

# Penentuan Timbal (II) dalam Sampel Air dengan Pengembangan Metode Ekstraksi Fasa Padat dan Prakonsentrasi oleh *Ion Imprinted Polymers* (IIPs)

Lastri Herlina<sup>1</sup> dan Meyliana Wulandari<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Laboratorium Kimia Jurusan Kimia Universitas Islam Sunan Gunung Djati Bandung

Jl. A. H. Nasution 105 Bandung 40614

<sup>2</sup>Laboratorium Pemisahan dan Spesiasi Kimia Analitik Program Studi Kimia Institut Teknologi Bandung

Jl. Ganesha 10 Bandung 40132

E-mail: lastriherlina6790@yahoo.com

## Abstract

Waters are often contaminated by heavy metals such as cadmium, mercury and lead. Although a low lead content in water but the lead is known to accumulate in the body and remains in a long time so it is a poison. Methods for the analysis of Pb(II) has been developed such as Atomic Absorption spectrophotometry (AAS) and solid phase extraction. Although both methods are quite simple and sensitive at ppm concentration levels, but the ion selectivity for Pb(II) is still lacking. To overcome these weaknesses in this study was carried out development of solid-phase extraction method using chelating polymers by functionalization of the polymer is to synthesize Pb(II)-imprinted polymer (Pb-IP). Pb-IP is synthesized through thermal polymerization antranilic acid, salicylic acid and formaldehyde in the presence of metal complexes of Pb(II)-4-(2-pyridylazo) resorcinol. Stoichiometric ratio for the binary complex Pb and 4-(2-pyridylazo) resorcinol is determined by the method of job. Pb-IP synthesis results were characterized by FTIR and the optimum conditions for Pb-IP meretensi Pb(II) is determined by the method bacht. Pb-IP prakonsentrasi synthesized and used for determination of Pb(II) in river water samples. In this study successfully synthesized Pb(II)-imprinted polymer (Pb-IP) with thermal polymerization by heating for 6 hours, at a temperature of  $140 \pm 10$  °C with complex stoichiometric ratio of Pb : PAR is 1 : 1. Characterization with FTIR results showed Pb-IP synthesis results have groups corresponding function. Adsoprsi maximum capacity for Pb(II) is 12,5 ppm is 3515 µg/g at pH 6 with a contact time of 80 minutes. The results of adsorption and desorption of Pb-IP on Pb(II) showed an average percent recovery > 97%. While the Pb-IP applications on the river water samples obtained prakonsentrasi factor 41 times, the concentration of Pb(II) is 0.96 ppm were found, and the percent recovery of 96.77%. With the results of these experiments, Pb(II)-imprinted polymer (Pb-IP) is proven as a functional material having a performance, selectivity level, and regenerate high.

Keywords: *Lead, Preconcentration, Solid phase extraction, Pb(II)-ion imprinted polymer, PAR*

## 1. Pendahuluan

Air merupakan kebutuhan pokok bagi makhluk hidup baik manusia, hewan ataupun tumbuhan untuk melangsungkan proses kehidupannya. Air yang digunakan sehari-hari seringkali ditemukan bahan pencemar logam berat antara lain merkuri (Hg), arsenik (As), kadmium (Cd), kromium

(Cr), nikel (Ni), dan timbal (Pb). Salah satu logam berat yang menjadi sumber pencemaran utama adalah timbal (Pb).

Timbal (Pb) adalah logam berat yang terdapat secara alami di dalam kerak bumi dan tersebar di alam dalam jumlah kecil. Penggunaan timbal secara luas digunakan

oleh masyarakat terutama pada industri cat, bahan pengkilap keramik, bahan insektisida, pembangkit listrik tenaga panas, dan industri bahan bakar untuk ditambahkan ke dalam bensin. Penggunaan timbal yang semakin banyak dan meningkat akan meningkatkan pencemaran terutama di perairan. Walaupun kandungan timbal di perairan rendah akan tetapi timbal diketahui dapat terakumulasi di dalam tubuh dan tetap tinggal dalam jangka waktu yang lama sehingga bersifat sebagai racun (Mallapiang, 2009). Kadar ambang batas logam timbal yang ditentukan oleh WHO dan FAO adalah 2 mg/L sedangkan yang ditentukan oleh DEPKES RI adalah 4 mg/L (WHO, 1980). Oleh karena itu, perlu dikembangkan suatu metode penentuan kadar timbal di lingkungan perairan dalam jumlah renik.

Kendala keterbatasan kepekaan instrumen dalam penentuan logam berat pada konsentrasi yang sangat rendah merupakan masalah utama dalam kimia analitik yang secara terus-menerus dicari solusinya. Metode prakonsentrasi yang ideal untuk ion logam renik harus memenuhi kriteria berikut: (a) berperan mengisolasi analit dari matriks secara simultan untuk menghasilkan faktor pemekatan yang sesuai, (b) merupakan proses sederhana yang mampu mencegah kontaminasi, menghasilkan blangko sampel dan memberikan limit deteksi yang rendah, (c) menghasilkan suatu larutan dengan matriks yang mirip dengan larutan blangko analit (Corsini et.al., 1982; Koester dan Moulik, 2005).

