

STUDI ANALISIS Pb(II) MENGGUNAKAN ASAM TANAT EKSTRAK GAMBIR (*Uncaria gambir Roxb.*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI ULTRAUNGU-TAMPAK

Dinda Mezia Physka¹, R. Supriyanto², dan Ni Luh Ratna Gede Juliasih², Agung Abadi Kiswandono²

¹Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung

²Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No.1, Bandar Lampung 35145

ddindameziaphyska@gmail.com

Artikel Info

Diterima tanggal
25.07.2018

Disetujui
publikasi tanggal
30.10.2018

Kata kunci : Asam
Tanat, Logam
Pb(II), Senyawa
Kompleks,
Spektrofotometri
Ultraungu-
Tampak

ABSTRAK

Penelitian mempelajari reaksi kordinasi logam Pb(II) dari senyawa Pb(NO₃)₂ dengan asam tanat ekstrak gambir. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan metode analisis mengarah kepada kimia hijau dengan memanfaatkan bahan alam dan mendapatkan kondisi optimum dari senyawa kompleks yang terbentuk secara spektrofotometri ultraungu-tampak; serta dapat memperkirakan reaksi yang terbentuk. Metode analisis digunakan untuk mencari λ maksimum, pH optimum, konsentrasi optimum, volume optimum, dan waktu kestabilan optimum. Asam tanat diperoleh 10 mM panjang gelombang maksimum sebesar 275 nm, sedangkan panjang gelombang maksimum logam Pb(II) diperoleh 277,5 nm. Kondisi optimum pembentukan kompleks Pb-asam tanat ekstrak gambir pada kondisi λ maksimum 450 nm, pH 9, perbandingan stokiometri konsentrasi (4:1), perbandingan stokiometri volume (2:1), dan waktu kestabilan pada menit ke 30-60 menit. Uji linearitas Pb(II) diperoleh nilai R² sebesar 0,9996. Uji presisi memberikan nilai SD dan RSD sebesar 0,012161 dan 1,1488 %. Nilai persen *recovery* Pb(II) sebesar 109,998%. Hasil perhitungan dari limit deteksi memberikan nilai 0,03 dan nilai limit kuantitasi sebesar 0,1.

ABSTRACT

This study aims to developed green chemistry method in formation of complex Pb(II)-tannic acid of gambier extract; optimum conditions complex formation was conducted by using spectrophotometry ultraviolet-visible. The maximum wavelength, optimum pH, optimum concentration, optimum volume, and optimum time-stability was determined. The maximum wavelength of tannic acid obtained at 275 nm, whereas the optimum wavelength of Pb(II) achieved 277,5 nm. The result showed that the optimum condition of complex Pb(II)-tannic acid was obtained at 450 nm, pH 9, with the ratio of stoichiometry concentration was (4:1),with the ratio stoichiometry volume was (2:1), and stability time after 30-60 minutes. The linearity test toward Pb(II) was achieved with the correlation coefficient (R²)of 0,9996. The precision was conducted in SD and RSD test, it is 0,012161 and 1,1488 % respectively for Pb(II). The recovery value of Pb(II) was 109,998 %. The LoD and LoQ for this method was 0,03 and 0,1.

PENDAHULUAN

Dewasa ini, dunia industri di Indonesia berkembang pesat. Seiring perkembangan tersebut dapat memberikan dampak negatif,yaitu meningkatnya konsentrasi bahan-bahan pencemar,salah satunya logam

berat. Hal ini disebabkan karena logam berat bersifat toksik dan karsiogenik meskipun pada konsentrasi yang rendah dan umumnya bersifat akumulatif sebagai polutan bagi lingkungan (Saputra, 2016). Salah satu logam berat yang sangat berbahaya dan mencemari lingkungan ialah timbal (Pb).

