

# Resin Pengkhelat Amberlite XAD-16-1,5-Difenil Karbazida untuk Pra-konsentrasi dan Analisis Selektif Kromium(VI)

Meyliana Wulandari dan M. Bachri Amran

Laboratorium Pemisahan dan Spesiasi Kimia Analitik  
Program Studi Kimia Institut Teknologi Bandung  
Jl. Ganesha 10 Bandung 40132  
E-mail: liana\_mey@yahoo.com

## Abstract

Cr(VI) compounds are toxic and carcinogenic, consequently, the development of a sensitive method, as well as the selective analysis of chromium in environmental sample is absolutely essential. A chelating resin Amberlite XAD-16-1,5-Diphenyl carbazide has been synthesized and characterized. Preconcentrated and selective analysis of chromium(VI) by forming complex at  $H_2SO_4$  0,05 M. The Cr(VI) ion was retained on XAD-16-DPC mini-column and can be eluted quantitatively with  $HNO_3$  5 M and determined by Atomic Absorption Spectrometry. The effect of  $H_2SO_4$  concentration, contact time, retention capacity, eluent concentration were investigated. The research shows that retention capacity of Amberlite XAD-16-DPC is 2.24 mg Cr / g XAD for batch method and dynamic retention capacity is 24.71  $\mu$ g Cr / g XAD for column method with time saturated of minicolumn is 16.5 second. The precision for this method expressed as coefficient variation is 3.68 % at a 95% confidence level. The limit of detection obtained was 69 ppb. The linear range can be attained between 100 ppb until 900 ppb with a correlation coefficient is 0.985. This method has a good accuracy according to 100 % of recovery. The Flow Injection Analysis performance can be showed by enrichment factor, concentration efficiency, and consumptive index obtained was 2, 0.5 / minutes, and 6.5 mL, respectively. The study of analytical and Flow Injection Analysis performance showed that this method can be used to selective analysis Chromium(VI) on a ppb level.

Keywords: *amberlite XAD-16, chelating resin, chromium(VI), 1,5-diphenylcarbazine, preconcentration*

## 1. Pendahuluan

Seringkali ion logam berat masuk ke aliran air karena air buangan dari berbagai proses industri. Studi telah menunjukkan bahwa penyebab kanker antara lain disebabkan karena logam tertentu yang sangat berbahaya yang dapat meningkatkan interaksinya dengan logam lain, di mana proses ini sangat tergantung pada bentuk kimia suatu logam. Sekarang ini peningkatan kesadaran akan bahaya logam berat berdasarkan bentuk kimianya cenderung mendorong perkembangan analisis yang lebih selektif dan spesiasi logam (Duran dkk, 2007).

Logam kromium banyak digunakan di beberapa industri seperti elektroplating, penyamakan kulit, cat, knalpot kendaraan bermotor, dan tekstil. Kromium di alam terdapat dalam bentuk Cr(III) dan Cr(VI) (Yalcin dan Apak, 2006). Senyawa Cr(III) merupakan makronutrien

esensial yang dibutuhkan oleh manusia untuk mempertahankan metabolisme glukosa, lipid, dan protein (Filik, 2002). Sedangkan Cr(VI) menyebabkan kanker dan sangat toksik karena potensial oksidasinya yang tinggi dan ukurannya yang kecil (Yalcin dan Apak, 2006). Dilaporkan bahwa Cr(VI) dapat merusak paru, liver, dan ginjal (Bkovec dkk, 1996). Menurut WHO ambang batas Cr(VI) 0,05 mg/L terlalu tinggi dibandingkan dengan resiko kanker yang ditimbulkan. Akibatnya, perkembangan metode sensitif seperti metode spesiasi ion kromium di lingkungan menjadi sangat penting (Duran dkk, 2007).

Metode untuk analisa kromium meliputi ekstraksi pelarut dan penukar ion memerlukan waktu lama dan adanya manipulasi sampel bisa mengakibatkan rusaknya kromium sebelum dilakukan analisis (Sun dkk, 2004). Beberapa teknik analisis instrumen telah digunakan untuk determinasi kromium meliputi spektrofotometri uv-vis

(Krull, 1991), AAS (Tunceli dan Turker, 2002), dan ICP-AES (Sumida dkk, 2005). Karena konsentrasi Cr(VI) dalam sampel air biasanya dalam  $\mu\text{g/L}$  dan kandungan matriksnya tinggi, maka metode analisis instrumen perlu digabungkan dengan metode prakonsentrasi untuk memperbaiki limit deteksinya.

