

STUDI ANALISIS KOBALT SECARA KOLORIMETRI DENGAN 1-NITROSO-2-NAFTOL

Gunawan

Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia
F MIPA Universitas Diponegoro Semarang 50275

ABSTRAK

Penelitian tentang studi analisis kobalt secara kolorimetri dengan 1-nitroso-2-naftol telah dilakukan. Reaksi pembentukan kompleks dilakukan pada pH 9 Hasil penelitian diperoleh kompleks kobalt yang terbentuk mempunyai bilangan koordinasi tiga Kompleks yang terbentuk mengikuti alur Hukum Beer sampai konsentrasi $4 \cdot 10^{-4}$ M. Adanya ion nikel dan ion besi masing-masing sampai konsentrasi 20 mg/L dan 5 mg/L tidak memberikan gangguan analisis, sedangkan konsentrasi besi lebih besar dari 6 mg/L menyebabkan deviasi positif.

Kata kunci: kolorimetri, kompleks kobalt, interferensi.

ABSTRACT

The research of analysis study of cobalt with 1-nitroso-2-naphtol had been done spectrophotometrically. The complexation reaction was performed at pH of 9. The research showed that the cobalt complex had coordination number three. The formed complex followed the Beer's Law plot until the concentration of $4 \cdot 10^{-4}$ M. The presence of nickel and iron ions had no interferences up to concentration of 20 mg/L for the former and 5 mg/L for the latter., while the iron ion concentration more than 6 mg/L gave positive deviation.

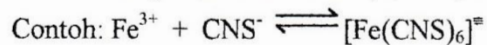
Keywords: Colorimetry, cobalt complex, interference.

PENDAHULUAN

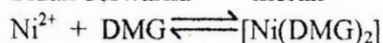
Analisis kobalt dalam air atau batuan dengan kolorimetri belum ada prosedur baku, yang baku biasanya dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom. Sehingga perlu dipelajari kemungkinan penggunaan 1-nitroso-2-naftol untuk pengompleks kobalt sehingga dapat dianalisis secara kolorimetri.

Kolorimetri merupakan metoda penentuan analit (zat yang dianalisis, baik itu anion maupun kation) yang berwarna dan dibandingkan dengan larutan standar. Analit tersebut dapat dibuat berwarna dengan mengubah menjadi spesies yang berwarna (seperti Mn^{2+} yang tidak berwarna diubah menjadi MnO_4^- yang berwarna dengan adanya $S_2O_8^{2-}$)

Atau direaksikan dengan zat pembentuk warna (chromogenic agent) sehingga menjadi kompleks berwarna Analit + zat pembentuk warna \rightleftharpoons kompleks berwarna



Tidak berwarna merah



Tidak berwarna merah

Reaksi pembentukan kompleks merupakan reaksi pembentukan ikatan kovalen koordinasi (reaksi asam-basa Lewis), yaitu adanya atom/molekul yang menyumbangkan pasangan elektron (basa Lewis) dan

atom atau ion yang menerima pasangan elektron (asam Lewis). Atom/molekul yang menyumbangkan pasangan elektron dikenal dengan sebutan ligan, yang mempunyai syarat mempunyai pasangan elektron bebas yang dapat disumbangkan ke atom penerima. Ligan dapat berupa atom/molekul yang bermuatan atau netral. Sedangkan atom/ion yang menerima pasangan elektron disebut atom/ion pusat yang mempunyai syarat harus memiliki orbital atom kosong. Atom yang bertindak sebagai atom pusat umumnya adalah ion logam transisi. Ligan yang mempunyai satu pasang elektron bebas (lone pair electrons) disebut ligan unidentat, sedangkan glisin mempunyai ligan bidentat. Ligan yang mempunyai lebih dari dua pasang elektron bebas disebut ligan polidentat, misalnya asam etilendiamin tetraasetat. Sedangkan ion logam yang bertindak sebagai atom pusat antara lain perak, nikel, seng, besi, tembaga, timbal, raksa, kadmium, mangan dan kobalt (Basolo, 1968).

