OPTIMASI ANALISIS ANION SO₄²⁻ DAN SO₃²⁻ MENGGUNAKAN METODA KROMATOGRAFI PENUKAR ION

SKRIPSI

Diajukan Kepada Tim Penguji Skripsi Jurusan Kimia Sebagai Salah Satu Persyaratan Guna Memperoleh Gelar Sarjana



OLEH:

SISRI ANESA 16036100/2016

PROGRAM STUDI KIMIA JURUSAN KIMIA FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM UNIVERSITAS NEGERI PADANG 2018

PERSETUJUAN SKRIPSI

OPTIMASI ANALISIS ANION $\mathrm{SO4^{2-}}$ DAN $\mathrm{SO3^{2-}}$ MENGGUNAKAN METODA KROMATOGRAFI PENUKAR ION

Nama

: Sisri Anesa

Nim/TM

: 16036100/20016

Program Studi : Kimia

Jurusan

: Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2018

Disetujui Oleh

Dosen pembimbing 1

Dosen Pembimbing 2

<u>Budhi Oktavia, M.si. Ph.D</u> 19721024 199803 1 001

Hary Sanjaya, S.Si. M.Si 19830428 200912 007

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

: Optimasi Analisis Anion ${\rm SO_4}^2$ - Dan ${\rm SO_3}^2$ - menggunakan Metoda Kromatografi Penukar Ion

Nama

: Sisri Anesa

NIM

: 16036100

Program Studi : Kimia

Jurusan

: Kimia

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Padang, Agustus 2018

Tim Penguji

Nama

Tanda Tangan

1. Ketua

: Budhi Oktavia, M.Si, Ph.D

2. Sekretaris : Hary Sanjaya, S.Si, M.Si

3. Anggota

: Umar Kalmar Nizar, S.Si. M.Si. Ph.D

4. Anggota

: Edi Nasra, S. Si. M. Si

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama

: Sisri Anesa

TM/NIM

: 20016/16036100

Tempat Tanggal Lahir

: Tarusan, 03 Desember 1992

Program Studi

: Kimia

Jurusan

: Kimia

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Alamat

: Jl. Pasaman 1 No.172. Siteba Padang

No.Hp

: 082385087282

Judul Skripsi

: Optimasi Analisis Anion SO₄²⁻ dan SO₃²⁻ Menggunakan Metoda Kromatografi Penukar

Ion.

Dengan ini saya menyatakan bahwa:

 Karya tulis/skripsi ini adalah hasil dan belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar akademi (sarjana) baik di UNP maupun perguruan tinggi lainnya.

Karya tulis/skripsi ini murni gagasan, rumusan dan penelitian saya sendiri tanpa bantuan pihak lain kecuali arahan tim pembimbing.

 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 ditandatangani 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, Agustus 2018 Yang membuat pernyataan,

NIM: 16036100

ABSTRAK

Sisri Anesa: Optimasi Analisis Anion SO₄²⁻ dan SO₃²⁻ Menggunakan Metoda Kromatografi Penukar Ion

Kromatografi penukar ion merupakan teknik pemisahan campuran ion-ion atau molekul yang dapat diionkan. Ion-ion bersaing dengan ion-ion fasa gerak untuk memperebutkan tempat berikatan pada fasa diam. Tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan kondisi optimum pada penentuan anion sulfat (SO₄²-) dan sulfit (SO₃²-) dengan kromatografi penukar ion dan menentukan kandungan anion sulfat (SO₄²-) dan sulfit (SO₃²-) dalam air pada Danau Maninjau dan sungai Lubuk Minturun. Mekanisme pemisahan pada kromatografi penukar ion ini terjadi berdasarkan atas keseimbangan pertukaran ion. Fasa diam berupa padatan resin sedangkan fasa geraknya berupa cairan. Penelitian ini tentang optimasi analisis anion sulfat (SO₄²-) dan sulfit (SO₃²-) yang dilakukan dengan memvariasikan fasa gerak, konsentrasi fasa gerak dan kosentrasi anion, serta pengukurannya dilakukan dengan HIC (High Ion Chromatography). Kedua anion dipilih karena anion banyak terdapat dari bahan pencemar sungai seperti pestisida, deterjen, dan lainlain sehingga dapat menyebabkan pencemaran air pada kadar tinggi. Metoda ini selanjutnya diaplikasikan pada pengukuran anion di Danau Maninjau dan sungai Lubuk Minturun di kota Padang. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa natrium klorida 15 mM merupakan fasa gerak yang memberikan kromatogram terbaik dibandingkan variasi fasa gerak lainnya. Persamaan regresi untuk SO_4^{2-} adalah Y $= 114,59x + 3637,1 \text{ dengan } R2 = 0,936, SO_3^{2-} \text{ adalah } Y = 37,944x +141 \text{ dengan}$ R2 = 0.9968. Kadar anion SO_4^{2-} dan SO_3^{2-} yang didapatkan adalah pada sampel 2 = 21,73 ppm.

