

**Workshop dan Seminar Nasional Jabatan Fungsional
Tahun 2019**

**Pengaruh Penambahan Stronsium Klorida dan Na-EDTA Terhadap Gangguan Besi
Pada Penentuan Timbal Secara Adisi Standar Menggunakan SSA Nyala**



Ida Nur Farida, Witryani Rayapratwi, Dhika Aditya Rachmadi, Reza Puji Pangesti

Laboratorium Sentral
Universitas Padjadjaran
2019

OUTLINE



Pendahuluan

Metode

Hasil dan Pembahasan

Kesimpulan

PENDAHULUAN

SSA

- SSA merupakan instrumen utama pada suatu teknik analitik yang digunakan dalam menentukan konsentrasi dari logam.

Timbal

- Timbal salah satu logam yang dapat ditentukan dengan menggunakan SSA

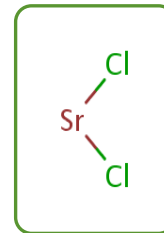
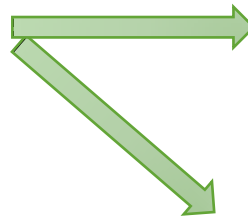
Interferensi

- Fe (Besi) merupakan salah satu ion pengganggu yang menyebabkan interferensi pada saat pengukuran timbal



Cara Menghindari Interferensi Ion Pengganggu Pada Penentuan Logam Timbal

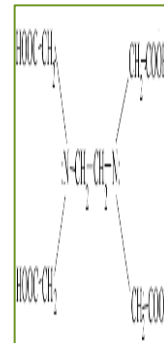
1. *Releasing agent*
(suatu zat kimia yang dapat melepaskan kation atau anion pengganggu dari ikatannya dengan analit)



Stronsium klorida

dapat digunakan sebagai *releasing agent* jika stronsium yang digunakan dalam konsentrasi yang tinggi di atas 1000 ppm (Apriyani, 2005).

2. Metode Adisi Standar
(Suatu standar murni (*single elemen*) yang digunakan sebagai pembanding melalui penambahan langsung dalam contoh dengan konsentrasi tertentu