Penggunaan resin pengkhat untuk prakonsentrasi sekarang lebih ditingkatkan karena bisa dihubungkan dengan *Flow Injection Analysis* (FIA) yang terotomatisasi (Kuhawar, 2005). Keuntungannya bisa meminimalkan waktu preparasi, lebih sederhana serta volume sampel dan reagen yang digunakan lebih sedikit (Karya dkk, 2005). Resin Amberlit XAD-16 (PSDVB) dipilih sebagai material pengisi minikolom karena kestabilannya dalam larutan asam dan basa, mempunyai daerah permukaan yang cukup luas, cocok digunakan sebagai pengisi kolom dengan eluen asam kuat tanpa terjadi degradasi atau kehilangan performanya (Yalcin dan Apak, 2006). 1,5-Difenilkarbazida (DPC) diketahui sebagai reagen selektif dan sensitif untuk penentuan Cr(VI) secara spektrofotometri. Oleh karena itu tujuan dari penelitian ini untuk mengembangkan dan mengevaluasi teknik prakonsentrasi dan analisis selektif kromium(VI) berbasis *Flow Injection Analysis* menggunakan resin pengkhat Amberlite XAD-16-DPC. Metode ini diharapkan memiliki akurasi, presisi, dan limit deteksi, serta kinerja FIA yang baik sehingga dapat dipergunakan untuk analisis renik selektif kromium yang terdapat di lingkungan perairan.

## 2. Bahan dan Metode

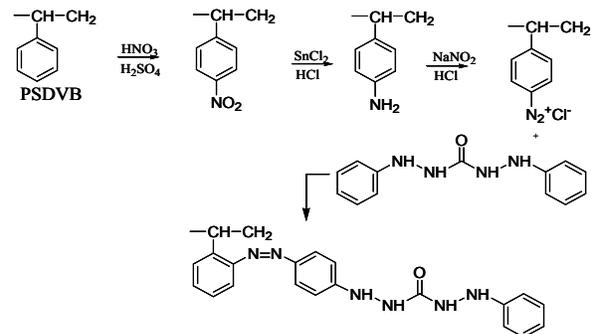
Alat-alat yang digunakan antara lain : Spektrofotometer Infra Merah Transformasi Fourier (IR Prestige-21 Fourier Transform Infrared Spectrophotometer Shimadzu) untuk pengujian karakteristik resin yang disintesis, pH meter (Hanna<sup>®</sup>), Pompa peristaltik (Ismatec), kolom PTFE diameter 2 mm, panjang 5 cm, pipa Tygon<sup>®</sup> diameter 0,07-0,10 cm untuk saluran sampel pereaksi lainnya, *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS Double Beam GBC<sup>®</sup>-902) untuk analisis kadar Cr(VI) dalam analit, Perangkat lunak *Power Chrom* (AD Instrument<sup>®</sup>) yang terintegrasi dalam AAS untuk pencatat data secara digital. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini memiliki tingkat kemurnian pro analisis (p.a) dan terdiri dari :  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7(\text{s})$ ,  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}(\text{s})$ , etanol, aseton(aq),  $\text{HNO}_3$  pekat,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, HCl pekat,  $\text{SnCl}_2(\text{aq})$ ,  $\text{NaNO}_2(\text{s})$ ,  $\text{NaOH}(\text{aq})$ , Amberlite XAD-16<sub>(s)</sub>,  $\text{KI}(\text{s})$ , amilum<sub>(s)</sub> dibeli dari Merck kecuali 1,5-Difenil karbazida (DPC)<sub>(s)</sub> dibeli dari Sigma Aldrich.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1. Sintesis dan Karakterisasi Resin Pengkhat Amberlite XAD-16-DPC