Metode prakonsentrasi untuk ion logam Pb(II) dalam konsentrasi renik yang umum digunakan adalah metode ekstraksi pelarut (fasa cair). Metode ini memiliki kelemahan, karena memerlukan pelarut organik yang mahal dan seringkali mempunyai sifat toksik dan sangat berbahaya (Riley dan Taylor, 1968; Wan et.al., 1985; Canel, 2003). Pengembangan metode pemisahan dan analisis sampai saat ini terus dikembangkan. Salah satu metode yang dikembangkan adalah ekstraksi fasa padat atau *solid phase extraction* (SPE). Beberapa kelebihan ekstraksi fasa padat adalah proses ekstraksi lebih sempurna, pemisahan analit dari pengganggu yang mungkin ada menjadi lebih efisien, mengurangi pelarut organik yang digunakan (ramah lingkungan), dan fraksi analit yang diperoleh lebih mudah dikumpulkan dan lebih mudah diotomatiskan. Namun SPE tradisional dengan menggunakan adsorben memiliki kekurangan yaitu kurangnya selektivitas untuk ion logam (Prasada, 2006; Ferenc et.al., 2006).

Pengembangan metode ekstraksi fasa padat untuk meningkatkan selektivitas hingga saat ini masih banyak diteliti, salah satunya dengan fungsionalisasi polimer pengkhat yaitu *ion imprinted polymers* (IIPs). IIPs memiliki keunggulan dibanding cara prakonsentrasi yang lain, karena faktor kehilangan analit dapat diminimalkan, jumlah zat polimer yang digunakan sedikit (0,1-0,5 g), serta dapat diregenerasi sehingga mampu digunakan berulang kali untuk analisis yang sama penyiapannya yang mudah dan tingkat selektivitas yang tinggi (Marsita, 2011, Jadid, A.P. et.al 2008). Selektivitas yang tinggi dari polimer-polimer pencetak ion (IIPs) disebabkan adanya efek memori dari suatu polimer terhadap interaksi ion logam dengan ligan spesifik, geometri koordinasi, bilangan

koordinasi ion logam, muatan dan juga ukuran ion logam tersebut (Dhruv K. Singh & Shradha Mishra, 2009). Metode IIPs menghasilkan cetakan ion logam yang terikat di dalam polimer, selanjutnya ion logam dilepas dari matriks polimer menghasilkan cetakan yang selektif terhadap ion yang dicetak. Selain itu, metode pencetakan ini relatif murah dan senyawanya stabil pada suhu kamar untuk waktu yang cukup lama (Ishom, 2011). IIPs dari monomer asam salisilat (turunan dari hidroksi fenol), asam antranilat (turunan dari urea), dan formaldehida mampu menghasilkan polimer yang tahan panas, koordinasinya kuat dan stabilitasnya baik digunakan untuk resin penukar ion  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  dan  $\text{Pb}^{2+}$  (Ahamed, 2010). Oleh karena itu dalam penelitian ini digunakan polimer dari monomer asam salisilat dan asam antranilat serta formaldehida sebagai pengikat silang (ASF) yang diaplikasikan pada ekstraksi fasa padat untuk prakonsentrasi ion  $\text{Pb}^{2+}$  menggunakan ligan 4-(2-Piridilazo) Resorsinol (PAR).

## 2. Bahan dan Metode

### 2.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini memiliki derajat kemurnian pro analisis (p.a). Adapun bahan-bahan yang digunakan adalah 4-(2-Pyridilazo) resorsinol (PAR) (Sigma Aldrich), asam antranilat (Sigma Aldrich), asam salisilat (Merck), formaldehida 37% (Merck), EDTA (Merck), Pb(II)-asetat (Merck), aqua dm, asam asetat glasial, asam nitrat,  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (Merck) dan  $\text{CH}_3\text{COONa}$  (Merck).

Peralatan yang digunakan adalah peralatan gelas standar laboratorium kimia, digunakan pula beberapa peralatan lainnya yaitu : anak stirer, *hot plate*, termometer, dan pH meter.

### 2.2 Metode

Sintesis IIPs terdiri dari dua tahap, yang pertama yaitu pembentukan kompleks biner logam dan ligan (Pb(II) : 4-(2-Pyridilazo) resorsinol (PAR)). Perbandingan mol dari stoikiometri kompleks biner Pb(II) dengan 4-(2-Pyridilazo) resorsinol (PAR) ditentukan dengan metode job. Metode ini didasarkan pada interaksi ion logam Pb(II) dengan ligan PAR. Dibuat beberapa variasi perbandingan mol keduanya lalu diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 518 nm. Pada tahapan kedua, stoikiometri kompleks biner yang diperoleh dengan metode job kemudian dicampurkan dengan asam antranilat, asam salisilat dan formaldehida dengan dengan perbandingan mol secara berurutan yaitu 0,1 mol : 0,1 mol : 0,2 mol dalam medium asam asetat glasial. Campuran ini kemudian direfluks pada suhu  $140 \pm 10^\circ\text{C}$  dalam penangas minyak selama 6 jam. Polimer yang dihasilkan dikeringkan dengan oven pada temperatur  $50 \pm 1^\circ\text{C}$ . Polimer yang sudah kering ini digerus sampai ukuran 60-100 mesh. Untuk melepaskan ion Pb(II) partikel polimer ini direaksikan dengan larutan 100 mL EDTA 0,05 M.

