

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

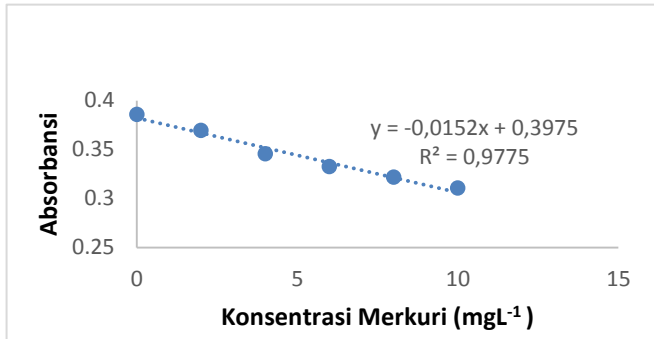
Penelitian ini mempelajari tentang pengaruh ion asing yang terdapat dalam kosmetik ( $\text{Pb}^{2+}$  dan  $\text{Ag}^+$ ) terhadap selektivitas metode *flow injection analysis* (FIA) untuk analisis merkuri (II) serta uji validitas metode tersebut dengan metode adisi standar.

Prinsip metode *flow injection analysis* (FIA) analisis merkuri (II) berdasarkan pengurangan intensitas warna yang terbentuk antara iodium dan amilum jika terdapat merkuri. Hal ini dikarenakan merkuri akan terikat dengan sebagian iodida, sehingga iodida yang tersisa akan dioksidasi menjadi iodium yang akan berikatan dengan amilum membentuk kompleks warna biru  $\text{I}_2$ -amilum. Intensitas warna  $\text{I}_2$ -amilum akan berkurang jika kadar merkuri semakin tinggi yang akan diukur pada panjang gelombang 618 nm. Penelitian dilakukan pada kondisi optimum pada penelitian sebelumnya [9] yang meliputi konsentrasi  $\text{KIO}_3$  0,01 M, konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 M, indikator amilum 0,1%, panjang mixing coil 100 cm, laju alir 5,5 mL/menit dan volume sampel 250  $\mu\text{L}$ .

### 4.1 Kurva Baku

Kurva baku metode *flow injection analysis* (FIA) untuk analisis merkuri (II) dibuat dengan cara mengukur variasi konsentrasi merkuri(II) sebesar 0, 2, 4, 6, 8 dan 10  $\text{mgL}^{-1}$  masing-masing 3 kali pengulangan pada kondisi optimum. Kurva baku metode *flow injection analysis* (FIA) untuk analisis merkuri (II) sesuai dengan **Gambar 4.1**.

Dari kurva baku pada Gambar 4.1 dapat diketahui bahwa persamaan regresi liniernya adalah  $y = -0,0152x + 0,3975$  dengan koefisien korelasi sebesar  $R^2 = 0,9775$ , yang menunjukkan adanya kelinieran yang baik antara penurunan absorbansi  $\text{I}_2$ -amilum dengan konsentrasi merkuri. Nilai  $y$  menunjukkan absorbansi atau serapan yang terukur dan  $x$  merupakan nilai konsentrasi.



**Gambar 4.1** Kurva baku metode FIA untuk analisis merkuri (II)

#### 4.2 Uji Selektivitas Metode Flow Injection analysis untuk Analisis merkuri (II)

Uji pengaruh ion asing dilakukan untuk mengetahui selektivitas metode *flow injection analysis* (FIA). Ion asing yang dipilih pada penelitian ini adalah  $Pb^{2+}$  dan  $Ag^+$ . Hal ini didasarkan pada kandungan kosmetik yang seringkali mengandung kation  $Pb^{2+}$  dan  $Ag^+$  serta kemudahan kation tersebut untuk mengendap dengan iodida yang ditunjukkan oleh  $K_{sp} PbI_2$  yang cukup kecil yaitu  $9,8 \times 10^{-9}$  dan  $K_{sp} AgI$   $8,52 \times 10^{-17}$ .

Keberadaan ion asing  $Pb^{2+}$  dan  $Ag^+$  dalam sampel memungkinkan terjadinya gangguan untuk analisis merkuri (II) pada metode FIA berupa penurunan nilai absorbansi yang menyebabkan turunnya selektivitas. Pengaruh dari kation pada pengukuran merkuri menggunakan metode FIA diuji dengan membandingkan penurunan absorbansi  $I_2$ -amilum dengan dan tanpa adanya kation  $Pb^{2+}$  dan  $Ag^+$ .