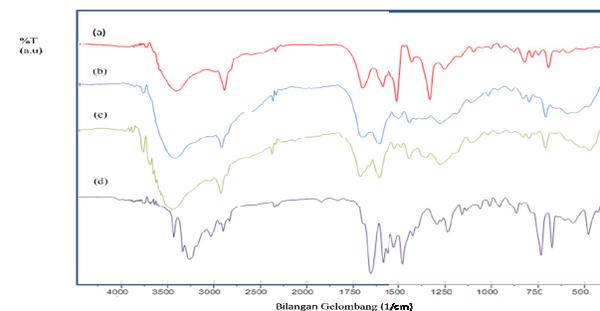
Benzen bereaksi dengan asam nitrat pekat menghasilkan nitrobenzen yang berwarna coklat muda secara lambat. Reaksi tersebut lebih cepat jika dilaksanakan dengan memanaskan benzen dengan campuran asam nitrat pekat dan asam sulfat pekat. Asam sulfat pekat menaikkan laju reaksi dengan meningkatkan jumlah elektrofil yaitu ion

nitronium ( $\text{NO}_2^+$ ). Proses reduksi nitrobenzen menghasilkan benzilamina yang berwarna coklat tua dilakukan dengan bantuan garam logam  $\text{SnCl}_2$  dalam HCl, karena nitrobenzen sukar larut dalam HCl sehingga ditambahkan etanol dan dilakukanlah proses refluks. Ion arendiazonium merupakan elektrofilik lemah yang bisa bereaksi dengan senyawa aromatik yang reaktif menghasilkan senyawa azo. Substitusi aromatik elektrofilik disebut reaksi kopleng azo. Reaksi ion arendiazonium dari Amberlite XAD-16 (PSDVB) dengan 1,5-Difenil karbazida menghasilkan resin pengkhat yang berwarna coklat kemerahan. Tahapan reaksi nitrasi, reduksi, diazotisasi, dan kopleng dengan ligan dapat dilihat pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Tahapan Reaksi Sintesis Amberlite XAD-16-DPC

Karakterisasi resin hasil sintesis dilakukan untuk mengetahui keberhasilan sintesis. Berdasarkan spektrum IR senyawa PSDVB- $\text{NO}_2$  (2a) yang diperoleh dari hasil nitrasi menunjukkan pita serapan tajam pada  $1527,62\text{ cm}^{-1}$  dan  $1348,24\text{ cm}^{-1}$ . Kedua pita serapan tersebut merupakan pita serapan dari gugus nitro. Pita serapan akan hilang setelah dilakukan reduksi dengan  $\text{SnCl}_2$  dalam HCl yang mereduksi gugus  $-\text{NO}_2$  dari benzen menjadi  $-\text{NH}_2$ . Spektrum PSDVB- $\text{NH}_2$  menunjukkan pita serapan sedikit tajam pada bilangan gelombang  $1608,63\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik gugus  $\text{NH}_2$  pada benzilamina. Data tersebut didukung dengan pita serapan pada bilangan gelombang  $1276,88\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik ikatan C-N pada benzilamina (Gambar 2b).

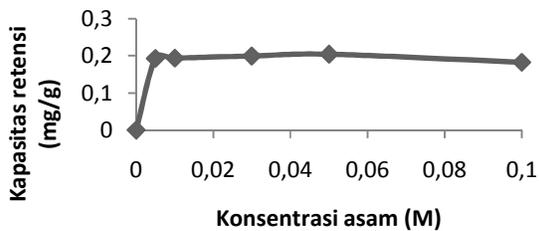


**Gambar 2.** Spektrum Infra Merah PSDVB- $\text{NO}_2$  (a), PSDVB- $\text{NH}_2$  (b), Amberlite XAD-16-DPC (c), DPC Murni (d).

Hasil ini mengindikasikan resin PSDVB-NO<sub>2</sub> telah berhasil direduksi menjadi PSDVB-NH<sub>2</sub> disertai dengan perubahan warna resin dari coklat muda menjadi coklat tua. Resin yang telah direduksi tersebut supaya dapat berikatan secara kovalen dengan ligan 1,5-difenilkarbazida harus diazotisasi dahulu menghasilkan senyawa azo. Senyawa azo tidak stabil pada suhu di atas 4°C sehingga hasil sintesis senyawanya tidak dikarakterisasi dengan FT-IR. Setelah garam diazonium terbentuk, ke dalam resin ditambahkan ligan DPC dan direndam. Hasil FT-IR Amberlite XAD-16-DPC (Gambar 2c) antara lain menunjukkan pita serapan 1712,79 cm<sup>-1</sup>, 1521,84 cm<sup>-1</sup>, 1442,75 cm<sup>-1</sup> berturut-turut menggambarkan spektrum ikatan C=O, CNH, dan NH. Data pita serapan memperlihatkan bahwa ligan DPC telah berhasil diikatkan secara kovalen dengan resin Amberlite XAD-16 melalui gugus perantara azo. Pita serapan kuat DPC murni (Gambar 2d) pada 1670,35 dan 1600,92 cm<sup>-1</sup> menunjukkan C=O, 1492,90 cm<sup>-1</sup> menunjukkan CNH yang didukung oleh pita serapan 1539, 20 cm<sup>-1</sup>. Buktinya pita serapan DPC yang telah terikat secara kovalen dengan resin Amberlite XAD-16, sama seperti pada pita DPC murni yaitu menunjukkan adanya ikatan C=O dan CNH.

