

STUDI INTERFERENSI KADMIUM TERHADAP ANALISIS KOBALT PADA LIMBAH ELEKTROPLATING SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM TIPE NYALA

Nova Yuliasari

Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya

E-mail: nova_yuliasari@unsri.ac.id

ABSTRAK

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan kemungkinan cadmium (Cd) dalam menginterferensi analisis kobalt (Co) dalam limbah electroplating menggunakan teknik analisis spektrofotometer serapan atom (SSA) tipe nyala. Persen temu bali Co 2,0 ppm meningkat dengan penambahan Cd hingga 1.500 ppm. Namun, peningkatan % temu balik Co belum signifikan karena F hitung 2,50 masih dibawah harga F tabel 7,39. Analisis Varian (ANOVA) tipe rancangan acak lengkap (RAL) dengan taraf kepercayaan 95 % digunakan untuk penentuan signifikansi kenaikan % temu balik Co. Konsentrasi Co dan Cd dalam limbah electroplating adalah masing-masing 0,03ppm dan 0,027 ppm. Oleh karena konsentrasi Cd 1.500 belum signifikan meninterfrensi analisis Co secara AAS tipe nyala maka keberadaan Cd pada limbah electroplating belum menginterferensi analisis Co.

Kata kunci: Co, Cd, interfreksi, limbah electroplating, AAS tipe nyala

ABSTRACT

The purpose of this research was to investigate the possibility of Cadmium (Cd) in interfering analysis Cobalt (Co) in electroplating waste using Flame Atomic Absorption Spektrophotometry (AAS). Percent recovery of Co 2.0 ppm increase with additions of Cd up to 1,500 ppm. However the increase of % recovery Co haven't significant yet wherefore F critical 2.50 was srtill below F table 7,39. Analysis of Varian (ANOVA) with the type completely randomized design (CRD) with confidence level 95 % determined the significance of increasing % recovery. Concentration Co dan Cd in electroplating waste 0.03 ppm and 0.027 ppm, respectively. Hence, Cd 1,500 ppm didn't significant interfere analysis Co using flame SSA and existence Cd in electroplating waste didn't interfere analysis Co.

Key Words: Cd, Co, interference, electroplating waste, Flame SSA

PENDAHULUAN

Analisis kuantitatif logam berat di cuplikan yang berkaitan dengan lingkungan merupakan hal yang prioritas dilakukan. Teknik analisis dapat menggunakan beberapa metoda sesuai kondisi analisis. Salah satu logam berat yang sering terdapat di lingkungan adalah Cobalt (Co). Pengaruh akumulasi Co bagi kesehatan manusia antara lain toksisitas otot jantung, merusak kelenjar tiroid yang mengakibatkan penderita akan kekurangan hormon yang dihasilkan oleh kelenjar tersebut serta dapat menimbulkan pembengkakan jaringan akibat akumulasi cairan dalam sel. Sementara

itu, Co digunakan dalam industri keramik, bahan pengering cat, tekstil, pewarna kaca, plastik, pembakaran mineral, sebagai bahan campuran untuk pembuatan mesin pesawat serta industri electroplating (Widowati, 2008 dan Kep.Men.Neg.L.H, 1995).

Kehidupan masyarakat modern tidak bisa terlepas dari produk-produk yang dibuat dengan proses electroplating. Industri pelapisan selain menghasilkan produk yang bermanfaat, namun juga menghasilkan limbah cair. Limbah cair berupa air limbah berasal dari pencucian, pembersihan dan proses plating. Industri pelapisan logam selain dapat

mengandung Co tetapi juga dapat mengandung Kadmium (Cd). Sesuai Kep. Men. Neg. Lingkungan Hidup No.: KEP-51/MENLH/10/1995 ambang batas Co dan Cd sesuai baku mutu limbah cair untuk industr pelapisan logam masing-masing adalah 0,4 ppm dan 0,05 ppm. Logam Cd digunakan untuk pelapisan logam dan pengerjaan pelapisan termasuk peralatan transportasi, mesin, fotografi, industri pipa PVC, pembuatan karet, dan pabrik kaca. Sumber utama kadmium dalam air minum adalah korosi pada pipa galvanis, erosi endapan alam, debit dari kilang logam, limpasan dari sampah baterai dan cat. Logam Cd dapat terserap tubuh manusia dan akan terakumulasi atau terkumpul di organ-organ tubuh terutama di ginjal dan hati. Hanya sebagian kecil dari logam ini yang dapat terbangun melalui pencernaan (<http://environmentalchemistry.wordpress.com>). Widowati (2008) menginformasikan keracunan Cd dapat menyebabkan diskolorasi gigi, kerusakan pada organ ginjal dan hati, pelunakan tulang serta mempengaruhi otot polos pembuluh darah sehingga tekanan darah menjadi tinggi dan kanker paru-paru.