Metode yang sering dilakukan untuk menganalisis logam timbal (Pb) ialah spektrofotometri serapan atom (Kumalawati, 2016). Spektrofotometri serapan atom sangat spesifik untuk mengetahui kadar timbal (Pb) dalam suatu sampel. Metode lain untuk analisis logam timbal (Pb) adalah spektrofotometri ultraungu-tampak dengan cara pembentukan kompleks Pb(II) dengan ligan tertentu. Analisis spektrofotometri ultraungu-tampak pada pembentukan kompleks Pb(II) dengan ligan asam tartarat pada panjang gelombang 430 nm dan absorbansi diperoleh sebesar 0,449 (Fajriati dan Endah, 2010). Kompleks antara asam tanat dengan CaCO_3 memperoleh panjang gelombang 320 nm (Zhang dkk, 2017).

Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks antara ekstrak gambir yang mengandung asam tanat dengan Pb(II) berbagai macam variasi konsentrasi dan volume yang dipelajari dengan metode spektrofotometri ultraungu-tampak. Penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai metode alternatif baru dalam analisis logam Pb(II) yang efektif, efisien, mudah, dan murah penggunaannya.

METODE

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain neraca analitik, pH meter, spektrofotometer ultraungu-tampak, mikro pipet, pipet tetes, labu ukur, gelas ukur, *beaker glass*, oven, dan kuvet. Bahan yang digunakan dalam percobaan ini terdiri dari ekstrak gambir yang mengandung asam tanat, aluminium foil, etanol, akuabides, akuades, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, NaOH, dan tisu kering.

Prosedur

1. Preparasi Larutan Induk

a. Pembuatan Larutan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat 10 mM.

Larutan induk ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 10 mM dibuat dengan cara menimbang 1,7012 g bubuk ekstrak gambir yang mengandung asam tanat, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL lalu ditambahkan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan.

b. Pembuatan Larutan Pb(II) 10 mM.

Larutan induk Pb(II) dibuat dengan cara menimbang bubuk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ sebanyak 0,3312 g, dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL lalu ditambahkan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan.

c. Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M

Membuat larutan NaOH 0,1 M dengan cara menimbang 4 g NaOH yang dilarutkan dalam labu takar 100 mL lalu ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat.

Memasukkan sebanyak 4 mL larutan ekstrak gambir yang mengandung asam tanat kedalam kuvet, kemudian mengukur panjang gelombang menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

b. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Pb(II).

Memasukkan sebanyak 4 mL larutan Pb(II) kedalam kuvet, kemudian mengukur panjang gelombang menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

c. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Reaksi Larutan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II).

Penentuan panjang gelombang maksimum reaksi ekstrak gambir yang mengandung asam tanat dan Pb(II) dilakukan dengan menambahkan masing-masing 2 mL larutan Pb(II) 0,01 mM dan ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 1 mM, dimasukkan kedalam kuvet, kemudian diukur menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

3. Penentuan Variasi pH Optimum Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II)

Penentuan variasi pH dilakukan dengan cara mereaksikan Pb(II)-ekstrak gambir yang mengandung asam tanat dengan skala kenaikan pH 7; 8; 9; 10; dan 11. Setelah itu dilakukan optimasi pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

4. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II)

a. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) dengan Variasi Konsentrasi Pb(II) (mM)

Pengukuran ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) dilakukan pada pH optimum dan panjang gelombang maksimum dengan perbandingan konsentrasi Pb(II)-ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5. Absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

b. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) dengan Variasi Konsentrasi Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat (mM)

Pengukuran ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) dilakukan pada pH optimum dan panjang gelombang maksimum dengan perbandingan konsentrasi Pb(II)-ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1. Absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

c. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) dengan Variasi Volume Pb(II) (mL)

Pengukuran ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) dilakukan menggunakan pH optimum, perbandingan konsentrasi optimum, pada panjang gelombang maksimum dengan memvariasikan volume dengan perbandingan 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5. Absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

d. Penentuan Stokiometri Kompleks Ekstrak gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) dengan Variasi Volume Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat (mL)

Pengukuran ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) dilakukan pada pH optimum, perbandingan konsentrasi optimum, pada panjang gelombang maksimum dengan memvariasikan volume dengan perbandingan 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1. Absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

5. Penentuan Waktu Kestabilan Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II)

Penentuan waktu kestabilan dilakukan dengan memilih pH optimum, perbandingan konsentrasi optimum, dan volume optimum, kemudian diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak pada panjang gelombang maksimum dari 0 menit sampai 60 menit dengan skala kenaikan 10 menit.