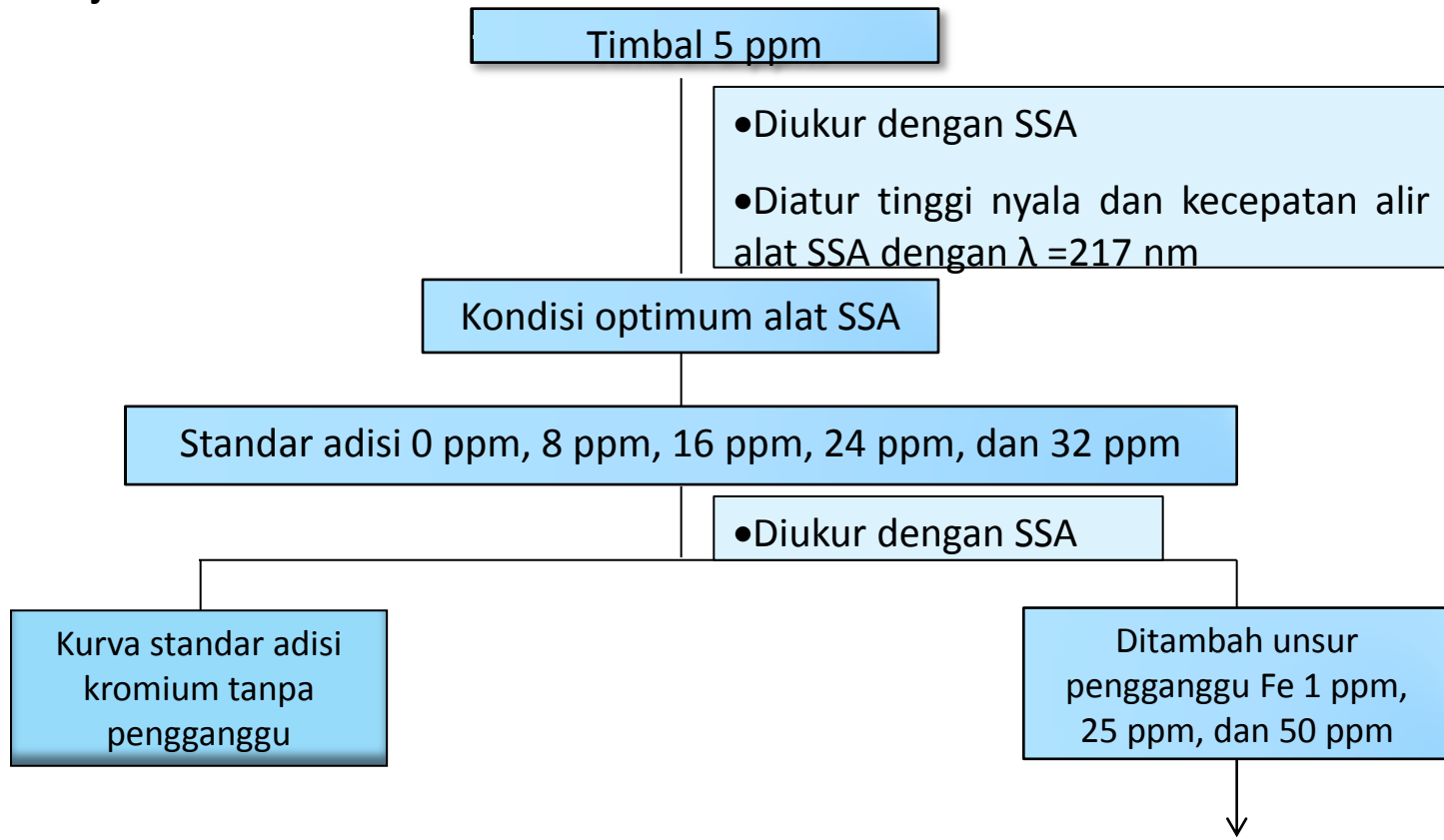


Na-EDTA

merupakan pengikat logam dan penukar logam yang baik untuk beberapa ion logam. Na-EDTA dapat membentuk senyawa kompleks yang stabil dan larut dalam timbal, hal tersebut dapat meningkatkan penghilangan logam pengganggu (Zhang *et al.*, 2008).

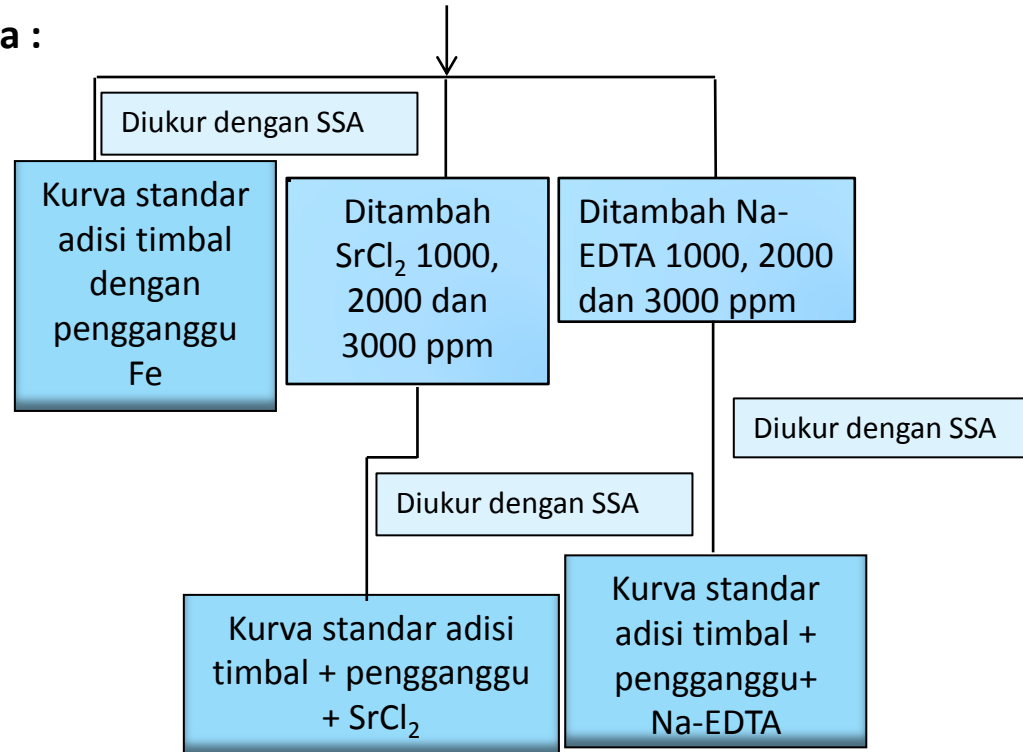
METODE

Alur Kerja :



