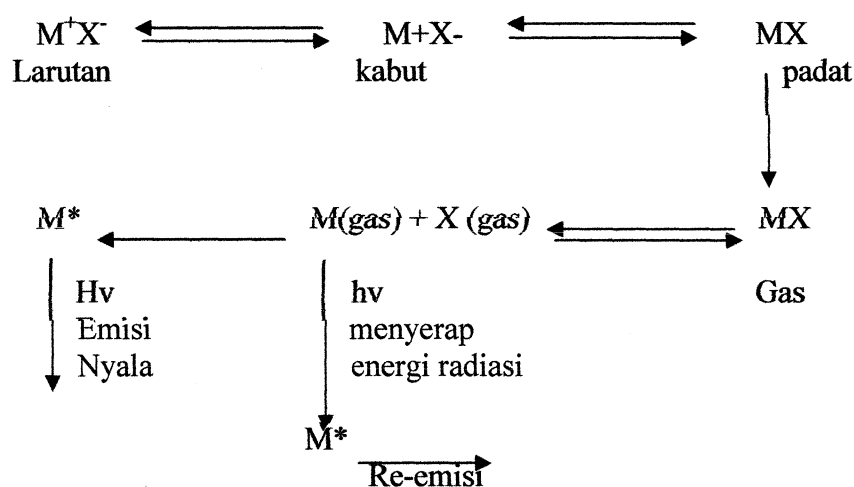


SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM DAN PENGGUNAANNYA

Prinsip Dasar

Suatu larutan yang mengandung garam-garam logam (atau senyawa-senyawa logam lain) jika dibakar dengan nyala asetelen udara atau yang sejenis akan terbentuk uap yang mengandung atom-atom logam. Uap atom-atom logam ini dapat memancarkan atau menyerap energi dengan mengalami transisi elektronik (melepas atau menangkap elektron). Besarnya energi yang diserap atau dipancarkan sangat tertentu dan karakteristik pada masing-masing atom suatu unsur. Proses penyerapan dan pemancaran energi dapat dilihat pada skema berikut :

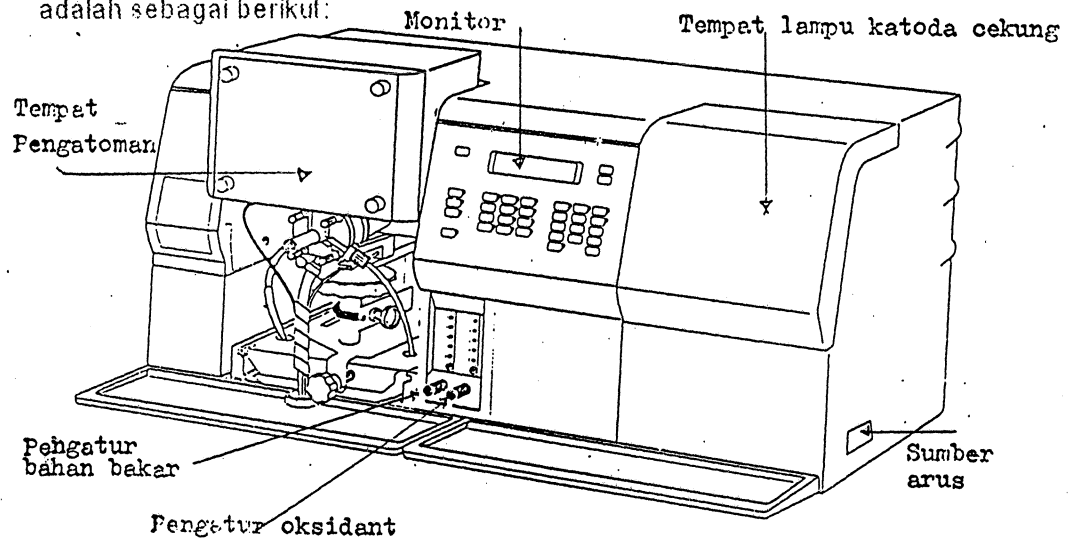


Dari skema tersebut tampak bahwa pada spektroskopi emisi radiasi dipancarkan oleh atom atom yang terdapat dalam keadaan tereksitasi, sedangkan pada spektroskopi serapan atom, atom-atom dalam keadaan dasar (*groundstate*) dapat menyerap tenaga radiasi.

