

STUDI ANALISIS ION LOGAM Cu(II) DENGAN ASAM TANAT MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER ULTRAUNGU-TAMPAK

Rizka Ari Wandari¹, R. Supriyanto², dan Rinawati

¹Mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung

²Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung

rizkaariwandari7@gmail.com

Artikel Info

Diterima tanggal
12.06.2018

Disetujui
publikasi tanggal
30.10.2018

Kata kunci :
asam tanat,
gambir, Ion
Logam Cu(II),
spektrofotometer
ultraungu-
tampak

ABSTRAK

Studi analisis ion logam Cu(II) dengan asam tanat telah dilakukan. Studi ini bertujuan untuk mengetahui panjang gelombang maksimum antara ion logam Cu(II) dengan asam tanat serta mendapatkan kondisi optimumnya terhadap pH, konsentrasi, volume, dan waktu kestabilan untuk senyawa ion logam Cu(II)-asam tanat. Analisis ion logam Cu(II) dengan asam tanat dilakukan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak. Hasil penelitian ini diperoleh panjang gelombang maksimum senyawa kompleks ion logam Cu(II)-asam tanat sebesar 473,5 nm dengan kondisi optimum pada pH 11, perbandingan stoikiometri variasi konsentrasi ion logam Cu(II)-asam tanat 1:4, perbandingan stoikiometri variasi volume ion logam Cu(II)-asam tanat 1:1, serta waktu kestabilan pada menit ke 30. Setelah didapatkan variasi optimum lalu dilakukan validasi metode pada ion logam Cu(II) diperoleh nilai r sebesar 0.9997, pada uji presisi diperoleh nilai SD sebesar 0.0124 dan %RSD sebesar 1.4277. Nilai LoD dan LoQ sebesar 0.2953 dan 0.9845, serta nilai perolehan kembali (%*recovery*) sebesar 94,54%.

ABSTRACT

A study of ionic analysis of Cu (II) ion with tannic acid has been performed. This study aims to determine the maximum wavelength between Cu (II) ions with tannic acid and to obtain optimum conditions for pH, concentration, volume, and stability time for complex compound Cu (II) ion – tannic acid. Analysis of Cu (II) ions with tannic acid was performed using an ultraviolet-visible spectrophotometer. The results of this study obtained the maximum wavelength of a complex compound Cu (II) ion - tannic acid was 473.5 nm with optimum conditions at pH 11, stoichiometric ratio of variation in the concentration of Cu (II) ion – tannic acid was 1: 4, stoichiometric variation volume of Cu (II) ions – tannic acid was 1: 1, and stability time at 30th minute. After the optimum variation was obtained then the method validation on Cu (II) ion obtained r -value of 0.9997, in the precision test obtained value SD was 0.0124 and % RSD was 1.4277. the value of LoD and LoQ were 0.2953 and 0.9844, and the value of recovery (% recovery) was 94.54%.

PENDAHULUAN

Logam Cu digolongkan ke dalam logam berat esensial dalam konsentrasi yang sangat kecil, akan tetapi bila pada konsentrasi tinggi logam Cu akan menjadi racun bagi organisme hidup (Palar, 1994). Kadar maksimum yang diperbolehkan adalah 0,05-1,5 ppm. Logam Cu mempunyai bilangan oksidasi +1 dan +2, akan tetapi jumlahnya yang melimpah adalah logam Cu dengan bilangan oksidasi +2 atau

Cu(II), karena Cu(I) di air mengalami disproporsionasi membentuk senyawa yang tidak larut, sehingga Cu yang stabil adalah Cu(II) (Lee, 1994).