METODE

Lanjutan Alur Kerja :



Bagan alir

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Optimasi alat Spektrofotometer Serapan Atom

Slit Lebar : Tinggi	Absorbansi Timbal
1,8 : 0,6	0,106
1,8 : 1,35	0,104
1,8 : 2,3	0,101
2,7 : 0,6	0,111
2,7 : 1,35	0,098
2,7 : 2,3	0,095

Kondisi optimum

Laju alir (L/menit) Udara : Asetilen	Absorbansi Timbal
10 : 4,96	0,104
10 : 4,58	0,069
10 : 3,30	0,087
10 : 2,50	0,106

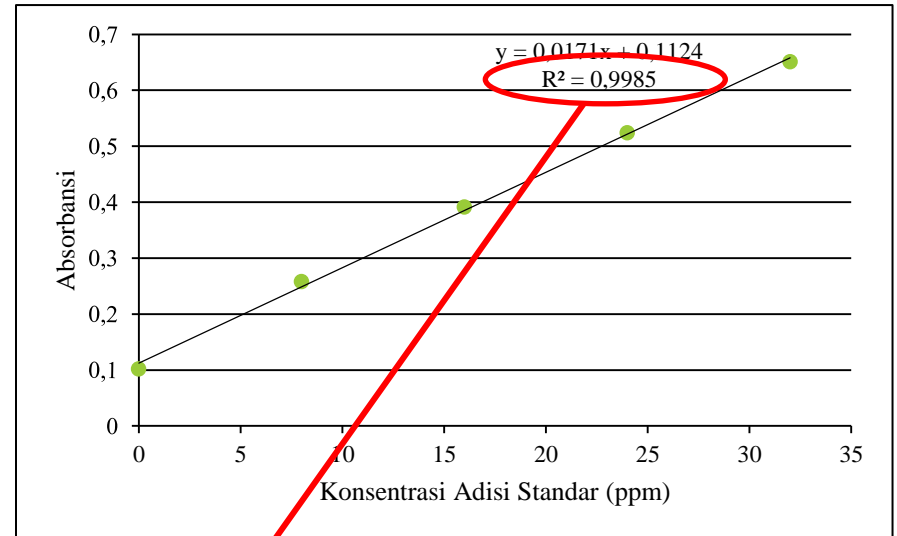
Kondisi optimum



HASIL DAN PEMBAHASAN

2. Penetapan Kadar Timbal Secara Adisi Standar

Perlakuan	Konsentrasi Pb yang ditambahkan (adisi) (ppm)	Absorbansi
Sampel	0	0,102
Sampel + 2 mL Pb 100 ppm	8	0,258
Sampel + 4 mL Pb 100 ppm	16	0,391
Sampel + 6 mL Pb 100 ppm	24	0,524
Sampel + 8 mL Pb 100 ppm	32	0,651