Sesuai konsep di atas maka ada dua hal yang dikembangkan yaitu fotometri nyala dan spektroskopi serapan atom. Namun pada kesempatan ini hanya akan diuraikan tentang spektroskopi serapan atom. Alat spektrofotometer serapan atom pada intinya terdiri atas lima bagian utama yaitu sumber radiasi (biasanya lampu katoda cekung), system pengatoman, monokromator, detektor, dan sistem pembacaan. Rincian secara ringkas adalah sebagai berikut:

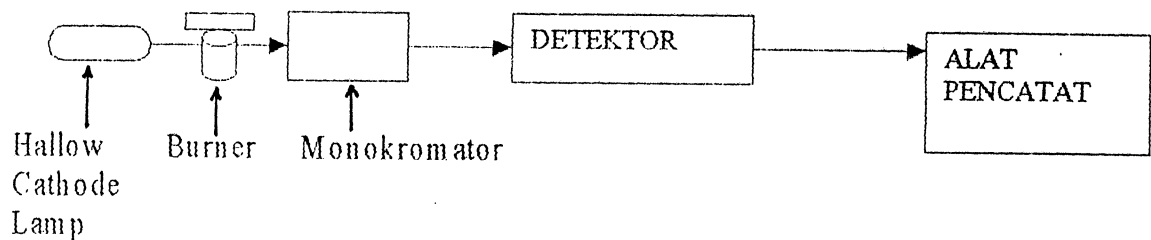
1. Sumber radiasi yaitu bagian untuk menghasilkan sinar yang energinya dapat diserap oleh atom-atom unsur yang dianalisis. Sumber radiasi yang digunakan umumnya lampu katoda cekung (*hallow chatode lamp*).

2. Sistem pengatoman yaitu bagian untuk menghasilkan atom-atom bebas, karena pada blok ini senyawa yang akan dianalisis ditempatkan, diubah bentuknya dari bentuk ion menjadi bentuk atom bebas.
3. Monokromator yaitu bagian yang berfungsi untuk mengisolasi salah satu garis resonansi dari beberapa spektrum yang dihasilkan oleh lampu katoda cekung.
4. Detektor yaitu bagian yang berfungsi mengubah tenaga sinar menjadi tenaga listrik dimana tenaga listrik yang dihasilkan akan dipergunakan untuk mendapatkan sesuatu yang akan dibaca oleh mata atau alat pencatat yang lain.
5. Sistem pembacaan merupakan bagian yang menampilkan suatu angka atau gambar yang dapat dibaca. Alat yang umum adalah angka yang dapat dibaca pada monitor yang seterusnya dapat dicetak dengan printer (pencetak data). Untuk membaca dilakukan dengan menggunakan berbagai tombol pengatur yang berada pada papan pembaca (tabs). Adapun skema alat selengkapnya adalah sebagai berikut:



Gambar 1 : Skema alat spektrofotometer serapan atom

Adapun kerangka sistem kerja alat ini dapat dilihat pada gambar 2:



Gambar 2: Skema/Alur kerja alat spektroskopi serapan atom

B. Cara Mengoperasikan Alat

1. Persiapan pendahuluan

a. Membuat larutan standar unsur tertentu yang akan dianalisis dengan konsentrasi tertentu sesuai pada daerah range liniernya, misalnya untuk unsur Cu dengan konsentrasi 1, 3, 5, 7 dan 10 ppm dari larutan standar Cu 1000 ppm dengan cara pengenceran menggunakan rumus $V_1.M_1 = V_2.M_2$

b. menyiapkan larutan sampel

2. Menyiapkan alat spektrofotometer sebagai berikut:

a. Nyalakan alat spektrofotometer serapan atom dengan menekan tombol **on/off**

b. Pasang lampu katoda cekung sesuai unsur yang akan dianalisis pada tempat lampu

c. Biarkan alat hidup selama 15 menit (untuk pemanasan)

