

**PENGEMBANGAN METODE ANALISIS ION Ni^{2+} DAN Co^{2+} DENGAN
OKSIN SEBAGAI PENGOMPLEKS MENGGUNAKAN HPLC**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh Gelar Sarjana Sains



MEGA PURNAMA SARI

1301829/2013

PROGRAM STUDI KIMIA

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI PADANG

2018

PERSETUJUAN SKRIPSI

PENGEMBANGAN METODE ANALISIS ION Ni^{2+} DAN Co^{2+} DENGAN
OKSIN SEBAGAI PENGOMPLEKS MENGGUNAKAN HPLC

Nama : Mega Purnama Sari
Nim : 1301829
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Februari 2018

Dosen Pembimbing I,



Budhi Oktavia, S.Si, M.Si, Ph.D
NIP. 19721024 199802 1 001

Dosen Pembimbing II,



Edi Nasra, S.Si, M.Si
NIP. 19810622 200312 1 001

HALAMAN PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan didepan Tim Penguji Skripsi
Program Studi Kimia Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

Judul : Pengembangan Metode Analisis Ion Ni^{2+} dan Co^{2+} dengan Oksin
sebagai Pengompleks Menggunakan HPLC
Nama : Mega Purnama Sari
NIM : 1301829
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

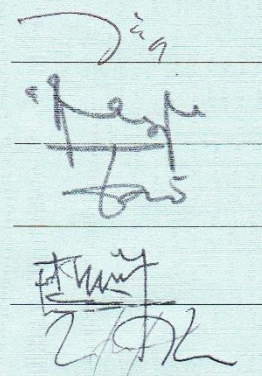
Padang, Februari 2018

Tim Penguji

Nama

Tanda Tangan

1. Ketua : Budhi Oktavia, S.Si, M.Si., Ph.D
2. Sekretaris : Edi Nasra, S.Si. M.Si
3. Anggota : Alizar, S.Pd, M.Sc., Ph.D
4. Anggota : Drs. Bahrizal, M.Si
5. Anggota : Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si., Ph.D



SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Mega Purnama Sari
TM/NIM : 2013/1301829
Tempat/Tanggal Lahir : Pekan Baru/13 Maret 1994
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : MIPA
Alamat : Jorong Pasaman Baru Kecamatan Pasaman Kabupaten
Pasaman Barat Sumatera Barat
No.HP/Telepon : 085274310538
Judul Skripsi : Pengembangan Metode Analisis Ion Ni^{2+} dan Co^{2+}
dengan Oksin sebagai Pengompleks Menggunakan
HPLC

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Karya tulis/skripsi ini adalah hasil dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademi (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.
2. Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.
3. Pada karya tulis/skripsi ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali tertulis dengan jelas dicantumkan pada daftar pustaka.
4. Karya tulis/skripsi ini sah apabila telah ditandatangan **Asli** oleh tim pembimbing dan tim penguji

Pernyataan ini saya buat dengan sungguh-sungguh dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidakbenaran di dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima **Sanksi Akademik** berupa pencabutan gelar akademik yang telah diperoleh karena karya tulis/skripsi ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi.

Padang, Februari 2018
Yang membuat pernyataan,



Mega Purnama Sari
NIM: 1301829

ABSTRAK

Mega Purnama Sari: Pengembangan Metode Analisis ion Ni^{2+} dan ion Co^{2+} dengan Oksin sebagai Pengompleks Menggunakan HPLC

Kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC) merupakan teknik pemisahan campuran berdasarkan perbedaan tingkat polaritas suatu senyawa. Ion Ni(II) dan ion Co(II) dapat membentuk kompleks dengan oksin sehingga dapat dideteksi menggunakan detektor UV-VIS pada HPLC. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks logam oksinat menggunakan HPLC. Hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa kompleks Ni(II)-Oksinat menghasilkan warna kuning yang memberikan absorbansi maksimum pada panjang gelombang 381 nm, waktu pengocokan optimum 15 menit, waktu kestabilan kompleks terjadi pada waktu ke-20 menit, pH 4, dan konsentrasi oksin optimum 0,1 M. Untuk senyawa kompleks Co(II)-Oksinat menghasilkan warna kuning yang memberikan absorbansi maksimum pada panjang gelombang 390 nm, waktu pengocokan optimum 15 menit, waktu kestabilan kompleks terjadi pada waktu ke-20 menit, pH 4, dan konsentrasi oksin maksimum 0,1 M. Hasil optimasi fasa gerak untuk analisa senyawa kompleks Ni(II)-Oksinat dan Co(II)-Oksinat menggunakan HPLC menunjukkan bahwa perbandingan fasa gerak ethanol:air 45:55 memberikan kromatogram terbaik dibandingkan variasi fasa gerak lainnya. Persamaan regresi untuk ion Ni(II) adalah $Y = 0,479x + 30,48$ dengan $R^2 = 0,960$. Persamaan regresi untuk ion Co(II) adalah $y = 9,390x - 32,71$ dengan $R^2 = 0,977$. Nilai LOD untuk ion Ni(II) adalah 0,72 ppm dan nilai LOQ adalah 2,4 ppm. Nilai LOD untuk ion Co(II) adalah 0,2 ppm dan nilai LOQ adalah 0,7 ppm.

Kata kunci: HPLC, Ion Ni(II), Ion Co(II), Oksin

KATA PENGANTAR

Puji dan Syukur penulis ucapkan kehadiran Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pengembangan Metode Analisis Ion Ni^{2+} dan Co^{2+} dengan Oksin Sebagai Pengompleks Menggunakan HPLC”**.

Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan kelulusan dalam rangka untuk memperoleh gelar strata satu pada Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang tulus kepada:

1. Bapak Budhi Oktavia, M.Si., Ph.D selaku pembimbing I dan penasehat akademik.
2. Bapak Edi Nasra, M.Si selaku pembimbing II.
3. Bapak Drs. Bahrizal, M.Si; Bapak Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D; Bapak Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D selaku dosen penguji.
4. Bapak Mawardi, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
5. Bapak Hary Sanjaya, M.Si selaku Ketua Prodi Kimia Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
6. Staf Akademik Jurusan kimia Universitas Negeri Padang.

7. Kedua Orang Tua penulis ,kakak dan adik tercinta yang telah memberikan doa dan semangat kepada penulis dalam melakukan setiap aktivitas penelitian.
8. Teman-teman kimia khususnya angkatan 2013.

Untuk kesempurnaan skripsi ini, maka dengan kerendahan hati penulis mengharapkan masukan dan saran yang membangun dari semua pihak. Atas masukan dan saran yang diberikan penulis haturkan terima kasih.

Padang, Januari 2017

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
KATA PENGANTAR	ii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	viii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	3
B. Batasan Masalah	3
C. Rumusan Masalah.....	4
D. Tujuan Penelitian	4
E. Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
A. Logam Nikel	5
B. Logam Kobalt	6
C. Oksin	8
D. High Performance Liquid Chromatography(HPLC)	10
BAB III METODE PENELITIAN.....	17
A. Waktu dan Tempat Penelitian.....	17
B. Jenis Penelitian.....	17
C. Alat dan Bahan.....	17
D. Prosedur Kerja	18
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	24
A. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks Logam Oksinat	24
B. Waktu Pengocokan Optimum Untuk Pembentukan Senyawa Kompleks Logam Oksinat.....	26
C. Optimasi Waktu Kestabilan Kompleks Logam Oksinat.....	27
D. Pengaruh pH pada Pembentukan Kompleks Logam Oksinat.....	28
E. Konsentrasi Oksin Optimum untuk Pembentukan Senyawa Kompleks Logam Oksinat.....	30
F. Kondisi Optimum Pemisahan Senyawa Kompleks Logam Oksinat Menggunakan HPLC(High Performance Liquid Cromatography)	31
G. Penentuan Kurva Regresi Linear Senyawa Kompleks Logam Oksinat..	34
H. Analisis Sampel Air Sungai dengan Menggunakan HPLC(High Performance Liquid Cromatography)	37
I. Penentuan LOD(Limit of Detection) dan LOQ(Limit of quantitaf)....	39

BAB V Kesimpulan dan Saran	40
A. Kesimpulan	40
B. Saran	40
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN	44

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur 8-hidroksi quinon	9
2. reaksi umum logam dengan oksin	9
3. Skema Intrumentasi HPLC	12
4. Kurva Hubungan Variasi Panjang Gelombang Senyawa Kompleks Logam -Oksinat Terhadap Nilai Absorbansi.....	24
5. Kurva Hubungan Variasi Panjang Gelombang Senyawa Kompleks Co -Oksinat Terhadap Nilai Absorbansi.....	25
6. Kurva Hubungan Variasi Waktu Pengocokan Terhadap Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Logam Oksinat	26
7. Kurva Hubungan Variasi Waktu Kestabilan Terhadap Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Logam Oksinat.....	27
8. Kurva Hubungan Variasi pH Terhadap Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Logam Oksinat	29
9. Kurva Hubungan Variasi Konsentrasi Oksin Terhadap Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Logam Oksinat	30
10. Kromatogram Senyawa Kompleks Ni(II)-Oksinat 20 ppm dengan Variasi Komposisi Fasa Gerak.....	31
11. Kromatogram Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat 20 ppm dengan Variasi Komposisi Fasa Gerak	33
12. Kromatogram larutan standar senyawa kompleks Ni(II)-Oksinat. Laju alir 0.3 mL/menit, $\lambda=400$ nm, kolom ODS C18	35
13. Kurva kalibrasi larutan standar senyawa kompleks Ni(II)-Oksinat. Laju alir 0.3 mL/menit, $\lambda=400$ nm, kolom ODS C18	35
14. Kromatogram larutan standar senyawa kompleks Co(II)-Oksinat. Laju alir 0.3 mL/menit, $\lambda=400$ nm, kolom ODS C18	36
15. Kurva kalibrasi larutan standar senyawa kompleks Co(II)-Oksinat. Laju alir 0.3 mL/menit, $\lambda=400$ nm, kolom ODS C18,	36
16. Kromatogram sampel dengan fasa gerak ethanol:air 45:55, laju alir 0,3 mL/menit , kolom ODS C18.....	38

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1 . Data nilai absorbansi senyawa kompleks Ni(II)-Oksinat berdasarkan variasi waktu pengocokan	55
2. Data Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat Berdasarkan Variasi Waktu Pengocokan.....	56
3. Data Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Ni(II)-Oksinat Berdaasarkan Variasi Waktu Kestabilan	57
4. Data Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat Berdaasarkan Variasi Waktu Kestabilan.....	58
5. Data Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Ni(II)-Oksinat Berdasarkan Variasi pH Ion Ni(II).....	59
6. Data Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat Berdasarkan Variasi pH Ion Co(II).....	60
7. Data Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Ni(II)-Oksinat Berdaasarkan Variasi Konsentrasi Oksin	61
8. Data Nilai Absorbansi Senyawa Kompleks Ni(II)-Oksinat Berdaasarkan Variasi Konsentrasi Oksin	62
9. Data hasil Kuantitatif Kromatogram Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat	65
10. Data hasil Kuantitatif Kromatogram Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat	66