Metoda yang paling sering digunakan untuk penentuan unsur logam termasuk Co adalah spektrofotometer serapan atom (SSA) karena dikenal cukup efisien dan praktis. Namun penentuan unsur logam menggunakan metoda ini dapat diinterferensi oleh keberadaan unsur-unsur lain. Interferensi dapat berupa interferensi fisika, kimia atau spektral. Menurut Agilent Technologies (2017) analisis unsur Co memiliki kemungkinan interferensi dengan keberadaan unsur-unsur transisi atau logam berat. Literatur tersebut tidak menginformasikan konsentrasi unsur maupun jenis interferensi yang dapat terjadi dalam analisis Co menggunakan SSA. Spektrofotometri serapan atom didasarkan pada penyerapan energi sinar oleh atom-atom netral, dan sinar yang diserap adalah sinar visibel. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik suatu atom yang mana transisi elektronik suatu atom bersifat spesifik. Dengan menyerap suatu energi, maka atom akan memperoleh energi sehingga suatu atom pada keadaan dasar dapat ditingkatkan energinya ke tingkat eksitasi. Tetapi, jumlah jauh lebih besar dari atom logam bentuk gas itu normalnya tetap berada

dalam keadaan tak tereksitasi, atau dengan perkataan lain dalam keadaan dasar. Atom-atom keadaan dasar ini mampu menyerap energi cahaya yang panjang gelombang resonansinya khas untuknya, yang pada umumnya adalah panjang gelombang radiasi yang akan dipancarkan atom-atom itu bila tereksitasi dalam keadaan dasar. Jadi jika cahaya dengan panjang gelombang resonansi itu dilewatkan nyala mengandung atom-atom yang bersangkutan, maka sebagian cahaya itu akan diserap, dan jauhnya penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom keadaan dasar yang berada dalam nyala dari unsur yang akan ditentukan konsentrasinya dicuplikan (Agilent Technologies, 2017).

Beberapa penelitian yang menganalisis konsentrasi Co dengan adanya unsur Cd dicuplikan tetapi tidak membahas kemungkinan adanya interferensi unsur logam berat lain terhadap analisis Co. Penelitian-penelitian tersebut menganalisis Co dengan adanya Cd menggunakan instrument SSA di cuplikan. Penelitian tersebut antara lain analisis Co (1,2 ppm) dan Cd (2 ppm) di cuplikan jaringan tubuh hewan (Norouzi, 2012); analisis Co (0,008 ppm) dan Cd (0,005 ppm) dicuplikan tanah (Khan, 2010); analisis Co (0,69 ppm) dan Cd (1,37 ppm) dicuplikan jaringan tubuh hewan (Mansouri, 2012); analisis Co (15 ppm) dan Cd (0,34 ppm) di cuplikan sedimen (Soylak, 2007) serta analisis Co (298,4 ppm) dan Cd (7,41 ppm) di sedimen (Pratiwi, 2016).

Yuliasari (2017) melaporkan konsentrasi Co pada limbah pelapisan adalah 0,03 ppm, masih dibawah ambang batas baku mutu limbah. Studi pendahuluan dari penelitian ini menunjukkan bahwa dalam cuplikan limbah cair pelapisan juga terdapat unsur Cd. Maka dalam penelitian ini dilakukan analisis interferensi dalam penentuan Co dalam larutan-larutan yang selain mengandung Co juga diberikan konsentrasi bervariasi dari logam berat lain yaitu Cd untuk melihat signifikansi pengaruh unsur logam berat lain tersebut terhadap hasil analisis Co. Aplikasi dari penelitian ini dilakukan penentuan konsentrasi Co dan Cd untuk mengetahui konsentrasi unsur-unsur logam berat tersebut di cuplikan limbah cair industri pelapisan.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: SSA merk Varian tipe Spektr AA, pH meter merk Methrom, peralatan gelas standar, penangas listrik, kertas saring whatman 40 dan neraca analitik merk Mettler.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah produk Merck sebagai CdCl_2 , larutan Co 1000 ppm, HNO_3 , limbah industri elektroplating seng dan air bebas mineral.

