



PROSIDING

SEMIRATA 2014

Bidang MIPA BKS-PTN-Barat

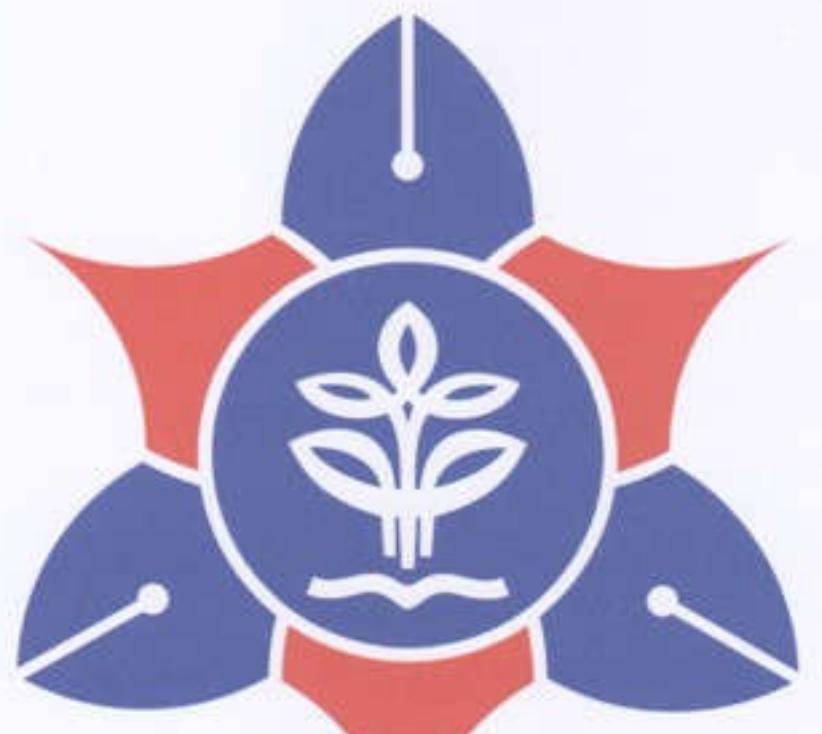
"Integrasi sains MIPA untuk mengatasi masalah pangan,
energi, kesehatan, perdamaian, dan lingkungan"
IPB International Convention Center dan Kampus IPB Barantiangsiang, 9-11 Mei 2014

BUKU 5

KIMIA I (Sains, Integrasi dan Pendidikan)

Diterbitkan oleh: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Pertanian Bogor





2014
Semirata
Bidang MIPA

ISBN : 978-602-70491-0-9

PROSIDING

Seminar Nasional dan Rapat Tahunan Bidang MIPA 2014

"Integrasi Sains MIPA untuk Mengatasi Masalah Pangan, Energi, Kesehatan, Lingkungan, dan Reklamasi"

Diterbitkan Oleh :



Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Pertanian Bogor

Editor dan Reviewer

PROSIDING

Seminar Nasional dan Rapat Tahunan Bidang MIPA 2014

Direktor Editor

- Drs. Ali Kusnanto, MSi.
- Dr. Heru Sukoco
- Dr. Wisnu Ananta Kusuma
- Dr. Imas Sukaesih Sitanggang
- Auzi Asfarian, M.Kom
- Wulandari, S.Komp
- Dean Apriana Ramadhan, S.Komp

Editor Utama

- Dr. Rika Raffiudin
- Dr. Enoch Darmo Jaya Supena
- Dr. Utut Widayastuti
- Prof. Dr. Purwantiningsih
- Dr. Tony Ibnu Sumaryada
- Dr. Imas Sukaesih Sitanggang
- Dr. Wisnu Ananta Kusuma
- Dr. drh. Sulistyani, MSc.
- Dr. Indahswati
- Dr. Sobri Effendi
- Drs. Ali Kusnanto, MSi.

Editor Pembantu

- Sodik Kirono

Reviewer

Bidang Kimia

- Prof.Dr. Purwantiningsih, MS
- Sri Sugiarti, P.hD
- Dr. M Rafi
- Dr. Novlyandi Hanif
- Dr. Imanida Batubara
- Dr. Deden Saprudin, M.Si
- Prof.Dr.Dra. Dyah Iswantini, M.Agr
- Budi Arifin, S.Si, M.Si
- Dr. Eti Rohaeti, MS
- Prof.Dr.Ir. Tun Tedja Irawadi, MS
- Dr. Sri Mulijani, MS
- Prof. Ir. Suminar S. Achmadi, MSc, PhD
- Dr. Henny Purwaningsih, SSi, MSI

Bidang Biokimia

- Dr. Sulistyani
- Dr. Suryani, M.Sc
- Dr. Syamsul Falah, S.Hut, M.S

Kata Pengantar

Kegiatan Seminar dan Rapat Tahunan Bidang MIPA tahun 2014 (Semirata-2014 Bidang MIPA) Badan Kerja Sama Perguruan Tinggi Negeri Wilayah Barat (BKS-PTN Barat) yang diamanahkan kepada FMIPA-IPB sebagai penyelenggara telah dilaksanakan dengan sukses pada tanggal 9-11 Mei 2014 di IPB International Convention Center dan Kampus IPB Baranangsiang, Bogor. Salah satu program utama adalah Seminar Nasional Sains dan Pendidikan MIPA dengan tema: *"Integrasi sains MIPA untuk mengatasi masalah pangan, energi, kesehatan, dan lingkungan"*.

Dalam sesi pleno seminar telah disampaikan pempararan materi oleh satu pembicara utama dan empat pembicara undangan yang berasal dari beragam institusi dan profesi. Dari sesi pleno ini, diharapkan peserta dapat menambah wawasan dan pemahaman tentang pengembangan dan pemanfaatan IPTEK, khususnya Bidang MIPA, sehingga sains dan pendidikan MIPA terus berkembang dan dapat berkontribusi nyata untuk kemajuan dan kemakmuran bangsa Indonesia.