6. Validasi Metode

1. Penentuan Linearitas Kurva Kalibrasi Pb(II)

Uji linearitas dilakukan dengan membuat larutan Pb(II) dengan konsentrasi berbeda yaitu 1, 3, 5, 7, 9 mM yang diencerkan dari larutan standar 10 mM, diukur absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak. Nilai absorbansi yang diperoleh dicatat kemudian diproses dengan metode kuadrat terkecil untuk menentukan nilai kemiringan (slope), intersep, dan koefisien korelasi. Setelah itu dibuat persamaan linear antara konsentrasi dengan absorbansi. Nilai r yang diperoleh menggambarkan linearitas.

2. Penentuan Akurasi

Uji akurasi dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit murni kedalam campuran. Kemudian campuran di analisis dan hasilnya dibandingkan terhadap kadar analit yang ditambahkan (kadar sebenarnya). Jumlah analit yang ditambahkan ke dalam sampel atau selisih antara rata-rata dan nilai sebenarnya yang dapat ditunjukkan ketepatannya. Ketepatan dihitung sebagai persen recovery (perolehan kembali).

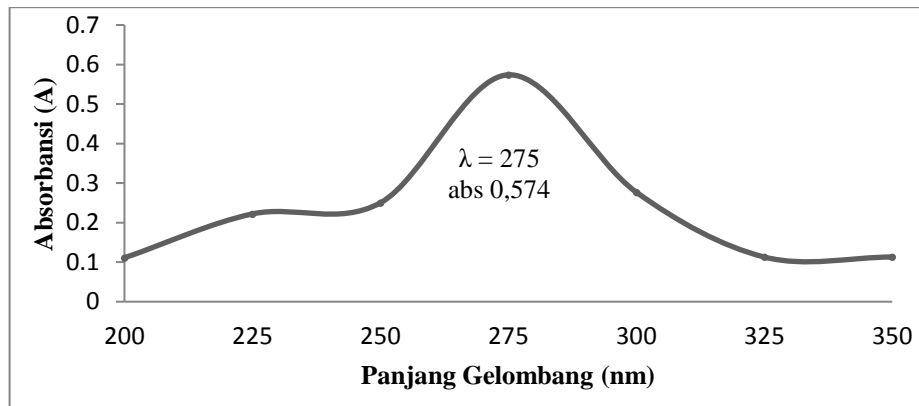
3. Penentuan Presisi

Uji presisi ini dilakukan dengan cara mengukur konsentrasi sampel dengan melakukan 6 kali pengulangan. Nilai absorbansi yang diperoleh dapat ditentukan simpangan baku (SD) dan nilai relatif standar deviasi (RSD). Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan relatif standar deviasi (RSD) $< 5\%$.

4. Penentuan Limit Dereksi (LoD) dan Limit Kuantifikasi (LoQ)

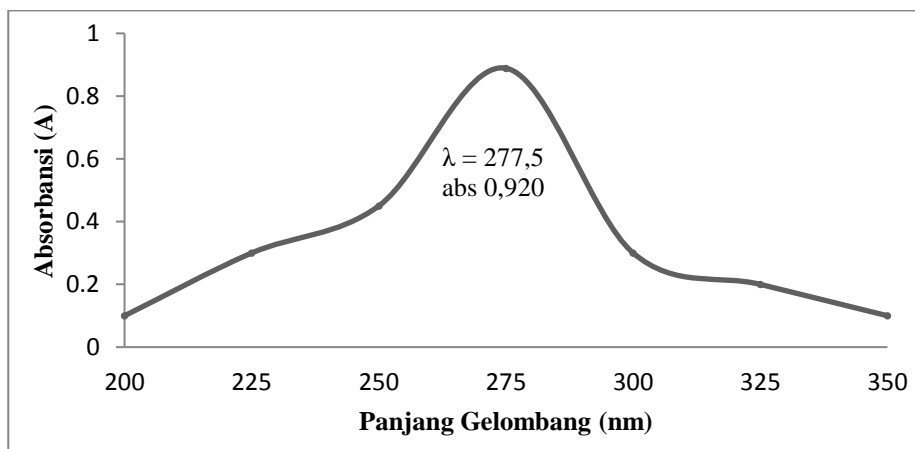
Penentuan LoD dan LoQ untuk logam Pb diperoleh dari pengukuran sampel dengan konsentrasi terendah namun masih memberikan respon yang signifikan, kemudian hasil pengukuran dihitung berdasarkan persamaan kurva kalibrasi yang diperoleh.