Analisis ion logam Cu(II) dilakukan dengan cara pembentukan kompleks ion logam Cu(II) dengan ligan asam tanat menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak. Asam tanat bila ditinjau dari struktur nya merupakan senyawa yang memiliki pasangan elektron bebas, baik pada gugus keton (pada keadaan polimer) dan gugus hidroksil (ketika ditambahkan basa atau asam pada saat pengaturan pH). Pasangan elektron bebas ini dapat didonorkan kepada ion logam Cu yang memiliki orbital kosong, sehingga asam tanat merupakan suatu ligan yang dapat mendonorkan pasangan elektron bebas kepada ion logam Cu (Denny, 2007).

Beberapa optimasi yang akan dilakukan pada penelitian ini meliputi optimasi panjang gelombang ion logam Cu(II), optimasi panjang gelombang asam tanat, optimasi variasi pH dan panjang gelombang maksimum terhadap ion logam Cu(II) dan asam tanat, optimasi perbandingan konsentrasi antara asam tanat dengan ion logam Cu(II), optimasi volume asam tanat dan ion logam Cu(II), optimasi waktu kestabilan senyawa Cu(II) dan asam tanat, serta melakukan validasi metode yang meliputi penentuan linieritas kurva kalibrasi, penentuan presisi, penentuan akurasi, penentuan LoD dan LoQ.

METODE

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, spidol permanen, oven, gegap, loyang, botol plastik polietilen, spektromotometer ultraungu-tampak, pH meter, batang pengaduk, hotplate, spatula, mikro pipet dan alat gelas yang umum digunakan di laboratorium. Bahan yang digunakan adalah alumunium foil, asam tanat, akuades, akuabides, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, dan NaOH.

Prosedur

Pembuatan Larutan Standar Asam Tanat dan Cu(II) 100 mM

Ditimbang 17,012 gram asam tanat dan 2,4954 gram $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ menggunakan neraca analitik, kemudian dilarutkan menggunakan akuabides di dalam labu takar 100 ml hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan Larutan Penyangga

Ditimbang 0,4 gram NaOH menggunakan neraca analitik kemudian dilarutkan menggunakan akuades dalam labu takar 100 ml hingga tanda batas dan dihomogenkan. Kemudian dibuat larutan pH

dengan menambahkan NaOH 0,1 M tetes demi tetes dalam 250 ml akuades sampai terbentuk pH 8, 9, 10, 11 dan 12.

Optimasi Panjang Gelombang Maksimum pada Ion Logam Cu(II) dan Asam Tanat

Penentuan panjang gelombang optimum pada masing-masing larutan induk, yaitu Cu(II) dan asam tanat dengan konsentrasi masing-masing 1 mM dan 0,01 mM. Optimasi ini dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

Penentuan Variasi pH dan Panjang Gelombang Maksimum Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat

Penentuan variasi pH dilakukan dengan cara mereaksikan Cu(II) 1 mM dengan asam tanat 1 mM yang masing-masing telah diatur pH 8; 9; 10; 11 dan 12. Setelah itu dilakukan optimasi pada panjang gelombang optimum menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat: Penentuan Stoikiometri dengan Variasi Konsentrasi Asam Tanat (mM)

Penentuan ini dilakukan dengan cara mengukur kompleks ion logam Cu(II) dengan asam tanat pada pH optimum dan panjang gelombang optimum dengan perbandingan konsentrasi ion logam Cu : asam tanat yaitu : 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5 menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

Penentuan Stoikiometri dengan Variasi Konsentrasi Ion Logam Tembaga (mM)

Penentuan ini dilakukan dengan cara mengukur kompleks ion logam Cu(II) dengan asam tanat pada pH optimum dan panjang gelombang optimum dengan perbandingan konsentrasi ion logam Cu : asam tanat yaitu : 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1 menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

Penentuan Stokiometri dengan Variasi Volume Ion Cu (mL)

Penentuan dilakukan dengan cara mengukur kompleks Ion Logam Cu(II) dengan asam tanat pada pH optimum, konsentrasi optimum dan panjang gelombang optimum lalu memvariasikan volume ion logam Cu dengan perbandingan 1:1, 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1. menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

Penentuan Stokiometri dengan Variasi Volume Asam Tanat (mL)

Penentuan dilakukan dengan cara mengukur kompleks ion logam Cu(II) dengan asam tanat pada pH optimum, konsentrasi optimum dan panjang gelombang optimum lalu memvariasikan volume asam tanat dengan perbandingan 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, dan 1:5. menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak.

Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks Antara Asam Tanat dengan Cu(II)

Penentuan waktu kestabilan kompleks dilakukan dengan perbandingan konsentrasi terbaik dan volume terbaik yang diperoleh, diukur absorbansinya dengan menggunakan Spektrofotometer Ultraungu-Tampak pada panjang gelombang optimum dan pH optimum dari 0 menit sampai 60 menit dengan skala kenaikan 10 menit.

Validasi Metode: Penentuan Linearitas Kurva Kalibrasi Larutan Antara Ion Logam Cu(II)

Dibuat larutan ion logam Cu(II) dan asam tanat dengan konsentrasi ion logam Cu(II) yang divariasikan yaitu 1 mM, 3 mM, 5 mM, 7 mM dan 9 mM. Kemudian ditambahkan asam tanat dengan konsentrasi optimum yaitu 6 mM. Diukur serapan atom maksimum dengan menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak. Nilai absorbansi yang diperoleh dibuat persamaan linear hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi. Nilai r yang diperoleh menggambarkan linearitas.

Penentuan Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantifikasi (LoQ)

Penentuan LoD dan LoQ untuk ion logam Cu(II) diperoleh dari pengukuran blanko kemudian hasil pengukuran dihitung berdasarkan persamaan kurva kalibrasi yang diperoleh.

Penentuan Presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel dengan 5 kali pengulangan. Nilai absorbansi yang telah diperoleh ditentukan nilai konsentrasi, simpangan baku (SD) serta nilai relatif standar deviasi (RSD). Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan relatif standar deviasi (RSD) $< 5\%$.

Penentuan Akurasi

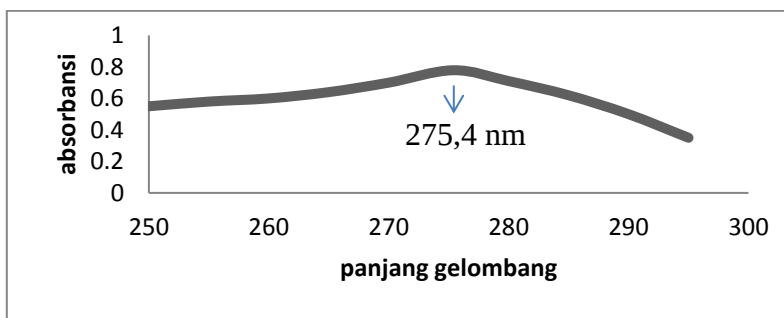
Penentuan akurasi dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit murni ke dalam campuran. Kemudian campuran dianalisis dan hasilnya dibandingkan terhadap kadar analit yang ditambahkan (kadar sebenarnya). Jumlah analit yang ditambahkan ke dalam sampel atau selisih antara rata-rata dan nilai sebenarnya yang dapat didapat menunjukkan ketepatan. Ketepatan dihitung sebagai *persen recovery* (perolehan kembali).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Panjang Gelombang Optimum Asam Tanat

Larutan standar asam tanat 0,01 mM yang diencerkan dari larutan stok asam tanat 100 mM diukur dengan spektrofotometer ultraungu-tampak untuk menentukan panjang gelombang optimum dan absorbansi, dengan rentang panjang gelombang dimulai dari 200-350 nm.