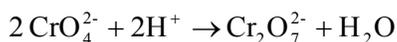
### 3.2. Pengaruh Konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> terhadap Retensi Cr(VI)

Studi literatur pada metode kolorimetri menunjukkan bahwa pembentukan kompleks DPC dengan kromium terjadi pada range pH 2 ± 0,5 (Anonim, 1992). Berdasarkan hal tersebut pengaruh konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dipelajari untuk mendapatkan kondisi optimum retensi Amberlite XAD-16-DPC terhadap Cr(VI). Konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan dalam penelitian ini dari 0,005-0,1. Grafik hubungan konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan kapasitas retensi (mg/g) pada reaksi pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC dapat dilihat pada Gambar 3.



**Gambar 3.** Profil kapasitas retensi XAD-DPC-Cr(VI) pada variasi konsentrasi asam.

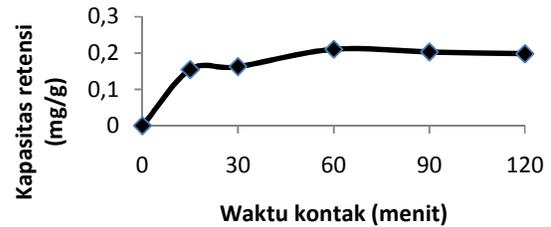
Dapat diamati bahwa pada konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dari rendah ke tinggi, mg / g retensinya meningkat dan mg / g retensi mulai menurun pada konsentrasi 0,1 M. Semakin tinggi konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (semakin rendah pH) maka pembentukan kompleks yang terjadi lebih besar serta adanya penurunan pada konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1 M (pH sekitar 0,7). Konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> optimum selanjutnya akan digunakan sebagai larutan *carrier*. Pengaruh konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> terhadap kesetimbangan Cr(VI) mengikuti reaksi :



Pada konsentrasi H<sup>+</sup> tinggi (pH relatif asam), Cr(VI) lebih banyak yang berbentuk Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>. Dengan semakin berkurangnya H<sup>+</sup>, Cr(VI) lebih berbentuk CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

### 3.3. Pengaruh Waktu Kontak terhadap Retensi Cr(VI)

Pengaruh waktu kontak terhadap pembentukan kompleks Cr(VI)-DPC dipelajari untuk mengetahui seberapa lama waktu yang dibutuhkan oleh ion Cr(VI) agar dapat teretensi (Gambar 4).

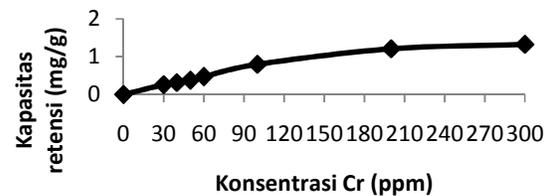


**Gambar 4.** Profil Kapasitas Retensi Cr(VI)-DPC pada Variasi Waktu Kontak

Waktu kontak yang digunakan mulai dari 15 menit sampai 120 menit. mg Cr(VI) / g resin Amberlite XAD-16-DPC meningkat mulai dari waktu kontak 15 sampai 60 menit dan turun secara mendatar untuk waktu kontak 90 dan 120 menit. Adanya kenaikan mg Cr(VI) terhadap resin dikarenakan resin Amberlite XAD-16-DPC masih bisa meretensi sejumlah Cr(VI). Penurunan mg / g retensi Cr(VI)-DPC dan mencapai kondisi konstan dikarenakan resin sudah jenuh oleh sejumlah Cr(VI) dan tidak mampu lagi meretensi Cr(VI).