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema kerja secara umum.....	44
2. Perhitungan Pembuatan Larutan	46
3. Pembuatan Larutan.....	50
4. Penentuan Panjang Gelombang maksimum Senyawa Kompleks Ni(II)- Oksinat	53
5. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Senyawa Kompleks Co(II)- Oksinat	54
6. Penentuan Waktu Optimum Pengocokan Pada Pembentukan Senyawa Kompleks Ni(II)-Oksinat	55
7. Penentuan Waktu Optimum Pengocokan Pada Pembentukan Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat	56
8. Penentuan Waktu Kestabilan Kopleks Pada Pembentukan Senyawa Kompleks Ni(II)-Oksinat	57
9. Penentuan Waktu Kestabilan Kopleks Pada Pembentukan Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat	58
10. Penentuan pH Optimum Pada Pembentukan Senyawa Kompleks Ni(II)- Oksinat	59
11. Penentuan pH Optimum Pada Pembentukan Senyawa Kompleks Co(II)- Oksinat	60
12. Penentuan Konsentrasi Oksin Optimum Pada Pembentukan Senyawa Kompleks Ni(II)-Oksinat	61
13. Penentuan Konsentrasi Oksin Optimum Pada Pembentukan Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat	62
14. Penentuan Fasa gerak Optimum dari Larutan Standar Senyawa Kompleks Ni(II)-Oksinat Menggunakan HPLC(High Performance Liquid Chromatography)	63
15. Penentuan Fasa gerak Optimum dari Larutan Standar Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat Menggunakan HPLC(High Performance Liquid Chromatography)	64
16. Lampiran 16. Penentuan Kurva Regresi Optimum dari Larutan Standar Senyawa Kompleks Ni (II)-Oksinat Menggunakan HPLC(High Performance Liquid Chromatography)	65

17. Penentuan Kurva Regresi Optimum dari Larutan Standar Senyawa Kompleks Co(II)-Oksinat Menggunakan HPLC(High Performance Liquid Chromatography)	66
18. Penentuan Kadar Ion Ni(II) dan Ion Co(II) pada air sungai Menggunakan HPLC(High Performance Liquid Chromatography).....	67
19. Penentuan Nilai LOD dan LOQ Ion Ni(II)	68
20. Penentuan Nilai LOD dan LOQ Ion Co(II).....	69
21. Dokumentasi Hasil Penelitian	70

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Penggunaan logam berat yang tidak terkendali memberi peluang terakumulasinya logam berat tersebut dalam lingkungan. Keberadaan logam berat di lingkungan berasal dari berbagai sumber, antara lain dari kegiatan pertambangan, rumah tangga, limbah pertanian dan buangan industri. Dari keempat jenis limbah tersebut, limbah yang umumnya paling banyak mengandung logam berat adalah limbah industri (Rochyatun, dkk, 2006). Logam berat tersebut dapat masuk ke dalam jaringan tanaman melalui akar dan stomata daun, selanjutnya akan masuk kedalam siklus rantai makanan. (Alloway. 1990).

Logam berat dapat memberikan efek langsung apabila terakumulasi pada rantai makanan walaupun pada konsentrasi yang sangat rendah. Beberapa logam berat yang dapat mencemari lingkungan dan bersifat toksik adalah krom (Cr), perak (Ag), kadmium (Cd), timbal (Pb), seng (Zn), merkuri (Hg), tembaga (Cu), besi (Fe), molibdat (Mo), nikel (Ni), timah (Sn), kobalt (Co) dan unsur-unsur yang termasuk ke dalam logam ringan seperti arsen (As), aluminium (Al) dan selenium (Se). (Purwaningsih, Diah. 2009)

Logam berat yang mencemari lingkungan diantaranya adalah nikel dan kobalt. Nikel merupakan salah satu jenis logam berat dan memiliki sifat toksik. Pada konsentrasi toksik, nikel dapat meracuni darah, mengganggu sistem pernafasan, merusak jaringan, selaput lendir, dan mengubah sistem sel

kromosom. Oleh karena itu sejak tahun 2006, masyarakat Uni Eropa telah mengusulkan ke WTO untuk menetapkan nikel sebagai *dangerous substances*. Sementara itu, berkaitan dengan sifat toksik yang dimiliki oleh logam berat nikel, Pemerintah Indonesia melalui Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 03 Tahun 2010 telah menetapkan ambang batas konsentrasi nikel pada kawasan industri adalah 0,5 ppm. (Sabilu, Kadir.2010). Sedangkanefektoksisitas keracunan kobalt (Co) dapat menyebabkan kelainan pada jantung seperti gagal jantung, dan naiknya tekanan darah.(Murniasih,Sri dan Agus.2013).Menurut kementerian KLH nilai ambang batas untuk logam kobalt adalah 0,2 ppm. (Sabilu, Kadir. 2010).