Kata Kunci: Kromatografi Penukar Ion, Sulfat (SO_4^{2-}) , Sulfit (SO_3^{2-})

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang senantiasa memberi kekuatan dan kesabaran kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi yang berjudul "Optimasi Analisis Anion SO₄²-dan SO₃²- Menggunakan Metoda Kromatografi Penukar Ion". Shalawat dan salam untuk nabi Muhammad SAW.

Skripsi ini diajukan untuk melengkapi dan memenuhi persyaratan kelulusan dalam rangka untuk memperoleh 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. Untuk itu pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang tulus kepada:

- Bapak Budhi Oktavia, Ph.D selaku pembimbing I sekaligus penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan hingga selesainya proposal penelitian ini.
- Bapak Hary Sanjaya, S.Si, M.Si selaku pembimbing II sekaligus Ketua Prodi Kimia Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
- Bapak Mawardi, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Padang.
- 4. Pak Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si. Ph.D dan bapak Edi Nasra, S.Si sebagai dosen penguji skripsi.
- Teman-teman kimia transfer 16 dan teman-teman kimia 2014 yang telah memberikan masukan dan dorongan kepada penulis dalam pelaksanaan penelitian.

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 ucapkan terima kasih.

Padang, Agustus 2018

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAKi
KATA PENGANTARii
DAFTAR ISIiv
DAFTAR GAMBARvi
DAFTAR TABELviii
BAB I_PENDAHULUAN1
A. Latar Belakang Masalah1
B. Batasan Masalah3
C. Rumusan Masalah3
D. Tujuan Penelitian
E. Manfaat Penelitian4
BAB II_TINJAUAN PUSTAKA5
A. Air
B. Kromatografi Penukar Ion
Prinsip Kerja Kromatografi Penukar Ion9
2. Resin Penukar Ion
3. Fasa Gerak
4. Komponen Kromatografi Penukar Ion
5. Keuntungan Kromatografi Penukar ion
C. Anion
1. Sulfat (SO ₄ ² -)
2. Sulfit (SO ₃ ²⁻)
BAB III_METODE PENELITIAN19
A. Waktu dan Tempat Penelitian

B. Jenis Penelitian	19
C. Objek Penelitian	19
D. Alat dan Bahan	19
E. Prosedur Penelitian	20
BAB IV_HASIL DAN PEMBAHASAN	25
A. Penentuan Kondisi Optimum dengan Menggunakan HIC	25
1. Variasi Fasa Gerak	25
2. Penentuan Kurva Regresi Linear	42
B. Analisis Sampel Simulasi dengan Sampel HIC	46
1. Analisis Sampel Simulasi -	46
2. Analisis Sampel Air Danau Maninjau Menggunakan HIC	47
BAB V_SIMPULAN DAN SARAN	50
A. Simpulan	50
B. Saran	50
KEPUSTAKAAN	51
LAMPIRAN	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar Halan	
Skema Kerja Kromatografi Penukar Ion. Skema Kerja Kromatografi Penukar Ion.	9
2. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium karbonat	25
2 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	25
3. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium karbonat	2.
5 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	26
4. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium karbonat	
10 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	27
5. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium karbonat	
15 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	28
6. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium karbonat	
20 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	29
7. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium benzoat	
2 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	31
8. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium benzoat	
5 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	31
9. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium benzoat	
10 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	32
10.Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium benzoat	
15 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	33
11. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium benzoat	
20 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	34
12. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium klorida	
2 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	36
13. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium klorida	
5 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	37
14. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium klorida	
10 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	38
15. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium klorida	
15 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	39
16. Kromatogram anion dengan konsentrasi 100 ppm, eluen natrium klorida	
20 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	40
17. Kromatogram anion SO_4^{2-} dan SO_3^{2-} dengan eluen natrium klorida	
15 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	41
18. Kromatogram H ₂ O dengan eluen natrium klorida 15 mM, laju alir	
1 mL/menit, injeksi 10 μL	42
19. Kromatogram anion SO_4^{2-} dengan eluen natrium klorida 15 mM, laju alir	
1 mL/menit, injeksi 10 μL	44