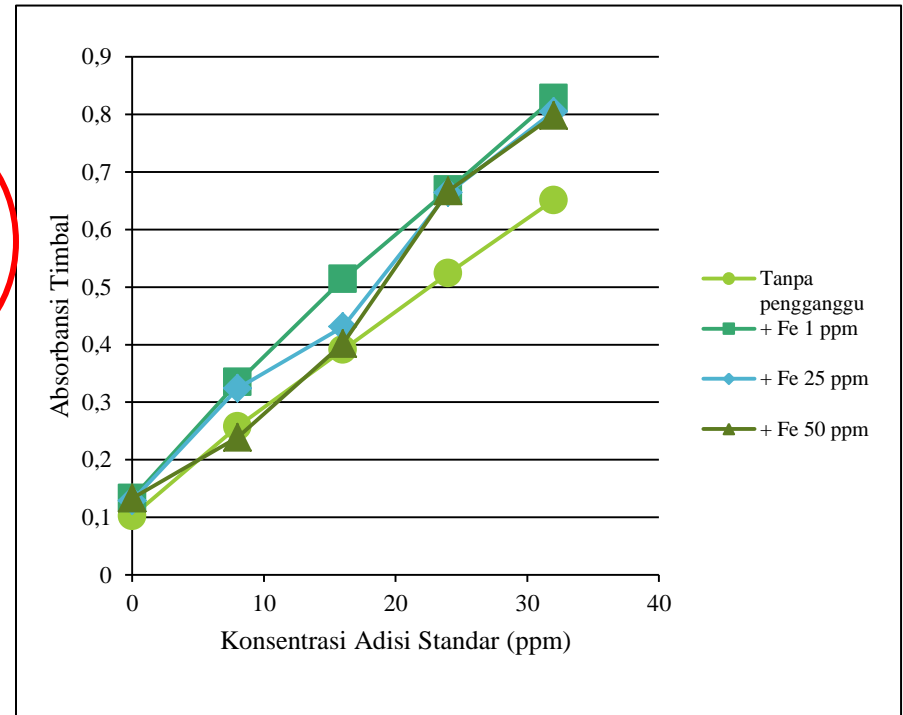
Syarat koefisien korelasi minimal $\geq 0,995$ (SNI 6989.8:2009)

HASIL DAN PEMBAHASAN

3. Penetapan Kadar Timbal Secara Adisi Standar Dengan Adanya Pengganggu Fe 1, 25 dan 50 ppm

Perlakuan	Persamaan Garis	R ²
Pb (tanpa pengganggu Fe)	$y = 0,0171x + 0,1124$	0,9985
Penambahan Fe 1 ppm	$y = 0,0216x + 0,151$	0,9968
Penambahan Fe 25 ppm	$y = 0,0212x + 0,1322$	0,9907
Penambahan Fe 50 ppm	$y = 0,022x + 0,0962$	0,9796

