

OPTIMASI METODA CV-AAS UNTUK ANALISIS RAKSA(II)**M T Melkhas Aloysius, Gunawan**Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia
F MIPA Universitas Diponegoro Semarang 50275**ABSTRAK**

Telah dilakukan optimasi metoda spektrometri serapan atom-uap dingin atau cold vapour-atomic absorption spectrometry (CV-AAS) untuk analisis raksa(II). Gas atom raksa(0) yang dihasilkan dari reduksi 50 mL raksa(II) 50 ppb dengan SnCl_2 5% dalam lingkungan asam klorida, ditentukan respon analitiknya dengan kuat arus lampu katoda cekung 4 mA dan pada panjang gelombang 254,1 nm. Kondisi optimum yang diperoleh adalah volume SnCl_2 5% sebanyak 1,5 mL; waktu pengadukan 2 menit; lingkungan asam 5 mL HCl 15% dan kecepatan pompa penghisap 0,3 L/menit.

Kata Kunci: Raksa(II), CV-AAS, reduksi

ABSTRACT

The optimization of cold vapour-atomic absorption spectrometry to analyze mercury(II) had been done. Mercury atomic gases (0) produced from reduction of 50 mL mercury(II) 50 ppb with SnCl_2 5% in acidic solution was determined their analytical respons with hollow cathode lamp's current of 4 mA and at the wavelength of 254.1 nm. The optimum conditions covered 1.5 mL volume of SnCl_2 5%; stirring time 2 minutes; 5 mL of HCl 15% and the rate of circulating pump of 0.3 L/minutes.

Keywords: Mercury(II), CV-AAS, reduction

PENDAHULUAN

Prinsip dasar spektroskopi serapan atom adalah interaksi energi radiasi elektromagnetik dengan spesies atom yang dapat menyerap energi radiasi. Interaksi ini dapat menurunkan energi radiasi sehingga Hukum Beer dapat berlaku pula dalam metoda ini. Dalam spektrometri serapan atom proses atomisasi dapat dilaksanakan dengan metoda atomisasi nyala, tungku elektrotermal (sampel dengan jumlah sedikit), pembentukan uap dingin raksa (Hg) dan pembentukan hidrida yang volatil (As, Bi, Ge, Sb, Se dan Te) (Skoog, 1985).

Atomisasi dengan teknik pembentukan uap, dilakukan untuk analisis unsur raksa (pembentukan uap dingin raksa). Pembentukan uap dingin raksa didasarkan pada sifat unsur raksa yang dapat menguap dalam suhu kamar, sehingga atom-atom raksa tersebut dapat diinteraksikan dengan gelombang elektromagnetik untuk menghasilkan absorbansi. Teknik pembentukan uap dingin raksa yang mudah dikerjakan adalah dengan mereduksi sampel yang mengandung raksa menggunakan SnCl_2 dalam suasana asam. Uap raksa yang terbentuk kemudian dialirkan ke dalam sel serapan untuk dianalisis.

Metoda CV-AAS ini pertama kali diperkenalkan oleh Hatch dan Ott (Chou dan Naleway, 1984). Raksa anorganik dalam air limbah telah ditentukan oleh El-Awady dkk (1976). May dkk (1987) menetapkan rasio

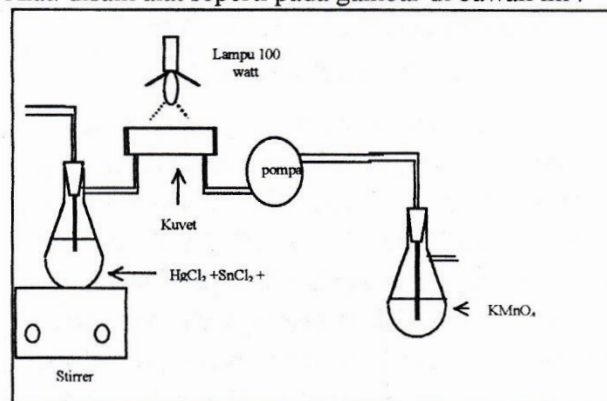
raksa metil terhadap raksa total dalam rantai makanan perairan.

Pemeriksaan raksa total dalam limbah cair secara berkesinambungan dengan metoda CV-AAS telah dilakukan oleh Goto dkk (1982) dan Doolan (1982) dalam batubara serta, Powell (1983) dalam burung dan kelelawar. Dalam penelitian ini dilakukan optimasi metoda CV-AAS untuk analisis raksa(II) karena mempertimbangkan kondisi lapangan yang berbeda. Hasil optimasi tersebut selanjutnya diharapkan dapat digunakan untuk analisis spesies raksa organik dan anorganik dengan perlakuan awal lebih dahulu.

