



PENENTUAN KADAR ION TIMBAL (Pb^{2+}) DALAM PERAIRAN DENGAN METODE KOPRESIPITASI MENGGUNAKAN APDC

Muhammad A'inni^{*}, Agung Tri Prasetya dan Eko Budi Susatyo

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Sejarah Artikel:
Diterima Juli 2015
Disetujui Agustus 2015
Dipublikasikan November 2015

Kata kunci:
ion timbal
limbah perairan
kopresipitasi

Abstrak

Penentuan kadar ion timbal dalam perairan dilakukan dengan metode kopresipitasi menggunakan APDC. Penelitian bertujuan untuk menentukan optimasi proses kopresipitasi ion Pb^{2+} menggunakan ligan APDC. Hasil optimasi diterapkan pada penentuan kadar ion timbal dalam perairan dengan metode kopresipitasi menggunakan ligan APDC. Variabel yang diselidiki meliputi optimasi variasi pH (2-8), volume ligan APDC 2% (0,5-4 mL), waktu pengadukan dari 5-25 menit, dan pengaruh interferensi ion Fe^{3+} terhadap hasil analisis ion Pb^{2+} . Penelitian memberikan hasil optimasi dengan pH optimum 4, volume APDC optimum 3 mL, waktu pengadukan optimum 10 menit, dan % *recovery* ion Pb^{2+} pada kondisi optimum sebesar 106,53%. Ion Fe^{3+} dapat mengganggu analisis ion Pb^{2+} mulai pada perbandingan 1:10. Kondisi optimum yang diperoleh kemudian diaplikasikan dalam perairan di sungai dekat dengan kawasan industri Tugu Semarang dan diperoleh kadar ion Pb^{2+} sebesar 5 ppm.

Abstract

Determination of ion lead in the water is done by using APDC coprecipitation method. The research purpose to determine the coprecipitation process optimization ion Pb^{2+} using APDC ligand. The results of the optimization is applied to the determination of the levels of ion lead in water by coprecipitation method using APDC ligand. Variables investigated include optimization of pH variation (2-8), the volume of 2% APDC ligand (0.5 to 4 mL), stirring time of 5-25 minutes, and the effect of interference ion Fe^{3+} to ion Pb^{2+} analysis results. The research gives the results of the optimization with optimum pH 4, the optimum volume of 3 mL APDC, the optimum stirring time 10 min, and ion Pb^{2+} % recovery at the optimum condition of 106.53%. ion Fe^{3+} can interfere with the analysis of ion Pb^{2+} at a ratio 1:10. The optimum conditions obtained were then applied in the waters of the river near the industrial area Tugu Semarang and obtained levels of lead ions at 5 ppm.

Pendahuluan

Timbal (Pb) dan persenyawaannya dapat berada di badan perairan dalam bentuk terlarut dan tersuspensi, baik secara alamiah maupun sebagai dampak aktivitas manusia. Secara alamiah Pb masuk ke perairan melalui pengkristalan timbal di udara dengan bantuan air hujan, jatuhnya debu yang mengandung timbal yaitu bahan bakar yang mengandung timbal tetraetil juga memberikan kontribusi yang berarti bagi keberadaan timbal di dalam air, erosi, proses korosifikasi batu-batuan mineral dan limbah industri (pabrik baterai, amunisi, kawat dan cat) (Saeni; 1989). Sebagai dampak aktivitas manusia, Pb masuk ke perairan melalui limbah industri dan pertambangan. Badan perairan yang telah tercemar senyawa atau ion Pb sehingga konsentrasinya melebihi konsentrasi yang semestinya dapat mengakibatkan kematian bagi biota perairan (Palar; 1994).

Timbal merupakan logam berat yang tidak dapat diuraikan sehingga membahayakan bagi kesehatan manusia karena dapat menyebabkan osteoporosis, keguguran pada ibu hamil, anemia, dan anak lamban berpikir. Pengaruh timbal terhadap kesehatan tidak sepenuhnya diketahui, namun bentuk keracunan yang ringan menyebabkan kegugupan dan depresi (tekanan) mental. Kasus yang lebih berat adalah kerusakan permanen pada saraf, otak dan ginjal (Petrucci; 1993).

Ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dapat digunakan untuk ekstraksi logam-logam kelumit dalam pelarut organik kloroform dan metil iso butil keton (MIBK). Dalam pelarut kloroform, ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat digunakan sebagai pengompleks dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah antara lain besi, kobalt, nikel, vanadium, tembaga, arsen, antimoni dan timbal. Selain itu, APDC juga dapat digunakan untuk menentukan bismuth dalam baja menggunakan EDTA dan KCN sebagai penopeng (Stary dan Irving; 1964).

Kopresipitasi adalah pengendapan ikutan. Proses dimana zat yang biasanya dapat larut, ikut tersangkut mengendap selama pengendapan zat yang diinginkan (Underwood dan Day; 1989). Handyana (2004) memberikan definisi kopresipitasi yaitu kopresipitasi dapat diartikan sebagai pengendapan di dalam atau pada permukaan endapan pengotoran yang disebabkan adanya zat yang larut dalam larutan induk atau disebut juga pengendapan seiring. Kelebihan dari kopresipitasi adalah teknik yang ekonomis

dan aneka variasi kondisi yang dapat dipilih mulai dari pH, suhu, agen pengendap dan lain sebagainya.

Kelebihan analisis unsur dengan SSA antara lain analisis dapat dilakukan dengan cepat, ketelitian tinggi sampai tingkat runtu (kemungkinan untuk menentukan konsentrasi semua unsur pada konsentrasi runtu) dan tidak memerlukan pemisahan (penentuan suatu unsur dapat dilakukan dengan kehadirannya unsur-unsur lain, asalkan katoda berongga yang diperlukan tersedia) (Khopkar; 1984).

Pada penelitian ini telah dipelajari kondisi yang mempengaruhi analisis timbal secara kopresipitasi diantaranya pengaruh pH dalam kopresipitasi, konsentrasi ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dan waktu pengadukan serta interferensi dari ion Fe^{3+} . Metode analisis ini diharapkan dapat digunakan untuk analisis timbal dalam perairan.

Metode Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: SSA *Perkin Elmer Aanalyst100*, *heating/magnetic stirrer*, *analytical balance Ohaus model E 02140* dan pH-meter digital. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: timbal nitrat, besi nitrat, tembaga (II) nitrat, asam nitrat, asam klorida, APDC dengan *grade proanalyst* buatan *Merck*, serta limbah perairan, dan aquademin.

Optimasi pH larutan dilakukan dengan cara mengambil 50 mL ion Pb^{2+} 2 ppm, 5 mL ion Cu^{2+} 100 ppm dan 1 mL APDC 2% pHnya diatur menjadi 2, 4, 6 dan 8. Kemudian larutan diaduk 5 menit sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aqua demin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aquademin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA.

Penambahan ligan APDC dengan cara mengambil 50 mL ion Pb^{2+} 2 ppm, 5 mL ion Cu^{2+} 100 ppm dan 0,5; 1, 2, 3, dan 4 mL larutan APDC 2% pada pH optimum dari percobaan sebelumnya. Kemudian larutan diaduk 5 menit sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aquademin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aquademin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA.

Variasi pengadukan waktu dilakukan dengan mengambil 50 mL ion Pb^{2+} 2 ppm, 5 mL ion Cu^{2+} 100 ppm dan tambahkan pada APDC 2% optimum, pada pH optimum dari percobaan sebelumnya. Kemudian larutan diaduk 5, 10, 15, 20, 25 menit sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aquademin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aquademin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA.

Pengaruh interferensi ion Fe^{3+} mengambil 50 mL ion Pb^{2+} 2 ppm, 5 mL ion Cu^{2+} 100 ppm dan tambahkan APDC 2% optimum, pada pH optimum dari percobaan sebelumnya ditambah 0, 1, 2, dan 3 mL larutan ion Fe^{3+} 10 ppm. Kemudian larutan diaduk pada waktu optimal sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aquademin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aquademin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA.

