

**ANALISIS ION Cr(III) DAN ION Mn(II) MELALUI OPTIMASI
PEMBENTUKAN KOMPLEKS DENGAN OKSIN
MENGUNAKAN HIGH PERFORMANCE LIQUID
CHROMATOGRAPHY (HPLC)**

SKRIPSI

*Diajukan sebagai salah satu persyaratan guna memperoleh gelar
Sarjana Sains*



OLEH:

MUTIARA OKSYARNI

NIM. 15036010/2015

**PROGRAM STUDI KIMIA
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKAN DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
2019**

PERSETUJUAN SKRIPSI

ANALISIS ION Cr(III) DAN ION Mn(II) MELALUI OPTIMASI PEMBENTUKAN KOMPLEKS DENGAN OKSIN MENGUNAKAN HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC)

Nama : Mutiara Oksyarni
NIM/TM : 15036010/2015
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

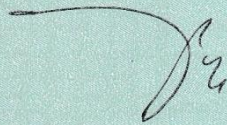
Padang, 15 Agustus 2019

Mengetahui:
Ketua Jurusan Kimia



Dr. Mawardi, M.Si.
NIP. 196111231989031002

Disetujui Oleh :
Pembimbing



Budhi Oktavia, M.Si, Ph.D
NIP. 197210241998031001

PENGESAHAN LULUS UJIAN SKRIPSI

Nama : Mutiara Oksyarni
NIM/TM : 15036010/2015
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

ANALISIS ION Cr(III) DAN ION Mn(II) MELALUI OPTIMASI PEMBENTUKAN KOMPLEKS DENGAN OKSIN MENGUNAKAN HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC)

Dinyatakan lulus setelah dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Negeri Padang

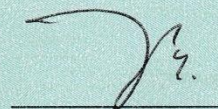
Padang, 15 Agustus 2019

Tim Penguji

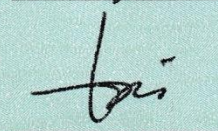
Nama

Tanda Tangan

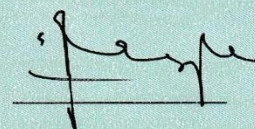
Ketua : Budhi Oktavia, M.Si, Ph.D



Anggota : Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D



Anggota : Edi Nasra, S.Si, M.Si



SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Mutiara Oksyarni
NIM/BP : 15036010/2015
Tempat/Tanggal Lahir : Manna/ 17 Oktober 1996
Program Studi : Kimia
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Alamat : Pasar Balai Limau Purut

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul **“Analisis Ion Cr(III) dan Ion Mn(II) Melalui Optimasi Pembentukan Kompleks Dengan Oksin Menggunakan High Performance Liquid Chromatography (HPLC)”** adalah benar merupakan hasil karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya, tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau dipublikasikan orang lain kecuali acuan atau kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang lazim. Apabila suatu saat nanti saya terbukti melakukan plagiat maka saya bersedia diproses dan menerima sanksi akademis maupun hukum sesuai dengan hukum negara yang berlaku, baik di Universitas Negeri Padang maupun masyarakat dan negara. Demikianlah pernyataan ini saya buat dengan penuh kesadaran dan rasa tanggung jawab sebagai anggota masyarakat ilmiah.

Padang, 15 Agustus 2019

Yang membuat pernyataan



Mutiara Oksyarni
NIM. 15036010

Analisis Ion Cr(III) Dan Ion Mn(II) Melalui Optimasi Pembentukan Kompleks Dengan Oksin Menggunakan High Performanceliquid Chromatography (HPLC)

Mutiara Oksyarni

ABSTRAK

Logam berat Cr dan Mn memiliki kelarutan yang tinggi di perairan dan dapat diserap oleh organisme hidup. Logam Cr dan Mn merupakan logam transisi block d yang memiliki kemampuan membentuk kompleks dengan ligan. Ligan pengompleks yang digunakan yaitu 8-hidroksikuinolin. Analisa kuantitatif logam dengan suatu pengompleks menggunakan HPLC dapat meningkatkan sensitivitas dan selektifitas dalam pemisahan ion logam. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat dan Mn(II)-Oksinat.

Penelitian ini dilakukan pada rentang panjang gelombang antara 370-500 nm; variasi waktu pengadukan 5, 10, 15, 20, 25 dan 30 menit; variasi pH dari 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8; variasi konsentrasi ion logam yaitu 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm; variasi waktu kestabilan kompleks mulai dari 0 hingga 60 menit dengan rentang waktu pengukuran 5 menit. Penentuan puncak pada HPLC dilakukan dengan variasi konsentrasi ion logam 25 dan 50 ppm.

Hasil penelitian Cr(III)-Oksinat dan Mn(II)-Oksinat memberikan absorbansi tertinggi pada panjang gelombang 380 nm, dengan waktu pengadukan 20 menit untuk Cr(III)-Oksinat pada pH 6, konsentrasi ion logam 20 ppm serta waktu mencapai kestabilan kompleks selama 40 menit. Waktu pengadukan Mn(II)-Oksinat adalah 15 menit, pada pH 4, dengan konsentrasi ion logam 15 ppm, dan mencapai waktu kestabilan kompleks selama 45 menit. Puncak Cr(III)-Oksinat 25 ppm muncul pada waktu retensi 2,5 dengan tinggi puncak -25,8 mAU dan 50 ppm muncul pada waktu retensi 2,6 menit dengan tinggi puncak -81,5 mAU. Puncak Mn(II)-Oksinat 25 ppm muncul pada waktu retensi 5,7 menit dengan tinggi puncak 137,6 mAU dan 50 ppm muncul pada waktu retensi 5,7 menit dengan tinggi puncak 149 mAU untuk 50 ppm. Fasa gerak yang digunakan oksin dalam etanol:air (50:50), laju alir 0.5mL/menit, kolom C18.

Kata Kunci : Cr(III), Mn(II), Oksin, HPLC

Analysis Of Cr(III) Ions And Mn(II) Ions Through Optimization Of Complex Formation With Oxine Using High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

Mutiara Oksyarni

ABSTRACT

Heavy metals Cr and Mn have high solubility in waters and can be absorbed by living organisms. Cr and Mn metals are block d transition metals which have the ability to form complexes with ligands. The complexing ligand used is 8-hydroxyquinolin. Quantitative metal analysis with a complex using HPLC can increase sensitivity and selectivity in metal ion separation. This study aims to obtain optimum conditions for the formation of Cr (III)-Oxinate and Mn(II)-Oxinate complexes.

This research was conducted in the wavelength range between 370-500 nm; variation of stirring time 5, 10, 15, 20, 25 and 30 minutes; pH variations of 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 and 8; variations in metal ion concentration are 5, 10, 15, 20 and 25 ppm; variation in complex stability time from 0 to 60 minutes with a measurement time of 5 minutes. Determination of the peak on HPLC was carried out with variations in metal ion concentrations of 25 and 50 ppm.