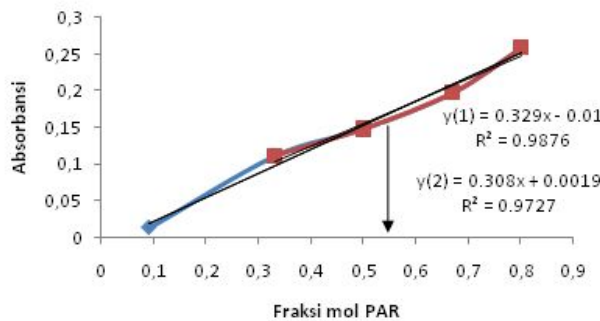
Untuk penentuan kondisi optimum retensi IIP terhadap logam Pb(II) ditentukan dengan metode *batch*. Penentuan

kondisi optimum tersebut yaitu pH, waktu kontak, kapasitas adsorpsi, desorpsi dan adsorpsi, faktor prakonsentrasi, dan aplikasi terhadap sampel lingkungan. Analisis pada tahapan sintesis menggunakan spektrometri inframerah transformasi Fourier (FTIR). Penentuan analisis kadar ion logam  $Pb^{2+}$  dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Pembentukan Kompleks Biner Logam dan Ligan (Pb(II) dan PAR).

Kompleks biner Pb(II) dengan 4-(2-Pyridilazo) resorcinol (PAR) ditentukan dengan metode job. Metode ini didasarkan pada interaksi ion logam Pb(II) dengan ligan PAR. Dibuat perbandingan mol dimana untuk mol logam Pb(II) dibuat tetap sedangkan mol ligan PAR divariasikan yaitu dengan perbandingan Pb : PAR ; 1 : 0,1 ; 1 : 0,5 ; 1 : 1 ; 1 : 2 ; 1 : 4 lalu diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 518 nm. Data yang diperoleh dialurkan dalam sebuah grafik yang bisa dilihat pada Gambar 1.



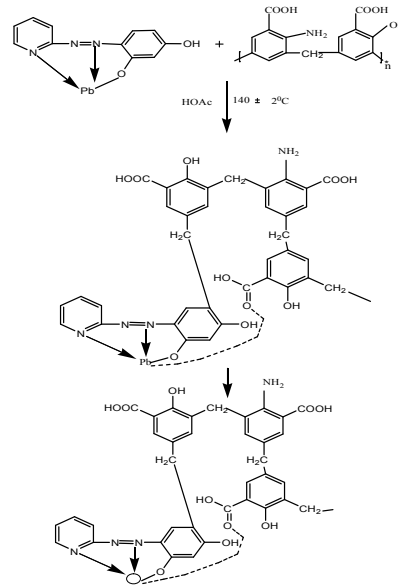
Gambar 1. Kurva metode job kompleks Pb(II)-PAR

Grafik ini kemudian diolah lagi untuk mencari titik potongnya sehingga bisa diperoleh perbandingan maksimum untuk kompleks biner Pb(II) dan PAR, ditarik garis sehingga perpotongan grafik ini diperoleh dua persamaan garis, yaitu  $y(1) = 0,308x + 0,002$  dan  $y(2) = 0,329x - 0,01$ . Dari dua persamaan garis ini nilai x dapat dihitung, dan nilai x hasil perhitungan adalah 0,56. Hal ini menunjukkan bahwa pada fraksi mol 0,56 atau pada perbandingan mol 1 : 1 merupakan perbandingan maksimum untuk kompleks Pb(II) dan PAR.

Hasil ini juga dibandingkan dengan penelitian mengenai kompleks Pb(II) dengan PAR. Menurut Ghasemi, dkk dalam penelitiannya pada tahun 1999, perbandingan mol Pb(II) dengan PAR adalah 1:1. Metode yang digunakan juga sama yaitu dengan metode job. Jadi hasil penelitian penulis mengenai perbandingan kompleks biner ini dapat digunakan untuk sintesis *ion imprinted polymer* (IIP) selanjutnya. Polimerisasi Kompleks Biner dengan Asam Antranilat, Asam Salisilat dan Formaldehida. Kompleks biner yang telah dibuat dicampurkan dengan asam antranilat, asam salisilat dan formaldehida, dengan perbandingan mol secara berurutan yaitu 0,1 mol : 0,1 mol : 0,2 mol dalam medium asam

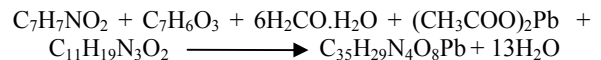
asetat glasial. Setelah direfluks hasil yang diperoleh adalah padatan warna merah tua.

Padatan merah yang diperoleh berupa padatan yang keras dan kaku berbentuk gumpalan. Agen pengikat silang yaitu formaldehida membentuk jembatan-jembatan dalam polimer sehingga terbentuk senyawa polimer yang rigid. Untuk reaksi yang terjadi dalam sintesis Pb-IP ini digambarkan pada Gambar 2.