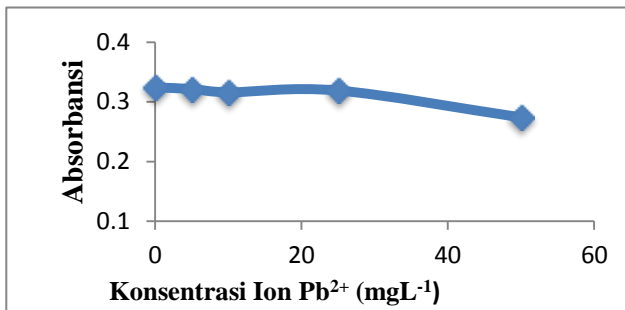
Pada uji pengaruh ion asing terhadap selektivitas metode FIA digunakan konsentrasi merkuri  $5 \text{ mgL}^{-1}$  karena konsentrasi ini berada dalam rentang linieritas yang sesuai yaitu  $1\text{-}10 \text{ mgL}^{-1}$  sehingga absorbansi senyawa yang terbentuk dapat terukur dengan kesalahan yang rendah. Penentuan pengaruh ion asing terhadap analisis merkuri (II) dilakukan dengan penambahan ion asing  $Pb^{2+}$  dan  $Ag^+$  dengan konsentrasi  $5 \text{ mgL}^{-1}$ ,  $10 \text{ mgL}^{-1}$ ,  $25 \text{ mgL}^{-1}$  dan  $50 \text{ mgL}^{-1}$ .

Ion pengganggu  $Pb^{2+}$  dan  $Ag^+$  akan berikatan dengan iodida (I) sehingga iodida yang akan digunakan untuk berikatan dengan

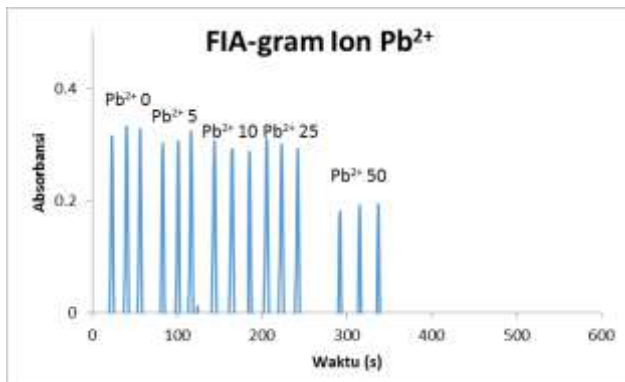
merkuri menjadi berkurang. Hanya iodida yang tersisa yang akan dioksidasi menjadi iodium ( $I_2$ ) dan kemudian berikatan dengan amilum yang menyebabkan intensitas warna biru  $I_2$ -amilum menjadi menurun sehingga absorbansi yang terukur menjadi lebih rendah.

#### 4.2.1 Pengaruh ion $Pb^{2+}$ terhadap analisis merkuri (II) pada metode FIA

Pengaruh ion  $Pb^{2+}$  terhadap analisis merkuri (II) pada metode FIA ditunjukkan pada **Gambar 4.2** dengan FIA-gram pada gambar 4.3.



**Gambar 4.2** Grafik hubungan konsentrasi ion  $Pb^{2+}$  terhadap absorbansi  $I_2$ -amilum



**Gambar 4.3** Profil FIA-gram pengaruh ion  $Pb^{2+}$  terhadap absorbansi  $I_2$ -amilum dari merkuri  $5mgL^{-1}$

Berdasarkan **Gambar 4.2** dapat diketahui bahwa keberadaan ion  $Pb^{2+}$  pada konsentrasi  $0-25 \text{ mgL}^{-1}$  tidak menunjukkan pengaruh terhadap absorbansi warna biru senyawa  $I_2$ -amilum yang ditunjukkan oleh nilai absorbansi yang tidak jauh berbeda dan dibuktikan oleh uji t, yang mana  $t_{hitung}$  pada penambahan ion  $Pb^{2+}$   $5, 10, 25 \text{ mgL}^{-1}$  berturut turut adalah  $2,37; 0,45; 0,25$  dan lebih kecil dari  $t_{tabel}$   $2,91$ . Sedangkan pada penambahan ion  $Pb^{2+}$   $50 \text{ mgL}^{-1}$  (10 kali konsentrasi  $Hg^{2+}$ ) menunjukkan penurunan absorbansi yang signifikan dan dibuktikan oleh uji t, yang mana  $t_{hitung}$  sebesar  $12,93$  dan lebih besar dari  $t_{tabel}$   $2,91$  dengan kepercayaan  $95\%$  dan  $\alpha$   $0,05$ .