BAHAN DAN ALAT

Bahan: HgCl_2 , SnCl_2 , HCl, KMnO_4 semuanya dalam standar pro analisis (E. Merck).

Alat: disain alat seperti pada gambar di bawah ini :



METODA PENELITIAN

Variasi Volume SnCl₂ 5%.

Lima puluh mililiter raksa(II) 50 ppb direaksikan dengan SnCl₂ 5% dengan volume yang divariasi (1 sampai dengan 5 mL.) dan HCl 5% sebanyak 5 mL di dalam erlenmeyer sebagai pembangkit gas raksa(0).

Kondisi lain :

Kuat Arus Lampu Katoda Cekung = 4 mA
 Kecepatan Pompa Penghisap = 1,0 L/menit
 Panjang Gelombang = 254,1 nm
 Waktu Pengadukan =1 menit
 Respon analitik diamati pada recorder AAS

Variasi Waktu Pengadukan

Lima puluh mililiter raksa(II) 50 ppb direaksikan dengan SnCl₂ 5% dengan volume yang optimum (hasil variasi Volume SnCl₂ 5%) dan HCl 5% sebanyak 5 mL di dalam erlenmeyer sebagai pembangkit gas raksa(0). Kemudian diaduk dengan pengaduk magnet dengan waktu pengadukan yang divariasi dari 1 s/d 6 menit.

Kondisi lain :

Kuat Arus Lampu Katoda Cekung = 4 mA
 Kecepatan Pompa Penghisap =1,0 L/menit
 Panjang Gelombang= 254,1 nm
 Respon analitik diamati pada recorder AAS

Variasi Kadar HCl

Lima puluh mililiter raksa(II) 50 ppb direaksikan dengan SnCl₂ 5% dengan volume yang optimum (hasil variasi Volume SnCl₂ 5%) dan HCl dengan kadar yang divariasi (5 s/d 50%) di dalam erlenmeyer sebagai pembangkit gas raksa(0). Kemudian diaduk dengan pengaduk magnet dengan waktu pengadukan yang optimum (Hasil Variasi Waktu Pengadukan).

Kondisi lain:

Kuat Arus Lampu Katoda Cekung = 4 mA
 Kecepatan Pompa Penghisap = 1,0 L/menit
 Panjang Gelombang = 254,1 nm
 Respon analitik diamati pada recorder AAS

Variasi Kecepatan Pompa Penghisap

Lima puluh mililiter raksa(II) 50 ppb direaksikan dengan SnCl₂ 5% dengan volume yang optimum (hasil variasi volume SnCl₂ 5%) dan HCl dengan kadar yang optimum (Hasil Variasi Kadar HCL) di dalam erlenmeyer sebagai pembangkit gas raksa(0). Kemudian diaduk dengan pengaduk magnet dengan waktu pengadukan yang optimum (hasil variasi waktu pengadukan) Gas atom raksa(0) yang terbentuk dihisap dengan pom-

pa supaya melewati kuvet AAS dengan kecepatan pengadukan yang divariasi (0,3 s/d 2,5 L/menit)

Kondisi lain :

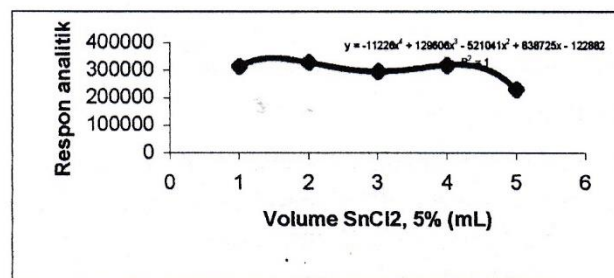
Kuat Arus Lampu Katoda Cekung = 4mA
 Panjang Gelombang = 254,1 nm
 Respon analitik diamati pada recorder AAS

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil yang diperoleh pada variasi volume SnCl₂ 5% disajikan pada tabel 1 dan gambar 1.