Kegiatan yang tidak kalah pentingnya dalam seminar ini adalah sesi paralel karena telah memberi kesempatan kepada peserta untuk melakukan presentasi dan komunikasi ilmiah secara langsung dengan sesama kolega yang mempunyai minat yang sama dalam mengembangkan Sains dan atau Pendidikan MIPA. Dalam kegiatan sesi paralel ini dipresentasikan secara oral 592 judul makalah hasil penelitian yang disampaikan dalam 37 ruang seminar secara paralel, dan juga dipresentasikan 120 poster ilmiah. Dalam kegiatan komunikasi ilmiah secara langsung ini juga telah dimanfaatkan untuk menjalin jejaring agar lebih bersinergi dalam pengembangan Sains dan Pendidikan MIPA ke depannya. Supaya komunikasi ilmiah yang baik ini dapat juga tersampaikan ke komunitas ilmiah lain yang tidak dapat hadir pada kegiatan seminar, panitia memfasilitasi untuk menerbitkan makalah dalam bentuk Prosiding. Panitia juga tetap memberi kesempatan kepada peserta yang akan menerbitkan makalahnya di jurnal ilmiah, sehingga tidak seluruh materi yang disampaikan pada seminar diterbitkan dalam prosiding ini.

Dalam proses penerbitan prosiding ini, panitia telah banyak dibantu oleh Tim Reviewer dan Tim Editor yang dikoordinir oleh Ali Kusnanto yang telah dengan sangat intensif mencurahkan waktu, tenaga dan pikiran. Untuk itu, panitia menyampaikan terima kasih dan penghargaan. Panitia juga menyampaikan terima kasih dan penghargaan kepada seluruh penulis makalah yang telah merespon dengan baik hasil review artikelnya. Namun, panitia juga menyampaikan permohonan maaf karena dengan sangat banyaknya makalah yang akan diterbitkan dalam prosiding ini, waktu yang dibutuhkan dalam proses penerbitan prosiding ini mencapai lebih dari empat bulan, dan penerbitan prosiding tidak dilakukan dalam satu buku tetapi dalam tujuh buku prosiding. Semoga penerbitan prosiding ini selain bermanfaat bagi para penulis makalah dan penulis, juga dapat bermanfaat dalam pengembangan Sains dan Pendidikan MIPA.

Bogor, September 2014
Semirata-2014 Bidang MIPA BKS-PTN Barat

Dr.Jr. Sri Nurdjati, MSc.
Dekan FMIPA-IPB

Ence Darmo Jaya Supena
Ketua Panitia Pelaksana

Daftar Isi

Halaman

Editor dan Reviewer	iv
DESAIN PRIMER INTERNAL UNTUK KLONING GEN XILANASE ASAL ISOLAT BAKTERI TERMOFILIK DARI SUMBER AIR PANAS TANJUNG SAKTI Heni Yohandini, Muhamni	14
ISOLASI DAN KARAKTERISASI BAKTERI ASAM LAKTAT SEBAGAI AGENSI PROBIOTIK DARI FERMENTASI PULP KAKAO (<i>Theobroma cacao</i>) Riryn Novianty, Sumaryati Syukur, Abdi Dharma	19
AKTIVITAS ANTIOKSIDAN <i>IN VIVO</i> EKSTRAK ETANOL BENALU CAMPURAN (Lorantaceae) PADA TANAMAN TEH Andal Yakinudin, Dassy Emilia, Sulistiyan	28
PENGARUH VARIASI KOMPOSISI SARI TEBU-PEG-MDI TERHADAP SIFAT PEREKAT POLIURETAN Ani Sutiani	38
DEVELOPMENT OF POTENTIOMETRIC SENSOR-COATED WIRE CYANIDE ION SELECTIVE ELECTRODE BASED ALIQUAT336 MEMBRANES FOR CYANIDE DETERMINATION IN GADUNG (<i>Dioscorea hispida</i> Denns) Atikah, Hermin Sulistyarti, Bambang Siswoyo, Atika Ayuningtyas	47
PEMANFAATAN KALENG MINUMAN BEKAS PAKAI SEBAGAI BAHAN DASAR KOAGULAN BERBASIS ALUMINIUM Betty Marita Soebrata, Adit Yuliansyah, Mohammad Khotib	55
ASPEK GEOKIMIA ORGANIK FRAKSI MIDDLE OIL PRODUK PENCAIRAN BATUBARA SUB-BITUMINOUS R. Y. Perry Burhan, Agus Wahyudi, Yulfi Zetra, Anggi Syahbana dan Suprapto	63
IDENTIFIKASI DAN PENENTUAN KADAR HIDROKARBON POLISIKLIK AROMATIK (PAH) PADA SEDIMENT SUNGAI CILIWUNG Rinawati, Hideshige Takada	73
DETERJEN DENGAN ZAT PEMBANGUN ZEOLIT 4A DARI ABU LAYANG BATUBARA UNTUK MENGATASI PENCEMARAN LINGKUNGAN Iis Siti Jahro, Tita Juwitanigsih	79
PENGOPTIMUMAN FASE GERAK KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI UNTUK SIDIK JARI TEMU PUTIH (<i>Curcuma zedoaria</i>) Imanida Batubara, Eti Rohaeti, Badrunanto	89
ISOLASI LEKTIN PADA BATANG TANAMAN BETADIN (<i>Jatropha multifida Linn</i>) DAN UJI HEMAGLUTINASI TERHADAP DARAH MANUSIA SEHAT GOLONGAN ABO Agus Sundaryono, Aceng Ruyani, Amir Hamzah	98
PRODUKSI SABUN DENGAN BAHAN BAKU MINYAK JARAK (CASTOR OIL)	