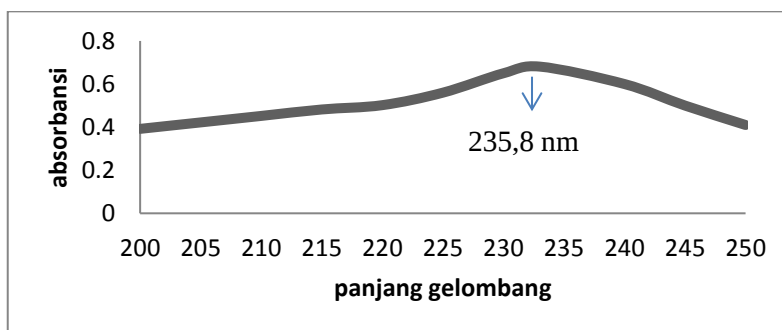
Panjang gelombang optimum yang diperoleh untuk standar asam tanat didapat pada 275,4 nm dengan absorbansi sebesar 0,779 seperti yang tertera pada Gambar 1.



Gambar 1. Panjang gelombang optimum standar asam tanat

Penentuan Panjang Gelombang Optimum Ion Logam Cu(II)

Larutan Cu(II) 1 mM yang diencerkan dari larutan stok Cu(II) 100 mM diukur dengan spektrofotometer ultraungu-tampak untuk menentukan panjang gelombang optimum dan absorbansi dengan rentang panjang gelombang dimulai dari 200-350 nm. Panjang gelombang optimum yang diperoleh untuk standar larutan Cu(II) didapat pada 235,8 nm dengan absorbansi 0,702 yang tertera pada Gambar 2.



Gambar 2. Panjang gelombang optimum standar Cu(II)

Penentuan Variasi pH dan Panjang Gelombang Maksimum Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat

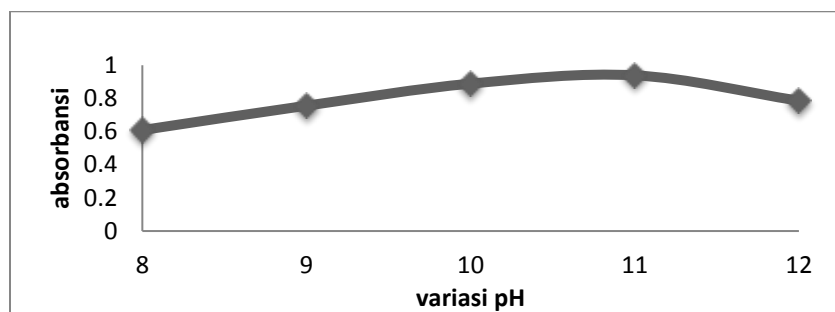
Penentuan variasi pH dilakukan dengan cara mereaksikan Cu(II) 1 mM dan Asam Tanat 1 mM yang masing-masing telah diatur pH 8, 9, 10, 11 dan 12 dengan cara menambahkan larutan

NaOH. Optimasi panjang gelombang optimum menggunakan spektrofotometer ultraungu-tampak dilakukan pada rentang panjang gelombang 400-600 nm.

Data yang dihasilkan untuk pengukuran pH dan panjang gelombang optimum antara ion logam Cu(II) dengan asam tanat dapat dilihat pada Tabel 1. Kurva panjang gelombang dapat dilihat pada Gambar 4.

Tabel 1. Penentuan variasi pH dan panjang gelombang Optimum antara ion logam Cu(II) dengan asam tanat

pH	Panjang Gelombang	Absorbansi
8	460,0	0,709
9	464,0	0,832
10	468,0	0,889
11	473,5	0,939
12	470,0	0,909



Gambar 4. Kurva variasi pH penentuan panjang gelombang maksimum kompleks

Berdasarkan kurva di atas dapat dilihat bahwa pada pH 11 reaksi antara asam tanat dan ion logam Cu(II) mencapai kondisi maksimum yaitu pada panjang gelombang 473,5 nm dengan absorbansi 0,939. Pembentukan kompleks ion logam Cu(II) dengan asam tanat terkoordinasi secara optimum pada pH basa.

Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dengan Asam Tanat

Penentuan Stokiometri Antara Asam Tanat dan Cu(II) dengan Variasi Konsentrasi Asam Tanat : Cu(II)

Penentuan ini dilakukan dengan cara mengukur kompleks ion logam Cu(II) dengan asam tanat pada pH optimum yaitu pH 11 dan panjang gelombang optimum 473,5 nm, nilai serapannya dapat dilihat pada Tabel 7 dan 8.

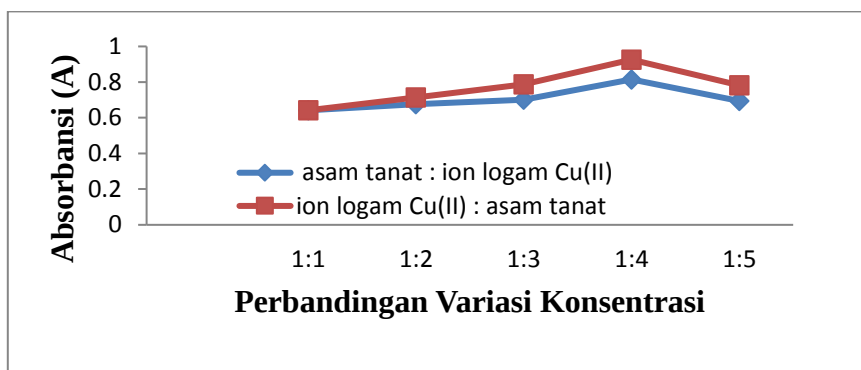
Tabel 2. Pengaruh konsentrasi reaksi antara ion logam Cu(II) dan asam tanat dengan variasi asam tanat

Konsentrasi Cu –AT	Absorbansi	pH	Panjang Gelombang
1 : 1	0,642	11	473,5
1 : 2	0,713	11	473,5
1 : 3	0,788	11	473,5
1 : 4	0,926	11	473,5
1 : 5	0,782	11	473,5

Tabel 3. Pengaruh konsentrasi reaksi antara ion logam Cu (II) dan asam tanat dengan variasi ion logam Cu(II)

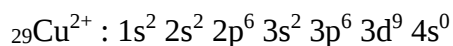
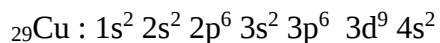
Konsentrasi Cu –AT	Absorbansi	pH	Panjang Gelombang
1 : 1	0,642	11	473,5
2 : 1	0,677	11	473,5
3 : 1	0,701	11	473,5
4 : 1	0,815	11	473,5
5 : 1	0,694	11	473,5

Berdasarkan data yang diperoleh absorbansi optimum ditunjukkan pada perbandingan konsentrasi ion logam Cu(II) : asam tanat yaitu 1 : 4 dengan absorbansi sebesar 0,926, sehingga dapat disimpulkan pada konsentrasi asam tanat 4 mM dan ion logam Cu(II) 1 mM dapat membentuk kondisi optimum kompleks ion logam Cu(II)-Asam Tanat yang dapat ditentukan secara spektrofotometer ultraungu-tampak. Kurva yang terbentuk dari perbandingan konsentrasi ditunjukkan pada Gambar 5.

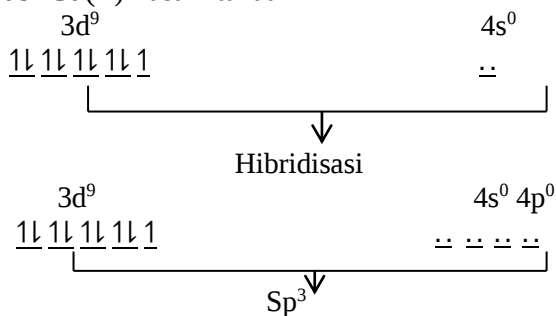


Gambar 5. Kurva Variasi Konsentrasi Asam Tanat : Ion Logam Cu(II)