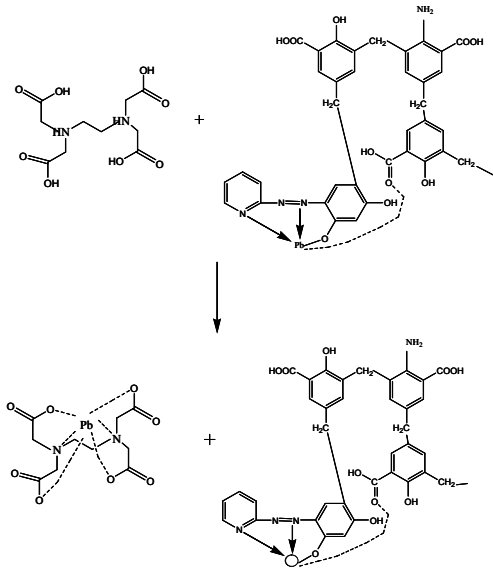


Gambar 2. Mekanisme reaksi pembentukan Pb-IP

Mekanisme reaksi sintesis IIP-Pb secara umum :



Padatan merah tua IIP tidak larut dalam air dan ketika dicuci dengan aqua dm tidak merubah warna aqua dm. Kemudian EDTA 0,05 M digunakan untuk melepaskan ion Pb(II) yang terikat pada polimer. EDTA (natrium etilen diamintetraasetat) merupakan sebuah bahan pendesorpsi yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan ion logam. EDTA memiliki empat gugus asam karboksil dan dua gugus amin dengan sepasang elektron bebasnya (asam poliprotik), sehingga EDTA berpotensi sebagai ligan heksadentat yang dapat berkoordinasi dengan sebuah ion logam dengan perbandingan 1 : 1. Koordinasi antara Pb(II) dengan EDTA membentuk sebuah kompleks yang strukturnya digambarkan pada gambar 3. Logaritma konstanta pembentukan (Kf) Pb-EDTA adalah 18,04, nilai tersebut lebih besar dibandingkan dengan pembentukan kompleks Pb dengan ligan lainnya misalnya Kf PbCl adalah 0,88. Hal-hal tersebut yang menjadi alasan kuat penggunaan agen pengkelat EDTA sebagai pendesorpsi.

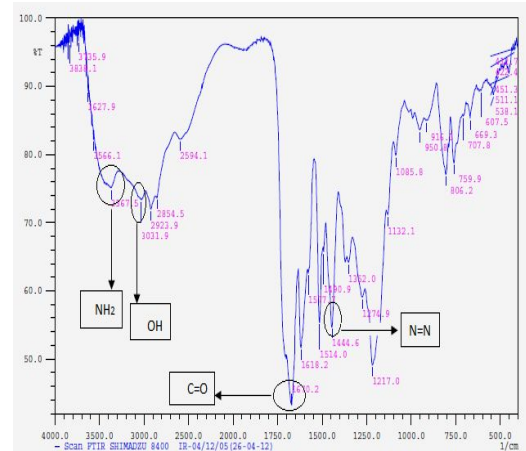


Gambar 3. Mekanisme pelepasan Pb dari IIP

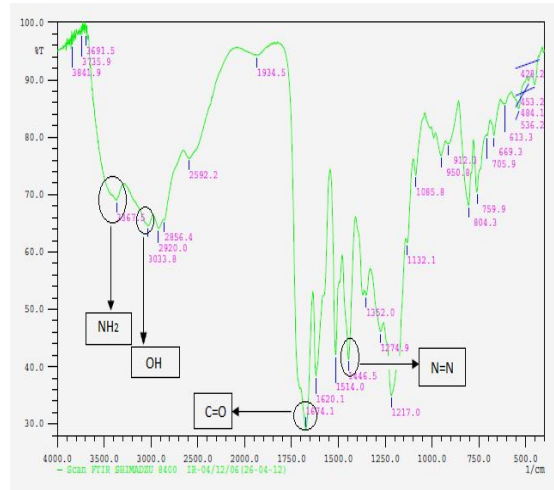
Hasil IIP yang telah didesorpsi oleh EDTA menghasilkan cetakan untuk ion Pb(II). Hal tersebut digambarkan dengan baik di gambar 3, dimana cetakan tersebut digambarkan dengan adanya bagian lingkaran kosong. Ikatan antara polimer dengan logam adalah ikatan kovalen koordinasi. Ligan dari 4-(2-Pyridilazo) resorcinol (PAR) bertindak sebagai ligan tridentat yang mengikat logam Pb(II) dan monodentat dari dari asam antranilat-antranilat. Selain itu juga dihasilkan jembatan -CH<sub>2</sub> yang memiliki ukuran pori besar dan Pb(II) tidak hanya menempel pada permukaan tapi benar-benar terjebak pada kopolimer ini dan terbentuk cetakan.