Kobalt merupakan atom logam transisi pada sistem periodik unsur terletak pada golongan VIII B. Kobalt pada reaksi pembentukan kompleks (yang berada dalam bentuk ionnya) berperan sebagai atom pusat, sedangkan 1-nitroso-2-naftol mampu menyumbangkan dua pasang elektron bebasnya (ligan bidentat), sehingga dengan ion Co^{3+} bisa membentuk kompleks chelate. Ion Co^{2+} menyediakan orbital kosong untuk pasa-

ngan elektron bisa dsp^2 atau sp^3 , sedangkan Co^{3+} orbital kosong untuk pasangan elektron bisa d^2sp^3 atau sp^3d^2 .

Senyawa 1-nitroso-2-naftol dapat disintesis dari α -naftol dengan reaksi seperti pada lampiran I.

Setelah direaksikan dengan petroleum ether diperoleh 1-nitroso-2-naftol dengan titik leleh $106^\circ C$ dan K_a $2 \cdot 10^{-8}$ kelarutan dalam air $1,06 \cdot 10^{-3}$ dan $1,35 M$ dalam $CHCl_3$ (Cram, D.J. dan Hammond, G.S., 1964, dan Vogel, A.I., 1989).

BAHAN-ALAT DAN METODA

Bahan: α -naftol, NaOH, H_2SO_4 , $NaNO_2$, petroleum ether, $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, $NiCl_2 \cdot 6H_2O$, $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, akuades, H_2O_2 semuanya dalam kualitas pa E. Merck.

Alat: seperangkat spectronic-20D, labu alas bulat, pengaduk magnet, corong pisah, gelas beaker, pipet volume, pipet ukur, penangas air, termometer, desikator, oven, gelas arloji, labu takar.

Metoda

Pembuatan 1-nitroso-2-naftol

Sebanyak 10 g (0,07 mol) α -naftol dilarutkan dalam larutan hangat yang berisi NaOH 2,8 g (0,07 mol) dalam 120 mL akuades dalam labu alas bulat 500 mL yang dilengkapi pengaduk magnet. Campuran didinginkan sampai $0^\circ C$ dalam pendingin es kemudian ditambah 5 g (0,0725 mol) serbuk $NaNO_2$. Campuran tersebut diaduk sambil ditambahkan 22g (16,65mL) H_2SO_4 (5,6M) melalui corong pisah dengan waktu penambahan total 90 menit dan temperatur dijaga tetap $0^\circ C$. Campuran diaduk selama beberapa jam dengan temperatur tetap $0^\circ C$. Setelah reaksi berakhir endapan disaring menggunakan pompa vakum dan dicuci dengan air. Endapan 1-nitroso-2-naftol yang diperoleh berwarna kuning pucat, kemudian diletakkan dalam desikator selama 4 hari, warna endapan menjadi coklat gelap dengan titik leleh $106^\circ C$ dan berat sekitar 11,5 g.

Pembuatan larutan standar

Larutan standar 1-nitroso-2-naftol $1 \cdot 10^{-3} M$. Padatan 1-nitroso-2-naftol 0,1732 g dilarutkan dalam etanol sampai volume 1 L.

Larutan standar Co^{2+} . Sebanyak 0,46 g $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dilarutkan dalam akuades sampai volume 500mL. Untuk mengoksidasi Co^{2+} menjadi Co^{3+} digunakan H_2O_2 .

Larutan standar Ni^{2+} 1000 mg/L. Sebanyak 2,0236 g $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ dilarutkan dalam akuades sampai volume 500 mL.

Larutan standar Fe^{3+} 1000 mg/L. Sebanyak 2,4189 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ dilarutkan dalam akuades sampai volume 500 mL.

Buffer Ph 9. Campuran ammonia dan ammonium klorida dicampur sampai diperoleh pH 9,0 (dengan menggunakan pH meter).

Studi analisis kobalt

Penentuan panjang gelombang optimum dan pH optimum yang memberikan serapan maksimum. Sederet larutan kompleks dengan konsentrasi sama tetapi mempunyai pH bervariasi. Kemudian diukur serapannya pada daerah tampak dengan variasi panjang gelombang.

Penentuan banyaknya mol ligan dalam senyawa kompleks dengan metoda perbandingan mol. Sederet larutan kompleks yang mengandung penyusun dengan konsentrasi tetap (1-nitroso-2-naftol) sedangkan Co^{3+} divariasi. Serapannya diukur pada panjang gelombang optimum.