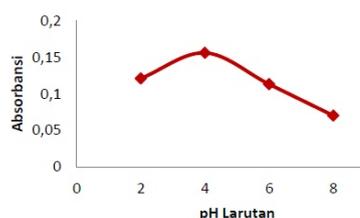
Uji temubalik dilakukan pada kondisi optimum dengan cara mengambil 50 mL ion Pb^{2+} pada 2, 4, dan 6 ppm, 5 mL larutan Cu^{2+} 100 ppm, dan ditambah larutan APDC 2% optimum, pada pH optimum dari percobaan sebelumnya. Kemudian larutan diaduk pada waktu optimal sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aquademin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aqua demin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA.

Cara kerja penentuan kadar ion timbal dalam perairan yaitu dengan cara membuat 4 seri larutan, masukkan 1 mL sampel perairan ke dalam gelas beker, ditambah dengan larutan ion Pb^{2+} 2 ppm dengan variasi volume 0, 2, 4 dan 6 mL ditambah 5 mL larutan Cu^{2+} 100 ppm, larutan APDC 2% optimal, dan pH optimum. Kemudian larutan diaduk pada waktu optimal sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL aquademin. Endapan dilarutkan dengan 1 mL HNO_3 4 N, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aqua demin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA.

Kemudian tentukan kadar kadmium dalam sampel perairan.

Hasil dan Pembahasan

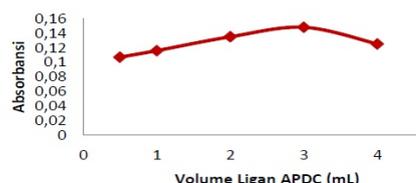
Penentuan kadar ion timbal dalam perairan menggunakan berbagai variasi sebelum menentukan kadar sampel perairan yang mau dianalisis, antara lain: optimasi pH larutan, penambahan jumlah ligan APDC, waktu pengadukan, dan keberadaan ion logam Fe^{3+} , uji temubalik pada kondisi optimum, dan penentuan kadar sampel terhadap penentuan kadar ion timbal. Pada optimasi pH dengan menggunakan variasi asam-basa dimulai dari pH 2 sampai 8.



Gambar 1. Optimasi pH

Dari data yang diperoleh bahwa reaksi pembentukan kompleks $Pb(APDC)_2$ berlangsung optimal pada pH 4 yang ditandai oleh harga absorbansi yang maksimal. Dapat dikatakan bahwa pada pH 4 kompleks $Pb(APDC)_2$ dan $Cu(APDC)_2$ berada pada keadaan paling stabil.

Optimasi penambahan ligan APDC dilakukan dengan cara menambahkan ligan APDC mulai dari volume 0,5; 1; 2; 3; dan 4 mL dengan maksud mengetahui penambahan yang paling optimum agar hasilnya optimum.

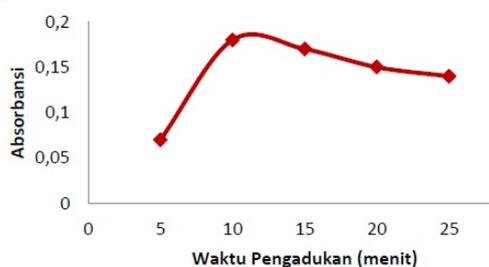


Gambar 2. Hasil ligan APDC

Berdasarkan dari Gambar 2 tampak bahwa semakin besar volume ligan APDC 2% yang ditambahkan akan menghasilkan kompleks $Pb(APDC)_2$ semakin besar, hal ini terlihat dari absorbansi yang semakin besar dengan adanya ligan tetapi semakin kecil dengan bertambahnya volume ligan dan mencapai keadaan optimum pada penambahan 3 mL, kemudian untuk penambahan berikutnya absorbansi mengalami sedikit penurunan. Hal ini dapat disebabkan oleh beberapa hal yaitu endapan $Pb(APDC)_2$ yang terbentuk terlarut kembali, endapan yang terbentuk adalah APDC sehingga Cd tidak terkompleks ikut terendapkan dan menyebabkan

absorbansi ion Pb^{2+} menurun setelah pada 3 mL APDC.

