

Pembuatan Resin Termodifikasi Arang Jerami – Ca-alginat Pada Tahapan Prakonsentrasi Logam Mn(II) Dalam Kolom Dengan Metode Off-Line

¹Ario Pancasona, ²Bohari Yusuf, ³Aman Sentosa Panggabean

Program Studi Kimia FMIPA Universitas Mulawarman
Jl. Barong Tongkok No. 4 Gn. Kelua Samarinda. Telp. 0541-749152
Corresponding Author: ariopancasona@gmail.com

Abstract. Preconcentration method of manganese ion has been developed by using column method filled by Ca – Alginate with straw carbon. The preconcentration method was developed by off-line method, water samples were passed through the column and eluted by 0.5 M of HNO₃, afterwards the eluate was taken and measured with Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). The optimum composition of Ca – Alginate modified by straw carbon resin were at 1 M CaCl₂, 1% Na – Alginate and 0.05 gram straw carbon. Retention capacity of this resin were at 0.625 mg per 1 gram of resin. Greatest absorption were at pH 3 and best eluen condition at 0.5 M, volume HNO₃ at 8 mL and volume of standart is 10 mL. The Analytical performance of this method is good enough which are shown by limit of detection was 0.0196 mg/L and the reproducibility level shown by the percentage of the coefficient variance was 2.59%. This method could be applied to determine ion Mn(II) at the natural water samples from Mahakam river and commercial water with a recovery percentage of > 95 %, used spike method that shown this resin is little bit good enough at preconcentration stage determination of Mn (II).

Keywords : Preconcentration, Ca – Alginate modified by straw carbon microcapsule, Mn

Pendahuluan

Lingkungan hidup adalah kesatuan ruang dengan semua benda, daya, keadaan dan makhluk hidup, termasuk manusia dan perilakunya, yang mempengaruhi alam itu sendiri, kelangsungan perikehidupan, dan kesejahteraan manusia serta makhluk hidup lain. Demikian pengertian lingkungan hidup sebagaimana dalam Undang-undang No. 32 Tahun 2009 tentang Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup.

Kerusakan lingkungan hidup yang terjadi pada Negara kita atau bahkan bumi kita ini, tidak lain disebabkan oleh manusia itu sendiri. Kerusakan lingkungan terjadi akibat dari aktivitas-aktivitas manusia sehari-hari yang tanpa sadar merusak lingkungan sekitar mereka. Contohnya kegiatan industri yang membuang limbah tak terpakai ke lingkungan bebas. Meskipun memiliki dampak positif yang besar bagi bangsa dan negara namun pembangunan proyek industri sering kali menyebabkan kasus-kasus pencemaran yang jelas-jelas merusak lingkungan. Banyak proyek-proyek pembangunan industri maupun kegiatan produksi yang ada didalamnya tidak memenuhi dan menaati kaidah lingkungan hidup. Sehingga lingkungan sekitar pabrik

industri mengalami pencemaran tanah, air dan udara. Dimana kegiatan tersebut dapat menghasilkan limbah yang mengandung logam berat yang dapat mencemari lingkungan dan walaupun dalam konsentrasi yang rendah efek logam berat dapat berpengaruh langsung dan terakumulasi pada rantai makanan sehingga dikhawatirkan berdampak pada kesehatan manusia. Hal ini tentu saja mengakibatkan gangguan kesehatan bagi masyarakat sekitar pabrik. Banyak penyakit-penyakit kulit, gangguan pernapasan dan gangguan pencernaan yang menyerang warga sekitar.

Penggunaan logam berat dalam kehidupan sehari-hari kian bertambah dan telah menghasilkan bahan buangan yang mengandung logam berat yang tinggi. Bahan buangan yang tidak diberikan perhatian telah membawa bahaya pada manusia, hewan dan tumbuhan di sekitarnya. Keberadaan logam dalam perairan umumnya berasal dari limbah industri. Beberapa macam ion logam berat yang biasanya mencemari perairan yaitu Pb(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II) dan lain-lain (Megawati, 2007).

Mangan adalah suatu unsur kimia yang mempunyai nomor atom 25 dan memiliki

simbol Mn. Mangan ditemukan oleh Johann Gahn pada tahun 1774 di Swedia. Logam mangan berwarna putih keabu-abuan. Mangan termasuk logam berat dan sangat rapuh tetapi mudah teroksidasi. Logam dan ion mangan bersifat paramagnetik. Hal ini dapat dilihat dari orbital d yang terisi penuh pada konfigurasi elektron. Mangan adalah salah satu dari tiga elemen penting beracun, yang berarti bahwa tidak hanya perlu bagi manusia untuk bertahan hidup, tetapi juga beracun ketika terlalu tinggi konsentrasinya hadir dalam tubuh manusia (Zulaiha, 2011). Terpaparnya mangan di dalam tubuh manusia terutama terjadi melalui makanan, seperti bayam, teh dan rempah-rempah. Setelah penyerapan dalam tubuh manusia mangan akan diangkut melalui darah ke hati, ginjal, pankreas dan kelenjar endokrin. Efek mangan terjadi terutama di saluran pernapasan dan di otak. Gejala keracunan mangan adalah halusinasi, pelupa dan kerusakan saraf (Halimah, 2010).