The results showed Cr(III)-Oxinate and Mn(II)-Oxinate give the highest absorbance at 380 nm wavelength, with stirring time of 20 minutes for Cr(III)-Oxinate at pH 6, concentration of metal ion 20 ppm and time to achieve stability complex for 40 minutes. The Mn(II)-Oxinate stirring time is 15 minutes, at pH 4, with concentration of metal ion 15 ppm, and time to achieve stability complex for 45 minutes. The Cr(III)-Oxinate 25 ppm peak appeared at a retention time of 2.5 with a peak height of -25.8 mAU and 50 ppm appeared at a retention time of 2.6 minutes with a peak height of -81.5 mAU. The Mn(II)-Oxinate peak of 25 ppm appeared at a retention time of 5.7 minutes with a peak height of 137.6 mAU and 5.7 minutes with a peak height of 149 mAU for 50 ppm. The mobile phase used by oxine in ethanol: water (50:50), flow rate 0.5 mL/min, column C18.

Keywords: Cr(III), Mn(II), Oxine, HPLC

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur kehadiran Allah SWT atas berkah, rahmat, dan hidayah-Nya yang senantiasa dilimpahkan kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Analisis Ion Cr(III) dan Ion Mn(II) Melalui Optimasi Pembentukan Kompleks Dengan Oksin Menggunakan High Performance Liquid Chromatography (HPLC)”**. Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan kelulusan dalam rangka memperoleh gelar sarjana S-1 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, karena itu penulis mengucapkan terima kasih terutama kepada:

1. Bapak Budhi Oktavia, M.Si, Ph.D selaku pembimbing sekaligus penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya skripsi ini.
2. Bapak Dr. Mawardi, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
3. Bapak Hary Sanjaya, S.Si, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Universitas Negeri Padang.
4. Bapak Alizar, S.Pd, M.Sc, Ph.D, bapak Edi Nasra, S.Si, M.Si dan bapak Umar Kalmar Nizar, M.Si, Ph.D selaku dosen pembahas skripsi.
5. Seluruh Staf Pengajar dan Tenaga Administrasi di Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.

6. Kedua Orang Tua penulis serta abg, bg lya, kakak, dan adek-adek tercinta yang telah memberikan semangat serta dorongan kepada penulis dalam melakukan setiap aktivitas penelitian
7. Teman-teman kimia tahun 2015 yang telah memberikan masukan dan dorongan kepada penulis dalam pembuatan proposal penelitian.

Sebagai ucapan terima kasih penulis, hanya do'a yang dapat penulis ucapkan atas segala sumbangsih dari pihak-pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini, semoga selalu dilimpahkan keberkahan oleh Allah SWT. Kesempurnaan hanya milik Allah, maka dari itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari semua pihak. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi pembaca dan terutama bagi penulis sendiri.

Padang, Agustus 2019

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR.....	vii
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang	1
B. Identifikasi Masalah	5
C. Batasan Masalah.....	5
D. Rumusan Masalah	6
E. Tujuan Penelitian.....	6
F. Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	8
A. Logam Berat.....	8
B. Kromium (Cr).....	9
C. Mangan (Mn).....	10
D. 8-Hidroksikuinolin (Oksin).....	12
E. Kompleks Khelat	13
F. High Performance Liquid Chromatography (HPLC)	15
1. Prinsip Kerja HPLC	16
2. Fasa Gerak	16
3. Fasa Diam	17
4. Instrumentasi HPLC.....	18
5. Waktu Retensi.....	20
6. Keunggulan HPLC	20
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	22
A. Waktu dan Tempat Penelitian	22

B. Variabel Penelitian	22
C. Alat dan Bahan	22
D. Prosedur Penelitian	23
1. Pembuatan Larutan Induk dan Pereaksi.....	23
2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Logam Oksinat	25
3. Penentuan Waktu Pengadukan Optimum Pembentukan Kompleks Logam Oksinat.....	25
4. Penentuan pH Optimum Pembentukan Kompleks Logam Oksinat....	25
5. Penentuan Konsentrasi Optimum Ion Logam Pembentukan Kompleks Logam Oksinat.....	26
6. Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks Logam Oksinat.....	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
A. Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Logam Oksinat.....	28
B. Pengaruh Waktu Pengadukan terhadap Kompleks Logam Oksinat.....	29
C. Pengaruh pH dalam Pembentukan Kompleks Logam Oksinat	30
D. Pengaruh Konsentrasi Ion Logam terhadap Kompleks Logam Oksinat...	32
E. Waktu Kestabilan Kompleks Logam Oksinat	33
F. Puncak Kompleks Logam Oksinat menggunakan HPLC.....	35
BAB V PENUTUP	38
A. Kesimpulan	38
B. Saran.....	39
DAFTAR PUSTAKA.....	40
LAMPIRAN.....	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur Oksin	12
2. Skema alat HPLC.....	18
3. Diagram Skematik Loop	19
4. Panjang gelombang maksimum kompleks Cr(III)-Oksinat dan Mn(II)-Oksinat.....	28
5. Waktu pengadukan optimum pembentukan kompleks Cr(III)-Oksinat dan Mn(II)-Oksinat	29
6. pH optimum kompleks Cr(III)-Oksinat dan Mn(II)-Oksinat.....	30
7. Konsentrasi optimum Cr(III)-Oksinat dan Mn(II)-Oksinat	32
8. Waktu kestabilan kompleks Cr(III)-Oksinat dan Mn(II)-Oksinat	34
9. Kromatogram Kompleks Cr(III)-Oksinat a) blanko; b) 25 ppm Cr ³⁺ ; c) 50 ppm Cr ³⁺ .	35
10. Kromatogram Kompleks Mn(II)-Oksinat a) blanko; b) 25 ppm Cr ³⁺ ; c) 50 ppm Cr ³⁺ .	36
11. Variasi waktu pengadukan optimum pembentukan senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat	52
12. Variasi waktu pengadukan optimum pembentukan senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat	53
13. Variasi pH optimum pembentukan senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat	54
14. Variasi pH optimum pembentukan senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat	55
15. Variasi konsentrasi ion logam optimum pembentukan senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat	56
16. Variasi konsentrasi ion logam optimum pembentukan senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat	57
17. Senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat pada pH 6, konsentrasi ion logam Cr ³⁺ 20 ppm pada waktu pengadukan 20 menit	58
18. Senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat pada pH 4, konsentrasi ion logam Mn ²⁺ 15 ppm pada waktu pengadukan 15 menit	59

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Spektrum tampak dan warna-warna komplementer.....	14
2. Data nilai absorbansi senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat berdasarkan variasi panjang gelombang.....	50
3. Data nilai absorbansi senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat berdasarkan variasi panjang gelombang.....	51
4. Data nilai absorbansi senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat berdasarkan variasi waktu pengadukan	52
5. Data nilai absorbansi senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat berdasarkan variasi waktu pengadukan	53
6. Data nilai absorbansi senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat berdasarkan variasi pH	54
7. Data nilai absorbansi senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat berdasarkan variasi pH	55
8. Data nilai absorbansi senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat berdasarkan variasi konsentrasi ion logam Cr ³⁺	56
9. Data nilai absorbansi senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat berdasarkan variasi konsentrasi ion logam Mn ²⁺	57
10. Data nilai absorbansi senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat berdasarkan variasi waktu pengukuran absorbansi.....	58
11. Data nilai absorbansi senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat berdasarkan variasi waktu pengukuran absorbansi.....	60