Nilai koefisien korelasi semakin menurun



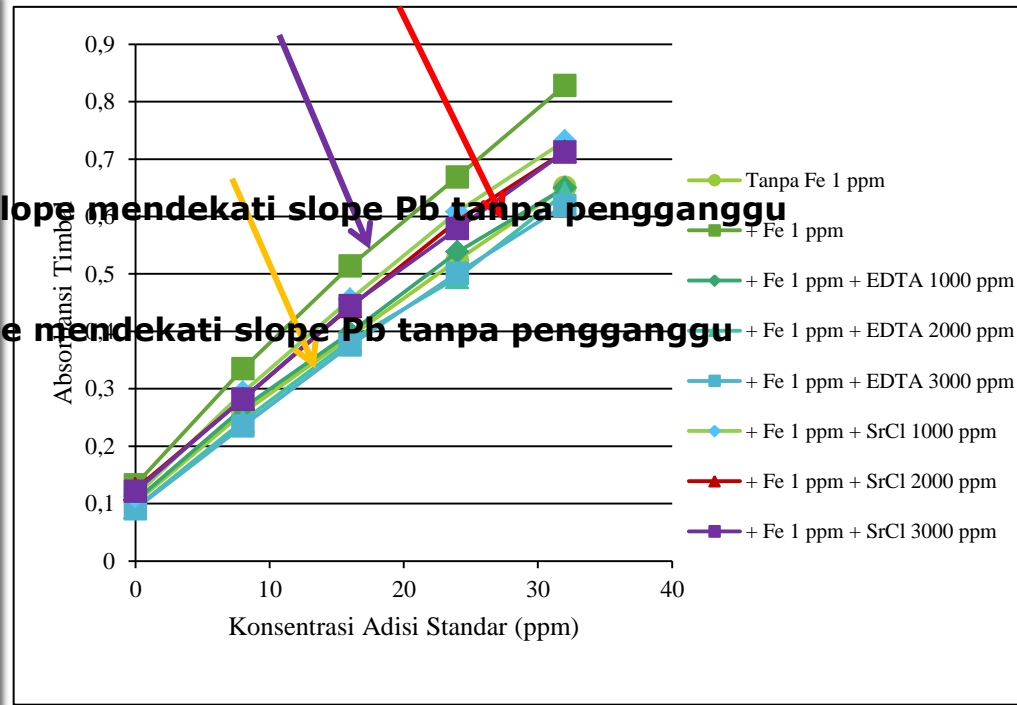
HASIL DAN PEMBAHASAN

4. Penetapan Kadar Timbal Secara Adisi Standar dengan Adanya Fe 1 ppm Melalui Penambahan Stronsium Klorida dan Na-EDTA 1000, 2000 dan 3000 ppm

Perlakuan	Persamaan Garis	R ²
Pb (tanpa pengganggu Fe)	$y = 0,0171x + 0,1124$	0,9985
Penambahan Fe 1 ppm	$y = 0,0216x + 0,1151$	0,9968
Penambahan Fe 1 ppm dan EDTA 1000 ppm	$y = 0,017x + 0,1192$	0,9965
Penambahan Fe 1 ppm dan EDTA 2000 ppm	$y = 0,0168x + 0,1015$	0,9976
Penambahan Fe 1 ppm dan EDTA 3000 ppm	$y = 0,0165x + 0,0999$	0,9981
Penambahan Fe 1 ppm dan SrCl ₂ 1000 ppm	$y = 0,0194x + 0,1299$	0,9953
Penambahan Fe 1 ppm dan SrCl ₂ 2000 ppm	$y = 0,0186x + 0,1341$	0,9972
Penambahan Fe 1 ppm dan SrCl ₂ 3000 ppm	$y = 0,0185x + 0,1324$	0,9976

Nilai slope mendekati slope Pb tanpa pengganggu

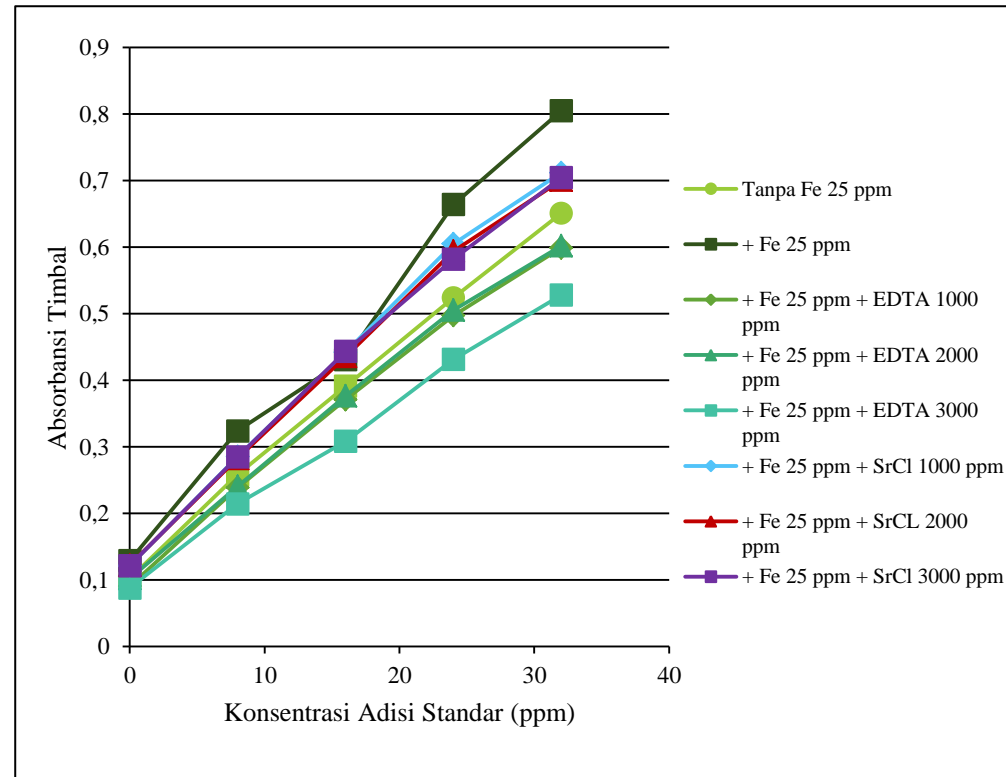
Nilai slope mendekati slope Pb tanpa pengganggu