EKSTRAK ETANOL KULIT MELINJO (<i>Gnetum gnemon</i>) DAN APLIKASINYA SEBAGAI PEWARNA ALAMI DALAM PEMBUATAN SABUN	
Yusraini Dian Inayati Siregar, Lina Juliana Budiman	407
PENGARUH VARIASI KOMPOSISI SARI TEBU-PEG-MDI TERHADAP SIFAT PEREKAT POLIURETAN	
Ani Sutiani	418
AKTIVITAS AMILASE DARI KOLONI <i>Aspergillus sp</i> YANG DIISOLASI DARI TANAH TEMPAT PEMBUANGAN LIMBAH TAPIOKA	
Elida Mardiah, Periadnadi	427
PENGARUH PENAMBAHAN LOGAM ALKALI (K, Li, Na) DALAM KATALIS Cr-ARANG TERHADAP KONVERSI PERENGKAHAN KATALITIK CRUDE PALM OIL (CPO) MENJADI BENGIN	
Abu Bakar, Ulyarti, Iis Sugiarti, Nazarudin	434
MODIFIKASI RESIN Ca-ALGINAT DENGAN ETILENA DIAMINA TETRAASETAT (EDTA) DAN PEMANFAATANNYA SEBAGAI MATERIAL PENGISI KOLOM PADA TAHAPAN PRAKONSENTRASI ION Cu(II) SECARA METODE OFF-LINE	
Aman Sentosa Panggabean, Subur P. Pasaribu, Deden Saprudin	442
PENGARUH SUBSTITUSI GANDUM UTUH (<i>Triticum aestivum L</i>) VARIETAS DWR-162 TERHADAP DAYA CERNA PATI BISKUIT	
Anik Tri Haryani, Silvia Andini, Sri Hartini	452
SINTESIS, KARAKTERISASI, DAN UJI AKTIVITAS BIOLOGI SENYAWA MIRIP PROPOLIS DARI KAYU MANIS INDONESIA (<i>Cinnamomum burmannii</i>) MELALUI REAKSI PRENILASI	
Antonius Henry Cahyana, Aditya Pratama	461
BIOKONVERSI SENYAWA ALDEHIDA AROMATIK MENJADI ALKOHOL PRIMER MENGGUNAKAN <i>Daucus carota</i> LOKAL INDONESIA	
Bayu Ardiansah, Lina Mardiana, A. Henry Cahyana	468
APLIKASI SILIKA ALAM SEBAGAI FASA DIAM PADA KROMATOGRAFI CAIR (HPLC)	
Budhi Oktavia, Edi Nasra, Desy Kurniawati, Mardho Tilla, Mayora Primanelide, Ahmad Fauzi	473
MICROSTRUCTURE OF CONDUCTIVE CERAMICS $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MnO}_2\text{-SiO}_2$ IN VARIOUS CALCINATION TEMPERATURES	
Deski Beri, Rahmi Muthia, Ali Amran	483
PENENTUAN KLORAMFENIKOL MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS/SPEKTROMETRI MASSA DENGAN PROSES DERIVATISASI	
Eka Dian Pusfitasari, Andreas	491
KAJIAN GEOKIMIA MOLEKULAR UNTUK MENENTUKAN KEMATANGAN TERMAL MINYAK BUMI DARI SUMUR MINYAK BUMI DURI DAN MINAS, RIAU	
Emrizal mahidin tamboesai	503
UJI AKTIVITAS ANTIJAMUR NANOPARTIKEL ZnO YANG DISINTESIS DALAM MEDIUM EKSTRAK AIR DAGING BUAH LERAK (<i>Sapindus rarak DC</i>) TERHADAP <i>Candida albicans</i>	

**MODIFIKASI RESIN Ca-ALGINAT DENGAN ETILENA DIAMINA
TETRAASETAT (EDTA) DAN PEMANFAATANNYA SEBAGAI MATERIAL
PENGISI KOLOM PADA TAHAPAN PRAKONSENTRASI ION Cu(II) SECARA
METODE OFF-LINE**

**Ca-ALGINATE RESIN MODIFIED WITH ETHYLENE DIAMINE TETRAACETATE
(EDTA) AND UTILIZATION AS A MATERIAL COLUMN FILLER AT
PRECONCENTRATION STAGE OF Cu(II) BY OFF-LINE METHOD**

Aman Sentosa Panggabean¹, Subur P. Pasaribu¹, Deden Saprudin²

¹Program Studi Kimia FMIPA Universitas Muhammadiyah Samarinda

²Departemen Kimia FMIPA Institut Pertanian Bogor

Email: amanspanggabean@yahoo.com, telp/fax: (0541)749152/(0541)749140

ABSTRACT

A Research about Ca-alginate resin modified with Ethylene Diamine Tetraacetate (EDTA) and developing preconcentration method of Cu(II) ion metal by using Ca-alginate-EDTA resin as a material column filler has been carried out. The preconcentration method was developed by off-line method; water samples were passed through the column and eluted with 2M HCl. The eluate was taken and detected by atomic absorption spectrophotometer. The optimal condition for making microcapsule was 1% Na-alginate, 0.1M CaCl₂ and 1 g EDTA. The important parameters for preconcentration of ion Cu (II) by using column filled with Ca-alginate-EDTA resin have been studied. The optimum of results using of this research are the retention of capacity was 1.8989 mg Cu(II)/g resin, the best sorption at pH 4, the eluent was 2 M HCl with the volume of sample was 8 mL, and the volume of eluent was 4 mL. The analytical performance this method is good which are shown by the limit of detection was 2.30 µg/L and the reproducibility level shown by the percentage of the coefficient variance was 1.0042 %. The method was applied for the determination of ion Cu (II) in the natural water samples from environment with a recovery percentage of > 95% by using the spike method, shows that matrix of the sample waters did not effect the results of measurement.

Keywords: Preconcentration, Ca-Alginate-EDTA resin, Cu(II), AAS.