Kondisi Operasional SSA

Pengamatan unsur logam menggunakan metoda nyala api seluruh pengukuran konsentrasi unsur logam menggunakan gas bahan bakar asetilen dan gas pengoksidasi udara, masing-masing memiliki laju alir tertentu sesuai dengan optimasi pengukuran. Panjang gelombang maksimum serapan/absorbansi pengukuran Co dengan SSA adalah 240,7 nm yang memiliki sensitifitas cek 0,2 pada konsentrasi analit 7,0 ppm. Kisaran linier hingga 5 ppm yang merupakan konsentrasi maksimum dimana pengukuran analit masih sesuai dengan hukum Lambert-Beer. Panjang gelombang maksimum serapan pengukuran Cd dengan SSA adalah 228,8 nm yang memiliki sensitifitas cek 0,2 pada konsentrasi analit 1,5 ppm. Kisaran linier Cd hingga konsentrasi 2,0 ppm (Agilent Technologies, 2017 dan SNI, 2004)

Pembuatan Larutan Standar SSA

Larutan Standar Co

Larutan induk Co berkonsentrasi 1000 ppm (produk Merck) digunakan untuk membuat larutan baku 100 ppm yang dibuat dengan melarutkan 10 mL larutan induk dalam labu takar 100 sampai tanda batas. Larutan baku Co tersebut sebanyak 50 mL dimasukkan ke-dalam labu takar 500 mL dan diencerkan sampai tanda batas yang menghasilkan larutan Co 10 ppm. Larutan Co 10 ppm tersebut diencerkan menjadi larutan standar dengan konsentrasi lebih rendah. Larutan blanko merupakan larutan yang komposisinya sama dengan standar tetapi tidak mengandung analit Co (SNI, 2009).

Larutan standar Cd

Larutan induk yang memiliki kadar Cd 1000 ppm dari garam CdCl_2 digunakan untuk membuat larutan baku 100 ppm yang dibuat dengan melarutkan 10 ml larutan induk dalam labu ukur 100 mL menggunakan larutan pengencer sampai tanda batas. Larutan pengencer berupa larutan asam nitrat dalam air bebas mineral yang memiliki pH 2. Larutan baku Cd sebanyak 50 mL dimasukkan ke-dalam labu ukur 500 ml dan ditepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda batas untuk membentuk Cd 10 ppm. Larutan Cd 10 ppm tersebut diencerkan menjadi larutan standar dengan konsentrasi; 0,2 ppm; 0,5 ppm; dan 1,0 ppm. Larutan blanko merupakan larutan yang komposisinya sama dengan standar tetapi tidak mengandung analit Cd (SNI, 2004).

Penentuan Kosentrasi Co dan Cd pada Limbah Elektroplating

Limbah industri Elektroplating logam sebanyak 97 mL diasamkan dengan HNO_3 agar memiliki pH 2. Kemudian larutan tersebut ditepatkan hingga tanda batas dengan air bebas mineral pada labu takar 100 mL, sehingga pengasaman dilakukan secara kuantitatif dengan faktor pengenceran adalah 100 mL/97 mL. Pengukuran pH menggunakan pH meter yang telah dikalibrasi buffer asam dan buffer netral. Setelah pengasaman, limbah akan awet selama 6 bulan. Larutan ini siap diaspirasikan ke SSA (SNI, 2004 dan SNI, 2009).

Pembuatan Larutan untuk Studi Interferensi Cd terhadap Analisis Co

Konsentrasi larutan Co yang akan digunakan sebagai larutan sampel studi interferensi adalah 2 ppm karena berada dalam daerah linier Lambert-Beer. Tiap larutan Co tersebut juga di buat juga mengandung unsur logam Cd dengan masing-masing variasi konsentrasi tertentu. Variasi konsentrasi Cd dalam larutan campuran tersebut disimulasikan 0 ppm, 100 ppm, 500 ppm, 1000 ppm dan 1500 ppm. Variasi konsentrasi Cd 0 ppm merupakan blanko yang konsentrasinya digunakan sebagai pembanding dalam penentuan % temu balik Co.