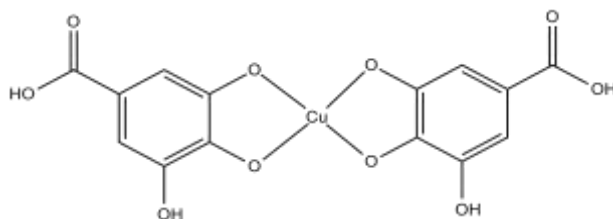
Berdasarkan kurva variasi konsentrasi dapat dilihat bahwa perbandingan konsentrasi asam tanat : ion logam Cu(II) adalah 4:1. Konfigurasi elektron dan hibridisasi sebagai berikut :



Hibridisasi Cu(II) - asam tanat



Hasil hibridisasi sp^3 pada ion logam Cu(II) memiliki bentuk geometri tetrahedral yang diperkirakan seperti pada Gambar 6.



Gambar 6. Struktur Tetrahedral Ion Logam Cu(II) Asam Galat (Goh and Huang, 1986; Masoud *et al.*, 2012; Hirotaka *et al.*, 2013; Sanghoon *et al.*, 2015)

Penentuan Stoikiometri Antara Ion Logam Cu(II) dan Asam Tanat dengan Variasi Volume

Penentuan ini dilakukan dengan cara mengukur kompleks ion logam Cu(II) dengan asam tanat pada pH optimum yaitu pH 11, pada panjang gelombang optimum 473,5 nm, dan pada konsentrasi 1 : 4, nilai serapannya dapat dilihat pada Tabel 9 dan 10.

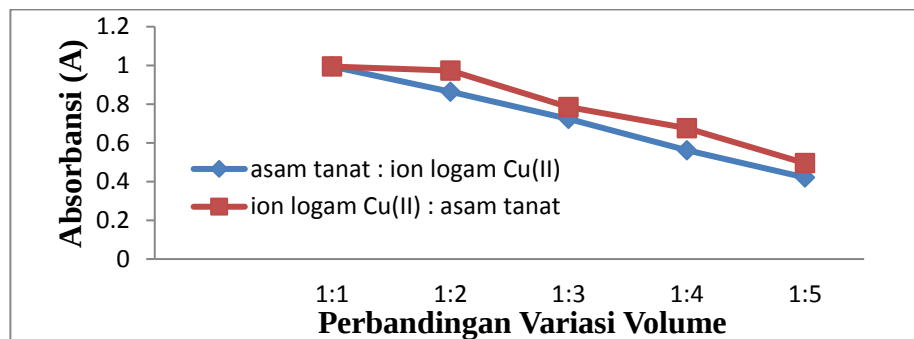
Tabel 4. Pengaruh volume reaksi antara ion logam Cu(II) dan asam tanat dengan variasi asam tanat

Volume Cu –AT	Absorbansi	pH	Konsentrasi	Panjang Gelombang
1 : 1	0,994	11	1 : 4	473,5
1 : 2	0,973	11	1 : 4	473,5
1 : 3	0,785	11	1 : 4	473,5
1 : 4	0,675	11	1 : 4	473,5
1 : 5	0,495	11	1 : 4	473,5

Tabel 5. Pengaruh volume reaksi antara ion logam Cu(II) dan asam tanat dengan variasi ion logam Cu(II)

Volume Cu –AT	Absorbansi	pH	Konsentrasi	Panjang Gelombang
1 : 1	0,994	11	1 : 4	473,5
2 : 1	0,864	11	1 : 4	473,5
3 : 1	0,723	11	1 : 4	473,5
4 : 1	0,562	11	1 : 4	473,5
5 : 1	0,421	11	1 : 4	473,5