HASIL DAN PEMBAHASAN

5. Penetapan Kadar Timbal Secara Adisi Standar dengan Adanya Fe 25 ppm Melalui Penambahan Stronsium Klorida dan Na-EDTA 1000, 2000 dan 3000 ppm

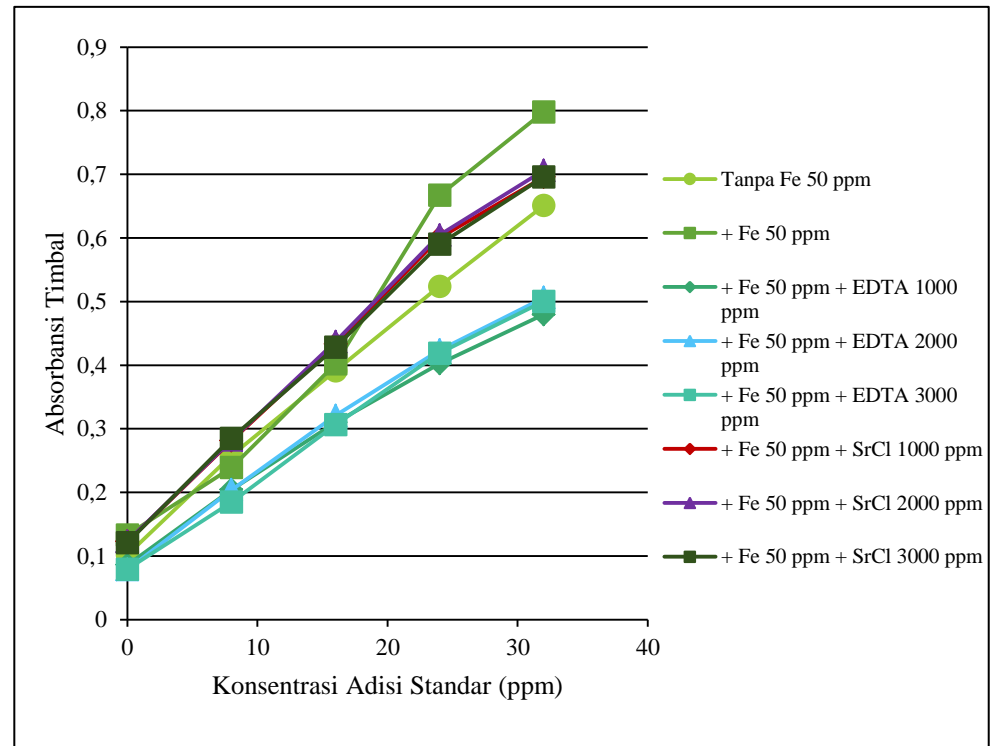
Perlakuan	Persamaan Garis	R ²
Pb (tanpa pengganggu Fe)	$y = 0,0171x + 0,1124$	0,9985
Penambahan Fe 25 ppm	$y = 0,0212x + 0,1322$	0,9907
Penambahan Fe 25 ppm dan EDTA 1000 ppm	$y = 0,0159x + 0,1043$	0,9956
Penambahan Fe 25 ppm dan EDTA 2000 ppm	$y = 0,0158x + 0,1124$	0,9957
Penambahan Fe 25 ppm dan EDTA 3000 ppm	$y = 0,0137x + 0,0946$	0,9978
Penambahan Fe 25 ppm dan SrCl ₂ 1000 ppm	$y = 0,0188x + 0,133$	0,9949
Penambahan Fe 25 ppm dan SrCl ₂ 2000 ppm	$y = 0,0184x + 0,1333$	0,9953
Penambahan Fe 25 ppm dan SrCl ₂ 3000 ppm	$y = 0,0183x + 0,1347$	0,9965