ABSTRAK

Penelitian tentang modifikasi resin Ca-alginat dengan Etilena Diamina Tetraasetat (EDTA) dan pengembangan metode prakonsentrasi ion logam Cu(II) dengan menggunakan resin Ca-alginat-EDTA sebagai material pengisi kolom telah dilakukan. Metode prakonsentrasi ini dilakukan secara off-line, yaitu sampel air dimasukkan ke dalam kolom, dielusi dengan HCl 2 M, kemudian eluatnya ditampung dan diukur dengan spektrofotometer serapan atom. Kondisi optimum pada pembuatan mikrokapsul Ca-alginat-EDTA yaitu pada komposisi Na-alginat 1%, CaCl₂ 0,1 M dan 1 gram EDTA. Beberapa parameter penting untuk teknik prakonsentrasi ion Cu(II) dengan menggunakan kolom yang berisi resin Ca-alginat-EDTA telah dipelajari. Dari hasil penelitian diperoleh kondisi optimum yaitu kapasitas retensi ion Cu (II) 1.8989 mg Cu(II)/g resin. Penyerapan paling baik pada pH 4, konsentrasi eluen HCl 2 M dengan volume sampel adalah 8 mL dan volume eluen HCl

adalah 4 mL. Kinerja analitik metode ini sangat baik ditunjukkan dari nilai batas deteksi sebesar 2,30 $\mu\text{g/L}$ dengan tingkat kebolehulangan yang dinyatakan sebagai nilai persentase koefisien variansi sebesar 1,0042 %. Metode ini dapat diaplikasikan untuk analisis ion Cu(II) pada sampel air dari lingkungan dengan nilai perolehan kembali > 95%, dengan menggunakan teknik spike menunjukkan bahwa matriks sampel air tidak mempengaruhi hasil pengukuran.

Kata kunci: Prakonsentrasi, Resin Ca-alginat-EDTA, Cu(II), AAS.

1 PENDAHULUAN

Penggunaan logam berat dalam berbagai aspek kehidupan sehari-hari bertambah pesat, hal ini tentunya akan juga menghasilkan limbah buangan yang mengandung logam berat yang tinggi pula. Beberapa macam ion logam berat yang biasanya mencemari perairan yaitu Pb(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II) dan lain-lain [1]. Tembaga dalam bentuk ion Cu(II) merupakan logam yang dapat larut dalam air, dalam konsentrasi rendah dapat berfungsi sebagai agen anti bakteri dan fungisida. Logam ini biasanya ditemukan di bagian hati, otot, dan tulang. Ion Cu(II) apabila terakumulasi dalam tubuh dengan konsentrasi cukup besar akan menyebabkan keracuan pada manusia. Pengaruh racun yang ditimbulkan dapat berupa muntah-muntah, sakit lambung, serta diare. Mengingat pentingnya tentang penggunaan ion logam Cu(II) ini, telah banyak dikembangkan metode analisis yang bertujuan mendeteksi ion logam ini hingga konsentrasi yang sangat rendah (trace analysis).

Salah satu metode analisis yang dikembangkan adalah teknik prakonsentrasi. Prakonsentrasi merupakan suatu metode yang dilakukan untuk menaikkan konsentrasi analit tanpa melalui proses penambahan standar, atau secara sederhana dapat disebut juga dengan proses pemekatan [2]. Tahapan prakonsentrasi merupakan tahapan yang tidak dapat dilepaskan dari metode analisis renik [3]. Beberapa teknik yang umum digunakan untuk prakonsentrasi ion logam diantaranya penguapan pelarut, ekstraksi pelarut, sorpsi permukaan, pengendapan, presipitasi dan penukar ion [4]. Tahapan prakonsentrasi dengan teknik sorpsi tidak saja meningkatkan konsentrasi analit tetapi juga dapat menghilangkan efek matriks yang dapat mengganggu proses analisis, [5]. Metode prakonsentrasi dengan menggunakan resin penukar kation memiliki keunggulan dibanding cara prakonsentrasi yang lain, karena faktor kehilangan analit dapat diminimalkan, jumlah resin yang digunakan sedikit (0,1-0,5 g), serta dapat diregenerasi sehingga mampu digunakan berulang kali untuk analisis yang sama [6].

Tahapan prakonsentrasi dengan teknik resin penukar (ion exchange) terbagi menjadi dua yaitu resin penukar kation dan resin penukar anion [7]. Senyawa bahan alam yang berasal dari makroalgae seperti senyawa alginat dapat dimanfaatkan sebagai resin yang selanjutnya digunakan sebagai material pengisi kolom dalam tahapan prakonsentrasi ion logam berat dalam berbagai sampel [8].

Beberapa penelitian tentang pembuatan mikrokapsul alginat telah banyak dilakukan. Kitosan dapat dimodifikasi dengan Ca-alginat dan digunakan sebagai penyirip biopolimer untuk mengidentifikasi logam Ni(II) melalui proses adsorpsi [9]. Juga telah dikembangkan peralatan mikrofluida terintegrasi untuk prakonsentrasi ion Cu(II) menggunakan resin pengelat alginat [10]. Resin berbasis mikrokapsul Ca-alginat telah digunakan untuk prakonsentrasi ion Cu(II) dengan metode kolom [8].

Pada penelitian ini telah dilakukan pembuatan resin mikrokapsul Ca-alginat yang dimodifikasi dengan penambahan etilen diamina tetraasetat (EDTA). Resin ini digunakan

sebagai material pengisi kolom untuk tahapan prakonsentrasi ion Cu(II). Dalam tahap ini akan dipelajari komposisi pembuatan Ca-alginat-EDTA yang optimum serta optimasi prakonsentrasi dan kinerja analitiknya. Teknik prakonsentrasi yang dikembangkan ini, diharapkan dapat mendeteksi keberadaan ion Cu(II) dan logam berat lainnya dalam sampel alam hingga tingkat konsentrasi rendah.