HASIL DAN PEMBAHASAN



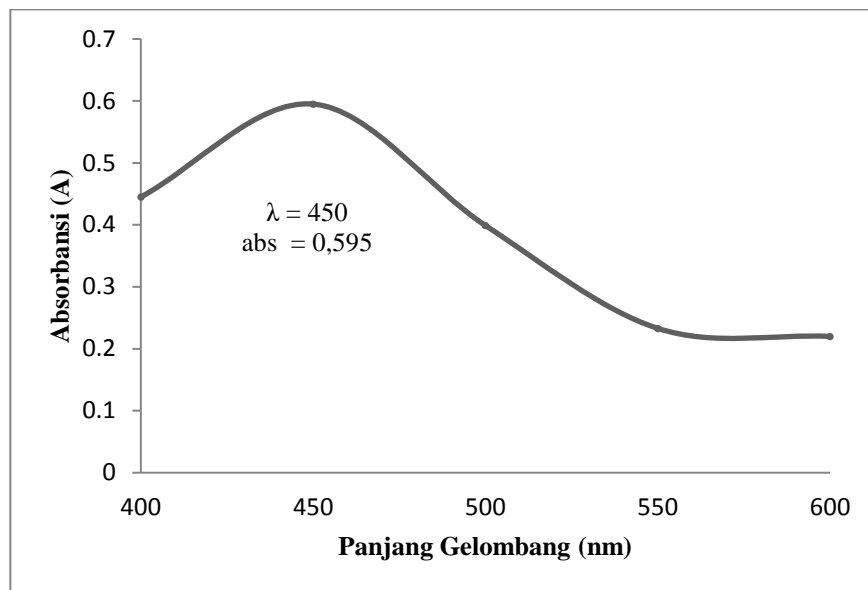
Gambar 1. Kurva Panjang Gelombang Maksimum Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat Terhadap Absorbansi

Panjang gelombang maksimum larutan ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 10 mM diperoleh pada 275 nm dengan absorbansi sebesar 0,574.



Gambar 2. Kurva Panjang Gelombang Maksimum Pb(II) Terhadap Absorbansi

Penentuan panjang gelombang maksimum Pb(II) 10 mM dilakukan dengan cara mengukur panjang gelombang pada rentang 200-400 nm. Gambar larutan Pb(II) dapat dilihat pada Lampiran 2B. Panjang gelombang maksimum Pb(II) 10 mM diperoleh pada 277,5 nm dengan absorbansi sebesar 0,920.



Gambar 3. Panjang Gelombang Reaksi Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II) Terhadap Absorbansi

Panjang gelombang maksimum kompleks ekstrak gambir yang mengandung asam tanat Pb(II) diperoleh pada 450 nm dengan absorbansi sebesar 0,595. Reaksi ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) ditunjukkan dengan adanya pergeseran panjang gelombang kearah yang lebih besar atau disebut juga efek batokromik (pergeseran merah).

Tabel 1. Pengaruh Variasi pH Terhadap Absorbansi Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II)

pH	Absorbansi	Panjang Gelombang
7	0,330	450
8	0,436	450
9	0,595	450
10	0,317	450
11	0,089	450

Berdasarkan data tersebut dapat dilihat bahwa pada pH 7, 8, dan 9 terjadi kenaikan nilai absorbansi, sedangkan pada pH 10 dan 11 mengalami penurunan nilai absorbansi. Hal ini berarti pH optimum untuk kompleks ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) yaitu pada pH 9 dengan nilai absorbansi sebesar 0,595. Menurut (Supriyanto, 2011) ekstrak gambir yang mengandung asam tanat dapat bereaksi membentuk senyawa kompleks apabila pH diatas 8.