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema kerja secara umum	43
2. Prosedur pembuatan larutan.....	44
3. Perhitungan pembuatan larutan.....	47
4. Penentuan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat	50
5. Penentuan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat.....	51
6. Penentuan waktu pengadukan optimum senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat.....	52
7. Penentuan waktu pengadukan optimum senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat	53
8. Penentuan pH optimum senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat.....	54
9. Penentuan pH optimum senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat.....	55
10. Penentuan konsentrasi optimum ion logam senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat	56
11. Penentuan konsentrasi optimum ion logam senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat	57
12. Penentuan waktu kestabilan kompleks pada pembentukan senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat	58
13. Penentuan waktu kestabilan kompleks pada pembentukan senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat	59
14. Penentuan Puncak Senyawa Kompleks Logam Oksinat menggunakan HPLC (<i>High Performance Liquid Chromatography</i>).....	61

BAB I PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Pertumbuhan industri dan kemajuan teknologi yang pesat telah membawa dampak terhadap lingkungan dengan dihasilkannya buangan hasil industri yang mengandung zat-zat kimia yang berbahaya. Zat-zat kimia yang berbahaya tersebut adalah logam berat. Pencemaran logam berat di perairan merupakan masalah lingkungan di seluruh dunia karena air merupakan sumber kehidupan bagi semua makhluk hidup. Dampak dari aktivitas manusia merupakan penyumbang utama adanya logam berat di perairan seperti limbah industri, limbah laboratorium, pembuangan limbah padat, limbah rumah tangga dan korosi dari pipa-pipa besi yang mengandung logam berat (Leyma *et al.*; 2016).

Logam berat memiliki kelarutan yang tinggi di lingkungan perairan dan dapat diserap oleh organisme hidup (Karimi *et al.*; 2015). Paparan logam berat dalam jangka panjang pada manusia akan mengakibatkan cacat intelektual dan perkembangan, masalah perilaku, kehilangan pendengaran, masalah dalam belajar, masalah perhatian, gangguan fungsi visual dan motorik, serta kanker (Xia *et al.*; 2018). Salah satu logam berat berbahaya tersebut adalah kromium (Cr) dan mangan (Mn).

Kromium merupakan unsur ke-24 yang paling melimpah di kerak bumi dengan konsentrasi rata-rata 100mg/L. Logam kromium banyak digunakan oleh masyarakat terutama pada industri cat, tinta, elektroplating, tekstil, dan industri kimia lainnya. Kromium bisa masuk ke lingkungan jika pembuangan limbah industri tidak dikelola dengan baik dan akhirnya kromium tersimpan di air dan

tanah (Arain *et al.*; 2018). Tersimpannya kromium di air dan tanah dapat mengakibatkan kromium masuk kedalam rantai makanan kemudian menyerang tubuh manusia sebagai kontaminan beracun dan berbahaya.

Organisasi Kesehatan Dunia (WHO) merekomendasikan konsentrasi kromium dalam air harus 0,05 mg/L atau kurang (Catalani *et al.*; 2015). Selain itu, untuk Cr(III) Dewan Riset Nasional merekomendasikan 50-200 µg per hari yang dibutuhkan oleh tubuh karena Cr(III) berperan dalam sistem metabolisme protein, lipid, dan glukosa. Jika keberadaannya melebihi nilai ambang batasnya maka dapat bersifat karsinogen yang menyebabkan kanker pada saluran ginjal dan hati dan dapat menghambat sistem metabolisme, sama halnya dengan Cr(VI) yang bersifat beracun (Zulkarnain; 2015). Ion Cr^{3+} merupakan kation logam yang dapat membentuk senyawa kompleks yang larut dengan ligan organik (Séby dan Vacchina; 2018).

Mangan merupakan unsur paling melimpah ke-12 di dunia. Mangan adalah unsur yang mudah ditemukan dan juga merupakan kontaminan dilingkungan. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa mangan merupakan unsur yang tersebar luas dan berguna untuk kehidupan organisme jika dalam jumlah yang sedikit (Caito dan Aschner; 2015). Bentuk ion mangan yang paling umum adalah +2, +3, +4, dan +7. Mangan dalam bentuk divalen memiliki konfigurasi elektron yang sangat stabil. Bentuk kation ini yang paling banyak dalam sistem biologis dan tersedia untuk penyerapan oleh organisme hidup.

Mangan dalam jumlah yang sedikit sangat berguna bagi organisme untuk mineralisasi tulang, bertindak sebagai kofaktor enzim, dan sebagai penyusun enzim yang digunakan untuk metabolisme karbohidrat, protein, dan lemak.

Mangan juga berguna dalam berbagai bidang industri salah satunya seperti industri pembuatan besi dan baja (Caito dan Aschner; 2015). Selain memiliki manfaat mangan dapat mencemari lingkungan jika konsentrasinya terlalu tinggi dilingkungan. Pencemaran mangan disebabkan karena aktivitas pembakaran bahan bakar fosil, penambangan, penghancuran dan peleburan bijih logam, korosi pipa besi, aktivitas produksi baja dan besi serta pembuangan limbah industri yang tidak dikelola dengan baik.

Menurut Organisasi Kesehatan Dunia (WHO), jumlah mangan dibawah 0,1 mg/L dalam air dapat diterima untuk pengguna namun dianjurkan konsentrasinya tidak melebihi 0,05 mg/L (Grygo-Szymanko *et al.*; 2016). Jika konsentrasi mangan melebihi nilai ambang batas maka mangan dapat bersifat neurotoksik, dapat mempengaruhi metabolisme tubuh, fungsi sistem saraf dan irreversibel sindrom yang biasa dikenal dengan manganisme (Alvarez-Bastida *et al.*; 2018). Mangan terdapat dalam bentuk ikatan organik yaitu berupa senyawa kompleks Mn-khelat atau kompleks stabil mangan dengan anion (Grygo-Szymanko *et al.*; 2016). Sifat khas dari logam transisi blok d yaitu Cr dan Mn adalah kemampuannya membentuk kompleks dengan ligan baik anion atau molekul netral yang dapat bertindak sebagai donor elektron bebas (Sulistya; 2016).

Penelitian ini menggunakan metode analisis kuantitatif yaitu teknik kromatografi khususnya High Performance Liquid Chromatography (HPLC). Metode HPLC merupakan suatu metode analisis yang akurat dan sensitif untuk pemisahan dan penentuan secara kuantitatif. Pemilihan metode ini didasarkan pada kemampuannya yang dapat memisahkan semua jenis logam dengan resolusi yang baik dalam waktu pemisahan dan deteksi yang cepat, akurasi yang cukup

tinggi dan memiliki kolom pemisah yang cukup stabil sehingga dapat digunakan kembali serta mudah dalam pengoperasiannya (Nagaosa dan Kobayashi; 1995).