### 3.4. Pengukuran Kapasitas Retensi Metode *Batch*

Kapasitas retensi resin Amberlite XAD-16-DPC adalah ukuran kemampuan resin tersebut untuk meretensi Cr(VI). Semakin banyak jumlah Cr(VI) yang diserap, semakin besar kapasitas retensinya. Pada metode *batch* dilakukan variasi konsentrasi larutan standar Cr(VI) 30 ppm sampai 300 ppm. Dari hasil analisis secara metode *batch* diperoleh kapasitas optimum retensi resin Amberlite XAD-16 terhadap Cr(VI) terjadi pada konsentrasi 159 ppm besarnya sekitar 2,24 mg Cr / g XAD (Gambar 5).



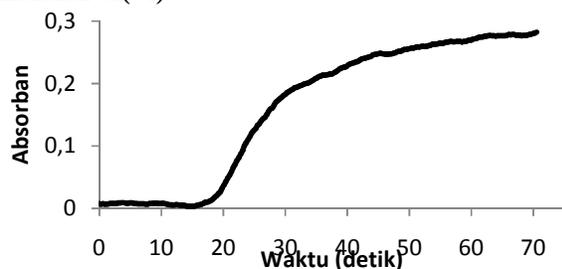
**Gambar 5.** Kapasitas Retensi Resin Amberlite XAD-16-DPC Metode *Batch*

Data tersebut memberikan informasi bahwa setiap 1 g resin dapat meretensi 2,24 mg Cr(VI). Sebelum mencapai konsentrasi 159 ppm resin masih dapat meretensi Cr(VI) sehingga kapasitas retensinya akan terus mengalami peningkatan. Konsentrasi yang lebih besar dari 159 ppm

tidak menunjukkan peningkatan tajam artinya Cr(VI) sudah tidak mampu lagi diretensi oleh resin.

### 3.5. Pengukuran Kapasitas Retensi Dinamik

Prakonsentrasi adalah suatu metode untuk menaikkan konsentrasi suatu analit tanpa adanya penambahan standar. Melalui metode ini, analit yaitu Cr(VI) dengan konsentrasi rendah (ppb) masih dapat dideteksi. Caranya melalui retensi Cr(VI) secara kontinyu pada suatu materi pendukung Amberlite XAD-16-DPC yang dimasukkan dalam mini kolom pada suatu sistem alir. Untuk memperoleh data konsentrasi sampel, sebelumnya dilakukan pengukuran kapasitas dinamik dan evaluasi konsentrasi eluen. Pengukuran kapasitas retensi dinamik pada metode kolom digunakan larutan Cr(VI) sebesar 10 ppm. Kapasitas retensi dilakukan dengan cara menghitung *break point* kolom. Dari Gambar 6 dapat dilihat dari detik ke-0 sampai kira-kira ke-16 menunjukkan sinyal yang konstan, sinyal ini berasal dari sinyal *carrier*. Garis lurus tersebut menandakan bahwa resin masih bisa meretensi atau menahan Cr(VI).



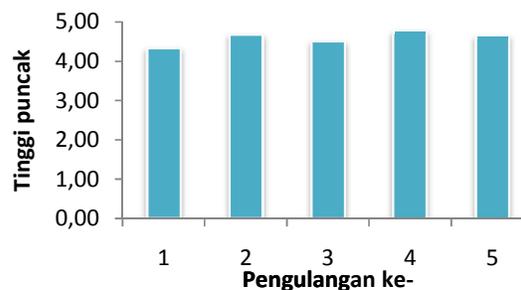
**Gambar 6.** Kapasitas Retensi Resin Amberlite XAD-16-DPC Metode Kolom

Setelah detik ke-16 terjadi peningkatan sinyal yang mengindikasikan sinyal Cr(VI) yang berhasil dielusi yang artinya kolom tidak mampu lagi meretensi Cr(VI). Titik inilah yang disebut *break point*. Pengujian menghasilkan *break point* kolom terjadi setelah kolom dialiri Cr(VI) selama 16,5 detik. Setelah dilakukan konversi terhadap laju alir, konsentrasi larutan standar dan berat resin pada kolom diperoleh kapasitas retensi kolom 24,71  $\mu\text{g Cr/g XAD}$ . Bila kapasitas retensi Cr(VI) antara metode *batch* dan metode kolom dibandingkan maka diperoleh kapasitas retensi Cr(VI) dengan metode kolom lebih kecil. Hal ini didasarkan pada zona konsentrasi yang sama pada tiap pengukuran dan tidak menunggu hingga reaksi selesai. Lain halnya dengan metode *batch* yang didasarkan pada rentang waktu yang disesuaikan sehingga didapat retensi yang berlangsung secara optimum.