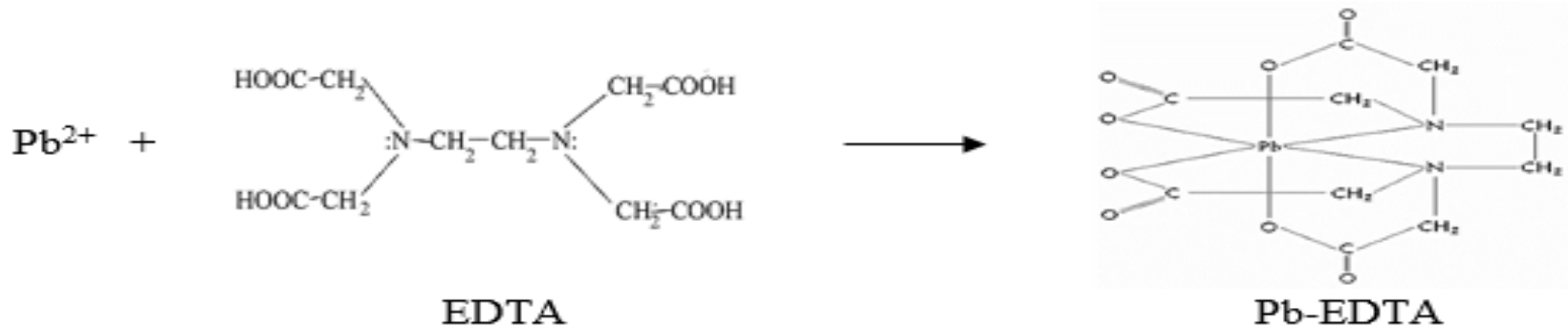
HASIL DAN PEMBAHASAN

6. Penetapan Kadar Timbal Secara Adisi Standar dengan Adanya Fe 50 ppm Melalui Penambahan Stronsium Klorida dan Na-EDTA 1000, 2000 dan 3000 ppm

Perlakuan	Persamaan Garis	R ²
Pb (tanpa pengganggu Fe)	$y = 0,0171x + 0,1124$	0,9985
Penambahan Fe 50 ppm	$y = 0,022x + 0,0962$	0,9796
Penambahan Fe 50 ppm dan EDTA 1000 ppm	$y = 0,0123x + 0,0994$	0,9934
Penambahan Fe 50 ppm dan EDTA 2000 ppm	$y = 0,0134x + 0,0916$	0,9938
Penambahan Fe 50 ppm dan EDTA 3000 ppm	$y = 0,0135x + 0,0827$	0,9961
Penambahan Fe 50 ppm dan SrCl ₂ 1000 ppm	$y = 0,0183x + 0,1337$	0,9932
Penambahan Fe 50 ppm dan SrCl ₂ 2000 ppm	$y = 0,0186x + 0,1329$	0,9944
Penambahan Fe 50 ppm dan SrCl ₂ 3000 ppm	$y = 0,0182x + 0,133$	0,9954



HASIL DAN PEMBAHASAN



Persamaan reaksi pembentukan kompleks Pb(II) dengan EDTA

nilai tetapan kestabilan dari kompleks Fe-EDTA lebih kecil dari Pb-EDTA (Chang, 2013). Kompleks Pb-EDTA stabil di pH larutan asam sedangkan kompleks Fe-EDTA stabil pada pH larutan basa (Vogel, 2004). Kondisi pengukuran dilakukan pada pH asam yaitu 1,53.

KESIMPULAN

- Adanya besi dalam sampel yang mengandung timbal, dapat menyebabkan suatu gangguan yaitu terjadinya perubahan kemiringan garis regresi kurva kalibrasi.
- Penambahan *releasing agent* Na-EDTA dan SrCl_2 1000, 2000, 3000 ppm pada sampel yang mengandung timbal dengan adanya ion pengganggu besi 1 ppm diperoleh hasil yang lebih baik dibandingkan dengan sampel timbal yang mengandung ion pengganggu besi 25 dan 50 ppm.
- Makalah ini dapat dijadikan panduan bagi laboran dalam meminimalisir gangguan yang diakibatkan oleh ion pengganggu pada saat melakukan pengukuran timbal dengan menggunakan SSA nyala

TERIMA KASIH
TERIMA KASIH

Ida.n.farida@unpad.ac.id