Analisa kuantitatif logam dengan suatu pengompleks menggunakan HPLC dapat meningkatkan sensitivitas dan selektifitas dalam pemisahan ion logam (Oktavia, B; 2017). Salah satu pengompleks yang sering digunakan adalah 8-hidroksikuinolin atau yang biasa dikenal dengan oksin. Oksin merupakan salah satu senyawa pembawa dalam membran cair yang telah dikembangkan dalam menganalisa ion-ion logam. Oksin dapat membentuk senyawa kompleks yang stabil dengan ion logam. Oksin memiliki kemampuan sebagai pengompleks logam transisi utama, ion logam, dan kemampuan chelating terhadap sejumlah besar kation logam (Thamilarasan *et al.*; 2015).

Oksin mempunyai dua atom donor yaitu atom oksigen pada gugus hidroksi dan nitrogen pada rantai sikliknya. Dua atom donor ini yang dapat membentuk senyawa kompleks logam yang netral. Oksin dapat membentuk kompleks secara langsung dengan ion logam menggunakan pelarut organik karena pelarut organik mengandung oksigen (alkohol) yang dapat mengekstraksi kromium dan mangan lebih cepat dibandingkan pelarut inert (benzena dan kloroform) sehingga dapat menghemat waktu dalam proses pengerjaannya.

Senyawa kompleks memiliki peranan penting dalam kehidupan sehari-hari karena dapat diterapkan pada berbagai bidang seperti kesehatan, farmasi, lingkungan, dan industri. Kompleks yang banyak diterapkan yaitu kompleks logam dengan ligan 8-hidroksikuinolin atau oksin. Selain itu, kompleks ion logam dengan oksin menarik untuk dipelajari karena oksin mampu membentuk khelat dengan ion logam sehingga dapat mengurangi kelebihan ion logam dalam suatu

larutan. Senyawa kompleks Cr-oksinat dan Mn-Oksinat merupakan kompleks berwarna sehingga dapat ditentukan secara langsung dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada instrument HPLC (Nagaosa dan Kobayashi; 1995).

Berdasarkan uraian permasalahan diatas, menentukan kondisi optimum pembentukan senyawa kompleks ion Cr^{3+} dan ion Mn^{2+} dengan menggunakan oksin sebagai pengompleks menarik untuk dipelajari dan nantinya dianalisa menggunakan HPLC dengan detektor UV-Vis.

B. Identifikasi Masalah

1. Keberadaan ion Cr^{3+} dan ion Mn^{2+} dalam perairan dapat mencemari lingkungan dan mengakibatkan keracunan bagi organisme hidup sehingga perlu untuk di tindaklanjuti.
2. Oksin mempunyai dua atom donor yaitu atom oksigen pada gugus hidroksi dan nitrogen pada rantai sikliknya yang dapat membentuk senyawa kompleks yang stabil dengan ion logam.
3. HPLC memiliki kemampuan yang dapat memisahkan semua jenis logam dengan resolusi yang baik dalam waktu pemisahan dan deteksi yang cepat, serta akurasi yang cukup tinggi dan memiliki kolom pemisah yang cukup stabil.

C. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Pada penelitian ini ditentukan panjang gelombang maksimum, waktu pengadukan optimum, pH optimum, konsentrasi optimum ion logam, serta

waktu kestabilan kompleks senyawa kompleks Cr-Oksinat dan Mn-Oksinat terbentuk.

2. Metoda yang digunakan dalam penelitian ini adalah teknik kromatografi menggunakan *High Performance Liquid Chromatography*.
3. Fasa gerak yang digunakan pada analisis kompleks logam Cr dan Mn dengan oksin menggunakan HPLC adalah oksin dalam etanol: air dengan perbandingan 50:50.

D. Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi waktu pengadukan, variasi pH, variasi konsentrasi ion logam, waktu kestabilan kompleks dan panjang gelombang dalam pembentukan kompleks Cr-Oksinat dan Mn-Oksinat?
2. Bagaimana puncak kromatogram pada analisis kompleks ion Cr^{3+} dan ion Mn^{2+} dengan oksin menggunakan HPLC?

E. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah:

1. Untuk menentukan kondisi optimum pada variasi waktu pengadukan, variasi pH, variasi konsentrasi ion logam, waktu kestabilan kompleks dan panjang gelombang maksimum dalam pembentukan kompleks Cr-Oksinat dan Mn-Oksinat.
2. Untuk menentukan puncak dan waktu retensi dalam analisis senyawa kompleks ion Cr^{3+} dan ion Mn^{2+} dengan oksin menggunakan HPLC.

F. Manfaat Penelitian

1. Dapat memberikan informasi mengenai senyawa kompleks ion Cr^{3+} dan Mn^{2+} dengan oksin sebagai pengompleks.
2. Untuk mendapatkan puncak Cr-Oksinat dan Mn-Oksinat pada kromatogram menggunakan HPLC.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Logam Berat

Logam berat adalah unsur logam dengan densitas lebih dari 5 g cm^{-3} , seperti merkuri (Hg), khrom (Cr), kadmium (Cd), timbal (Pb), tembaga (Cu), nikel (Ni), seng (Zn) dan arsen (As). Logam berat pada umumnya dalam kadar yang rendah sudah beracun bagi tumbuhan dan hewan termasuk manusia. Logam-logam ini ditemukan dilingkungan akibat berbagai tindakan antropogenik termasuk secara alamiah yaitu semua jenis batuan yang melalui interaksi logam dengan lingkungan seperti pelapukan, erosi, pembentukan tanah, dan siklus batu pada umumnya. Sebagian besar logam berat ditemukan dalam mineral pembentuk batuan termasuk yang paling mudah terserap karena pelapukan mineral seperti nikel, kobalt, mangan, seng, tembaga, dan vanadium (Kobielska *et al.*; 2018).

Keberadaan logam berat esensial dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh setiap organisme hidup, seperti seng (Zn), tembaga (Cu), besi (Fe), kobalt (Co), mangan (Mn) dan lain-lain. Sebaliknya, keberadaan logam berat non esensial dalam tubuh organisme hidup dapat bersifat racun, seperti logam merkuri (Hg), kadmium (Cd), timbal (Pb), kromium (Cr) dan lain-lain. Logam berat esensial meskipun dibutuhkan oleh setiap organisme hidup, namun dalam jumlah yang berlebihan dapat menimbulkan efek racun.

Logam berat memiliki kelarutan yang tinggi dalam air, dan dapat diserap oleh organisme hidup lalu masuk kedalam rantai makanan dan terakumulasi dalam tubuh manusia (Leyma *et al.*; 2016), karena itu logam berat dianggap berbahaya bagi ekosistem, hewan, tumbuhan, dan manusia. Logam berat dapat

ditemukan pada sayuran, air tanah, air sungai, dan air limbah yang kebanyakan beracun pada konsentrasi rendah (Karimi *et al.*; 2015).