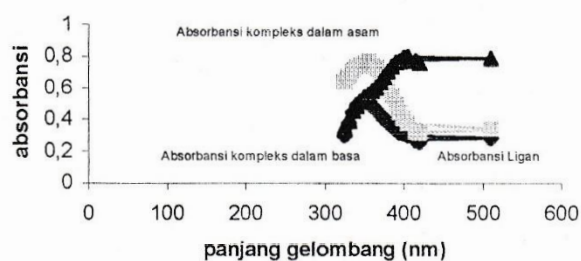
Studi linearitas kurva standar. Sederet larutan kompleks dengan konsentrasi kobalt bervariasi diukur serapannya pada panjang gelombang optimum.

Studi interferensi. Interferensi nikel dan besi dipelajari dengan seri larutan kompleks dengan konsentrasi tetap tetapi konsentrasi nikel dan besi bervariasi, kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang optimum.

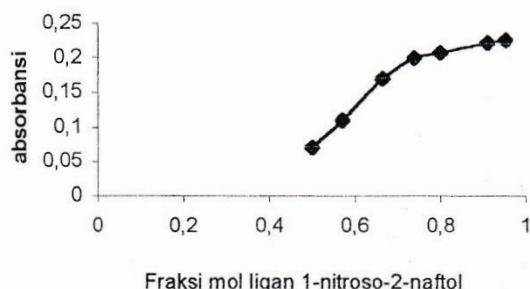
Hasil dan Pembahasan

Pembahasan

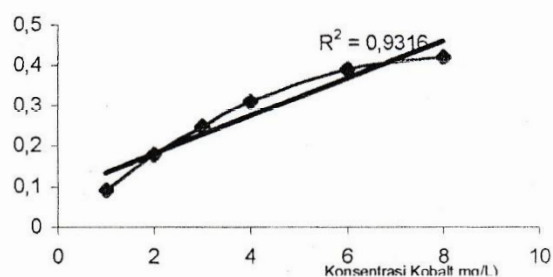
Studi analisis kompleks kobalt-1-nitroso-2-naftol dari pengamatan penentuan panjang gelombang dan pH seperti diberikan oleh kurva pada gambar 1. Dari kurva tersebut terlihat bahwa senyawa kompleks yang terjadi mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang 405 nm dan dalam suasana basa antara 8-11. Dalam suasana asam kompleks tersebut mempunyai serapan pada panjang gelombang yang sama dengan serapan dari ligan sehingga akan kesulitan dalam pengamatannya. Pada penelitian ini selanjutnya digunakan pH 9.



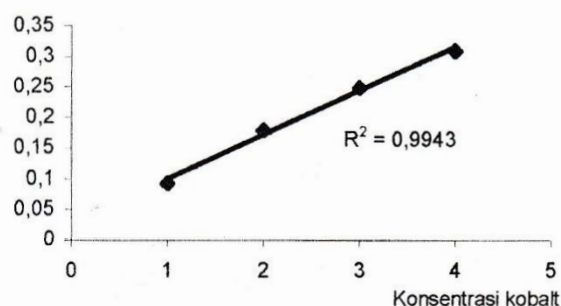
Gambar 1 Penentuan panjang gelombang pada pH optimum Banyaknya ligan yang berikatan dengan ion dari atom pusat dalam senyawa kompleks kobalt-1-nitroso-2-naftol ditentukan dengan metoda perbandingan mol. Dari kurva gambar 2 terlihat kurva mulai berubah arah/slop pada fraksi mol 0,7355, sehingga jumlah ligan yang terikat oleh atom pusat adalah $0,7355/0,265=2,77 \cong 3$. Dengan jumlah ligan 1-nitroso-2-naftol sebanyak tiga buah, karena merupakan ligan bidentat maka bentuk geometri molekul chelate tersebut ada-lah oktahedral.



Gambar 2. Penentuan jumlah ligan yang terikat oleh Co^{3+} . Harga linearitas $Co(1-nitroso-2-naftol)_3$ dari gambar 3 diperoleh sampai konsentrasi kobalt $4 \cdot 10^{-5}$ M dengan $R^2=0,9943$ (Gambar 3b), setelah konsentrasi itu memberikan linearitas yang tidak baik ($R^2=0,9316$) (gambar 3a). Sehingga pada konsentrasi sampai $4 \cdot 10^{-5}$ M dapat digunakan untuk analisis kuantitatif, karena mengikuti Alur Hukum Beer.