**Tabel 4.1** Pengaruh ion  $Pb^{2+}$  terhadap absorbansi  $I_2$ -amilum\*

Konsentrasi $Hg^{2+}$ ( $\text{mgL}^{-1}$ )	Konsentrasi ion $Pb^{2+}$ ( $\text{mgL}^{-1}$ )	Absorbansi	Konsentrasi terhitung	%R
5	0	0,3244	$4,81 \pm 0,57$	-
	5	0,3094	$4,99 \pm 1,22$	99,87
	10	0,3161	$5,35 \pm 2,11$	107,1
	25	0,3191	$5,15 \pm 2,39$	103,2
	50	0,2472	$9,89 \pm 0,68$	197,8

\*Rata-rata dari 3 kali ulangan

Keterangan: R = *Recovery*

Ion  $Pb^{2+}$  tidak mengganggu pengukuran karena nilai  $K_{sp}$   $PbI_2$  yang lebih besar yaitu  $9,8 \times 10^{-9}$  jika dibandingkan dengan  $K_{sp}$   $HgI_2$   $2,9 \times 10^{-29}$  sehingga  $I^-$  akan cenderung berikatan dengan  $Hg^{2+}$  daripada  $Pb^{2+}$  membentuk  $HgI_2$  sesuai dengan reaksi 4.1 dan 4.2.

Namun, pada konsentrasi  $Pb^{2+}$   $50 \text{ mgL}^{-1}$ , terjadi penurunan absorbansi yang disebabkan oleh mulai terbentuknya endapan  $PbI_2$  pada penambahan  $Pb^{2+}$   $50 \text{ mgL}^{-1}$ . Hasil kali kelarutan (Q)  $PbI_2$  pada konsentrasi ini sebesar  $4,47 \times 10^{-7}$  dan lebih besar dari nilai  $K_{sp}$   $PbI_2$   $9,8 \times 10^{-9}$ , yang mana apabila  $Q > K_{sp}$  maka akan terbentuk endapan.

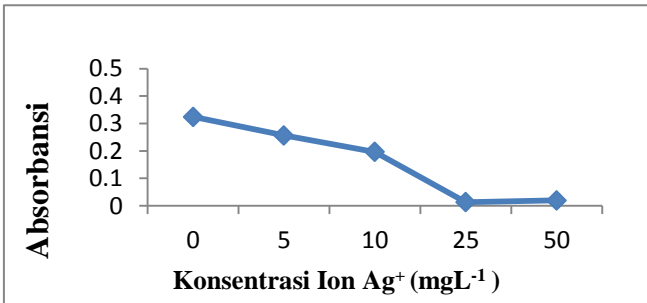


Dengan penambahan I<sup>-</sup> berlebih, HgI<sub>2</sub> akan membentuk kompleks HgI<sub>4</sub><sup>2-</sup>. Nilai konstanta ketidakstabilan ion kompleks HgI<sub>4</sub><sup>2-</sup> sangat kecil, K<sub>inst</sub> 5,0 x 10<sup>-31</sup>, semakin kecil nilai K<sub>inst</sub> maka harga tetapan kestabilannya, K<sub>stab</sub> semakin besar yang artinya ion kompleks HgI<sub>4</sub><sup>2-</sup> stabil dan kompleks HgI<sub>4</sub><sup>2-</sup> mudah terbentuk.

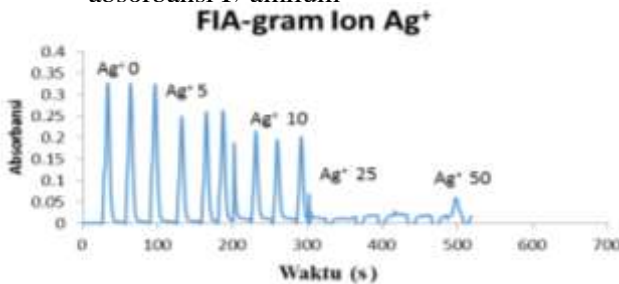


#### 4.2.2 Pengaruh ion Ag<sup>+</sup> terhadap analisis merkuri (II) pada metode FIA

Keberadaan ion Ag<sup>+</sup> berpengaruh terhadap absorbansi kompleks biru I<sub>2</sub>-Amilum yang terbentuk. Semakin besar konsentrasi ion Ag<sup>+</sup> yang ditambahkan menyebabkan absorbansi I<sub>2</sub>-amilum akan semakin menurun seperti yang terlihat pada **Gambar 4.4** dengan FIA-gram pada **Gambar 4.5**.