Paparan logam berat dalam ekosistem perairan dapat mempengaruhi aktivitas, pertumbuhan, metabolisme, dan reproduksi organisme perairan. Paparan jangka panjang pada manusia akan mengakibatkan cacat intelektual dan perkembangan, masalah perilaku, kehilangan pendengaran, belajar dan masalah perhatian, gangguan fungsi visual dan motorik, dan kanker (Xia *et al.*; 2018).

B. Kromium (Cr)

Kromium merupakan unsur logam yang memiliki nomor atom 24, berwarna abu-abu baja, berkilau dan kaku, serta memiliki titik leleh yang tinggi. Kromium hadir dilingkungan secara alami juga dalam jumlah yang sedikit, sama halnya dengan logam lainnya. Penyebab kromium masuk ke lingkungan dikarenakan penggunaan kromium yang luas yaitu pada proses industri terutama dalam proses pembuatan baja atau penyamakan kulit (Arain *et al.*; 2018).

Menurut (Sheikh mohammadi *et al.*; 2017) penyebab utama masuknya kromium ke lingkungan dapat disebabkan karena kebocoran pipa, penyimpanan yang tidak sesuai atau pembuangan air limbah tekstil, cat, tinta, pewarna dan industri elektroplating yang tidak benar. Kromium merupakan kontaminan yang umum pada air limbah tersebut. Kromium (III) adalah bagian dari logam berat yang bersifat karsinogen jika dalam jumlah yang berlebih sehingga dapat menyebabkan kanker pada saluran ginjal dan hati.

Kromium yang stabil dilingkungan memiliki bilangan oksidasi +3 dan +6. Kromium (VI) sangat aktif sehingga dapat memberikan dampak jika dalam volume yang besar ataupun kecil dan memiliki oksidasi yang kuat sehingga dapat

mempengaruhi sistem biologis. Disisi lain kromium (III) adalah salah satu logam berat yang merupakan elemen penting bagi sistem biologis jika dalam jumlah sedikit karena kromium (III) memiliki peranan yang penting dalam metabolisme karbohidrat, lipid, protein, dan asam nukleat serta mendorong kerja insulin dalam jaringan untuk menjaga kadar gula darah yang sesuai. Kromium (III) umumnya banyak terkandung dalam keju, biji-bijian, krim kacang, daging, dan ragi (Narayanan *et al.*; 2018).

Menurut (Narayanan *et al.*; 2018) jumlah kromium (III) yang dibutuhkan oleh tubuh kita setiap harinya untuk metabolisme adalah 25-35 µg. Jika jumlah kromium (III) tidak melebihi dari jumlah yang dibutuhkan oleh tubuh maka kromium (III) merupakan senyawa yang sangat tidak berbahaya karena kelarutannya rendah dan ketidakmampuannya untuk melewati membran seluler. Tetapi, jika dalam konsentrasi tinggi dapat memiliki efek yang sama seperti senyawa kromium (VI) yang bersifat racun, membahayakan lingkungan dan organisme hidup (Pechancova *et al.*; 2018). pH terhadap kromium memainkan peranan penting dalam efisiensi ekstraksi yang melibatkan pembentukan logam-khelat, retensi pada adsorben. Penyesuaian pH berpengaruh terhadap adsorpsi kromium (III), karena pH tidak hanya mempengaruhi sifat permukaan sorben tetapi juga distribusi dari spesies logam (Arain *et al.*; 2018).

C. Mangan (Mn)

Mangan merupakan unsur logam yang dalam keadaan normal memiliki bentuk padat berwarna putih keabu-abuan, lebih keras dari besi dan sangat rapuh. Mangan memiliki berat atom 54,94 gram/mol dan nomor atom 25. Massa jenis

mangan pada suhu kamar yaitu sekitar $7,21 \text{ g/m}^3$. Titik lebur mangan sekitar 1245°C , sedangkan titik didih mangan ada pada suhu 2097°C (Lucchini *et al.*; 2014).

Mangan dalam bentuk divalen memiliki konfigurasi elektron yang sangat stabil, bentuk kationik ini yang paling banyak meluas dalam sistem biologis dan untuk penyerapan bagi organisme hidup. Mangan ditemukan secara alami dan sebagai kontaminan dilingkungan. Mangan yang ditemukan di alam terdapat dalam bentuk senyawa-senyawa seperti batu kawi atau pirolusit (MnO_2), spat mangan (MnO_3) dan manganit ($\text{Mn}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Pencemaran mangan dari tindakan antropogenik disebabkan karena proses penambangan, penghancuran peleburan bijih besi, produksi baja, pembuangan air limbah, penggunaan fungisida serta pembakaran bahan bakar fosil (Grygo-Szymanko *et al.*; 2016).

Mangan merupakan salah satu elemen penting beracun apabila memiliki konsentrasi yang tinggi di dalam tubuh. Mangan juga diperlukan oleh manusia untuk bertahan hidup seperti dibutuhkan sebagai kofaktor untuk reaksi enzimatik yang terlibat dalam pengembangan sistem skeletal, asam amino, lipid, metabolisme karbohidrat, fungsi kekebalan tubuh, fungsi sistem saraf, reproduksi fungsi, dan pembekuan darah. Defisiensi mangan dapat mengakibatkan pertumbuhan terhambat serta terganggunya sistem saraf dan proses reproduksi. Mangan bersifat racun jika konsentrasi tinggi yang menyebabkan perubahan neurodegeneratif menyerupai gangguan gerakan seperti penyakit parkinson atau sering disebut manganisme dan juga dapat menghambat sistem metabolisme (Flora; 2014). Mangan yang larut dalam air menyebabkan beberapa masalah seperti air menjadi berwarna, bernoda, dan kotoran didalam sistem yang lainnya (Alvarez-Bastida *et al.*; 2018). Pengaruh pH pada senyawa kompleks mangan (II)

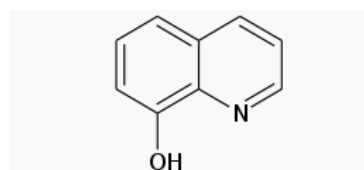
yaitu dapat meningkatkan nilai absorbansi dari kompleks mangan(II) tersebut (Gouda; 2014).

D.8-Hidroksikuinolin (Oksin)

8-Hidroksikuinolin (C_9H_7NO) atau yang sering dikenal dengan nama oksin merupakan senyawa aromatis polisiklis yang dapat membentuk kompleks khelat karena mempunyai dua atom donor yaitu O pada gugus hidroksil dan N pada rantai siklisnya, yang masing-masing mempunyai pasangan elektron yang dapat berkoordinasi dengan atom pusat, terutama dengan logam-logam transisi deret pertama yang mempunyai orbital d yang masih kosong. Oksin merupakan salah satu senyawa pembawa dalam membran cair yang telah dikembangkan dalam menganalisa ion-ion logam (Sulistya; 2016).

