate in Seawater, *Anal. Chem*, 1991, 63, 273-276.
6. K. Ito and T. Hirokawa, Enhanced Detection of iodide in seawater by Ion Chromatography Using an ODS column Coated with Cetyltrimetilammonium Bromide, *Anal. Sci*, May 2001, Vol. 17.
7. R. M Cassidy and S. Elchuck, Dynamically Coated Column for Sepaation of Metal Ion an Anions by Ion Chromatography, *Anal. Chem.*, 1982, 54, 1558-1563.
8. T. Takeuchi and E. S. Yeung, High-Performance Liquid Chromatographic Separation of Inorganic Anions on a Silica Gel Column Modified with A Quarternary Ammonium Salt, *J. Chromatogr.*, 1986, 370, 83 - 92.
9. R. N. Reeve, Determination of Inorganic Main Group Anions by High Performance Liquid Chromatography, *J. Chromatogr.*, 1979, 177, 193-197
10. X. Jun, J.L.F.C. Lima and M.C.B.S.M. Montenegro, Simultaneous Determination of Inorganic Anions and Carboxylic Acids in Wine Using Isocratic Separations on A Permanently Coated Reversed-Phase Column and UV indirect Detection, *Anal. Chim. Acta*, 1986, 321, 263-271.
11. D. Connolly and B. Paull, Fast Ion Chromatography of Common Inorganic Anions on a Short ODS Column Permanently Coated With Didodecyldimethylammonium Bromide, *J. Chromatogr. A*. 2002, 953, 299-303.
12. *Ullman's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Vol. A-14, VCH, Weinheim, Germany, 1989, pp. 381-391.