20. Kromatogram anion SO ₃ ²⁻ dengan eluen natrium klorida 15 mM, laju alir	
1 mL/menit, injeksi 10 μL	.45
21. Kurva anion SO ₄ ²⁻ dengan eluen natrium klorida 15 mM, laju alir	
1 mL/menit, injeksi 10 μL	.46
22. Kurva anion SO ₃ ²⁻ dengan eluen natrium klorida 15 mM, laju alir	
1 mL/menit, injeksi 10 μL	.46
23. Kromatogram CN ⁻ , SCN ⁻ , SO ₄ ²⁻ dan SO ₄ ²⁻ 100 ppm dengan eluen natrium	
klorida 15 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	.47
24. Kromatogram Sampel Danau Maninjau dengan eluen natrium klorida 15 m	M,
laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	.48
25. Kromatogram Sampel Sungai Lubuk Minturun dengan eluen natrium kloric	la
15 mM, laju alir 1 mL/menit, injeksi 10 μL	.48

DAFTAR TABEL

Γabel	Halaman
1. Hasil Data Kuantitatif Sampel	49
2. Kadar Sampel	49
3. Hasil Kuantitatif Kromatogram	59
4. Hasil Kuantitatif Sampel SO_4^{2-}	59
3. Hasil Kuantitatif Sampel SO ₃ ²	60

BABI

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Air memegang peranan penting di dalam kehidupan manusia dan juga makhluk hidup lainnya. Oleh Manusia air dipergunakan untuk minum, memasak, mencuci dan mandi. Di samping itu air juga banyak diperlukan untuk mengairi sawah, ladang, industri, dan masih banyak lagi. Pencemaran air adalah peristiwa masuknya zat, energi, unsur, atau komponen lainnya kedalam air sehingga menyebabkan kualitas air terganggu. Kualitas air yang terganggu ditandai dengan perubahan bau, rasa, dan warna. Namun seiring perkembangan teknologi pencemaran terhadap lingkungan air terjadi secara besar-besaran yang menyebabkan kualitas air semakin menurun (Soemirat, 2011).

Pencemaran air dapat terjadi akibat penggunaan pestisida, deterjen, shampoo, dan lain-lain yang dibuang keperairan. Beberapa zat kimia yang terkandung dalam air dan memilki dampak negatif bagi lingkungan adalah senyawa sulfat dan sulfit. Dalam air, sulfat dan sulfit sering dijumpai di perairan (sungai, danau dan mata air panas-mata air) dan limbah industri (makanan, farmasi, kulit dan air limbah fotografi) (Miura,2005). Batas maksimal dalam air sekitar 250 mg/L. Jika dalam bentuk magnesium atau sodium akan menyebabkan iritasi pada saluran pencernaan manusia jika kadarnya melewati batas maksimal, dan pada

hewan seperti ikan akan merusak ingsang dan organ pernafasan ikan karena berkurangnya kandungan oksigen dalam perairan (Adinata, 2012).

Sulfat terdistribusi di dalam air, terutama dalam air limbah industri. Salah satunya adalah air buangan limbah industri kertas dan dan pertambangan yang memiliki kadar sulfat. Konsentrasi sulfat di dalam air umumnya terdapat dalam jumlah yang sangat besar (Apriyanti,2008). Sulfit adalah anion yang sangat menarik, namun pada dasarnya sangat sulit ditentukan karena sebagian besar memang dioksidasi menjadi sulfat dalam larutan (Miura,2005).

Beberapa metoda yang umum digunakan untuk menentukan anion yaitu dengan metoda argentometri dan spektrofotometri, metoda ini hanya dapat menganalisis 1 jenis anion dalam satu kali pengukuran. Sementara itu, dengan menggunakan metoda kromatografi penukar ion dapat menganalisis beberapa anion secara serempak. Hal inilah yang menjadi salah satu keunggulan dari metoda kromatografi penukaran ion dibanding dengan metoda lain. Selain itu, metoda ini juga memiliki beberapa keunggulan lain seperti kecepatan, kepekaan, selektivitas dan stabilitas kolom pemisah

Berdasarkan hal tersebut, peneliti tertarik untuk melakukan penelitian menentukan kondisi optimum pada analisis kualitatif dan kuantitatif terhadap anion yang banyak terdapat dialam yaitu SO₄²⁻ dan SO₃²⁻ menggunakan metoda kromatografi penukar ion dengan variasi fasa gerak dan variasi konsentrasi fasa gerak sehingga didapatkan kondisi optimum dengan menggunakan satu fasa gerak dengan satu konsentrasi

saja. Kondisi optimum yang diperoleh diuji coba untuk menentukan kadar anion SO_4^{2-} dan anion SO_3^{2-} di Danau Maninjau dan sungai Lubuk Minturun.

B. Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

- 1. Ion yang akan dianalisis adalah anion Sulfat (SO₄²⁻) dan Sulfit (SO₃²⁻)
- Fasa gerak yang digunakan adalah natrium karbonat, natrium benzoat, dan natrium klorida dengan konsentrasi 2 mM, 5 mM, 10 mM, 15 mM, dan 20 mM.
- 3. Analisis sulfat dan sulfit dengan kromatografi penukar ion.

C. Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah bagaimanakah kondisi optimum pada analisis kualitatif dan kuantitatif anion SO_4^{2-} dan SO_3^{2-} dengan menggunakan metoda kromatografi penukar ion.

D. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan kondisi optimum pada analisis kualitatif dan kuantitatif anion SO_4^{2-} dan SO_3^{2-} dengan menggunakan metoda kromatografi penukar ion.

E. Manfaat Penelitian

1. Untuk mendapatkan kondisi optimum pada analisis kualitatif dan kuantitatif anion SO_4^{2-} dan SO_3^{2-} dengan menggunakan metoda kromatografi penukar ion.

2. Untuk menambah wawasan, pengetahuan, dan informasi pembaca tentang kondisi optimum pada analisis kualitatif dan kuantitatif anion SO_4^{2-} dan SO_3^{2-} dengan menggunakan metoda kromatografi penukar ion.

BAB V

SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan

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

- 1. Kondisi optimum yang diperoleh dari variasi eluen adalah natrium klorida 15 mM dengan laju alir 1 mL/menit dengan volume injeksi 10 μ L.
- 2. Waktu retensi sulfat dan sulfit yang di dapatakan hampir sama yaitu sekitar 6-7 menit.
- 3. Kadar dari anion SO₄²⁻ dan SO₃²⁻ adalah 21,7 ppm.

B. Saran

Bagi pembaca yang tertarik dengan penelitian ini, penulis menyarankan,

- Penelitian lebih lanjut mengenai pengukuran anion dengan menggunakan kromatografi penukar ion dapat digunakan tipe kolom yang lain seperti IC-A4, IC-A2, dan dan kolom anion lainnya.
- 2. Dapat dilakukan pengukuran anion lain seperti anion HPO₄-, I⁻ dan lain- lain.

KEPUSTAKAAN

- Amin M., Lim L. W & Takeuchi T. Determination of common inorganic anions and cations by non-suppressed ion chromatography with column switching. Journal of Chromatography A 2008; 1182 (2) 169-175.
- Anonim. 2007. *A Practical Guide to Ion Chromatography*. SeQuant AB, Box 7956, 907 19 Umea, Sweden.
- Ardiyanto, Putra dan Yuantari, Maria G.C, 2016. Analisis Limbah Loundry Informal dengan Tingkat Pencemaran Lingkungan di kelurahan Muktiharjo Kidul Kecamatan Pedurungan Semarang. Jurnal diterbitkan.
- Boes, E, dan Nuryatni. *Metoda ion kromatografi untuk analisis ammonium* dan nitrat pada uji profisiensi air limbah. Pusat Penelitian Kimia-LIPI, Bandung dan Banten
- Brady E, James. 1994. Kimia Universitas Asas dan Struktur, Jilid 1 Edisi kelima. Jakarta
- Corry Handayani. 2011. Pemisahan Anion Menggunakan Fasa Diam Aminopropilsilika dan Penambahan Garam pada Fasa Gerak dalam Kondisi Hilic. Jurnal diterbitkan
- Day dan Underwood. 2002. Analisa Kimia Kuantitatif. Jakarta: Erlangga
- De Lux Putra, E. 2007. Dasar-dasar Kromatografi Gas dan Kromatografi Cair Kineja Tinggi. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Diyah Erlina Lestari, September 2006, "Kimia Air", Diktat Penyegaran Operator dan Supervisor Reaktor, Pusbang Teknologi Reaktor Riset
- Effendi dan Hefni.2003. *Telaah Kualitas Air Bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Kanisus, Yogyakarta.
- Fardiaz, Srikandi. 1992. *Polusi Air dan Udara*. Penerbit. KANISIUS.Yogyakarta.
- James S, Fritz and Douglas T, Gjerde. 2009. *Ion Chromatography, 4th Ed.* WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinhem
- Khopkar, S.M. 2007. Konsep dasar Kimia Analitik. Jakarta: UI
- Lamb, D., Simpson, D., Jensen, B. G., & Peterson, Q. (2006). Determination of Perchlorate in Drinking Water by Ion