Oksin dapat digunakan sebagai reagen dalam ekstraksi pelarut untuk berbagai macam ion logam. Selektivitas oksin dapat ditingkatkan dengan menentukan daerah pH yang sesuai. Oksin larut dalam pelarut organik mempunyai titik leleh $74^{\circ}C$ sampai $76^{\circ}C$ serta titik didih sekitar $267^{\circ}C$. Oksin membentuk senyawa kompleks dengan logam-logam divalen dan trivalen yang mempunyai rumus umum $M(C_9H_6ON)_2$ dan $M(C_9H_6ON)_3$ (Sary; 2013).

Kompleks logam-oksinat terbentuk akibat reaksi yang terjadi antara oksin dengan logam. Kompleks ini terbentuk melalui penggantian atom hidrogen pada gugus hidroksil oleh logam dan ikatan koordinasi atom nitrogen dengan logam tersebut membentuk senyawa cincin khelat yang tidak bermuatan.



Gambar 1. Struktur Oksin (Oktavia, B; 2018).

Menurut (Jiry Stary, 1964) 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. Dengan pengaturan pH larutan ion-ion logam yang akan di ekstraksi dan penambahan konsentrasi oksin yang sesuai akan menjadikan reaksi yang selektif. Faktor-faktor yang mempengaruhi stabilitas ion kompleks yaitu pengaruh ion pusat (besar dan muatan dari ion), faktor distribusi muatan dan pengaruh ligan (besar dan muatan dari ion), faktor pembentukan khelat, sifat basa, faktor besarnya lingkaran dan faktor ruang (Sulistya; 2016).

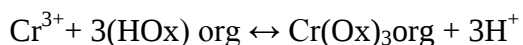
E.Kompleks Khelat

Senyawa kompleks adalah senyawa kovalen koordinasi dari reaksi antara unsur pusat (ion logam) sebagai akseptor pasangan elektron yang dimana atom pusat menyediakan orbital kosong dan ligan sebagai donor pasangan elektron kepada atom pusat. Atom pusat dan ligan akan membentuk ikatan koordinasi. Khelat adalah tipe senyawa koordinasi dimana ion logam bergabung dengan basa pada lingkaran koordinasi dari ion logam membentuk senyawa siklik.

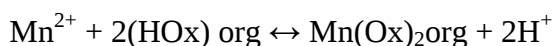
Reaksi pembentukan kompleks khelat secara umum dapat dituliskan sebagai berikut:



Dari persamaan reaksi diatas M^{n+} adalah ion logam dan R^{-} adalah anion pembentuk kompleks khelat MR_n . Ion logam membentuk kompleks pada pH tertentu. Reaksi antara ion Cr(III) dengan oksin berlangsung dengan persamaan reaksi sebagai berikut :



Reaksi antara ion Mn(II) dengan oksin berlangsung dengan persamaan sebagai berikut :



Kompleks yang terbentuk berupa struktur cincin, yang dimana ion logam disepit oleh ligan sehingga membentuk kompleks khelat yang tidak bermuatan dan bersifat non polar. Pada umumnya pengkhelat (R^-) membentuk senyawa kompleks berwarna dengan ion logam sehingga dapat digunakan untuk penentuan ion logam secara spektrofotometer. Kebanyakan pereaksi pengkhelat adalah asam-asam organik lemah yang terionisasi dalam air (Sary, 2013).

Tabel 1. Spektrum tampak dan warna-warna komplementer

Panjang Gelombang (nm)	Warna yang diabsorpsi	Warna yang dipantulkan (komplementer)
340-450	Lembayung	Kuning-Hijau
450-495	Biru	Kuning
495-570	Hijau	Violet
570-590	Kuning	Biru
590-620	Jingga	Hijau-Biru
620-750	Merah	Biru-Hijau

Dalam pembentukan senyawa kompleks, penggunaan pelarut etanol berperan sebagai pengurai senyawa ionik menjadi bentuk ion-ionnya dengan adanya interaksi antara pelarut dengan padatan. Etanol akan melarutkan ligan 8-Hidroksikuinolin sehingga ligan mengalami deprotonasi pada gugus OH nya,

makad dari itu ligan 8-Hidroksikuinolin terkoordinasi dengan atom pusat membentuk senyawa kompleks (Sulistya; 2016).

F. High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

Kromatografi pada awalnya digunakan pada tahun 1900-an oleh Mikhail Tswett seorang ahli botani untuk memisahkan pigmen daun. Dengan berkembangnya ilmu pengetahuan, pada tahun 1970 ditemukanlah metoda kromatografi dengan istilah kromatografi cair kinerja tinggi (HPLC). HPLC terus berevolusi dan ditingkatkan untuk kebutuhan ilmiah. HPLC merupakan salah satu teknik yang paling kuat dalam bidang analisis kimia. HPLC menggunakan partikel yang lebih kecil dan tekanan yang lebih tinggi untuk mencapai peningkatan kecepatan dalam mengirim fasa gerak ke kolom, serta dapat meningkatkan kepekaan dan resolusi (LaCourse dan LaCourse; 2017).

HPLC merupakan teknik pemisahan yang dapat digunakan untuk menganalisis, mengidentifikasi, mendeteksi senyawa-senyawa dari massa molekul rendah hingga massa molekul yang sangat tinggi dan untuk kuantifikasi berbagai campuran (Moldoveanu dan David; 2017). HPLC digunakan untuk analisis sampel dan pemurnian dalam variasi sampel baik dalam bidang farmasi, polimer, bioteknologi, lingkungan, kosmetik, dan industri makanan.

Kromatografi cair ini merupakan teknik pemisahan dimana komponen yang dipisahkan didistribusikan antara dua fasa, yaitu fasa gerak dan fasa diam dengan bantuan pompa bertekanan tinggi. Analit biasanya memiliki perbedaan dalam berinteraksi dengan fasa gerak dan fasa diam karena fasa diam tetap didalam kolom sehingga zat terlarut yang memiliki interaksi lebih kuat dengan fasa diam akan cenderung bergerak lebih lambat dibanding zat terlarut yang memiliki

interaksi yang rendah atau tidak ada interaksi dengan fasa diam maka akan cenderung bergerak lebih cepat (Lozano-Sánchez *et al.*; 2018). Teknik HPLC dibedakan atas fase normal (menggunakan fasa gerak yang non polar), fase terbalik (menggunakan fasa gerak yang polar), dan penukar ion (menggunakan gradient konsentrasi ion dalam fasa geraknya) (Catalani *et al.*; 2015).

1. Prinsip Kerja HPLC

Pada dasarnya kromatografi adalah teknik pemisahan campuran yang dimana komponen-komponen yang akan dipisahkan terdistribusi dalam dua fasa yaitu fasa diam dan fasa gerak berdasarkan perbedaan fisiknya. Pemisahan menggunakan HPLC dibantu dengan pompa bertekanan tinggi, kemudian fasa gerak cair dialirkan melalui kolom ke detektor, sampel dimasukkan ke injektor dengan cara penyuntikan. Pemisahan komponen-komponen campuran terjadi di dalam kolom karena adanya perbedaan kekuatan interaksi antara zat terlarut terhadap fasa diam. Zat terlarut yang kurang kuat interaksinya dengan fasa diam akan keluar dari kolom terlebih dahulu dan zat terlarut yang kuat interaksinya dengan fasa diam akan tertahan lebih lama di dalam kolom. Setiap komponen campuran yang keluar dari kolom akan dideteksi oleh detektor kemudian direkam dalam bentuk kromatogram (Lozano-Sánchez *et al.*; 2018).