### 3.6. Evaluasi Konsentrasi Eluen

Eluen sangat penting perannya dalam metode kolom karena harus mampu melulusi secara kuantitatif ion Cr(VI) yang teretensi pada resin Amberlite XAD-16-DPC sehingga bisa dideteksi oleh detektor. Selain itu, mini kolom perlu diregenerasi agar bisa digunakan kembali. Efektivitas elusi ditentukan oleh jenis dan konsentrasi eluen. Pengelusan Cr(VI) dilakukan dengan  $\text{HNO}_3$  karena dida-

sarkan pada sifat logam Cr yang mudah larut dalam  $\text{HNO}_3$ . Ion hidrogen dari  $\text{HNO}_3$  akan mengganggu senyawa khelat yang terbentuk antara resin Amberlite XAD-16-DPC dengan Cr(VI). Konsentrasi eluen perlu dioptimasi untuk mengetahui kondisi pengelusan Cr(VI) yang tidak merusak ikatan Amberlite XAD-16-DPC dalam kolom. Berdasarkan profil sinyal yang diperoleh (Gambar 8) dapat dilihat pada konsentrasi  $\text{HNO}_3$  1-3 M tidak menunjukkan perbedaan signifikan dan terjadi kenaikan tinggi sinyal pada konsentrasi  $\text{HNO}_3$  4 dan 5 M. Semakin tinggi konsentrasi eluen semakin tinggi puncak, artinya semakin banyak Cr(VI) yang terelusi.  $\text{HNO}_3$  1-3 M tidak digunakan karena diduga masih ada ion logam Cr(VI) yang belum terelusi sempurna, sedangkan  $\text{HNO}_3$  di atas 5 M juga tidak digunakan karena konsentrasi asam yang terlalu tinggi akan mempersulit proses regenerasi kolom sehingga proses regenerasi untuk mengembalikan keadaan kolom pada pH optimumnya akan berlangsung lama dan juga dapat menurunkan kinerja dari FIA. Jadi dalam penelitian ini digunakan  $\text{HNO}_3$  5 M.



**Gambar 8.** Presisi Sinyal Cr(VI)

### 3.7. Presisi

Presisi menggambarkan kebolehlulangan (Gambar 8) dari pengukuran, yaitu kedekatan antara nilai data yang satu dengan data yang lain yang diperoleh dengan menggunakan larutan, peralatan, metode, waktu dan analisis yang sama. Nilai standar deviasi berdasar perhitungan 0,1685. Makin kecil nilai standar deviasi, semakin bagus kebolehlulangan pengukuran. Biasanya presisi dinyatakan sebagai persen *Relative Standard Deviation* (RSD) atau *Coefficient of Variation* (CV). Koefisien variansi (% KV) pada metode ini diperoleh sebesar 3,68% untuk konsentrasi Cr(VI) 500 ppb. Suatu metode dikatakan mempunyai presisi yang baik jika nilai koefisien variansinya lebih kecil dari 5%. Hasil yang diperoleh menunjukkan kebolehlulangan yang baik terlihat dari nilai %KV yang kurang dari 5%.

### 3.8. Limit Deteksi

Limit deteksi menyatakan konsentrasi atau massa minimum terkecil yang masih dapat terdeteksi oleh suatu metode analisis dengan tingkat kepercayaan yang tinggi. Dengan mengetahui limit deteksi dapat diperkirakan jumlah konsentrasi sampel minimum yang dibutuhkan dalam suatu proses analisis serta pencarian metode baru atau pengembangan metode lama dengan cara membandingkan limit deteksi dengan metode sebelumnya. Limit deteksi untuk

metode prakonsentrasi ion Cr(VI) dengan FIA-AAS yang diperoleh adalah 69 ppb untuk volume larutan standar Cr(VI) 1 mL.