2 METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu : spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6400), neraca analitik (Ohaus Mettler), pH meter Orion model 420A, pengaduk magnet dan peralatan kaca.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah natrium alginat, CaCl₂, Etilena diamina tetraasetat (EDTA), larutan standar Cu 1000 mg/L, H₂SO₄, HCl, NaOH, semuanya dengan kualitas pro analysis (E'Merck), akuabides dan sampel air Sungai Karang Mumus serta air Sungai Mahakam.

Prosedur Penelitian

Pembuatan Mikro Kapsul Ca-alginat-EDTA

Kondisi optimum pembuatan mikro kapsul Ca-alginat didasarkan dari hasil penelitian sebelumnya dimana variasi konsentrasi CaCl₂ 0,1 M dan Na-alginat 1% [8]. Disiapkan 50 mL larutan CaCl₂ 0,1 M ke dalam beaker glass 100 mL. Ke dalam masing-masing beaker glass ditambahkan EDTA dengan variasi jumlah 0,2 - 1 gram dan diaduk hingga homogen dengan pengaduk magnet. Ditambahkan Na-Alginat 1% setetes demi setetes dengan buret sambil diaduk dengan magnetik stirrer hingga terbentuk mikro kapsul Ca-Alginat-EDTA, diatur laju alir pada buret serta kecepatan putar dari magnetik stirrer. kemudian butiran-butiran mikro kapsul Ca-alginat-EDTA dikeringkan pada suhu ruang selama ± 24 jam. Selanjutnya resin dicuci dengan akuades dan HCl selama 1 jam secara bergantian, kemudian keringkan kembali dan Ca-alginat-EDTA yang telah dicuci dan kering dapat ditentukan komposisi Ca-alginat-EDTA berdasarkan retensinya terhadap ion Cu(II).

Optimasi Prakonsentrasi

Pengaruh pH

Pada tahap penelitian ini digunakan metode Batch, sebanyak 0,1 gram resin Ca-alginat-EDTA dimasukkan ke dalam botol film plastik. Kemudian, 10 mL larutan asam dan basa dengan variasi pH 2-8 dimasukkan ke dalam botol film tersebut, perendaman dilakukan selama ± 24 jam. Resin kemudian dikering anginkan dan direndam dengan larutan Cu(II) 2 mg/L. Perendaman dilakukan selama ± 24 jam dan nilai absorbansi Cu(II) diukur menggunakan alat AAS pada $\lambda = 324,68$ nm. Dari pengukuran akan didapatkan pH optimum dari resin Ca-Alginat-EDTA dalam menyerap ion logam Cu(II).

Kapasitas Retensi Ca-Alginat-EDTA

Sebanyak 0,1 gram resin Ca-alginat-EDTA dimasukkan ke dalam botol film plastik. Kemudian direndam dengan 10 mL larutan Cu(II) dengan variasi konsentrasi 1- 40 mg/L

pada pH optimum. Perendaman dilakukan selama ± 1 jam dan nilai absorbansi Cu(II) diukur menggunakan alat AAS pada $\lambda = 324,68$ nm.

Pengaruh Volume dan Konsentrasi Asam

Ke dalam kolom yang telah berisi Ca-alginat-EDTA dimasukkan 10 mL larutan standar Cu(II) 0,5 mg/L. Ion Cu(II) yang terikat selanjutnya dieleks dengan berbagai variasi volume HCl 1 - 10 mL dan konsentrasi HCl 0,1 - 3 M. Masing-masing eluat diukur absorbansi dengan menggunakan alat AAS pada $\lambda = 324,68$ nm. Dari hasil pengukuran akan didapatkan volume dan konsentrasi optimum asam sebagai eluen.

Pengaruh Volume Cu(II)

Ke dalam kolom yang telah berisi Ca-alginat-EDTA dimasukkan larutan standar Cu(II) 0,5 mg/L dengan variasi volume 1 - 10 mL. Ion Cu(II) yang terikat selanjutnya dieleks oleh HCl dengan volume dan konsentrasi optimum yang diperoleh diatas. Eluat yang ditampung diukur absorbansinya menggunakan alat AAS pada $\lambda = 324,68$ nm. Dari hasil pengukuran akan didapat volume optimum Cu(II) sebagai eluen.

Kinerja Analitik

Kebolehulangan (*Reproducibility*)

Dilakukan pengukuran absorbansi larutan Cu(II) 0,5 mg/L secara berulang kali ($n=7$) dengan kondisi optimum dengan prosedur yang sama seperti diatas.

Linieritas

Dipersiapkan Larutan Cu(II) dengan variasi konsentrasi: 5 - 500 $\mu\text{g/L}$ dengan kondisi optimum dan prosedur yang sama seperti diatas, kemudian diukur absorbansinya menggunakan detektor AAS pada $\lambda = 324,68$ nm. Dengan memplotkan absorbansi -vs- konsentrasi Cu(II) akan diperoleh persamaan garis regresi.

Batas Deteksi atau LOD (*Limit of Detection*)

Dalam penelitian ini LOD ditentukan dengan mengukur harga absorbansi dari konsentrasi Cu(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 $S/N=3$ [13].

Aplikasi Terhadap Sampel Dari Alam

Pengaruh Matriks

Untuk menentukan pengaruh matriks terhadap penentuan ion Cu(II) dalam sampel air dari alam, dilakukan penentuan % perolehan kembali dengan metode Spike. Pada metode ini sejumlah tertentu volume standar Cu(II) dipipet kemudian dicampur dengan sampel air. Absorbansi sampel diukur pada kondisi optimum yang diperoleh.