Adsorben yang sudah mempunyai cetakan yang memiliki efek memori terhadap interaksi ion logam, geometri koordinasi, bilangan koordinasi, muatan dan juga ukuran ion logam Pb(II) maka analit yang mengandung Pb(II) dengan mudah terkonsentrasi di adsorben. Meskipun komponen matriks mungkin juga tertahan oleh adsorben padat, namun beberapa dari matriks tidak tertahan, sehingga memungkinkan terjadi pemurnian (pemisahan matriks) dari adsorben. Hasil dari pemurnian tersebut dapat meningkatkan konsentrasi analit yang diinginkan sehingga bisa disebut peningkatan konsentrasi atau prakonsentrasi.

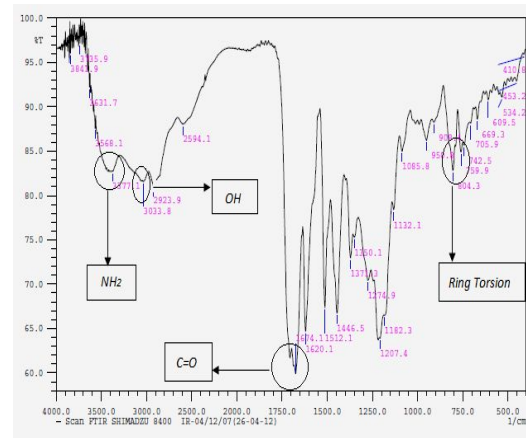
Untuk hasil sintesis dari NIP yaitu berupa padatan berwarna oranye. Kopolimer asam antranilat, asam salisilat dan formaldehida ini merupakan reaksi polimerisasi kondensasi karena melepas molekul air dalam sintesisnya. Hasil sintesis dari IIP, NIP dan IP setelah desorpsi kemudian dikarakterisasi gugus fungsi yang terbentuk dengan FTIR (Gambar 4, 5, dan 6).



Gambar 4. Spektrum IR IIP



Gambar 5. Spektrum IR IIP setelah desorpsi



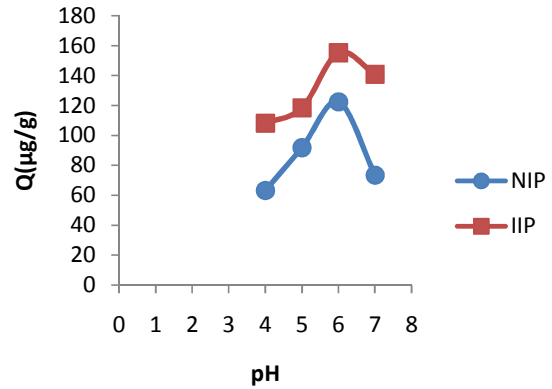
Gambar 6. Spektrum IR NIP

Spektrum IR untuk IIP yang masih mengikat ion Pb(II) menunjukkan beberapa gugus fungsi penting yang mampu membuktikan bahwa *Pb-imprinted polymer* (Pb-IP) yang diinginkan sudah terbentuk. Untuk polimer sebelum dan sesudah desorpsi oleh EDTA terjadi pergeseran puncak untuk ikatan  $-C=O$  dari sekitar  $1670\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $1674\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini bisa dilihat dengan melihat dan menganalisa struktur Pb-IP pada Gambar 2, Pb berikatan dengan atom oksigen dari gugus karbonil. Sehingga desorpsi dengan larutan EDTA menyebabkan puncak untuk gugus karbonil ini berubah. Perubahan yang kedua pada daerah puncak untuk  $-OH\text{-stretching}$   $3031\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $3033\text{ cm}^{-1}$ . Perubahan ini mengindikasikan gugus  $-OH$  fenolik. Untuk spektrum polimer yang tidak mengandung Pb, puncak ini tetap akan tetapi pitanya lebih tajam karena atom O sudah tidak mengikat Pb lagi. Selain itu untuk IIP yang sudah didesorpsi menghasilkan spektrum dengan puncak yang lebih tajam, sedikit *noise*, dan tidak ada pita yang bertumpang tindih. Sedangkan hasil spektrum IR untuk NIP tidak berbeda dengan Pb-IP untuk beberapa bilangan gelombang karena Pb-IP merupakan NIP yang ditambahkan kompleks Pb(II)-PAR.

Untuk cincin aromatik pada umum dan khususnya pada daerah sidik jari asam salisilat ada puncak yang khas yang tajam yaitu pada panjang gelombang  $787\text{ cm}^{-1}$  dan  $698\text{ cm}^{-1}$ . Kedua puncak tajam yang khas ini disebut *ring torsion*. Puncak ini mengidentifikasi cincin benzena yang tersubstitusi. Semakin banyak cincin benzena yang tersubstitusi maka puncak pada panjang gelombang  $698\text{ cm}^{-1}$  dan puncak pada panjang gelombang  $787\text{ cm}^{-1}$  akan bergeser ke panjang gelombang yang lebih besar atau bahkan hilang. Pada spektrum IR untuk NIP puncak pada panjang gelombang  $698\text{ cm}^{-1}$  hilang dan puncak pada panjang gelombang  $787\text{ cm}^{-1}$  bergeser ke bilangan gelombang lebih besar menjadi  $804\text{ cm}^{-1}$  dan intensitasnya menurun. Pada NIP, cincin benzena lebih banyak tersubstitusi dibandingkan pada asam salisilat. Pergeseran bilangan gelombang ini cukup baik menunjukkan polimerisasi asam antranilat, asam salisilat dengan formaldehida sudah berhasil dilakukan.