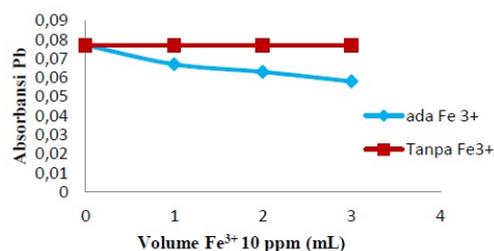
Pada variasi waktu pengadukan dicoba dilakukan dari 1, 5, 10, 15, 20 dan 25 menit dengan selang waktu 5 menit. Adapun hasil optimasi waktu pengadukan diperoleh hasil seperti Gambar 3.



Gambar 3. Hasil waktu pengadukan

Waktu pengadukan sangat berpengaruh terhadap pembentukan kompleks. Makin cepat kesetimbangan tercapai, makin cepat juga waktu reaksi yang berlangsung sehingga dapat menghemat waktu. Ini berarti bahwa reaksi yang terjadi relatif mudah berlangsung sehingga tidak membutuhkan waktu lama dalam proses kopresipitasi.

Kajian interferensi ion Fe^{3+} bertujuan untuk mengetahui pengaruh adanya ion besi terhadap ion timbal. Kajian interferensi ion Fe^{3+} dilakukan dengan cara menambahkan larutan ion Fe^{3+} 100 ppm ke dalam sistem sejumlah 0-3 mL.

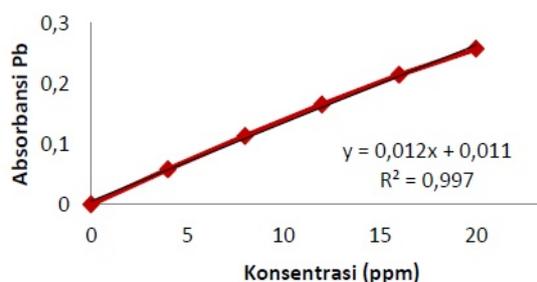


Gambar 4. Hasil interferensi Fe^{3+}

Pada Gambar 4 menunjukkan bahwa absorbansi ion Pb^{2+} menurun dengan adanya ion Fe^{3+} . Dengan adanya ion Fe^{3+} yang semakin besar mengakibatkan absorbansi ion Pb^{2+} semakin kecil. Ion Fe^{3+} mulai mengganggu penentuan ion Pb^{2+} pada perbandingan 100 : 10 atau 10 : 1. Karena pada tanpa penambahan ion Fe^{3+} , absorbansi yang dihasilkan absorbansi sebesar 0,077 sedangkan pada penambahan ion Fe^{3+} sebanyak 1 mL 10 ppm absorbansi menurun menjadi 0,067 atau menurunkan absorbansi sebesar 12,98%. Maka dapat dikatakan bahwa keberadaan ion Fe^{3+} dapat mengganggu atau menginterferensi Pb^{2+} pada perbandingan 10 : 1 dan setelah penambahan

ion Fe^{3+} 10 ppm sebanyak 1 mL. Hal tersebut terjadi karena antara ion Fe^{3+} dengan ion Pb^{2+} berkompetisi untuk membentuk endapan dengan ligan pirolidin ditiokarbamat pada saat terjadi proses pengendapan. Setelah semua optimasi selesai dan diperoleh kondisi optimum untuk analisis ion Pb^{2+} dengan pembentukan kompleks $Pb(APDC)_2$, maka langkah selanjutnya adalah uji coba aplikasi metode tersebut pada sampel yang sesungguhnya yaitu perairan. Untuk preparasi sampel, limbah perairan disaring agar pengotor yang terdapat dalam air tidak teranalisis dan air menjadi jernih.

Dalam penentuan kadar ion Pb^{2+} tersebut, sebelumnya disiapkan kalibrasi larutan standar dengan mengalurkan absorbansi sebagai ordinat (sumbu y) dan konsentrasi larutan standar sebagai absis (sumbu x). Larutan standar dibuat dengan memvariasi konsentrasi Pb^{2+} 4, 8, 12, 16 dan 20 ppm. Data absorbansi larutan standart ion Pb^{2+} dapat dilihat kurva kalibrasi seperti Gambar 5.