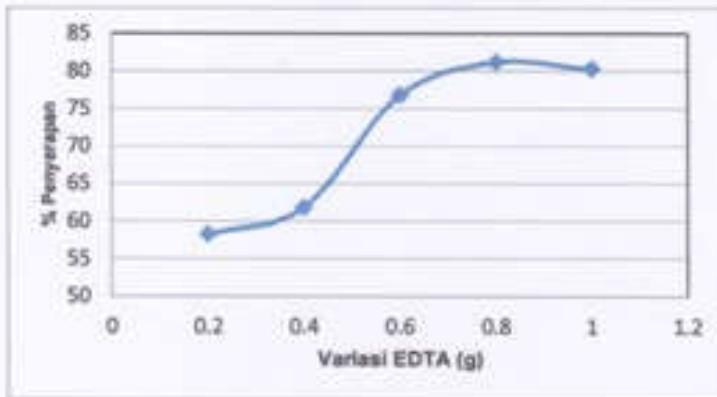
Penentuan Konsentrasi Cu (II) Pada Sampel Air Dari Alam

Konsentrasi ion Cu (II) dalam sampel air dilakukan berdasarkan kondisi optimum seperti yang telah dilakukan pada prosedur sebelumnya. Sampel air diambil dari Sungai Mahakam, Sungai Karang Mumus dan air waduk yang ada dikota Samarinda.

3 HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Mikro Kapsul Ca-Alginat-EDTA

Pada penelitian sebelumnya [8], diperoleh kondisi optimum pembentuk mikro kapsul Ca-alginat yaitu dengan menggunakan larutan Na-alginat 1% dengan larutan CaCl₂ 1 M. Untuk pembuatan mikro kapsul Ca-alginat-EDTA direaksikan antara larutan Na-alginat 1 % , CaCl₂ 1 M dengan penambahan Variasi EDTA didalam larutan CaCl₂ 1 M.



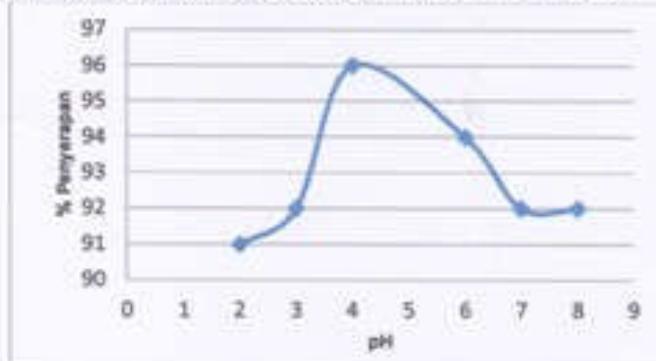
Gambar 1. Pengaruh Variasi EDTA pada pembuatan Ca-alginat-EDTA

Pada perbuatan resin Ca-alginat-EDTA dengan penambahan EDTA lebih dari 0,6 gr, telah menghasilkan persentase penyerapan $\geq 75\%$. sehingga dapat disimpulkan bahwa resin Ca-alginat-EDTA mampu menyerap logam cukup baik sebelum masuk pada tahap optimasi.

Optimasi Prakonsentrasi

Pengaruh pH

Pada penentuan pengaruh penyerapan ion Cu(II) terhadap pH resin digunakan metode Batch, dan hasil pengukurannya dapat dilihat pada Gambar 2.

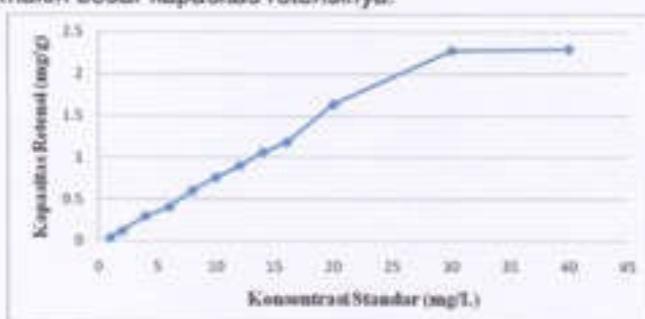


Gambar 2. Pengaruh pH terhadap Ca-alginat-EDTA

Pada pH 4, resin Ca-Alginat-EDTA dapat menyerap ion Cu(II) secara maksimal. Hal ini disebabkan pada pH tersebut terjadi pembentukan stabilitas kompleks antara resin Ca-alginat-EDTA dengan ion logam Cu(II) yang menyebabkan ion logam dapat maksimal terserap. Sedangkan pada pH > 7 penyerapan ion logam Cu(II) oleh resin Ca-alginat-EDTA mengalami penurunan, karena pada suasana basa ion logam Cu(II) membentuk hidroksida sehingga tidak terdeteksi oleh spektrofotometer serapan atom. Selanjutnya pH optimum yang diperoleh pada pH 4 digunakan untuk pekerjaan selanjutnya.

Kapasitas Retensi

Kapasitas retensi Ca-alginat-EDTA adalah ukuran kemampuan resin Ca-alginat-EDTA tersebut untuk meretensi ion logam Cu(II). Semakin banyak jumlah ion logam Cu(II) yang diserap, semakin besar kapasitas retensinya.

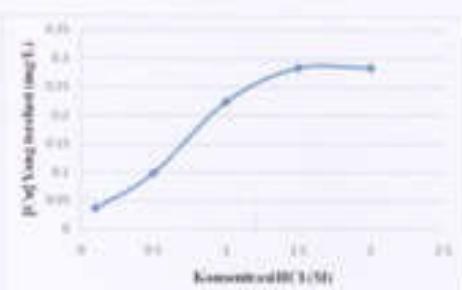


Gambar 3. Kapasitas Retensi Ca-alginat-EDTA

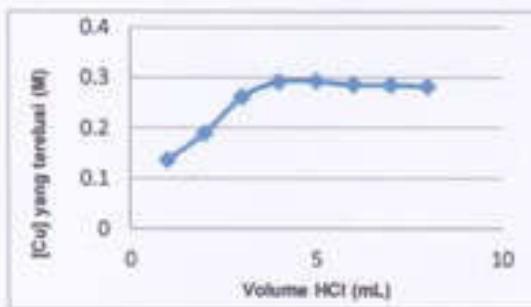
Dari Gambar 3. diperoleh bahwa nilai faktor kapasitas resin ditentukan dengan menggunakan perpotongan garis antara dua kurva yaitu yang titik temunya merupakan kapasitas retensi dari resin Ca-alginat-EDTA terhadap ion Cu(II), sebesar 1,8969 mg/g. Hal ini berarti untuk setiap 1 g resin Ca-alginat-EDTA dapat meretensi 1,8969 mg Cu(II).