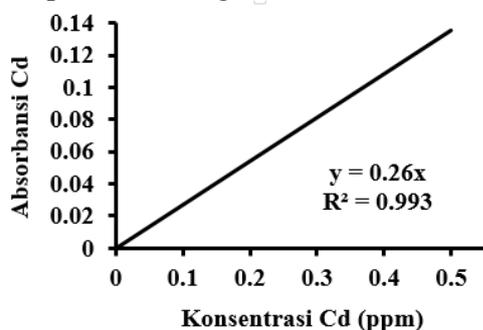
Analisis Data

Kalibrasi analisis dengan SSA didapatkan dari persamaan regresi linier larutan standar. Nilai Y merupakan absorbansi larutan standar dan konsentrasi standar dinyatakan sebagai nilai X. Absorbansi analit di alurkan terhadap persamaan regresi linier tersebut sehingga konsentrasi analit di larutan dapat diketahui (Christian, 1994). Perlakuan diulangi pengerjaannya secara duplo Nilai-nilai konsentrasi tersebut dihitung % temu balik. Seluruh nilai % temu balik Co pada larutan-larutan simulasi diolah secara statistik menggunakan analisis varian (ANOVA) tipe Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan taraf kepercayaan 95%. Rancangan tersebut dilakukan untuk mengetahui adanya tidaknya data yang berbeda signifikan antar perlakuan. (Hanafiah, 2004).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Konsentrasi Cd di Limbah Elektroplating.

0,050 ppm. Gambar 1 merupakan kurva kalibrasi larutan standar Cd untuk mendapatkan persamaan regresi linier.

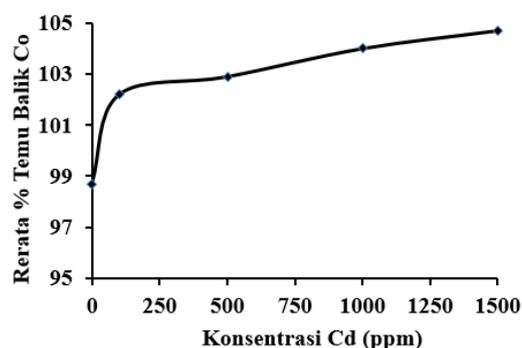


Gambar 1. Kurva kalibrasi standar Cd

Studi Gangguan Cd terhadap analisis Co menggunakan SSA

Konsentrasi Co yang digunakan dalam seluruh larutan simulasi studi interferensi pengaruh Cd adalah 2,0 ppm karena berada pada daerah linier Lambert-Beer. Pengolahan data secara statistik menggunakan ANOVA tipe rancangan acak lengkap (RAL) menunjukkan faktor variasi konsentrasi Cd dalam larutan Co tidak memberikan pengaruh yang signifikan. Nilai F hitung masih lebih kecil dari F tabel pada derajat bebas galat 5 dan derajat bebas perlakuan 4, yaitu didapat F hitung 2,50 sedangkan F tabel 7,388. Kurva hasil studi interferensi ditampilkan pada Gambar 2.

Penentuan konsentrasi Cd di larutan limbah dibutuhkan untuk menentukan kemungkinan adanya interferensi Cd terhadap analisis Co. Kurva kalibrasi larutan standar Cd hingga 1,0 ppm memberikan kuadrat koefisien korelasi (R^2) 0,9970. Walaupun larutan standar hingga 1,0 ppm masih memenuhi Hukum Lambert-Beer namun konsentrasi Cd di sampel cukup rendah, sehingga standar 1,0 ppm tidak disertakan dalam perhitungannya. Kurva kalibrasi larutan standar hingga 0,5 ppm memberikan R^2 yaitu 0,9930, dengan persamaan liniernya $y = 0,260x$. Persamaan tersebut digunakan untuk analisis konsentrasi Cd di limbah elektroplating. Limbah setelah melalui proses pengawetan secara kuantitatif dengan HNO_3 didapatkan rata-rata konsentrasi Cd di limbah 0,027 ppm. Perlakuan dilakukan secara duplo. Menurut Kep. Men. Neg. L.H tahun 1995 konsentrasi Cd di limbah masih dibawah ambang batas baku mutu limbah industri elektroplating sebesar



Gambar 2. Kurva konsentrasi Cd terhadap % temu balik Co 2 ppm

Hal ini dapat disebabkan perbedaan keelektronegatifan antara Co dengan Cd tidak terlalu dekat. Keelektronegatifan Co dan Cd masing-masing adalah 1,88 dan 1,69 (Cotton, 1998). Antara dua unsur dengan keelektronegatifan yang cukup berbeda kurang memungkinkan pemakaian elektron bersama sehingga lebih terhindar dari pembentukan senyawa refraktori yang sering menimbulkan interferensi penurunan % temu balik pada analisis SSA. Adapun data pada gambar 2 yang menunjukkan kecenderungan kenaikan % temu balik Co dengan bertambahnya konsentrasi Cd belum terbukti berbeda signifikan secara statistik. Kenaikan absor-