Penggunaan metode prakonsentrasi sebagai tahap awal analisis instrumental untuk menentukan konsentrasi logam berat dalam air, telah banyak dilakukan (Leyden, 1981). Hal-hal yang berkaitan dengan kekurangefektifan serta pengaruh matriks terhadap pengukuran dapat diperkecil melalui metode prakonsentrasi yang sesuai. Teknik prakonsentrasi memberikan solusi terhadap keterbatasan kepekaan instrumen dalam penentuan logam berat pada konsentrasi yang sangat rendah (Koester, 2005).

Pemanfaatan arang jerami padi sendiri dalam proses teknik analisis pernah dilakukan beberapa kali, namun hanya sebatas pada penggunaan arang untuk proses penyerapan logam saja, tidak hingga sejauh teknik prakonsentrasi. Sehingga kebanyakan daripada itu jerami padi hanya menjadi limbah, karena lebih kurang 30 % jerami padi digunakan untuk beberapa kepentingan manusia berupa atap rumah, kandang, penutup tanah (mulsa), bahkan bahan bakar industri dan untuk pakan ternak (bila terpaksa) selebihnya dibuang atau dibakar (Rahman, 2009). Dan pada penelitian penelitian sebelumnya mengenai teknik prakonsentrasi, terutama dengan metode kolom telah beberapa kali dilakukan namun dalam beberapa jenis logam berbeda dan jenis jenis material pengisi kolom seperti resin yang berbeda beda. Beberapa diantaranya untuk

logam Fe, Cu, dan lain sebagainya. Namun belum ada yang memodifikasi resin sejenis Ca - Alginat ini dengan senyawa anorganik seperti arang jerami padi ini.

Oleh karena itu, peneliti ingin menggunakan arang dari jerami padi ini dalam teknik analisis dalam tahap prakonsentrasi, dengan memodifikasi arang jerami padi dengan Ca-Alginat sebagai materi pengisi kolom dalam tahap prakonsentrasi untuk menentukan kadar logam Mn(II) dalam sampel air. Yang diharapkan resin termodifikasi ini dapat digunakan sebagai materi pengisi kolom dalam tahapan prakonsentrasi logam Mn(II). Penelitian ini didasarkan pada teknik prakonsentrasi yang melewati larutan logam Mn(II) pada minikolom yang selanjutnya dideteksi dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

Metodologi penelitian

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), Peralatan Gelas Laboratorium, Neraca Analitik, *Hot Plate*, Kuvet, Spatula, Pipet Mikro, *Beaker Glass*, Stopwatch, Botol Film Plastik, Klem, Statif Dan Kolom. Bahan-bahan yang digunakan adalah CaCl, Na - Alginat, Jerami Padi, MnSO₄.H₂O, HNO₃, H₃PO₄, HCl, H₂SO₄, pH universal, kertas saring, sampel air sungai A dan aquadest.

Prosedur Penelitian

Optimasi Resin Arang Jerami – Ca-Alginat Pengaruh pH

Sebanyak 0,1 gr resin Termodifikasi Arang Jerami Padi - Ca- Alginat direndam ke dalam jenis asam optimum dengan variasi pH 1 - 8. Perendaman dilakukan selama 24 jam, disaring dan dikeringkan. Kemudian 10 mL larutan Mn(II) dimasukkan ke dalam botol film plastik yang berisi resin dan diaduk perlahan. Direndam selama 24 jam lalu disaring, absorbansi filtrat diukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

Kapasitas Retensi Resin Arang Jerami – Ca-Alginat

Pada tahap ini digunakan metode *batch* dimana 0,1 g Resin Termodifikasi Arang Jerami Padi - Ca- Alginat direndam ke dalam 10 mL larutan Mn(II) dengan variasi konsentrasi 2 - 12 mg/L pada kondisi optimum. Perendaman dilakukan selama 24 jam dan diukur absorbansi Mn(II) menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

Uji Kinerja Analitik

Linearitas

Larutan Mn(II) dengan variasi konsentrasi 0,01 - 1,0 mg/L dengan kondisi optimum dan prosedur yang sama seperti di atas kemudian diukur absorbansinya. Dengan memplotkan absorbansi vs konsentrasi Mn(II) akan diperoleh persamaan garis regresi.