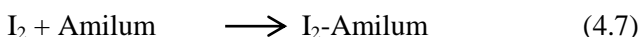
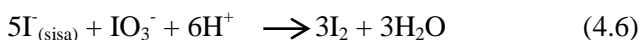


**Gambar 4.4** Grafik hubungan konsentrasi ion Ag<sup>+</sup> dengan absorbansi I<sub>2</sub>-amilum



**Gambar 4.5** Profil FIA-Gram ion Ag<sup>+</sup> terhadap absorbansi I<sub>2</sub>-amilum

Semakin besar konsentrasi ion  $\text{Ag}^+$  yang ditambahkan, I yang berikatan dengan  $\text{Ag}^+$  akan semakin banyak sehingga jumlah I yang akan berikatan dengan  $\text{Hg}^{2+}$  berkurang dan sebagian sisanya dioksidasi menjadi  $\text{I}_2$  kemudian berikatan dengan amilum sesuai dengan reaksi 4.4 - 4.7.



Berkurangnya jumlah kompleks  $\text{I}_2$ -amilum yang terbentuk menyebabkan absorbansi menurun dan nilai *recovery* semakin besar. Besarnya konsentrasi yang terukur dan *recovery* dapat dilihat pada **Tabel 4.2**. Ion  $\text{Ag}^+$  mengganggu pengukuran karena nilai  $K_{sp}$  AgI yang kecil dan mudah terlampaui yaitu  $8,2 \times 10^{-17}$  sehingga  $\text{I}_2$  akan berikatan dengan  $\text{Ag}^+$  membentuk endapan AgI. Pada konsentrasi  $\text{Ag}^+$   $5 \text{ mgL}^{-1}$ , hasil kali kelarutan (Q) AgI sebesar  $8,57 \times 10^{-8}$ , yang mana hasil kali kelarutan ini lebih besar dari nilai  $K_{sp}$  sehingga endapan sudah terbentuk pada konsentrasi  $\text{Ag}^+$   $5 \text{ mgL}^{-1}$ .

**Tabel 4.2** Pengaruh ion  $\text{Ag}^+$  terhadap absorbansi  $\text{I}_2$ -amilum\*

Konsentrasi $\text{Hg}^{2+}$ ( $\text{mgL}^{-1}$ )	Konsentrasi ion $\text{Ag}^{2+}$ ( $\text{mgL}^{-1}$ )	Absorbansi	Konsentrasi terhitung	% R
	0	0,3244	$4,81 \pm 0,07$	-
	5	0,2567	$9,26 \pm 0,47$	185,3
5	10	0,1963	$13,24 \pm 0,66$	264,7
	25	0,0128	$25,31 \pm 0,15$	506,1
	50	0,0194	$24,87 \pm 0,11$	497,4

\*Rata-rata dari 3 kali ulangan

Keterangan: R = *Recovery*

### 4.3 Uji Validitas Metode Flow Injection analysis untuk Analisis Merkuri (II)

Uji validitas metode *flow injection analysis* (FIA) digunakan untuk menguji apakah metode ini dapat diterima atau tidak untuk analisis dan pengukuran suatu sampel. Validasi terhadap metode ini dilakukan dengan cara adisi standar, yang mana sampel awal diukur konsentrasi merkurnya, kemudian ditambahkan merkuri sintetis yang berasal dari larutan  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  dan diukur recoverynya. Dari nilai *recovery* dapat diketahui validitas metode FIA ini. Jika nilai *recovery* mendekati 100%, hal ini berarti metode ini semakin valid.

Uji validitas analisis merkuri (II) menggunakan metode *flow injection analysis* (FIA) dilakukan pada dua jenis sampel, yaitu sampel merkuri sintetis yang berasal dari  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  dan sampel merkuri yang berasal dari kosmetik. Variasi konsentrasi sampel sintetis untuk pengukuran dengan metode FIA yang diujikan adalah  $3 \text{ mgL}^{-1}$  dan  $7 \text{ mgL}^{-1}$ . Hasil pengukuran merkuri (II) pada sampel sintetis dengan menggunakan metode FIA ditunjukkan pada tabel 4.3 dengan nilai ketepatan mendekati 100%.