bansi Co 2 ppm dengan meningkatnya konsentrasi simulasi Cd kemungkinan disebabkan oleh potensial reduksi Co menjadi atom Co dalam valensi keadaan dasar lebih besar dibanding potensial reduksi Cd sehingga proses pengatoman Co baik (Christian, 1994). Naiknya absorbansi dalam analisis logam juga telah dilaporkan oleh Trisunaryati (2002) dimana absorbansi Pala-dium (Pd) pada daerah liniernya meningkat signifikan pada taraf kepercayaan 95% dengan bertambahnya konsentrasi Ni hingga 20 ppm. Begitu pula absorbansi Pd meningkat dengan bertambahnya konsentrasi Al dan Si. McCleskey (2003) melaporkan % temu balik Arsen (As) meningkat menjadi 106 % dengan adanya kromium 1000 ppm. Kemudian terdapat selisih % temu balik As sebesar 5 % dengan adanya larutan simulasi Cd 1000 ppm.

KESIMPULAN

Perlakuan dan pengolahan data pada penelitian ini memberikan kesimpulan :

1. Variasi konsentrasi Cd hingga 1.500 ppm dalam larutan Co 2,0 ppm tidak menginterferensi dengan signifikan pembacaan konsentrasi Co secara SSA berdasarkan pengolahan statistik ANOVA tipe rancangan acak lengkap (RAL) dengan taraf kepercayaan 95 %.
2. Limbah industri pelapisan logam mengandung Co 0,030 ppm dan Cd 0,027 ppm sehingga keberadaan Cd di limbah tersebut tidak mengganggu analisis Co secara SSA.

DAFTAR PUSTAKA

- Agilent Technologies, 2017, Flame Atomic Absorption Spectrometry, 14th ed, Mulgrave.
- Christian, G. D., 1994, Analytical Chemistry, 5thed, John Wiley & Sons, Inc. : New York.
- Cotton dan Wilkinson, 1998, Kimia Anorganik Dasar, Jakarta : UI Press.
- Hanafiah, Kemas Ali, 2004, Rancangan Percobaan : Teori dan Aplikasi, edisi III, PT. Grafindo Persada, Jakarta.
- <http://environmentalchemistry.wordpress.com>.
- Khan, M.Ishaq, F. Akbar Jan, I. Ahmad, Heavy Metal in Brick Klin Located are Using Atomic Absorption Spectrophotometer : a Case Study from The City of

- Peshamar, Pakistan, Environmen Monit Assess (2010) 166 : 409-420.
- Mansouri, Boran, Hadi Babaei, ebrahim Hushyari, Heavy Metal Contamination in Feathers of Western Reef Heron and Siberiab Gull from Hara Biosphere Reserve of Southern Iran, Environ Monit Assess (2012) 184 : 6139 – 6145.
- McCleskey, R.B., D. Kirk N., James W.B., 2003, Metal Interferences and Their Removal Prior to the Determination of As(T) and As (III) in Acid Mine Waters by Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry, U.S Geological Survey, Colorado.
- Norouzi, Monsen, Borhan Mansouri, Amir Hussein, Hamidian, Taheren Ebrahimi, Fakher Kardoni, Comparison of The Metal Concentration in The feathers of Three Birds Species from Southern Iran, Bull Environ Contam, Toxicol (2012), 89: 1082-1086.
- Pratiwi, D.F., Diky. H., Pratama. D.S., Metal Contamination of Cadmium (Cd) and Cobalt (Co) Sediment from Bandar Lampung Coastal, Analit : Analytical and Environmental Chemistry, Vol 1 (1), October 2016.
- SNI 06-6989.16-2004, Cara Uji Kadmium (Cd) dengan Spektrofotometer Serapan Atom- Nyala.
- Soylak, Mustafa, Umit Divrikli, Sibel saracogly, Latif Elci, Membrane Filtration-Atomic Absorption Spectrophotometry Combination for Cooper, Cobalt, Cadmium, Lead, and Chromium in Environmental samples, Environ Monit Assess, (2007) 127 : 169-176.
- Trisunaryati, W, Mudasar, Siti .S., Study of Matrix Effect on the Analysis of Ni and Pd by AAS in The Destruats of Hydrocracking Catalysts using Aqua Regia dan H₂SO₄, Indonesian Journal of Chemistry, vol 2 (3), 177-185, 2002.
- Widowati, Wahyu., Astiana Sastiono, Raymond Jusuf. 2008. Efek Toksik Logam, Penerbit Andi, Yogyakarta, 15-327.
- Yuliasari, N., Studi Interferensi Timbal terhadap Analisis Kobalt secara Spektrofotometri Serapan Atom dan Aplikasinya pada Limbah Industri Pelapisan, Majalah Ilmiah Sriwijaya; Sains & Teknologi, vol 29 (15), 1-5, 2017.