### 3.2. Pengaruh pH terhadap Retensi Pb(II)

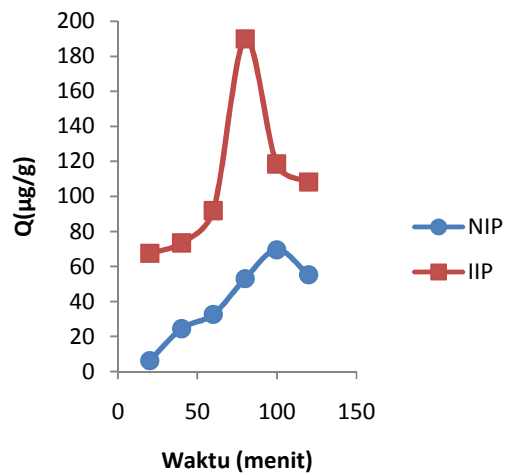
Dari hasil penelitian terlihat bahwa pH yang meretensi Pb(II) secara maksimum pada NIP dan IIP adalah pada pH 6. Kurva antara pH terhadap kapasitas penyerapan Pb(II) ( $\mu\text{g/g}$ ) dapat dilihat pada Gambar 7. Kapasitas adsorpsi Pb(II) meningkat seiring dengan meningkatnya pH. Pada larutan dengan pH asam terutama di bawah pH 4, adsorpsi sangat rendah. Hal ini terjadi karena saat polimer meretensi ion Pb(II) terjadi kompetisi dengan ion  $\text{H}_3\text{O}^+$  dalam konsentrasi yang besar. Pada pH 7 nilai retensi menurun karena mulai terbentuk hidroksida dari Pb yaitu  $\text{Pb}(\text{OH})_2$ .  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  memiliki nilai kelarutan yang rendah dengan  $K_{sp} = 3 \times 10^{-6}$ , hal ini mengurangi jumlah Pb(II) ada dalam larutan.



Gambar 7. Penentuan pH optimum

### 3.3. Pengaruh Waktu Kontak terhadap Retensi Pb(II)

Penentuan waktu kontak dilakukan untuk mengetahui waktu polimer dalam meretensi logam Pb(II) ( $\mu\text{g/g}$ ) secara maksimal. Gambar 8 menunjukkan hubungan antara pengaruh waktu kontak terhadap retensi Pb(II). Untuk IIP waktu kontak optimumnya yaitu 80 menit sedangkan NIP 100 menit. Retensi yang dilakukan oleh IIP terhadap Pb(II) lebih cepat dibandingkan NIP yang cenderung meretensi Pb(II) secara perlahan. Hal tersebut, dikarenakan IIP memiliki sisi aktif pada permukaan adsorben IIP yang mempunyai cetakan untuk ion logam membantu proses adsorpsi sehingga kinetika transfer massa berlangsung cepat. Pada akhirnya, setelah waktu optimum nilai kapasitas adsorpsi cenderung tetap karena polimer sudah jenuh dengan Pb(II).

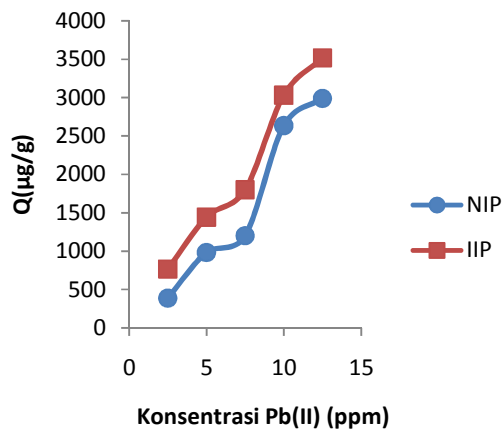


Gambar 8. Penentuan waktu kontak optimum



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

Kapasitas retensi polimer (IIP dan NIP) adalah ukuran kemampuan resin tersebut untuk meretensi Pb(II). Gambar 9 menunjukkan jumlah ion Pb(II) yang diadsorpsi per satuan massa IIP dan NIP meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi awal Pb(II). Pada metode *batch* dilakukan variasi konsentrasi larutan standar Pb(II) 2,5 ppm sampai 12,5 ppm. Kapasitas adsorpsi pada 12,5 ppm Pb(II) untuk IIP 3515  $\mu\text{g/g}$  dan untuk NIP 2290  $\mu\text{g/g}$ . Polimer masih dapat meretensi Pb(II) sampai konsentrasi 12,5 ppm, kapasitas retensinya akan terus mengalami peningkatan sehingga diperoleh kapasitas optimum yang merupakan kondisi jenuh polimer dalam meretensi logam Pb(II). Kapasitas adsorpsi IIP lebih besar karena setelah ion Pb(II) dilepaskan dari IIP, terbentuk rongga dan juga cetakan ion yang ukuran dan koordinasi geometrinya sesuai untuk ion Pb(II). Sedangkan dalam NIP, gugus-gugus fungsi dalam polimernya memiliki distribusi yang acak sehingga tidak menghasilkan afinitas pengikatan yang spesifik.