Oksin(8- hidroksi quinolin) adalah salah satu pereaksi organik yang berperan sebagai pengomplek yang digunakan dalam ekstraksi. Hampir 32 jenis logam dapat bereaksi dengan oksin membentuk kompleks logam-logam oksinat yang larut dalam kloroform.(Devita,Liza.2012).Walaupun oksin hampir bereaksi dengan semua ion logam akan tetapi reaksinya tidak spesifik. Reaksinya dapat dijadikan spesifik untuk logam dengan cara penambahan konsentrasi oksin yang tepat, dan pengaturan pH. Selain pemisahan logam(kation),oksin juga dapat dapat digunakan untuk pemisahan anion. Kation yang dipisahkan membentuk kompleks dengan oksin dalam pelarut organik sedangkan anion terpisah dan berada dalam pelarut air. (Tetra, Olly Norita. 2007)

Pada penelitian ini dipilih metode analisis kuantitatif yaitu metode kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC). Pemilihan teknik ini didasarkan pada

kemampuannya untuk melakukan pendeteksian secara simultan, mudah dalam pengoperasian, mempunyai kecepatan analisis dan akurasi yang cukup tinggi serta memiliki kolom pemisah yang cukup stabil sehingga dapat digunakan kembali. (Ardianingsih, Retno. 2009).

Pada kromatografi, kolom merupakan jantung kromatografi. Pemisahan sesungguhnya komponen cuplikan terjadi didalam kolom. Karena itu, keberhasilan atau kegagalan suatu pemisahan sebagian besar bergantung pada pemilihan kolom. (McNair dan Bonelli. 1988).

Pemilihan kolom merupakan langkah yang pertama dan utama untuk menggunakan kromatografi. Kolom HPLC yang digunakan dalam penelitian ini adalah kolom ODS C18. Kolom ODS C-18 yang bertindak sebagai fasa diam bersifat non polar sehingga eluen yang digunakan harus bersifat lebih polar dari fasa diam yang digunakan. Hal ini lebih dikenal dengan HPLC fasa terbalik. Berdasarkan permasalahan yang telah diuraikan di atas, maka penulis tertarik untuk penelitian mengenai pengembangan metode analisis ion Ni^{2+} dan Co^{2+} dengan oksin sebagai pengomplek menggunakan HPLC.

B. Batasan Masalah

Agar penelitian ini lebih terarah, maka dibatasi sebagai berikut:

1. Ion logam yang dianalisa adalah Ni^{2+} dan Co^{2+} dengan menggunakan ligan oksin sebagai pengompleks.
2. Analisa dilakukan dengan variasi waktu pengocokan, waktu kestabilan kompleks, pH, konsentrasi oksin, dan eluen yang digunakan .

3. Analisa dilakukan dengan menggunakan kolom ODS C-18 dengan metode HPLC.

C. Rumusan masalah

Adapun rumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Bagaimana kondisi optimum pembentukan kompleks ion Ni(II) dan ion Co(II) dengan ligan oksin?
2. Bagaimana kondisi optimum analisa kompleks ion Ni(II) dan ion Co(II) dengan oksin menggunakan metode HPLC?

D. Tujuan penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Menentukan kondisi optimum pembentukan kompleks ion nikel dan ion kobalt dengan oksin.
2. Menentukan kondisi optimum untuk analisa kompleks ion nikel dan kobalt dengan oksin menggunakan metode HPLC?

3. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Memberikan informasi mengenai kondisi optimum pembentukan kompleks ion nikel dan kobalt dengan oksin.
2. Memberikan informasi mengenai kondisi optimum untuk analisa kompleks ion nikel dan kobalt dengan oksin menggunakan metode HPLC.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Logam Nikel (Ni)

Nikel terletak dalam tabel periodik yang memiliki simbol Ni dengan nomor atom 28. Nikel merupakan unsur logam transisi dengan nomor massa 58,71 yang terletak dalam golongan VIIIB periode 4 dengan konfigurasi elektron $[\text{Ar}] 3d^8 4s^2$. Pada umumnya tingkat oksidasi dari nikel adalah +2. Nikel pada tingkat oksidasi +3 hanya sedikit dikenal. Hidrat ion Ni^{2+} berwarna hijau dan garam-garam Ni^{2+} umumnya berwarna hijau dan biru (Heslop dan Robinson, 1960).

Nikel memiliki kepadatan spesifik $8,90 \text{ g/cm}^3$, titik leleh 1555°C , dan titik didih 2837°C . Nikel mempunyai sifat tahan karat. Dalam keadaan murni, nikel bersifat lembek, tetapi jika dipadukan dengan besi, krom, dan logam lainnya dapat membentuk baja tahan karat yang keras. Senyawa ion nikel (II) seperti nikel karbonat, nikel sulfida dan nikel oksida tidak larut dalam air, sedangkan nikel klorida dan nikel nitrat yang larut dalam air. Dalam sistem biologi, nikel terlarut dapat membentuk komponen yang kompleks dengan berbagai ligan dan berikatan dengan bahan organik. (Prasetya, A. 2004).

Nikel sangat tahan terhadap penyerapan udara dan air pada temperatur biasa berbentuk padat. Oleh sebab itu, nikel stabil pada suhu kamar dan sering digunakan sebagai pelapis pelindung. Logam ini bereaksi dengan O_2 membentuk nikel (II) oksida atau nikel oksida, NiO . Nikel larut lambat

dalam asam mineral encer seperti asam hidroksida encer atau asam sulfat encer. (Vogel, 1990).