Gambar 5. Kurva Kalibrasi Standar Pb^{2+}

Tabel 1. Data pengamatan kadar ion timbal dalam perairan dengan metode kopresipitasi dan % temubalik

No	Sampel (mL)	Pb^{2+} ppm	Absorbansi	Kadar Pb^{2+} Terukur (μg)	Kadar Pb^{2+} Teoritis (μg)	% Temubalik
1	1	0	0,071	50	-	-
2	1	2	0,083	60	54	111,111%
3	1	4	0,085	61,667	58	106,322%
4	1	6	0,087	63,330	62	102,145%

Rata-rata % temu balik = 106,526%

Berdasarkan persamaan regresi linier tersebut maka dapat dihitung kadar ion Pb^{2+} dalam limbah industri yang dianalisis dengan metode kopresipitasi dengan tanpa penambahan Pb^{2+} 2 ppm, penambahan 2, 4, dan 6 mL Pb^{2+} 2 ppm, 5 mL Cu^{2+} 10 : ppm, volume APDC 2% optimal, pH optimal, dan waktu pengadukan optimal. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 1.

Dari Tabel 1. endapan yang diperoleh Pb^{2+} dalam limbah perairan tanpa penambahan Pb^{2+} 2 ppm sebesar 5 ppm dalam 10 mL. Hal tersebut

menunjukkan bahwa kadar ion timbal dalam perairan yang diperoleh dari hasil kopresipitasi dengan APDC 2% sebesar 5 ppm dalam 10 mL. Hal tersebut dikarenakan kadar ion timbal dalam perairan memang lebih sedikit bila dibandingkan dengan besi dan tembaga. Banyaknya besi dan tembaga yang terkandung dalam perairan dapat mengganggu proses absorpsi timbal atau menginterferensi, sehingga kadar ion timbal yang telah diperoleh dalam limbah perairan bisa jadi terinterferensi oleh logam-logam lain seperti besi dan tembaga yang menyebabkan kadar ion timbal yang terukur menjadi kecil.

Dari Tabel 1. juga diperoleh % temubalik variasi konsentrasi kadar ion Pb^{2+} sebesar 106,53%. Hasil perolehan 106,53% temubalik relatif tinggi, namun ion Pb^{2+} tidak semua larut, sebagian masih berada dalam larutan sehingga akan mengurangi harga absorpsi. Hal ini berarti analisis ion Pb^{2+} dengan metode kopresipitasi menggunakan APDC baik.

Simpulan

Penentuan kadar ion Pb^{2+} dalam perairan dengan metode kopresipitasi menggunakan ligan ammonium pirolidin ditiokarbamat yang telah diperoleh melalui optimasi pH larutan,

penambahan jumlah ligan APDC, waktu pengadukan, keberadaan ion logam Fe^{3+} , pengaruh variasi konsentrasi kadmium kondisi optimum, dan penentuan kadar sampel terhadap penentuan kadar ion timbal dalam perairan di sungai dekat kawasan industri Tugu Semarang adalah sebesar 5 ppm

Daftar Pustaka

- Handyana, P. 2004. *Kamus Kimia*. Jakarta: Balai Pustaka
- Khopkar, S.M. 1984. *Konsep Dasar Kimia Analitik (Terjemahan)*. Bombay: Indian Institute of Technology
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta
- Petrucci, K.H. 1993. *Kimia Dasar*. Alih Bahasa Suminar Achmadi. Jakarta: Erlangga
- Saeni, M.S. 1989. *Kimia Lingkungan*. Departemen Pendidikan dan Kebudayaan. Ditjen Pendidikan Tinggi. Pusat Antar Universitas Ilmu Hayati Institut Pertanian Bogor. Bogor
- Sary, J. and Irving, H. 1964. *The Solvent Extractions of Metal Chelates*. Amsterdam: Pergamon Press
- Underwood, A.L. dan Day, R.A. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi ke-4 (Terjemah: Quantitative Analysis). Sopyan (Penerjemah). Jakarta: Erlangga