**Tabel 4.3** Hasil pengukuran sampel sintetis

Konsentrasi $\text{Hg}^{2+}$ ( $\text{mgL}^{-1}$ )	Absorbansi	Konsentrasi terhitung	% Ketepatan
3	0,3492	$3,177 \pm 0,11$	$105,9 \pm 3,54$
7	0,2903	$7,052 \pm 0,76$	$100,7 \pm 11,31$

\*Rata-rata dari 3 kali ulangan

Pengukuran merkuri yang terdapat pada kosmetik dilakukan pada 2 jenis kosmetik berbentuk krim dengan merk yang berbeda, yaitu krim A, krim B. Masing-masing krim ini diukur kadar merkurnya. Jika krim tersebut memiliki kadar merkuri yang besar, maka dilakukan pengenceran menggunakan  $\text{HNO}_3$  0,1 M hingga konsentrasinya berada pada rentang linearitas pengukuran yaitu  $1-10 \text{ mgL}^{-1}$ . Kemudian setelah dilakukan pengukuran kadar merkuri (II), ditambahkan merkuri standar 2, 4 dan  $6 \text{ mgL}^{-1}$  dan dilakukan pengukuran kembali. Hasil pengukuran merkuri (II) pada sampel

krim kosmetik A dan B dengan menggunakan metode FIA ditunjukkan pada **Tabel 4.4** dengan *recovery* antara 83-117%

**Tabel 4.4** Hasil pengukuran sampel kosmetik dengan adisi standar\*

Sampel	Konsentrasi Hg <sup>2+</sup> (mgL <sup>-1</sup> )	Absorbansi	Konsentrasi terukur	% Recovery
Krim A**	0	0.2887	7.16 ± 0.057	
	2	0.2609	8.82 ± 0.014	83.27 ± 0,7
	4	0.0000	11.68 ± 0.1	113.05 ± 2,47
	6	0.1999	12.99 ± 0.22	97.4 ± 3,89
Krim B***	0	0.3284	4.55 ± 0.10	
	2	0.2926	6.90 ± 0.36	117.64% ± 0.18
	4	0.2712	8.31 ± 0.22	93.92% ± 0.06
	6	0.2339	10.76 ± 0.04	103.55% ± 0.01

\*Rata-rata dari 2 kali ulangan

\*\*2 kali pengenceran

\*\*\* 40 kali pengenceran

Hasil pengukuran sampel sintesis menunjukkan adanya perbedaan dengan sampel kosmetik. *Recovery* pada sampel sintesis lebih baik jika dibandingkan dengan sampel kosmetik karena kandungan sampel kosmetik yang cukup kompleks dan dimungkinkan mengandung senyawa pengganggu seperti perak (Ag<sup>+</sup>) dan timbal (Pb<sup>2+</sup>) yang dapat mempengaruhi pengukuran. Pengukuran pada sampel kosmetik memerlukan uji pendahuluan untuk mengidentifikasi adanya ion yang dapat mengganggu pengukuran dan harus dilakukan preparasi terlebih dahulu agar hanya merkuri yang terdeteksi.

Faktor lain yang mempengaruhi pengukuran merkuri pada sampel kosmetik dengan metode FIA yaitu proses pengenceran. Proses pengenceran yang benar, tepat dan memiliki ketelitian yang tinggi akan menghasilkan nilai pengukuran sampel yang baik pula.



Namun, proses pengenceran juga akan memperbesar nilai kesalahan pada pengukuran.

Pada sampel krim B, pengenceran dilakukan sebanyak 40 kali. Hal ini dikarenakan konsentrasi merkuri yang terlalu tinggi pada krim B sehingga jika tidak dilakukan pengenceran, tidak ada warna biru  $I_2$ -amilum yang terbentuk. Tidak adanya  $I_2$ -amilum yang terbentuk diakibatkan semua  $I^-$  habis digunakan untuk berikatan dengan merkuri sehingga tidak ada  $I^-$  yang dioksidasi menjadi  $I_2$  yang akan berikatan dengan amilum. Hasil pengukuran krim B dengan pengenceran 40 kali, diperoleh nilai *recovery* yang masih baik yaitu 93-117%.

Secara umum, metode *flow injection analysis* (FIA) untuk penentuan merkuri(II) memiliki validitas yang baik. Oleh karena itu, metode ini dapat digunakan sebagai metode alternatif penentuan merkuri karena metode ini tidak membutuhkan waktu analisis yang lama (3 sampel/menit), mudah, murah dan ramah lingkungan.