Gambar 9. Kurva kapasitas adsorpsi

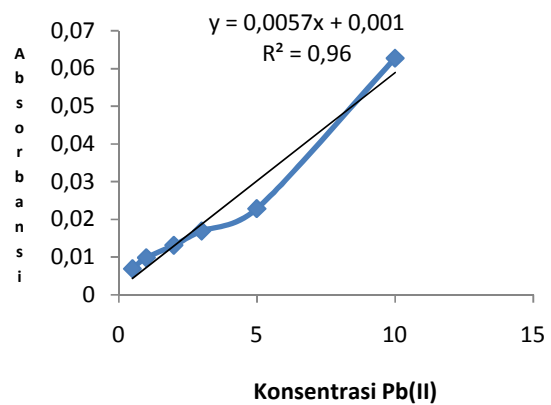
### 3.5. Adsorpsi dan Desorpsi

Ion Pb(II) yang diadsorpsi oleh IIP didesorpsi lagi dengan menggunakan EDTA 0,05 M. Desorpsi maksimum ditentukan selama rentang waktu 80 menit. Perlakuan tersebut, untuk menentukan bahwa Pb-IIP ini dapat digunakan beberapa kali, adsorpsi dan desorpsi Pb(II) diulang tiga kali. Rata-rata hasil % perolehan kembali diperoleh 97,824 % dengan menggunakan *imprinted polimer* yang sama. Nilai % perolehan kembali tersebut sangat tinggi yang menunjukkan bahwa polimer ini bisa digunakan berkali-kali dan beregenerasi tinggi.

### 3.6. Prakonsentrasi dan Aplikasi pada Sampel Lingkungan

Di dalam air limbah baik dari hasil kegiatan industri maupun rumah tangga biasa ditemukan dengan konsentrasi timbal yang sangat rendah sehingga diperlukan metode prakonsentrasi. Prakonsentrasi dimaksudkan tidak hanya untuk menaikkan konsentrasi analit tetapi juga menyederhanakan matriks dalam sampel. Oleh karena itu pengayaan dari faktor prakonsentrasi juga perlu diamati.

Sampel yang diukur dengan AAS tanpa prakonsentrasi tidak masuk dalam rentang kurva kalibrasi yang dibuat yaitu dari 1 ppm sampai 10 ppm. Setelah dikontakkan dengan IIP lalu dielusi dengan EDTA 0,05 M dengan volume yang lebih kecil dari volume awal, diperoleh hasil bahwa sampel terdeteksi dan masuk pada rentang kurva kalibrasi yang dibuat. Faktor pengayaan yang diperoleh adalah 44 kali. Dari kurva kalibrasi pada gambar 10 diperoleh persamaan garis  $y = 0,0055x + 0,001$  dengan  $r^2 = 0,939$ . Absorbansi sampel kemudian diinterpolasi ke persamaan garis kurva kalibrasi standar Pb(II). Dari hasil perhitungan yang dapat dilihat pada lampiran K diperoleh bahwa konsentrasi Pb(II) dalam sampel air sungai Pesantren Aljawami Cileunyi adalah 0,07 ppm. Kadar ambang batas logam timbal yang ditentukan oleh WHO dan FAO adalah 2 ppm sedangkan yang ditentukan oleh DEPKES RI adalah 4 ppm. Dari data tersebut menunjukkan bahwa kadar Pb(II) air sungai Pesantren Aljawami Cileunyi masih aman karena berada dibawah ambang batas yang ditentukan.



Gambar 10. Konsentrasi Pb(II) terhadap absorbansi

Selain menentukan faktor prakonsentrasi pengayaan dari prakonsentrasi lainnya yaitu dengan menentukan % recovery ini untuk mengetahui seberapa baik teknik prakonsentrasi tersebut dapat digunakan. Persen perolehan kembali ini dihitung dengan metode *spike*, nilai konsentrasi ion Pb(II) terukur dibandingkan dengan konsentrasi Pb(II) terhitung. Nilai % *recovery* yang baik berkisar pada  $100 \pm 5$  %. Dari perhitungan diperoleh hasil % *recovery* sebesar 96,77 % yang menunjukkan bahwa akurasi metode yang dikembangkan ini cukup baik dan matriks sampel air sungai ini tidak mempengaruhi hasil pengukuran.

## 4. Kesimpulan

Metode prakonsentrasi dan ekstraksi fasa padat dengan menggunakan *ion imprinted polymers* dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi ion Pb(II) dalam jumlah renik pada sampel air sungai. Sampel air sungai Cileunyi tanpa prakonsentrasi konsentrasi Pb(II) yang ditemukan adalah 0,07 ppm, sedangkan dengan prakonsentrasi diperoleh faktor pengayaan 44 kali sehingga konsentrasi

Pb(II) yang ditemukan meningkat menjadi 0,96 dengan persen perolehan kembali 96,77 %. Selain itu, dari hasil adsorpsi dan desorpsi Pb-IP pada Pb(II) menunjukkan persen perolehan rata-rata > 97 %. Dengan hasil percobaan tersebut, Pb(II)-*imprinted polymer* (Pb-IP) terbukti sebagai material yang fungsional dengan memiliki kinerja, tingkat selektivitas, beregenerasi tinggi, dan matriks sampel air sungai ini tidak mempengaruhi hasil pengukuran.