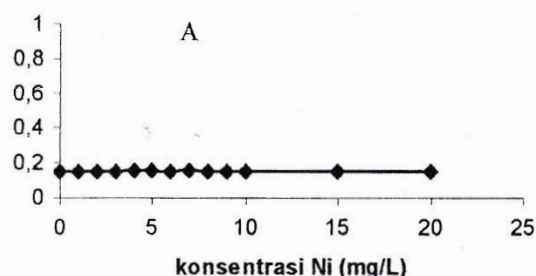
(a)



(b)

Gambar 3. Kurva standar kompleks kobalt.

Adanya ion nikel dalam larutan sampel pada kadar di bawah 20 mg/L tidak memberikan gangguan/interferensi yang berarti, seperti ditunjukkan pada gambar 4.

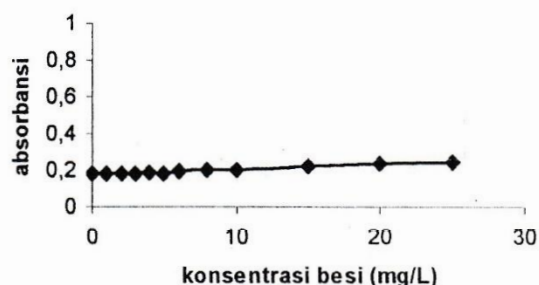


Gambar 4 Pengaruh ion nikel terhadap absorpsi kompleks kobalt.

Adanya ion besi dalam larutan sampel pada kadar di bawah 5 mg/L tidak menimbulkan gangguan, seperti ditunjukkan pada gambar 5. Tetapi adanya ion besi lebih besar dari 6 mg/L menyebabkan adanya interferensi positif (menaikkan absorbansi).

Interferensi positif disebabkan karena kompleks yang terbentuk dari reaksi besi dengan 1-nitroso-2-naftol mempunyai warna yang hampir sama dengan kompleks kobalt.

Berdasarkan tabel sistem periodik unsur besi, kobalt dan nikel terdapat pada satu golongan yang sama yaitu VIII B, sehingga ketiganya diharapkan mempunyai sifat yang mirip, yang berakibat akan memberikan gangguan dalam analisisnya.



Gambar 5 Pengaruh ion besi terhadap absorbansi kompleks kobalt.

KESIMPULAN

Senyawa 1-nitroso-2-naftol dapat membentuk kompleks dengan kobalt yang mempunyai warna kuning kecoklatan yang cukup stabil. Kompleks yang terbentuk mematuhi alur Hukum Beer sampai konsentrasi $4 \cdot 10^{-5}$ M. Adanya nikel dan besi dalam konsentrasi yang kecil tidak mengganggu analisis kobalt dengan pengompleks 1-nitroso-2-naftol.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih, penulis sampaikan kepada Kepala Laboratorium Kimia Analitik Universitas Gadjadara atas bantuan dan sarana yang telah diberikan selama penelitian ini.

PUSTAKA

1. APHA (American Public Health Associations), 1986, *Standard Methods: For Examination of Water and Waste Water*, 14th ed., APHA, Washington D.C.

2. Basset, J., Denny, R.C., Jefferey, G.H. dan Mendham, J., *Vogel's Textbook of Macro and Semimicro Quantitative Inorganic Analysis*, 5th ed., Longman Group Ltd., London.
3. Basolo, F., 1968, *Coordinaton Chemistry*, John Wiley and Sons, New York.
4. Cram, D.J. dan Hammond, G.S., 1964, *Organic Chemsistry*, McGraw Hill Book Co. Inc., New York.
5. Pecsok, R.L., et al., *Modern Methods of Chemical Analysis*, 1968, 2nd edition, John Wiley & Sons, New York.
6. Sandell, E., B. dan H Onishi, 1978, *Colorimetric Determination of Traces of Metals*, 4th edition, Interscience, New York.
7. Skoog, D.A., 1985, *Principles of Instrumental Analysis*, 3rd edition, Saunders College Publishing, Philadelphia.
8. Vogel, A.I., 1989, *A Textbook of Organic Chemsitry Including Qualitative Organic analysis*, 1st ed., Longman Green and Co., London.
9. Bhatt, R., Mehta, C., Grosrani, A.K. and Purohit, DN., *Orient. J. Chem.*, 1993, 9(2), 174-5 (Eng).

Lampiran I