Nikel terdapat dalam kombinasi dengan arsen, antimon, dan sulfur seperti alam millerite, NiS dan dalam garnierit, suatu silikat magnesium dalam berbagai komposisi. Nikel juga ditemukan beraleasi dengan besi dalam meteor. Nikel biasanya dimurnikan dengan elektroposisi, namun beberapa nikel tidak murni pada temperatur 50°C dan tekanan biasa atau anyaman nikel tembaga dalam keadaan yang lebih kuat, menghasilkan Ni(CO)_4 yang mudah menguap. Logam Ni dalam kondisi termal pada temperatur 200°C dapat diperoleh kemurniannya 90-99 %. (Cotton dan Wilkinson, 1989).

Berdasarkan penelitian Jiri Stary (1962) nikel dapat direaksikan dengan oksin dalam kloroform membentuk senyawa kompleks nikel oksinat. Kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks nikel oksinat memiliki panjang gelombang maksimum pada 390 nm, terjadi pada pH 3 dengan konsentrasi oksin dalam kloroform 0,1 M.

B. Logam Kobalt

Logam kobalt merupakan unsur kimia yang memiliki lambang Co dan nomor atom 27 bersifat keras, rapuh dan berwarna metalik keabu-abuan. Logam ini memiliki berat jenis $8,9 \text{ g/cm}^3$ dan kelarutannya lambat dalam asam encer seperti HCl encer. Kobalt memiliki tingkat oksidasi antara lain kobalt (II) dan kobalt (III) namun keberadaannya di alam lebih sering ditemui logam kobalt dengan tingkat oksidasi dua. Hal ini dikarenakan kobalt (II) memiliki

kestabilan lebih tinggi untuk persenyawaannya di alam dibandingkan dengan kobalt(III). Logam kobalt banyak digunakan dalam industri sebagai bahan campuran pada pembuatan mesin pesawat, magnet, alat pemotong atau penggiling, pewarna kaca, keramik dan cat. (Cotton dan Wilkinson, 1989).

Kobalt dan senyawanya terdapat di alam melalui sumber alam dan aktivitas manusia. Kobalt secara alami terdapat di bebatuan, tanah, air, tanaman, dan hewan. Kobalt bisa terdapat dari limbah pembakaran kendaraan bermotor, pesawat, serta limbah dari industri logam keras. Kobalt tidak ditemukan sebagai logam bebas, tetapi biasanya ditemukan berupa bijih batuan. Kobalt pada umumnya ditambang sebagai hasil sampingan aktivitas penambangan nikel (Ni) dan kuprum (Cu). Bijih kobalt berupa *cobaltite*, *erythrite*, *glaucodot* dan *skutterudite*. Kobalt merupakan logam dengan jumlah yang relatif rendah yang biasanya terdapat bersamaan dengan bijih nikel (Ni), timbal (Pb), kuprum (Cu), perak (Ag), serta besi (Fe) yang dapat pula muncul bersamaan dengan mangan (Mn) atau arsen (As). (Widowati, Wahyu. 2008).

Logam kobalt adalah mikronutrien yang penting untuk manusia, hewan dan tumbuhan dan merupakan komponen dari cyanocobalamin atau vitamin B12. Konsentrasi kobalt yang terdapat pada permukaan air dan air tanah rendah sekitar $1 \mu\text{g L}^{-1}$ di daerah yang masih asli dan $1-10 \mu\text{g L}^{-1}$ di daerah berpenduduk. (Rojas, Carlos, dan Veronica Arancibia. 2012).

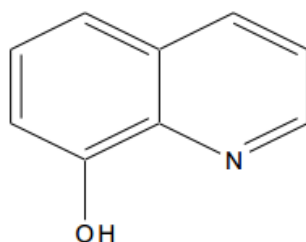
Berdasarkan penelitian Jiri Stary (1962) kobalt dapat direaksikan dengan oksin dalam kloroform membentuk senyawa kompleks kobalt oksinat. Kondisi

optimum pembentukan senyawa kompleks kobalt oksinat memiliki panjang gelombang maksimum 400 nm, dan terjadi pada pH 3 dengan konsentrasi oksin dalam kloroform 0,1 M.

C. Oksin

Oksin adalah senyawa yang mengandung gugus hidroksil dan atom nitrogensehingga mempunyai sifat amfoter, yaitu oksin dalam suasana asam bersifat sebagai basa dan dalam suasana basa bersifat sebagai asam (Vogel, 1988). Senyawa 8-hidroksi quinolin (oksin) merupakan ligan yang dapat digunakan sebagai reagen dalam ekstraksi pelarut untuk berbagai macam ion logam, yang selektivitasnya dapat ditingkatkan dengan memilih daerah pH yang sesuai.