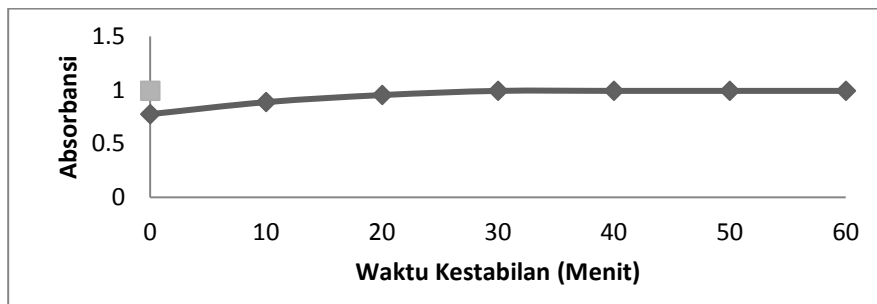
Berdasarkan data yang diperoleh absorbansi maksimum yaitu pada perbandingan volume ion logam Cu(II) dan asam tanat yaitu 1 : 1. Dapat dilihat kurva yang terbentuk pada Gambar 7.



Gambar 6. Kurva Variasi Volume Asam Tanat : Ion Logam Cu(II)

Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks Antara Asam Tanat dengan Cu(II)

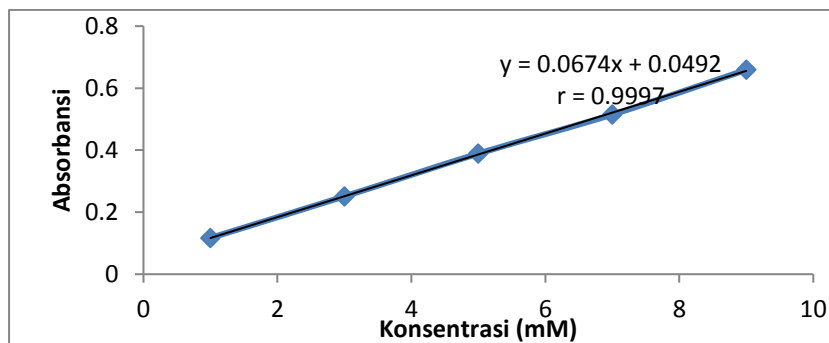
Penentuan waktu kestabilan kompleks dilakukan pada pH optimum 11, perbandingan variasi konsentrasi terbaik 1 : 4 dan volume terbaik 1 : 1, diukur absorbansinya pada panjang gelombang optimum yaitu 473,5 nm dari 0 menit sampai 60 menit dengan skala kenaikan 10 menit.



Gambar 7. Waktu Kestabilan Kompleks Asam Tanat dengan Cu(II)

Berdasarkan kurva pada Gambar 7 diperoleh waktu dengan absorbansi optimum yaitu pada menit ke 30 dan dapat dikatakan kompleks asam tanat dengan Cu(II) cukup stabil.

Validasi Metode: Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Larutan Antara Ion Logam Cu(II)



Gambar 8. Kurva linieritas ion logam Cu(II)

Persamaan garis yang diperoleh dari kurva regresi larutan standar Cu(II) adalah $y = 0,0674x + 0,0492$ dengan koefisien korelasi sebesar 0,9997. Metode analisis tersebut memenuhi syarat linieritas yang diterima karena lebih besar dari 0,99 (AOAC, 2002)

Penentuan Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantifikasi (LoQ)

Tabel 6. Nilai LoD dan LoQ ion logam Cu(II)

Pengulangan	Absorbansi	konsentrasi terukur
1	0,049	-0,0029
2	0,048	-0,0178
3	0,049	-0,0029
4	0,049	-0,0029
5	0,049	-0,0029
	Rata-rata	-0,0059
	SD	0,0066
	LoD	0,2953
	LoQ	0,9844

Perhitungan dari data yang diperoleh, nilai LoD dan LoQ dapat diterima yaitu 0,2953 dan 0,9844. Berdasarkan baku mutu pencemaran logam Cu di lingkungan antara 0,2-30 ppm dengan konsentrasi rata-rata 3 ppm (Adriano, 2001).