Tabel 2. Pengaruh Variasi Konsentrasi Terhadap Nilai Absorbansi Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II)

Ekstrak gambir yang mengandung asam tanat : Pb(II)	Absorbansi	pH	Panjang Gelombang
1 : 1	0,446	9	450
1 : 2	0,527	9	450
1 : 3	0,511	9	450
1 : 4	0,496	9	450
1 : 5	0,480	9	450
2 : 1	0,390	9	450
3 : 1	0,377	9	450
4 : 1	0,625	9	450
5 : 1	0,540	9	450

Berdasarkan data yang didapat, absorbansi optimum ditunjukkan pada perbandingan konsentrasi antara ekstrak gambir yang mengandung asam tanat dan Pb(II) 4:1.

Tabel 3. Pengaruh Variasi Volume Terhadap Absorbansi Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II)

Ekstrak gambir yang mengandung asam tanat : Pb(II)	Absorbansi	pH	Konsentrasi	Panjang Gelombang
1 : 1	0,520	9	4 : 1	450
1 : 2	0,522	9	4 : 1	450
1 : 3	0,530	9	4 : 1	450
1 : 4	0,543	9	4 : 1	450
1 : 5	0,494	9	4 : 1	450
2 : 1	0,838	9	4 : 1	450
3 : 1	0,690	9	4 : 1	450
4 : 1	0,685	9	4 : 1	450
5 : 1	0,500	9	4 : 1	450

Berdasarkan data yang didapat absorbansi optimum ditunjukkan pada perbandingan volume antara ekstrak gambir yang mengandung asam tanat dan Pb(II) yakni (2:1). Hal ini dapat dikatakan bahwa variasi volume (2:1) menunjukkan komposisi tepat untuk membentuk senyawa kompleks ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II).

Tabel 4. Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks Ekstrak Gambir yang Mengandung Asam Tanat-Pb(II)

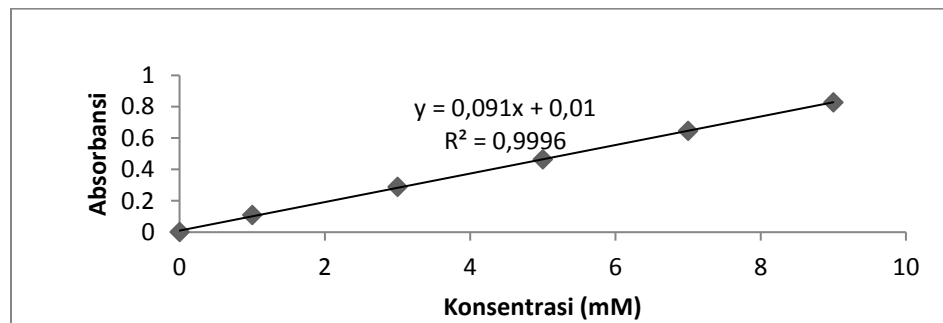
Waktu (Menit)	Absorbansi	Panjang Gelombang	pH	Konsentrasi	Volume
0	0,267	450	9	4 : 1	2 : 1
10	0,529	450	9	4 : 1	2 : 1
20	0,715	450	9	4 : 1	2 : 1
30	0,893	450	9	4 : 1	2 : 1
40	0,893	450	9	4 : 1	2 : 1
50	0,893	450	9	4 : 1	2 : 1
60	0,893	450	9	4 : 1	2 : 1

Berdasarkan data di Tabel 8 maka kompleks ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) stabil setelah menit ke-30 dengan absorbansi sebesar 0,893.

Linearitas

Tabel 5. Tabel Nilai Uji Linearitas Larutan Pb(II)

No	Konsentrasi (mM)	Absorbansi
1.	0	0
2.	1	0,109
3.	3	0,289
4.	5	0,463
5.	7	0,645
6.	9	0,828
	Stok Pb(II) 10 mM	0,920



Gambar 4. Kurva Kalibrasi Larutan Pb(II) Terhadap Absorbansi

Kurva kalibrasi larutan Pb(II) adalah $y = 0,091x + 0,01$ dan koefisien korelasinya sebesar 0,9996. Nilai koefisien korelasi yang mendekati 1 dapat dikatakan baik, sehingga metode analisis uji kompleks ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) memenuhi persyaratan.