Pengaruh Volume dan Konsentrasi Asam

HCl sebagai eluen berguna untuk melepaskan analit yang telah terikat pada resin dan diharapkan agar tidak merusak resin yang ada pada kolom. Pengukuran konsentrasi ion logam Cu(II) dengan menggunakan variasi volume dan konsentrasi eluen HCl menggunakan volume larutan standar Cu(II) 10 mL.



Gambar 4. Pengaruh konsentrasi eluen HCl



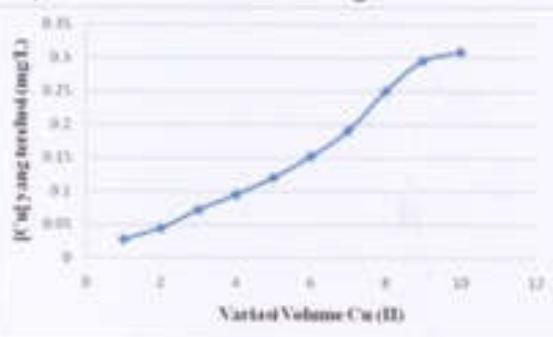
Gambar 5. Pengaruh Volume Eluen HCl

Gambar 4. menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi eluen HCl yang digunakan untuk mengelusi ion logam Cu(II) semakin tinggi juga konsentrasi ion logam Cu(II) yang terelusi. Dalam penelitian ini diperoleh konsentrasi eluen HCl diatas 1,5 M telah mampu mengelusi ion logam Cu(II) secara maksimal. Selanjutnya konsentrasi eluen HCl optimum yang diperoleh pada 2 M digunakan untuk pekerjaan selanjutnya.

Pada pengukuran pengaruh volume asam sebagai eluen, diperoleh bahwa variasi optimum volume HCl adalah 4 mL (Gambar 5). Pada volume 4 mL ini, semua ion logam Cu(II) telah terelusi secara sempurna oleh HCl 2 M.

Pengaruh Volume Cu(II)

Pada tahap ini, pengukuran dilakukan untuk mengetahui volume optimum dari ion logam Cu(II) yang mampu diretensi oleh resin Ca-Alginat EDTA.



Gambar 6. Pengaruh Volume ion logam Cu(II)

Pada Gambar 6. Menunjukkan pada volume ion Cu(II) 1 – 8 mL, semakin banyak volume ion logam Cu(II) yang digunakan semakin tinggi juga konsentrasi ion logam Cu(II) yang terelusi oleh eluen HCl 2 M. Sedangkan pada volume > 8 mL tidak terjadi kenaikan konsentrasi ion Cu(II) yang terelusi hal ini dikarenakan volume ion Cu(II) yang terelusi banyak dari pada eluen, sehingga eluen tidak dapat mengelusinya. Selanjutnya volume ion Cu(II) optimum yang diperoleh pada 8 mL digunakan untuk pekerjaan selanjutnya.

Kinerja Analitik

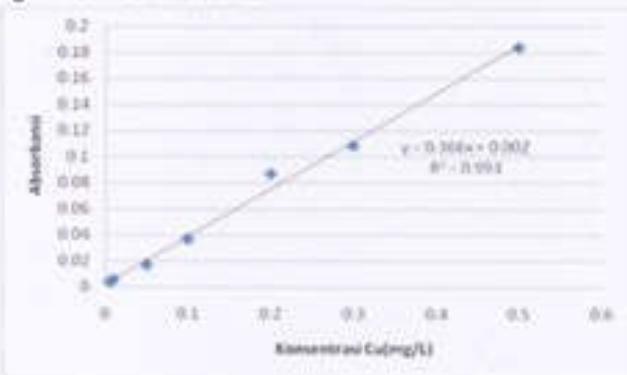
Presisi (Kebolehulangan)

Presisi menggambarkan kebolehulangan dari pengukuran, yaitu kedekatan antara nilai data yang satu dengan data yang lain yang diperoleh dengan menggunakan larutan, peralatan, metode, waktu dan analis yang sama. Dalam penelitian ini dilakukan pengukuran konsentrasi ion logam Cu(II) 0,5 mg/L beberapa kali, pada kondisi optimum yang diperoleh.

Tingkat kebolehulangan yang dinyatakan dengan koefisien variasi (KV) yang diperoleh dari hasil pengukuran di atas adalah sebesar 1,0421 % untuk konsentrasi Cu(II) 0,5 mg/L Suatu metode dikatakan mempunyai presisi yang baik jika nilai koefisien variansinya lebih kecil dari $\leq 5\%$ [11].

Linearitas

Linieritas adalah kemampuan metode untuk menunjukkan bahwa nilai hasil uji langsung atau setelah diolah secara matematika, sebanding dengan konsentrasi analit pada batas rentang konsentrasi tertentu.



Gambar 7. Kurva Kalibrasi Ion Logam Cu(II) (Setelah Prakonsentrasi)

Kurva kalibrasi pada penelitian ini dibuat dengan memvariasikan konsentrasi larutan standar Cu(II) sehingga diperoleh persamaan garis $y = 0,366x + 0,002$ dengan koefisien korelasi $R^2 = 0,993$. Harga regresi yang baik adalah $> 0,99$ [12]. Selanjutnya persamaan regresi ini digunakan untuk mengukur konsentrasi sampel.