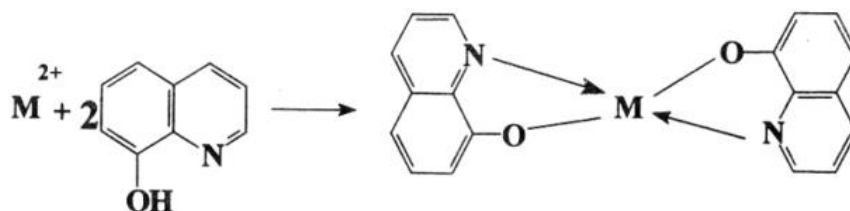
8-Hidroksi quinolin (oksin) adalah kristal putih sampai kuning pucat atau bubuk kristal yang tidak larut dalam air atau eter tetapi larut dalam etanol, aseton, kloroform, benzena, dan asam mineral berair. Oksin dengan mudah membentuk logam khelat yang stabil yang larut dalam pelarut organik tetapi tergantung pada pH larutan. 8-Hydroxyquinoline adalah Agen chelating bidentat dan telah digunakan untuk ekstraksi dan penentuan analisis ion logam karena kemampuannya untuk berkoordinasi dengan ion logam.. (Jado, Demelash, Khalid Siraj, and Nathan Meka. 2012) Struktur dari 8-hidroksi quinolin ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur 8-hidroksi quinolin. (Patel, *et all.*2012)

Oksin adalah salah satu pereaksi organik yang berperan sebagai pengomplek yang digunakan dalam ekstraksi. Hampir 32 jenis logam dapat bereaksi dengan oksin membentuk kompleks logam-logam oksinat yang larut dalam kloroform dan campuran aseton amil asetat. Kompleks logam oksinat yang dihasilkan dapat memberikan warna intensif yang berwarna kuning, tetapi reaksinya tidak selektif. Reaksi dapat dijadikan selektif dengan pengaturan pH larutan ion-ion logam yang akan diekstraksi dan penambahan konsentrasi oksin yang sesuai. (Devita, Liza. 2012)

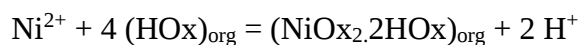
Oksin dapat bereaksi dengan logam membentuk kompleks logam-oksinat. Kompleks ini terbentuk melalui penggantian atom hidrogen pada gugus hidroksil oleh logam dan ikatan koordinasi atom nitrogen dengan logam tersebut membentuk senyawa cincin kelat yang tidak bermuatan. Reaksi umum pembentukan logam dengan oksin ditunjukkan pada Gambar 2 dibawah ini:



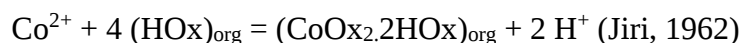
Gambar

2. Reaksi umum logam dengan oksin
(Shar, G.A dan G.A Soomro, 2005)

Reaksi yang terjadi pada pembentukan kompleks Ni-Oksinat sebagai berikut:



Untuk logam kobalt, kobalt (II) terekstraksi ke dalam fasa organik sebagai kompleks CoOx_2 . Reaksi yang terjadi antara logam kobalt dengan oksin sebagai berikut:



Oksin bisa berfungsi sebagai inhibitor korosi. Oksin bisa menghambat korosi secara efektif jika dilarutkan dengan aluminium di 3,5% larutan NaCl. (Liu, et. al, 2014) Oksin dan campuran kompleks logam juga berfungsi sebagai anti mikroba. Kompleks ini bisa menghambat pertumbuhan bakteri gram positif dan bakteri gram negatif. (Srisung, 2013). Selain itu, oksin juga memiliki sifat antibakteri, antivirus, imunopresif, analgesik, dan antiplasmodial. Karna mempunyai sifat diatas, oksin bisa dijadikan pengganti Aryl propanolamine sebagai agen antitubercular. (Surekha, et. al, 2014)

D. High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

1. Pengertian kromatografi

Kromatografi adalah suatu teknik pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kecepatan perambatan komponen dalam medium tertentu, istilah kromatografi berasal dari gabungan kata "chroma" (warna) dan "graphein" (menuliskan).

Prinsip pemisahan kromatografi yaitu adanya distribusi komponen-komponen dalam fase diam dan fase gerak berdasarkan perbedaan kepolaran komponen yang akan dipisahkan.

Kromatografi dapat digunakan untuk analisa kualitatif dan kuantitatif. Pada dasarnya semua cara kromatografi menggunakan dua fase yaitu fase diam (*stationer*) dan fase gerak (*mobile*). (Ardianingsih, Retno. 2009)

HPLC adalah teknik analisis yang banyak digunakan untuk identifikasi, pemisahan, deteksi dan kuantifikasi berbagai campuran. HPLC juga bisa untuk memisahkan berbagai macam obat-obatan menjadi komponen-komponen pembentuknya. (Rao, 2016)

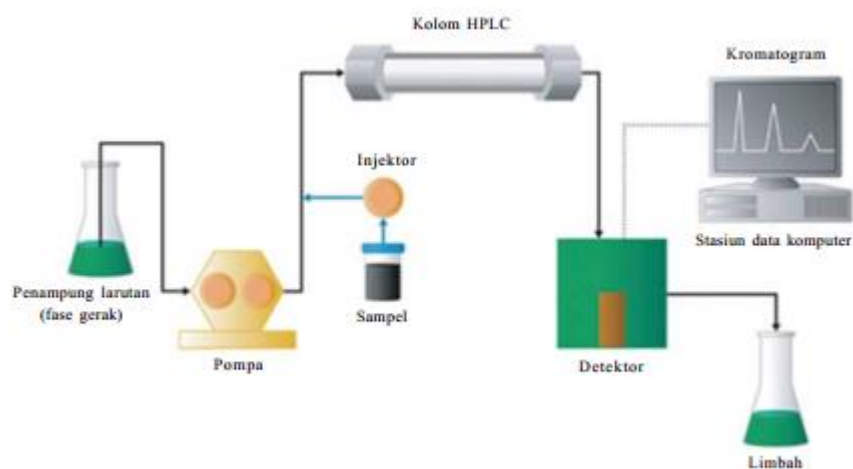
HPLC (*High Performance Liquid Chromatography*) adalah metode analisis yang banyak dilaporkan untuk analisis asam organik. Teknik HPLC dibedakan atas fase normal (menggunakan pelarut nonpolar sebagai fase gerak), fase terbalik (menggunakan pelarut polar sebagai fase gerak) dan penukar ion (menggunakan gradient konsentrasi ion dalam fase geraknya). (Sitti R. Limo, *et al.* 2015). HPLC adalah teknik pemisahan untuk senyawa organik nonvolatile, obat-obatan, metabolit atau residu toksik. (Shrivastava, Alankar *et al.*, 2012)