2. Fasa Gerak

Fasa gerak pada HPLC merupakan zat cair yang disebut juga eluen atau pelarut. Fasa gerak selain berfungsi membawa komponen-komponen campuran menuju detektor, fasa gerak dapat berinteraksi dengan solut-solut. Maka dari itu fasa gerak merupakan salah satu faktor penentu keberhasilan proses pemisahan. Pada HPLC fase terbalik yang mana fasa diamnya kurang polar dibanding fasa

gerak. Fasa gerak pada umumnya yang digunakan dalam HPLC fasa terbalik adalah campuran metanol atau asetronitril dalam air dengan berbagai perbandingan.

Zat cair yang akan digunakan sebagai fasa gerak HPLC harus memenuhi beberapa persyaratan berikut:

- a. Zat cair harus bertindak sebagai pelarut yang baik untuk cuplikan yang akan dianalisis.
- b. Zat cair harus murni sekali untuk menghindarkan masuknya kotoran yang dapat mengganggu interpretasi kromatogram.
- c. Zat cair harus jernih sekali untuk menghindarkan penyumbatan pada kolom.
- d. Zat cair harus mudah diperoleh, murah, tidak mudah terbakar, dan tidak beracun.
- e. Zat cair tidak kental. Umumnya kekentalan tidak melebihi 0,5 cP (centi Poise)
- f. Sesuai dengan detektor. Contoh, untuk detektor *refractive index* pelarut harus mempunyai indeks bias yang berbeda dengan solut. Untuk detektor UV, pelarut tidak boleh menyerap cahaya pada panjang gelombang yang dipakai (Hendayana; 2010).

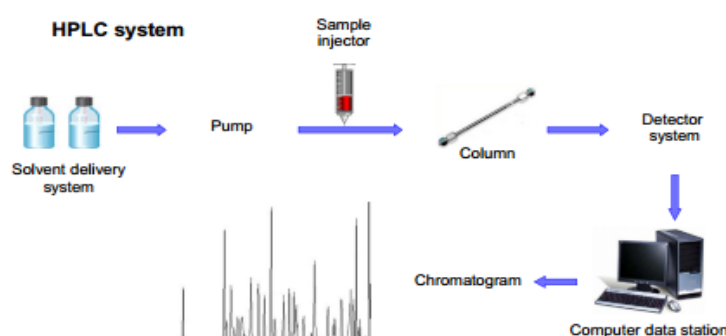
3. Fasa Diam

Ada beberapa fasa diam yang digunakan pada HPLC yaitu divinil benzene, polimer stiren, dan silika yang dimodifikasi maupun yang tidak dimodifikasi serta jenis C-18 atau ODS (*Octa Desil Silica*). Silika yang tidak termodifikasi dapat menyebabkan waktu retensi yang bervariasi karena adanya kandungan air. Untuk modifikasi silika dilakukan dengan cara menambahkan reagen klorosin yang akan

bereaksi dengan gugus silanol (Si-OH). Gugus silanol menyebabkan silika bersifat sedikit asam dan memiliki permukaan yang polar. Fasa diam jenis C-18 atau ODS (*Octa Desil Silica*) adalah fasa diam yang mampu memisahkan senyawa mulai dari tingkat kepolaran yang paling tinggi sampai tingkat kepolaran yang rendah.

4. Instrumentasi HPLC

Instrumentasi HPLC terdiri atas enam komponen pokok yaitu : wadah fasa gerak, pompa, injektor, kolom, detektor, dan rekorder.



Gambar 2. Skema alat HPLC (LaCourse dan LaCourse; 2017).

a. Wadah fase gerak

Wadah fase gerak harus bersih dan inert (lembab). Biasanya wadah fase gerak dapat menampung 1 sampai 2 liter pelarut. Fase gerak sebelum digunakan harus disaring terlebih dahulu untuk menghindari partikel kecil dan adanya gas didalam fase gerak juga harus dihilangkan karena dengan adanya gas maka gas akan berkumpul dengan komponen lain terutama di pompa dan detektor sehingga dapat mengacaukan proses analisis.

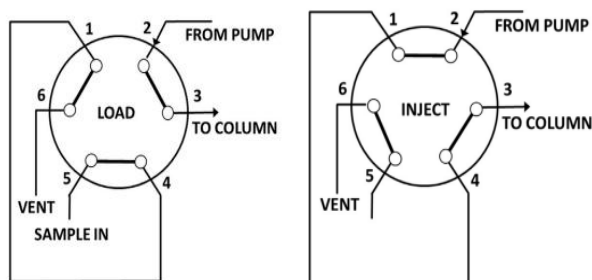
b. Pompa

Pompa berfungsi untuk mengalirkan fasa gerak cair melalui kolom. Pada HPLC biasanya digunakan pompa reciprocating karena pompa jenis ini memiliki kelebihan yaitu volume internalnya kecil sekitar 35 – 400 μL ,

tekanan hingga 10000 psi, kemampuan untuk adaptasi menggunakan elusi gradien, alirannya konstan sehingga terbebas dari tekanan balik kolom dan akibat dari kekentalan solvent (Skoog; 2004).

c. Injektor

Injektor berfungsi sebagai tempat untuk memasukan sampel yang akan dianalisa dengan HPLC. Sampel cair disuntikan secara langsung ke injektordengan fasa gerak yang mengalir dibawah tekanan menuju kolom. Untuk memasukan sampel ke dalam fasa gerak maka digunakan sistem sampel loop yaitu sampel disuntikan ke dalam loop dalam posisi load setelah itu kran diputar untuk mengubah ke posisi injeksi.



(a) Posisi load

(b) posisi injeksi(Lacourse; 2017)

d. Kolom

Kolom yang digunakan pada HPLC terbuat dari stainless steel dan ada yang terbuat dari gelas berdinding tebal. Pada HPLC terdapat kolom utama dengan panjangnya berkisar antara 5 sampai 30 cm dengan diameter berkisar antara 4 sampai 10 mm. Kolom utama berisi fasa diam sesuai dengan yang diinginkan. Kolom yang banyak digunakan dalam HPLC adalah kolom jenis C-18 dan C-8. Pada HPLC juga terdapat kolom pengaman yang memiliki dua fungsi yaitu untuk menyaring kotoran yang terbawa dalam fasa diam dan menjenuhkan

fasa diam untuk menghindari terjadinya pengikisan fasa diam oleh aliran pelarut (Hendayana; 2010).

e. Detektor

Detektor merupakan komponen yang memancarkan respons yang dihasilkan sampel lalu sinyal diubah menjadi puncak pada kromatogram. Detektor yang digunakan pada HPLC adalah detektor UV-VIS karena sebagian besar senyawa mempunyai serapan khusus pada daerah ultraviolet dan panjang gelombang yang biasanya digunakan adalah 254 nm karena kebanyakan senyawa organik menyerap sinar UV pada panjang gelombang tersebut (Hendayana; 2010).

f. Rekorder

Rekorder berfungsi untuk merekam dan menunjukkan hasil pemeriksaan suatu senyawa berupa kromatogram. Dari kromatogram tersebut pengguna dapat mengevaluasi senyawa-senyawa yang telah di analisis.