Penentuan Limit Deteksi

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan untuk prakonsentrasi ion logam Cu(II) dengan menggunakan resin Ca-alginat-EDTA, batas deteksi yang diperoleh sebesar 2,30 $\mu\text{g/L}$, sedangkan untuk nilai LOD sebelum prakonsentrasi didapatkan nilai 15,6 $\mu\text{g/L}$. Artinya pengembangan teknik prakonsentrasi ini memberikan peningkatan LOD sebesar 7 kali dibandingkan dengan analisis ion Cu(II) secara langsung dalam alat AAS. Metode prakonsentrasi yang dikembangkan cukup baik karena dapat memberikan massa minimum hasil pengukuran pada level ppb.

Aplikasi Metode pada Sampel Air dan Pengaruh Matriks

Tujuan akhir dari penelitian ini adalah mengaplikasikan teknik prakonsentrasi yang dikembangkan untuk analisis ion Cu(II) dalam sampel air. Dari hasil penelitian yang dilakukan untuk pengukuran % perolehan kembali ion logam Cu(II) dengan resin Ca-Alginat dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Nilai perolehan kembali ion logam Cu(II)

Sampel	Cu(II), $\mu\text{g L}^{-1}$		
	Ditambahkan	Ditemukan	% Perolehan Kembali
	0	91,34±3,82	-
Sungai Mahakam	100	189,92±3,71	99,26 ± 0,37
	0	36,75±8,12	-
Sungai Karang Mumus	50	84,82±7,52	97,78±0,76

Perolehan kembali menunjukkan tingkat keakuratan dari metode yang digunakan. Akurasi metode dikatakan baik, jika didapatkan % perolehan kembali antara $100 \pm 5\%$. Hasil dari penelitian diperoleh yaitu pada sampel air sungai Karang Mumus, dan sungai Mahakam yang mengalir di kota Samarinda memberikan nilai perolehan kembali $> 95\%$. Hasil tersebut menunjukkan bahwa metode yang dilakukan memiliki tingkat akurasi yang baik dan metode ini dapat digunakan untuk analisis ion logam Cu(II) untuk sampel air di alam, dikarenakan pengaruh matriks yang terdapat pada sampel dapat disederhanakan dengan penggunaan teknik prakonsentrasi pada penelitian ini.

KESIMPULAN

Resin Ca-alginat dapat di modifikasi dengan etilena diamina tetraasetat (EDTA) dan dapat digunakan sebagai material pengisi kolom dalam tahapan prakonsentrasi ion Cu(II). Kondisi optimum yang diperoleh untuk meningkatkan kinerja analitik pengukuran menunjukkan bahwa teknik prakonsentrasi yang dikembangkan dapat digunakan untuk menentukan ion Cu(II) dalam sampel alam hingga tingkat konsentrasi runut ($\mu\text{g/L}$).

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Megawati, R. 2007. *Prakonsentrasi Ion Tembaga (II) Menggunakan Resin Chelex-100 dengan Metode Kolom*. Skripsi. ITB. Bandung.
- [2] Panggabean, A.S., Amran, M.B. and Buchari, Achmad, S. 2007. *Modified Gas-Liquid Separator for Determination of Sn(II) with Hydride Generation-Quartz Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry (QFAAS)*. Proceeding International Conference on Chemical Sciences (ICCS). Yogyakarta. ISSN : 1410-8313. ANL-46-1.
- [3] Amran, M. B dan Heimburger, R. 1996. *Arsenic Speciation in Marine Organisme from The Analytical Methodology to The Constitution of Reference Materials*. Fresenius J. Anal. Chem. 354. pp. 550-556.
- [4] Burguera, J. L. 1989. *Flow Injection Atomic Spectroscopy*. New York. Marcel Dekker, Inc., pp. 1-6.
- [5] Koester, C. J. and A. Moulik. 2005. *Trends in Environmental Analysis*. Analyst, 126, pp. 933-937.
- [6] Hirano, Y. and J. Nakajima. 2005. *Determination of Traces of Cadmium in Natural Water Samples by Flow Injection On-Line Preconcentration- GFAAS*. Anal. Sci., 17, pp. 1073-1077.
- [7] Lestari , D. E. S. B. 2007. *Karakteristik kinerja Resin Penukar Ion Pada Sistem Air Bebas Mineral (GCA01) RSG-GAS*. Pusat Reaktor Serba Guna-BATAN.Kawasan Puspitek, Serpong, Tangerang. Banten.
- [8] Panggabean, A.S., Subur P. Pasaribu, Sari, I.Y.L. 2012. *Prakonsentrasi ion Cu(II) Berbasis Mikrokapsul Ca-Alginat Secara off-Line Dengan Metode kolom*. Chemistry Progress 5(2). Hal. 70-76.
- [9] Vijaya, Y. Popuri dan S.R. Boddu, V.M. 2007. *Modified Chitosan and Calcium Alginate Biopolymer Sorbents for Removal of Nickel (II) Through Adsorption*. J. Carpol. pp. 261-271.
- [10] Kim, J.A., Hwang, H., Jun, E.J., Nam, S.W., Lee, K., Kim, S.H., Yoon, J., Kang, S and Park, S., 2008. *A Microfluidic Platform for Preconcentrating and Detecting Cu(II) with a Fluorescent Chemosensor and Cu(II)-Chelating Alginate Beads*. Bull. Korean Chem. Soc. 2008. 29(1), pp. 225-227.
- [11] LIPI. 2003. *Kursus Ketelusuran Pengukuran dan Validasi Metode*. Pusat Penelitian Kimia. Bandung.
- [12] Miller. J.C dan J. N Miller, 1975. *Statistika Untuk Kimia Analitik Edisi Kedua*. Penerbit ITB. Bandung.