Penentuan LoD

Dalam penelitian ini LOD ditentukan dengan mengukur harga absorbansi dari konsentrasi Mn(II) terkecil yang masih dapat ditentukan dan dibedakan dari absorbansi yang diberikan oleh blanko dengan beberapa kali pengukuran. Limit deteksi dinyatakan sebagai perbandingan absorbansi standar (S) terhadap absorbansi blanko (N) atau $S/N=3$ (LIPI,2003).

Penentuan Presisi

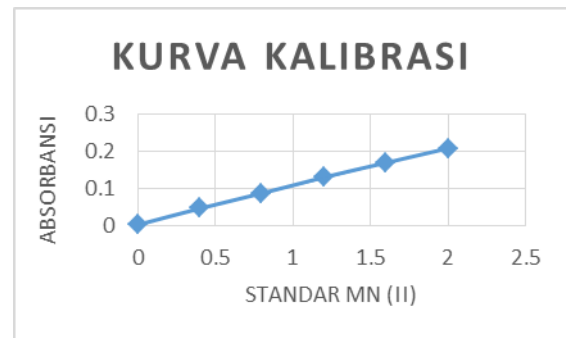
Dilakukan pengukuran absorbansi larutan Mn(II) 1,0 mg/L secara berulang kali ($n=7$) dengan kondisi optimum dengan prosedur yang sama seperti di atas.

Hasil dan pembahasan

Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat untuk mencari daerah linieritas suatu pengukuran antara konsentrasi analit dalam sampel dengan daerah ukur yang diberikan. Linieritas dievaluasi dari grafik yaitu dengan memplotkan absorbansi sebagai fungsi dari konsentrasi analit, yang biasa disebut kurva kalibrasi.

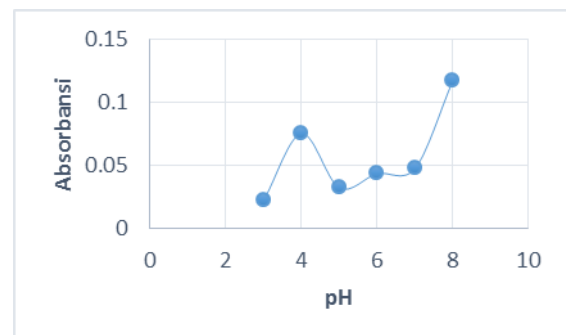
Berdasarkan hasil pengukuran kurva kalibrasi untuk ion logam Cu sebelum prakonsentrasi, diperoleh persamaan garis regresi $y = 0.1022x + 0.0062$ dengan koefisien korelasi (R^2) = 0.9995. Dengan demikian daerah konsentrasi linier metode prakonsentrasi dengan deteksi Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah pada daerah konsentrasi 0 mg/L sampai dengan 2 mg/L.



Gambar . Kurva Kalibrasi

Pengaruh pH

Dari gambar dapat dilihat dengan jelas bahwa resin dengan pH 3 dapat menyerap logam Mn(II) lebih baik daripada dengan kondisi pH lainnya. Yang ditunjukkan dengan rendahnya nilai absorbansi ion logam Mn (II) yang terbaca oleh alat. Dapat dilihat juga pada kondisi pH 7-8 absorbansi ion logam Mn (II) mengalami peningkatan, yang artinya pada kondisi pH tersebut resin tidak menyerap logam Mn (II) dengan baik. Sehingga dari pengukuran ini diketahui resin bekerja baik pada kondisi pH 3. Sehingga selanjutnya dalam pengerjaan berikutnya resin akan dikondisikan pada pH 3.



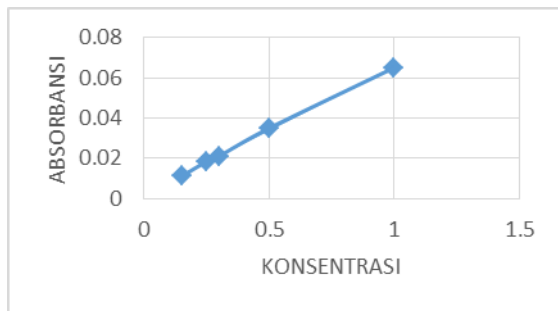
Gambar. Kurva variasi pH

Kinerja Analitik

Linearitas

Dalam gambar, ditampilkan bahwa persamaan garis yang didapat adalah $y = 0.0632x + 0.0024$ dengan koefisien korelasi $R^2 = 0.9989$. Maka dari itu, daerah konsentrasi linier metode prakonsentrasi dengan deteksi spektrofotometri adalah pada rentang 0.1 ppm – 1 ppm. Linieritas yang baik ditunjukkan dengan harga regresi yang mendekati satu. Dalam suatu penetapan, harga regresi sebaiknya $> 0,99$ (Miller dan Miller, 1975).