5. Waktu Retensi

Waktu retensi adalah waktu yang diperlukan suatu senyawa untuk bergerak melewati kolom menuju detektor. Waktu retensi dapat diukur ketika sampel diinjeksikan sampai sampel menunjukkan ketinggian puncak yang maksimum dari senyawa tersebut (Lozano-Sánchez *et al.*; 2018).

6. Keunggulan HPLC

a. Kecepatan

HPLC mampu melakukan pemisahan hanya dalam waktu 15-30 menit dan pada senyawa yang sederhana pemisahan dapat dilakukan dalam waktu kurang dari 5 menit.

b. Daya pisah

Untuk daya pisahnya, HPLC mempunyai daya pisah yang tinggi karena ia mampu memisahkan senyawa yang sangat serupa dengan resolusi yang baik.

c. Sensitivitas detektor

HPLC memiliki detektor serapan UV yang memiliki sensitivitas tinggi karena ia dapat mendeteksi berbagai jenis senyawa dalam jumlah nanogram (10^{-9} g).

d. Kolom yang dapat digunakan kembali

Pada HPLC terdapat kolom yang dapat digunakan kembali setelah melakukan banyak analisis. Kolom yang sering digunakan tersebut juga dapat mengalami penurunan mutu tergantung pada jenis sampel, kemurnian dan jenis pelarut yang digunakan.

e. Mudah memperoleh kembali cuplikan

Detektor yang digunakan dalam HPLC sebagian besar tidak merusak cuplikan sehingga komponen cuplikan dapat dikumpulkan dengan mudah ketika melewati detektor.

f. Mudah dalam pengumpulan komponen sampel

Umumnya detektor pada HPLC tidak merusak komponen sampel sehingga komponen sampel dapat dikumpulkan dengan mudah dalam suatu wadah penampungan setelah komponen sampel tersebut melewati detektor (Canene-Adams; 2013).

BAB V PENUTUP

A. Kesimpulan

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

1. Pengukuran senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat dan Mn(II)-Oksinat dilakukan pada panjang gelombang 380 nm.
2. Waktu pengadukan optimum pembentukan kompleks Cr(III)-Oksinat adalah 20 menit dan untuk Mn(II)-Oksinat adalah 15 menit.
3. pH optimum dalam pembentukan kompleks Cr(III)-Oksinat adalah pH 6 dan pH optimum Mn(II)-Oksinat adalah pH 4.
4. Konsentrasi optimum ion logam kromium(III) dalam pembentukan senyawa kompleks dengan oksin adalah 20 ppm sedangkan untuk konsentrasi optimum ion logam mangan(II) adalah 15 ppm dengan konsentrasi oksin 0,1 M.
5. Waktu kestabilan kompleks dalam pembentukan senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat adalah pada waktu ke 40 menit dan untuk senyawa kompleks Mn(II)-Oksinat adalah pada waktu ke 45 menit.
6. Tinggi puncak Cr(III)-Oksinat yang diperoleh pada analisis senyawa kompleks menggunakan HPLC adalah -25,8 mAU pada waktu retensi 2,5 menit untuk konsentrasi 25 ppm dan untuk konsentrasi 50 ppm muncul pada waktu retensi 2,6 menit dengan tinggi puncak -81,5 mAU.
7. Puncak Mn(II)-Oksinat konsentrasi 25 ppm muncul pada waktu retensi 5,7 menit dengan tinggi puncak 137,6 mAU dan konsentrasi 50 ppm muncul pada waktu retensi 5,7 dengan tinggi puncak 149 mAU.

B. Saran

Bagi pembaca yang tertarik dengan penelitian ini, penulis menyarankan:

1. Disarankan penelitian senyawa kompleks logam oksinat dilakukan menggunakan ion logam yang lainnya.
2. Penelitian lebih lanjut menggunakan variasifasa gerak untuk pemisahan senyawa kompleks Cr(III)-Oksinat dan Mn(II)-Oksinat.

DAFTAR PUSTAKA

- Alvarez-Bastida, C., Martínez-Miranda, V., Solache-Ríos, M., Linares-Hernández, I., Teutli-Sequeira, A., dan Vázquez-Mejía, G. 2018. *Drinking water characterization and removal of manganese*. Removal of manganese from water J. Environ. Chem. Eng.
- Arain, M.B., Ali, I., Yilmaz, E., dan Soylak, M. 2018. *Nanomaterial's based chromium speciation in environmental samples: A review* TrAC - Trends Anal. Chem. 103, 44–55.
- Caito, S., dan Aschner, M. 2015. *Neurotoxicity of metals*, 1 ed, Handbook of Clinical Neurology. Elsevier B.V.
- Canene-Adams, K. 2013. *Reverse-phase hplc analysis and purification of small molecules*, 1 ed, Methods in Enzymology. Elsevier Inc.
- Catalani, S., Fostinelli, J., Gilberti, M.E., dan Apostoli, P. 2015. *Application of a metal free high performance liquid chromatography with inductively coupled plasma mass spectrometry (HPLC-ICP-MS) for the determination of chromium species in drinking and tap water* Int. J. Mass Spectrom. 387, 31–37.
- Flora, S.J.S. 2014. *Metals, Biomarkers in Toxicology*. Elsevier Inc.
- Gouda, A.A. 2014. *Cloud point extraction, preconcentration and spectrophotometric determination of trace amount of manganese(II) in water and food samples* Spectrochim. Acta - Part A Mol. Biomol. Spectrosc. 131, 138–144.
- Grygo-Szymanko, E., Tobiasz, A., dan Walas, S. 2016. *Speciation analysis and fractionation of manganese: A review* TrAC - Trends Anal. Chem. 80, 112–124.
- Gusnedi, R. 2013. *Analisis Nilai Absorbansi dalam Penentuan Kadar Flavonoid untuk Berbagai Jenis Daun Tanaman Obat* 2, 76–83.
- Hendayana, Sumar. 2010. *KIMIA PEMISAHAN Metode Kromatografi dan Elektroforesis Modern*. Bandung : PT. Remaja Rosdakarya.
- Karimi, M.A., Mohammadi, S.Z., Hatefi-Mehrjardi, A., Mohadesi, A., dan Yarahmadi, J. 2015. *A new sorbent based on MWCNTs modification for separation/preconcentration of trace amounts of Cd(II), Cr(III), Cu(II), Ni(II), and Pb(II) and their determination by flame atomic absorption spectrometry* J. Anal. Sci. Technol. 6:1, 25.
- Kobielska, P.A., Howarth, A.J., Farha, O.K., dan Nayak, S. 2018. *Metal–organic*