2. Prinsip kerja HPLC

Prinsip kerja HPLC adalah dengan bantuan pompa, fasa gerak cair dialirkan melalui kolom ke detektor, cuplikan dimasukan ke dalam fasa gerak dengan penyuntikan. Di dalam kolom terjadi pemisahan komponen-komponen campuran karena perbedaan kekuatan interaksi antara solut-solut

terhadap fasa diam. Zat yang kurang kuat berinteraksi dengan fasa diam akan keluar dari kolom terlebih dahulu, sebaliknya zat yang kuat interaksinya akan keluar lebih lama. Setiap komponen campuran yang keluar dideteksi oleh detektor. Kemudian direkam dalam bentuk kromatogram. (Hendayana, 2006).

3. Skema Instrument HPLC



Gambar 3. Skema instrumentasi HPLC (Anastasia, 2011)

4. Komponen dasar HPLC antara lain:

a. Wadah fase gerak

Wadah fase gerak harus bersih dan inert. Wadah fase gerak biasanya dapat menampung fase gerak antara 1 sampai 2 liter pelarut. Fase gerak sebelum digunakan harus disaring terlebih dahulu untuk menghindari partikel kecil. Selain itu, adanya gas dalam fase gerak juga harus dihilangkan sebab dengan adanya gas akan berkumpul dengan komponen lain terutama di pompa dan detektor sehingga akan mengacaukan analisis. (Rohman, 2009).

b. Pompa

Pompa dalam HPLC berfungsi untuk mengalirkan fase gerak cair melalui kolom yang berisi serbuk halus. Pompa yang digunakan dalam HPLC harus memenuhi persyaratan seperti menghasilkan tekanan sampai 600 psi, kecepatan alir berkisar antara 0,1-10 mL/menit dan bahan tahan korosi. (Johnson. 1991).

c. Injektor

Injektor merupakan tempat memasukan sampel dan suplikan yang akan dianalisa kedalam alat kromatografi. Untuk mendapatkan pemisahan yang sempurna, selain kolom yang baik juga ditentukan oleh banyaknya cuplikan yang dimasukan kedalam sistem injektor. Sampel-sampel cair dan larutan disuntikan secara langsung kedalam fasa gerak yang mengalir dibawah tekanan menuju kolom menggunakan alat penyuntik yang terbuat dari tembaga tahan karat dan katup teflon yang dilengkapi dengan keluk sampel (sampel loop) internal dan eksternal. (Rohman. 2009)

d. Kolom

Kolom merupakan jantung kromatografi. Keberhasilan atau kegagalan analisis bergantung pada pilihan kolom dan kondisi kerja yang tepat. Dianjurkan untuk memasang penyaring 2 μm di jalur antara penyuntik dan kolom, untuk menahan partikel yang dibawa fase gerak dan cuplikan. Hal ini dapat memperpanjang umur kolom.

e. Detektor

Detektor harus memberikan tanggapan pada cuplikan, tanggapan dapat diramal, peka, hasil yang efisien dan tidak terpengaruh perubahan suhu atau komposisi fasa gerak. Detektor yang dipakai pada HPLC biasanya adalah detektor UV-Vis 254 nm. Pemilihan detektor HPLC bergantung pada sifat sampel, fasa gerak dan kepekaan yang tinggi dicapai. Detektor UV terutama digunakan untuk pendeteksian senyawa-senyawa organik. Detektor UV dilengkapi dengan pengatur panjang gelombang sehingga panjang gelombang UV yang digunakan dapat sesuai dengan jenis cuplikan yang diukur. (Hendayana. 2006).

f. Perekam

Perekam merupakan salah satu dari bagian peralatan yang berfungsi untuk merekam atau menunjukkan hasil pemeriksaan suatu senyawa berupa kromatogram. Dari kromatogram tersebut secara kualitatif kita dapat menentukan atau mengetahui senyawa apa yang diperiksa berdasarkan waktu retensi dan secara kuantitatif kita dapat menghitung konsentrasi berdasarkan luas puncak.