ISBN: 978-602-72658-1-3



Gambar. Kurva Kalibrasi setelah prakonsentrasi

2 LoD

Dari hasil penelitian yang dilakukan untuk prakonsentrasi ion logam Cu (II) dengan resin Ca-Alginat, batas deteksi yang diperoleh adalah 0.0196 mg/L. Sedangkan untuk nilai LOD sebelum prakonsentrasi didapatkan nilai 0.1257 mg/L. Artinya bahwa dengan menggunakan metode ini terjadi peningkatan LOD sebesar 6.41 kali.

No blank o	Absorbansi	Absorbansi [Mn] 0,4 mg/L	Limit Deteksi
1	0.0012	0.0047	0.0196 mg/L
2	0.0010	0.0045	
3	0.0006	0.0049	
4	0.0007		
5	0.0013		
6	0.0009		
7	0.0013		
Rata-Rata STDEV	0.001	0.0047	
V	83		

Gambar. LoD Sesudah Prakonsentrasi

No Blanko	Absorbansi	Absorbansi [Mn] 0,4 mg/L	Limit Deteksi
1	0.0001	0,0115	0.1257 mg/L
2	0.0006	0,0113	
3	0.0015	0,0138	
4	0.0001		
5	0.0027		
6	0.0008		
7	0.0015		
Rata-Rata STDEV	0.00104	0,0122	
	3		
	0.00093		
	1		

Gambar. LoD Sebelum Prakonsentrasi

3 Presisi

Pada penentuan tingkat kebolehlungan atau nilai presisi dalam penelitian ini, dilakukan pengukuran konsentrasi ion logam Mn (II) beberapa kali dimana dilakukan dalam kondisi yang optimum.

No	Absorbansi
1	0.0156
2	0.016
3	0.0159
4	0.0151
5	0.0159
6	0.0152
7	0.0151
Rata-Rata STDEV	0.015543
%KV	0.000404
	2.596406

Tingkat kebolehlungan yang dinyatakan dengan koefisien variasi (KV) yang diperoleh dari hasil pengukuran di atas adalah sebesar 2.5964 % (perhitungan pada lampiran 4). Hasil ini cukup baik mengingat % KV yang

ISBN: 978-602-72658-1-3

masih diperbolehkan adalah $\leq 5\%$ (LIPI, 2003).

4. Perolehan Kembali (% Recovery)

Pada penelitian ini, untuk melihat apakah terdapat pengaruh matriks pada pengukuran maka dilakukan pengukuran persen perolehan kembali (% *recovery*) dengan metode spike. Akurasi metode dikatakan baik, jika didapatkan % *recovery* antara 95-105% atau ada pula rentang % *recovery* yang bisa diterima yaitu 90 - 110% (Sumardi, 1993).

Recovery yang baik adalah mendekati 100% yang berarti elemen atau senyawa yang dianalisa tidak mengalami degradasi (perubahan) selama proses analisa. Nilai % *recovery* kadar diatas 100% untuk kadar ion logam Mn (II), jika konsentrasi yang terbaca pada alat lebih besar dari yang sebenarnya diakibatkan terjadi penambahan analit atau adanya pengaruh matriks itu sendiri.

No	Nama Sampel	[Mn] Terukur Spike (mg/L)	[Mn] Sampel (mg/L)	[Mn] Standar (mg/L)	% Recovery
1	Air Galon	0.0997	0.0491	0.05	100.63
2	S. Karang Mumus	0.2025	0.01560	0.05	96.52

Kesimpulan

Arang Jerami Padi dapat digunakan sebagai bahan pengisi mikrokapsul

termodifikasi berbasis Ca – Alginat, yang ditandai dengan terbentuknya resin yang berwarna hitam dan putih. Dimana arang jerami padi terlapis oleh lapisan Ca – Alginat.

Daftar pustaka

1. Halimah. 2010. *Mangan*. <http://lovekimiabanget.blogspot.com>. Diakses pada tanggal 25 Agustus 2014.
2. Koester, C. J. and A. Moulik. 2005. *Trends in Environmental Analysis*. Analyst, 126, 933-937.
3. Leyden, D. E. and W. Wegscheider. 1981, *Preconcentration for Trace Elements Determination in Aqueous Samples*. Anal. Chem. pp. 53, 1059A-1065A.
4. LIPI. 2003. *Kursus Ketelurusan Pengukuran dan Validasi Metode*. Pusat Penelitian Kimia. Bandung.
5. Megawati, R. 2007. *Skripsi Prakonsentrasi Ion Tembaga (II) Menggunakan Resin Chelex-100 dengan Metode Kolom*. Skripsi. ITB. Bandung.
6. Miller. J.C dan J. N Miller, 1975. *Statistika Untuk Kimia Analitik Edisi Kedua*. Penerbit ITB. Bandung.
7. Sumardi. 1993. *Kursus Teknik Analisa Instrumental dan Aplikasinya*. Puslitbang Kimia Terapan. Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.