### Ucapan Terima Kasih

Terima kasih penulis ucapkan kepada Meyliana Wulandari dan dosen-dosen Kimia Fakultas Sains UIN Sunan Gunung Djati Bandung lainnya yang telah membantu dan membimbing penulis.

### Daftar Pustaka

- Ahamed, M. A Riswan, et.al. (2010), Synthesis, Characterization, Metal Ion Binding Capacities and Applications of a Terpolymer Resin of Anthranilic acid/Salicylic acid/Formaldehyde. *Iranian Polymer Journal*, **19** (8), 2010, 635-646.
- Canel, V., 2003, Solid Phase Extraction of Trace Elements, *Spectrochim. Acta B*, **53**, 1177-1233.
- Corsini, A., A. Chiang, and R. D. Fruscia, 1982, Direct Preconcentration of Trace Elements in Aqueous Solution on Macroreticular Acrylic Ester Resin, *Anal. Chem.*, **54**, 1433-1435.
- Ferenc, A. Żwir dan M. Biziuk (2006) : Solid Phase Extraction Technique –Trends, Opportunities and Applications Review, *Polish J. of Environ. Study*, **15**,677-690
- Ishom. (2011), Adsorpsi logam Pb. Tersedia di <http://ishomkimia07.blogspot.com/2011/03/adsorpsi-logam-pb.html>. Diakses tanggal 18 Oktober 2011.
- Jadid, A.P. et.al. (2008), Preconcentration of Copper with Solid Phase Extraction and its Determination by Flame Atomic Absorption Spectrometry, *E- Journal of Chemistry*, **5**, 878-883.
- Khasanah, D. R. (2006), Studi Penggunaan Na<sub>2</sub>edta dalam Desorpsi Ion Logam Kobalt (II) pada Kitin Terdeasetilasi dari Limbah Cangkang Kepiting Hijau (*Scylla Serrata*) dalam Medium Air, Tugas Akhir Program Strata I, Universitas Negeri Semarang, 18-19.
- Koester, C. J. and A. Moulik, 2005, Trends in Environmental Analysis, *Analyst*, **126**, 933-937.
- Lead Initials. Tersedia di <http://www.webelements.com/lead/>. Diakses tanggal 15 November 2011.
- Mallapiang, Fatmawaty. (2009), Pencemaran Pb dan Dampaknya pada Kesehatan Kerja. Tersedia di <http://jurnalhipotesis.blogspot.com/2009/12/pencemaran-pb-dan-dampaknya-pada.html>. Diakses tanggal 28 November 2011.
- Marcott, C. (1986), *Material Characterization Hand Book vol 10: Infrared Spektroskopi*, ASM International, Amerika.
- Marsita, Lia. (2011), Sintesis Pb(II)-Imprinted Polymer (Pb-IP) Untuk Ekstraksi Fasa Padat Dan Prakonsentrasi Pb(II), Tesis Program Master, Institut Teknologi Bandung, 17-19.
- POM. Tersedia di <http://www.pom.go.id/public/siker/desc/produk/Timbal.pdf>.
- Imprinted Polymers-Novel Materials for Selective Recognition of Inorganics Review, *Analytical Chimica Acta*, **578**, 105-116R.
- Riley, J. P. and D. Taylor, 1968, Chelating Resin for the Concentration of Trace Element From Sea Water and Their Analytical Use in Conjunction with Atomic Absorption Spectrophotometry, *Anal. Chim. Acta.*, **40**, 479-485.
- Shibata, S. (1972), *Chelates in analytical chemistry*. New York, Marcel Dekker, 4:207.
- Singh, D.K., Shraddha Mishra., (2009), Synthesis of a New Cu(II)-Ion Imprinted Polymers for Solid Phase Extraction and Preconcentration of Cu(II), *Chromatographia*, **70**, 1539-1545.
- Supratman, Unang. (2010), Elusidasi Struktur Senyawa Organik - Metode Spektroskopi Untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik. Bandung: Widya Padjadjaran.
- Wan, C., S. Chiang, and A. Corsini, 1985, Two-column Method for Preconcentration of Trace Metals in Natural Water on Acrylate Resin, *Anal.Chem.*, **57**, 719-713
- WHO. (1980), *Recommended Health Based Limit In Occupational Exposure to Heavy Metal*, Technical Report Series No.647. Geneva.
- Yusof, Nor Azah. et.al. (2010), Synthesis and Characterization of a Molecularly Imprinted Polymer for Pb<sup>2+</sup> Uptake Using 2-vinylpyridine as the Complexing Monomer. *Sains Malaysiana* **39**(5), 829–835.
- Zhu, Xiangbing. et. al. (2009), Selective solid-phase extraction of lead(II) from biological and natural water samples using surface-grafted lead(II)imprinted polymers. *Microchim Acta* **164**, 125–132.