5. Keuntungan HPLC antara lain:

a. Cepat

Waktu analisis umumnya kurang dari 1 jam. Banyak analisis yang dapat diselesaikan sekitar 15-30 menit.

b. Resolusi

Berbeda dengan Kromatografi Gas yang mempunyai dua fasa dimana interaksi selektif dapat terjadi. Pada Kromatografi Gas, gas yang mengalir sedikit berinteraksi dengan sampel; pemisahan terutama dicapai hanya dengan fasa diam. Kemampuan sampel berinteraksi secara selektif dengan fasa diam dan fasa gerak pada HPLC memberikan parameter tambahan untuk mencapai pemisahan yang diinginkan.

c. Sensitivitas Detektor

Detektor absorpsi UV yang biasa digunakan pada HPLC bisa mendeteksi kadar dalam jumlah nanogram (10^{-9} gram) dari bermacam-macam zat. Detektor-detektor fluoresensi dan Elektrokimia dapat mendeteksi jumlah sampai picogram (10^{-12} gram). Detektor-detektor seperti Spektrofotometer Massa, Indeks Refraksi, Radiometetri, dll dapat digunakan dalam HPLC.

d. Kolom yang dapat digunakan kembali

Berbeda dengan kolom kromatografi klasik, kolom HPLC dapat digunakan kembali (reusable). Banyak analisis yang bisa dilakukan dengan kolom yang sama, dari jenis sampel yang diinjeksi, kebersihan dari solven dan jenis solven yang digunakan.

e. Ideal untuk zat bermolekul besar dan berionik

Zat-zat yang bisa dianalisis dengan Kromatografi gas karena volatilitas rendah, biasanya diderivatisasi untuk menganalisis spesies ionik.

f. Mudah dalam pengumpulan sampel

Detektor yang digunakan dalam HPLC tidak menyebabkan kerusakan pada komponen sampel yang diperiksa, oleh karena itu komponen sampel tersebut dapat dengan mudah dikumpulkan setelah melewati detektor. Solvennya dapat dihilangkan dengan menguapkan kecuali untuk kromatografi penukar ion (Johnson, 1991)

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah diperoleh dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks Ni(II)-Oksinat didapat pada panjang gelombang 381 nm, waktu pengocokan optimum selama 20 menit, waktu kestabilan kompleks Ni(II)-Oksinat terbentuk pada menit ke 20, pH optimum yakni pH 4 dan konsentrasi optimum oksin 0,1 M.
2. Kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks Co(II)-Oksinat didapat pada panjang gelombang 380 nm, waktu pengocokan optimum selama 20 menit, waktu kestabilan kompleks Ni(II)-Oksinat terbentuk pada menit ke 20, pH optimum yakni pH 4 dan konsentrasi optimum oksin 0,1 M.
3. Fasa gerak optimum dalam analisis senyawa kompleks Ni(II)-Oksinat dan Co(II)-Oksinat menggunakan HPLC yakni pada fasa gerak ethanol:air dengan perbandingan 45:55 ,laju alir 0,3 mL/menit, kolom ODS C18 dengan volume injeksi 20 μ L

B. Saran

Bagi pembaca yang tertarik dengan penelitian ini, penulis menyarankan :

1. Penelitian lebih lanjut mengenai pengukuran senyawa kompleks logam oksinat menggunakan logam berat lainnya.
2. Penelitian lebih lanjut menggunakan variasi fasa gerak yang lainnya

DAFTAR PUSTAKA

- Alloway, B.J. 1990. *"Heavy Metal in Soils"*. New York: John Wiley and Sons inc.
- Anastasia, Yessi. 2011. "Teknik Analisis Residu Golongan Tetrasiklin Dalam Daging Ayam Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi". *Buletin teknik pertanian* vol.16, No.2. 2011: 68-73.
- Ardianingsih, Retno. 2009. "Penggunaan High Performance Liquid Chromatography (HPLC) Dalam Proses Analisa Deteksi Ion". *Berita Dirgantara* vol 10 No. 4: 101-104
- Cotton, F.A. dan G. Wilkinson. 1989. *"Kimia Anorganik Dasar"*. Penerjemah Sehati Suharto. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Dachriyanus. 2004. *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi*. Universitas Andalas : Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi dan Komunikasi (LPTIK)
- Devita, Liza. 2012. "Penggunaan Beberapa Pelarut Organik Dalam Ekstraksi Besi(III) Dengan Oksin Secara Ekstraksi Pelarut". *Jurnal Saintek*. Vol IV No. 2: 175-184
- Hendayana, Sumar. 2006. *"Kimia Pemisahan Metode Kromatografi dan Elektroforesis Modern"*. Bandung : PT Remaja Rosdakarya
- Heslop dan Robinson, 1960. *"Inorganic Chemistry"*. New York: Elsevier Publishing Company.
- Jado, Demelash, Khalid Siraj, and Nathan Meka. 2012. Electron Donor-Acceptor Interaction of 8-Hydroxyquinoline with Citric Acid in Different Solvents: Spectroscopic Studies. *Journal of Applied Chemistry*
- Johnson, Edward L dan Robert Stevenson. 1991. *"Dasar Kromatografi Cair"*. Bandung : ITB.
- Liu, Wanying, et. al . 2014. 8-Hydroxyquinoline as an Effective Corrosion Inhibitor for 7075 Aluminium Alloy in 3.5% NaCl Solution. *International Journal of Electrochemical Science*. Vol. 9 : 5574 – 5584
- McNair dan Bonelli. 1988. *"Dasar Kromatografi Gas"*. Bandung: ITB
- Murniasih, Sri dan Agus. 2013. "Evaluasi Hg, Cd, Co, Cr, Dan As Dalam Sampel Produk Agroindustri Berdasarkan Keputusan Bpom Dan Adi (Accept Daily Intake)". *J. Iptek Nuklir Ganendra* Vol. 16 No. 1 : 26 – 37
- Patel, et.al . 2012. The Metal Complexes of [5-(n-Butoxymethyl-8-Quinolinol) and 8-quinolinols] mixed Ligand: A New Transition metal Complexes with In-vitro antifungal activity. *International Journal for Pharmaceutical Research Scholars*. Vol 1: I-2