Ketepatan (Akurasi)

Berdasarkan perhitungan persen *recovery* analisis Pb dengan pembentukan kompleks ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) pada penelitian ini diperoleh sebesar 109,998 %.

Ketelitian (Presisi)

Tabel 6. Nilai Asorbansi Uji Ketelitian

Pengulangan	Absorbansi
1	0,105
2	0,107
3	0,107
4	0,106
5	0,105
6	0,108
SD	0,012161
RSD	1,1488 %

Nilai SD dan RSD yang didapat masing-masing sebesar 0,012161 dan 1,1488 %. Hasil perhitungan yang diperoleh pada penelitian ini tergolong baik untuk penggunaan metode sebagai uji analisis logam Pb(II).

Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi

Nilai limit deteksi hasil penelitian menunjukkan bahwa metode yang digunakan dalam penelitian ini mampu memberikan respon untuk analisis logam dengan jumlah analit yang kecil. Nilai limit kuantitasi yang dapat menunjukkan bahwa metode dalam penelitian ini mampu memberikan respon dengan nilai akurasi dan presisi yang dapat diterima dalam analisis. Hasil perhitungan limit deteksi dan limit kuantitasi pada kompleks ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) berturut-turut sebesar 0,03 dan 0,1.

KESIMPULAN

Panjang gelombang maksimum ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) diperoleh pada sinar tampak sebesar 450 nm dengan konsentrasi Pb(II) 0,01 mM dan ekstrak gambir yang mengandung asam tanat 1 mM, dimana terbentuk kompleks berwarna kuning kecoklatan. Kondisi Optimum kompleks ekstrak gambir yang mengandung asam tanat-Pb(II) pH 9, perbandingan stokiometri konsentrasi 4:1 (ekstrak gambir yang mengandung asam tanat :

Pb(II)), perbandingan stokiometri volume 2:1 (ekstrak gambir yang mengandung asam tanat : Pb(II)), dengan waktu kestabilan kompleks pada waktu 30-60 menit. Uji linearitas metode diperoleh nilai r sebesar 0,9996. Pada uji SD dan RSD diperoleh nilai sebesar 0,001053 dan 0,9%. Nilai persen *recovery* metode sebesar 109,998 %. Nilai limit deteksi dan limit kuantitasi berturut-turut sebesar 0,03 dan 0,1.

DAFTAR PUSTAKA

- Almunjiat, E., Yusuf, S., dan Ainurafiq. 2016. Analisis Resiko Kesehatan Akibat Paparan Timbal (Pb) Melalui Jalur Inhalasi Pada Operator Di Stasiun Pengisian Bahan Bakar Umum (SPBU) Di Kota Kendari. *Jurnal Akademik Kimia Universitas Halu Oleo*. Kendari.
- Fajriati, I. dan Endah, E.A. 2010. Penetapan Logam Timbal Secara Spektrofotometri Sinar Tampak. *Makalah Pendamping: Kimia*. 72-76.
- Kumalawati, R.O. 2016. *Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Bedak Tabur Dengan Variasi Zat Pengoksidasi dan Metode Dekstruksi Basah Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (Skripsi)*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang.
- Palar, Heryando. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. PT. Rineka Cipta. Jakarta.
- Saputra, M.B. 2016. *Pengaruh HNO₃ dan NaOH Pada Analisis Cr(III) Menggunakan Asam Tanat Secara Spektrofotometri Ultraungu-Tampak (Skripsi)*. Universitas Lampung. Lampung.
- Supriyanto, R. 2010. Studi Analisis Ion Logam Cr(III) dan Cr(IV) dengan Asam Tanat dari Ekstrak Gambir Secara Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Sains MIPA*. 35-42.
- Widowati, W., Sastiono, A., dan Jusuf, R. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. CV. Andi Offset. Yogyakarta.
- Zhang, C., Wei, S., dan Hu, C. 2017. Selective Adsorption of Tannic Acid on Calcite and Implications for Separation of Fluorite Minerals. *Journal of Colloid and Interface Science*. School of Mineral Processing and Bioengineering, Central South University. China.