Presisi

Tabel 7. Nilai Presisi ion logam Cu(II)

Pengulangan	Absorbansi	konsentrasi terukur
1	0,107	0,8575
2	0,108	0,8724
3	0,109	0,8872
4	0,107	0,8575
5	0,108	0,8724
	Rata-rata	0,8694
	SD	0,0124
	%RSD	1,4277

Berdasarkan perhitungan dari data yang diperoleh, nilai relatif standar deviasi (RSD) yaitu 1,4277 menunjukkan presisi yang baik karena memenuhi persyaratan nilai relatif standar deviasi (RSD) $\leq 2\%$ (AOAC, 2002).

Akurasi

Nilai % *recovery* (perolehan kembali) yang dihasilkan pada analisa ion logam Cu(II) sebesar 94,54%. Nilai % *recovery* yang diperoleh memenuhi persyaratan akurasi yang baik yaitu 92 – 105% (AOAC, 2002), sehingga metode ini dapat digunakan untuk menganalisis ion logam Cu(II).

KESIMPULAN

Panjang gelombang optimum asam tanat diperoleh sebesar 275,4 nm sedangkan ion logam Cu(II) sebesar 235,8 nm reaksi antara asam tanat dan ion logam Cu(II) diperoleh pH optimum 11 pada panjang gelombang 473,5 nm, perbandingan stoikiometri asam tanat:logam dengan variasi konsentrasi 4:1, variasi volume 1:1 yang diukur pada panjang gelombang 473,8 nm dengan waktu kestabilan 30 menit. Diperoleh hasil *r* sebesar 0,9997, nilai LoD dan LoQ yang diperoleh sebesar 0,2953 dan 0,9845. nilai SD sebesar 0,0124 dan %RSD sebesar 1,4277%. serta nilai %*recovery* yang dihasilkan sebesar 94,54%.

DAFTAR PUSTAKA

- Adriano, D.C. 2001. *Trace Elements in Terrestrial Environments*. Heidelberg. Berlin. *Tampak*. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- AOAC. 2002. *Official Methods of Analysis of AOAC International*. AOAC International.
- Denny. 2007. *Pemanfaatan Tannin Sebagai Perekat*. Jurnal Penelitian Fakultas Teknologi Pertanian. Bogor.
- Goh, T.B., and P.M. Huang. 1986. Influence of Citric and Tnnic Acids on Hydroxy-Al Interlayering in Montmorillonite. *Clays and Clay Minerals*. 34(1): 37-44.
- Hirota, E., J. Joseph., Richardson., K. Liang., J.P. Best., J.P. Best., M.P.V. Koeverden., G.K. Such., J. Cui., F. Caruso. 2013. *Science*. 341(154): 154-157.
- Lee, J. D. 1994. *Concise Inorganic Chemistry Fourth Edition*. Chapman and Hall. London.
- Masoud, M.S., S.S. Hagagg., A.I. Ali., and N.M. Nasr. 2012. Syntesis and Spectroscopic Characteriization of Gallic Acid and Some of its Azo Complexes. *Journal of Molekular Structure*. 1014: 17-25.
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Teknologi Logam Berat*. Rineka Cipta. Jakarta.

- Sanghoon, K., S. Philippot., S. Fontanav., R.E. Duval., and Emanuel. 2015. pH And Gluthation Responsive Release of Curcumin from Mesoporous Silica Nanoparticles Coated Using Tannic Acid-Fe(III) Cpmplex. *RSC Advance*. 5(110): 90550-90558.
- Supriyanto, R. 2011. *Studi Analisis Spesiasi Ion Logam Cr(III) dan Cr(IV) dengan Asam Tanat dari Ekstrak Gambir Menggunakan Spektrometri UV-Vis*. Jurnal Sains MIPA. 17 (1) : 35-42.