### 3.9. Penentuan Linieritas

Linieritas dievaluasi secara grafik/evaluasi matematika yaitu plot antara tinggi sinyal/luas puncak analit (sumbu y) sebagai fungsi dari konsentrasi analit (sumbu x) yang biasa disebut kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi pada penelitian ini dibuat dengan memvariasikan konsentrasi larutan standar Cr(VI) dari 100 sampai 900 ppb sehingga diperoleh persamaan garis  $y = 0,047x - 0,705$  dengan koefisien korelasi  $R^2 = 0,985$ . Konsentrasi Cr(VI) dalam sampel air yang diperoleh sebesar 85 ppb. Berdasarkan WHO, kandungan maksimum Cr(VI) yang ditolerir sebesar 0,05 ppm. Karena Cr(VI) pada air saluran pembuangan yang diperoleh dengan metode prakonsentrasi dan analisis selektif dengan FIA-AAS memberikan hasil yang melebihi standar yang ditetapkan WHO, maka diindikasikan telah terjadi pencemaran air dari saluran pembuangan tersebut.

### 3.10. Perolehan Kembali (% Recovery)

Perolehan kembali (% recovery) menunjukkan tingkat keakuratan dari metode yang digunakan. Perolehan kembali dilakukan dengan membandingkan nilai konsentrasi analit yang terukur dengan konsentrasi analit yang terhitung, yaitu melakukan analisis spike sampel (sampel buatan) yang telah diketahui konsentrasinya. Nilai % recovery yang baik adalah berkisar  $100 \pm 5\%$ . % recovery hasil perhitungan sebesar 100%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa metode yang dilakukan memiliki tingkat akurasi yang baik.

### 3.11. Faktor Pengayaan (Enrichment Factor)

Faktor Pengayaan (EF) menyatakan peningkatan sensitivitas metode prakonsentrasi FIA-AAS dibandingkan dengan metode pengukuran tanpa prakonsentrasi. Faktor pengayaan dapat dihitung dengan membandingkan *slope* kurva kalibrasi pengukuran Cr(VI) secara langsung dan kurva kalibrasi Cr(VI) melalui metode prakonsentrasi. Diperoleh nilai *slope* 0,0234 Absorban / ppm untuk Cr(VI) tanpa prakonsentrasi dan 0,047 Absorban / ppm dengan metode prakonsentrasi, sehingga nilai EF sebesar 2 untuk volume larutan standar Cr(VI) 1 mL. Oleh karena itu, metode prakonsentrasi Cr(VI) 2 kali lebih sensitif jika dibandingkan dengan metode analisis tanpa prakonsentrasi. Metode prakonsentrasi dengan FIA diharapkan mempunyai nilai EF sebesar mungkin. Peningkatan nilai EF bisa diperoleh dengan menaikkan volume larutan standar Cr(VI) yang digunakan dalam FIA.

### 3.12. Efisiensi Konsentrasi (Concentration Efficiency)

Efisiensi Konsentrasi (CE) menyatakan rentang waktu yang diperlukan untuk satu kali analisis hingga dihasilkan sinyal. Pada metode ini diperoleh 15 sinyal tiap 60 menit sehingga diperoleh nilai CE sebesar 0,5 / menit. Artinya setiap menit dihasilkan efisiensi konsentrasi sebesar 0,5. Frekuensi pengukuran 15 kali per jam menunjukkan bahwa waktu analisis metode yang dikembangkan ini cukup cepat

sehingga layak digunakan untuk analisa rutin dengan jumlah sampel yang banyak.

### 3.13. Indeks Konsumtif (Consumptive Index)

Indeks Konsumtif (CI) menyatakan efisiensi sampel yang terkait dengan volume *carrier* dan eluen yang digunakan. Prakonsentrasi dengan FIA diharapkan mempunyai nilai CI sekecil mungkin agar tercapai efisiensi pereaksi. Satu kali sekuensi analisis terdiri dari *carrier*-sampel-*carrier*-eluen-*carrier* diperoleh nilai CI 6,5 mL. Hal ini berarti untuk satu kali sekuensi analisis yang menghasilkan satu sinyal diperlukan 6,5 mL pereaksi jika volume sampel yang digunakan 1 mL.