Tabel 1. Hasil respon analitik gas raksa (0) pada variasi volume SnCl₂ 5%

VOLUME SnCl ₂ 5% (mL)	RESPON ANALITIK
1	313183
2	327645
3	294020
4	316410
5	229503

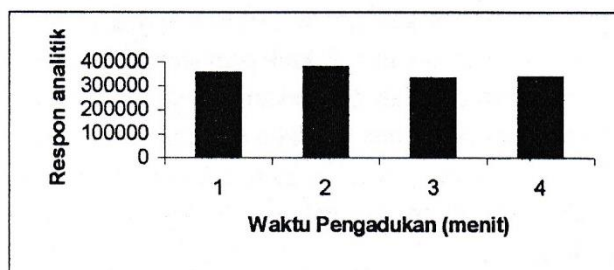


Gambar 1. Hasil respon analitik gas raksa (0) pada variasi volume SnCl₂ 5%

Dari kurva pada gambar 1 diperoleh volume SnCl₂ 5% optimum sebesar 1,5 mL. Hasil yang diperoleh pada variasi waktu pengadukan disajikan pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil respon analitik gas raksa (0) pada variasi waktu pengadukan

WAKTU PENGADUKAN (MENIT)	RESPON ANALITIK
1	356465
2	376983
4	332355
6	337480

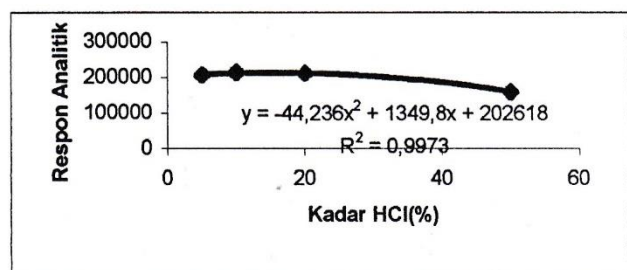


Gambar 2. Hasil respon analitik gas raksa (0) pada variasi waktu pengadukan

Hasil yang diperoleh pada variasi kadar HCl disajikan pada tabel 3.

Tabel 3. Hasil respon analitik gas raksa (0) pada variasi kadar HCl

KADAR HCl (%)	RESPON ANALITIK
5	207157
10	213556
20	211092
50	159588

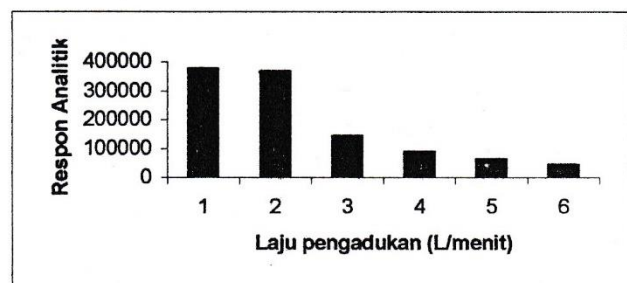


Gambar 3. Hasil respon analitik gas raksa (0) pada variasi kadar HCl (kadar HCl = 15%)

Hasil yang diperoleh pada variasi kecepatan pompa penghisap disajikan pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil respon analitik gas raksa (0) pada variasi kecepatan pompa penghisap

KECEPATAN POMPA PENGHISAP (L/MENIT)	RESPON ANALITIK
0,3	377103
0,5	367971
1,0	142875
1,5	89922
2,0	62896
2,5	45057



Gambar 4. Hasil respon analitik gas raksa (0) pada variasi kecepatan pompa penghisap

KESIMPULAN

Kondisi optimum yang diperoleh adalah volume SnCl_2 5% sebanyak 1,5 mL; waktu pengadukan 2 menit; lingkungan asam 5 mL HCl 15% dan kecepatan pompa penghisap 0,3 L/menit.

PUSTAKA

1. Chou, H.N. dan Naleway, C.A., 1984, Determination of Mercury by Cold Vapour-Atomic Absorption Spectrometry, *Anal. Chem.* 56, 1737-1738,
2. Doolan, K.J., 1982, The Determination of Mercury in Solid Fuels by High Temperature Combustion and Cold

Vapour-Atomic Absorption Spectrometry, *Anal. Chim. Acta* 140,187-195.

3. El-Awady, A.A., Miller, R.B. dan Carter, M.J., 1976, Automated Method for the Determination of Total and Inorganic Mercury in Water and Waste Water Samples, *Anal. Chem.* 48, 110-116.
4. Goto, M., Shibakawa, T., Arita, T. dan Ishii, D., 1982, Continuous Monitoring of Total and Inorganic Mercury in Waste Water and Other Water, *Anal. Chim. Acta* 140,179-185.
5. May, K., Stoepler, M. dan Reisinger, K., 1987, Studies in the Ratio Total Mercury/Methyl Mercury in the Aquatic Food Chain, Toxicological and Environmental Chemistry II, 153-159.
6. Powell, G.V.N., 1983, Industrial Effluents as a Source of Mercury Contamination in Terrestrial Riparian Vertebrates, *Environmental Pollution* 5, 51-57.
7. Skoog, D.A., 1985, *Principles of Instrumental Analysis*, 3rd edition, Saunders College Publishing, Philadelphia.