## 4. Kesimpulan

Penelitian ini telah berhasil mensintesis resin pengkhelat Amberlite XAD-16-1,5-Difenil karbazida. Resin pengkhelat ini memiliki kapasitas retensi sebesar 2,24 mg Cr(VI) / g resin. Dilihat dari sifat retensinya, resin Amberlite XAD-16-DPC ini dapat digunakan sebagai material pengisi minikolom dalam prakonsentrasi dan analisis ion logam Cr(VI) yang berbasis FIA. Resin Amberlite XAD-16-DPC dalam kolom memiliki kapasitas retensi sebesar 24,71  $\mu\text{g}$  Cr(VI) / g resin. Kinerja analitik dari metode yang dikembangkan ini cukup baik dengan didapatkannya nilai presisi yang dinyatakan sebagai persen koefisien variansi (%KV) sebesar 3,68% untuk konsentrasi 500 ppb dan juga memiliki nilai limit deteksi sebesar 69 ppb dengan kelinieran dengan  $R^2 = 0,985$ . Aplikasi metode ini pada sampel air memberikan nilai kandungan ion logam Cr(VI) sebesar 85 ppb dengan % perolehan kembali sebesar 100%. Kinerja FIA menghasilkan nilai pemekatan konsentrasi (EF) 2 kali, nilai CE 0,5 / menit, dan CI 6,5 mL.

## Ucapan Terima Kasih

Penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih yang setulusnya dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada bapak Muhammad Bachri Amran dan seluruh dosen serta staf jurusan Kimia ITB.

## Daftar Pustaka

- Anonim. 1992. Chromium Hexavalent (Colorimetric) : Revision 1, Method 7196A : 1-6.
- Bkovec, M., Frankoa, M., Cruzc, F. G., dan Katzbc, S. A. 1996. Thermal Lens Spectrometric Determination of Hexavalent Chromium. *Analytica Chimica Acta* (330): 245-250.
- Duran, C., Soylak, M., Bulut, V. N., Gundogdu, A., Tufekci, M., Elci, Latif., dan Senturk, H. B. 2007. Speciation of Cr(III) and Cr(VI) in Environmental Samples after Solid Phase Extraction on amberlite XAD-2000. *Journal of the Chinese Chemical society* (54): 625-634.
- Filik, Hayati. 2002. Preconcentration of Cr(III) in Waters by Using 5-Palmitoyl-8-Hydroxyquinoline Immo-

- bilized on a Nonpolar Adsorbent, *Microchimica Acta* (140): 205-210.
- Karya, D., Fisher, A., dan Hill, S. J. 2005. Preconcentration and Determination of Trace Element with 2,6-diacetylpyridine Functionalized Amberlite XAD-4 by Flow Injection and Atomic Spectroscopy. *The Analyst Journal* (130): 1518-1523.
- Khuhawar, M. Y. 2005. Preconcentration and Separation of Cr(III) and Cr(VI) Using Sawdust as a Sorbent, *Analytical Bioanalytical Chemistry* (383): 619-624.
- Krull, I. S. 1991. Trace Metal Analysis and Speciation, *Journal of Chromatography* (47): 213-219.
- Sumida, T., Ikenoue, T., Hamada, K., Sabarudin, A., Oshima, M., dan Motomizu, S. 2005. On-Line Preconcentration Using Dual Minicolumns for the Speciation of Cr(III) and Cr(VI) and Its Application to Water Samples as Studied by ICP-AES. *Talanta* 68(2): 388-393.
- Sun, H. W., Kang, W. J., Ha, J., Liang, S. X. dan Shen, S. G. 2004. Determination of Cr(III) and Cr(VI) in Environmental Waters by Derivative Flame Atomic Absorption Spectrometry Using Flow Injection On-Line Preconcentration with Double-Microcolumn Adsorption. *Journal of the Iranian Chemical Society* 1(1): 40-46.
- Tunceli, A. dan Turker, R. 2002. Speciation of Cr(III) and Cr(VI) in Water after Preconcentration of Its DPC on Amberlite XAD-16 Resin and Determination by FAAS. *Talanta* 57(6): 1199-1204.
- Yalcin, Sibel., dan Apak, Resat. 2006. Chromium Speciation Analysis by Separation of Cr(III) from Cr(VI) on a XAD Sorbent Derivatized with Shellac : a Natural Polymer, *International Journal Environmental Analytical Chemistry* (86): 915-929.