3. Pemrograman alat spektrofotometer serapan atom dan penentuan kondisi analisis

Analisis suatu unsur didahului dengan memrogram alat spektrofotometer serapan atom sebagai berikut:

a. Tekan tanda [Param Entry] untuk mengatur parameter-parameter yang akan dilakukan dalam analisis, maka akan keluar tulisan berikut pada papan bacaan, yang menyatakan metode yang ingin dipakai dengan metode yang dipilih atau defaultnya:

```
RECALL METHOD (Y/N) :
```

```
N
```

Jika dipilih Y maka akan anda harus mengatur sendiri kondisinya, tetapi jika dipilih N maka kondisi defaultnya (kondisi sebelumnya) yang akan dipakai. Silahkan ketik N kemudian tekan [Enter].

b. Memilih posisi lampu:

```
LAMP   1: Ca   2: Me   3: --  
        4: --   5: Cu   6: Cd
```

Alat ini mempunyai 6 posisi lampu yang dapat ditempati, maka kita memilih posisi lampu dengan unsur yang sesuai dengan menekan angka 1 sampai 6 sesuai dengan jenis unsurnya. Misalnya untuk analisis unsur Ca kita tekan angka 1 kemudian tekan [Enter]. Posisi 2: Me berarti lampu dua adalah lampu multi element (unsur). Bila memilih posisi 2 maka akan keluar unsur-unsur dalam lampu tersebut yang diurutkan mulai nomor 1, 2 dan

seterusnya. Kita tinggal memilih unsur yang kita inginkan dengan menekan angka yang sesuai dengan nomor unsur.

b. Penggunaan kondisi default atau tidak:

USE DEFAULT CONDITION (Y/N) : Y

Jika anda memilih Yes maka akan digunakan kondisu defaultnya, tetapi jika anda menekan No maka anda harus memilih kondisi yang anda inginkan sesuai kondisi analisis kemudian tekan [Enter].

d. Waktu integrasi

INT. TIME (0.1 - 60 Sec.
0.10

Waktu integrasi ini adalah waktu integrasi lampu katoda cekung. Waktu integrasi sudah diprogram 0,10 detik, bila anda ingin mengubah tekan angka yang anda inginkan. Misalnya anda ingin mengubah waktu integrasi 0,3 detik maka tekan [0], [.] , [3] kemudian tekan [Enter].

e. Pengulangan pembacaan

REPLICATES (1 - 99) :
1

Data diatas dibaca 1 kali. Ubah pengulangan menjadi 3 kali dengan menekan [3] kemudian [Enter].

f. Kurva kalibrasi ditampilkan sebagai berikut:

CAL : NON LIN (1),
LIN (2), ADD (3) : 1

Sistem telah diprogram dengan kurva kalibrasi non linier. Karena sudah sesuai dengan cara analisis maka tekan [Enter].

g. Tehnik jenis pengukuran:

HOLD(1), CONT(2)
AREA (3), HIGT (4) : 1

Data dibaca dengan sistem hold (ruang yang menyatakan jumlah atom). Karena pilihan defaultnya adalah data hold maka cukup menekan [Enter].

h. Pengaturan larutan standar:

STD 1 (.0001-9999),
.....

Ketik konsentrasi larutan standar pertama yang dipakai. Misalnya standar pertama 1 ppm maka tekan [1], [.] , [0], [0] kemudian tekan [Enter].

i. Pengaturan larutan standar kedua:

STD 2 (.0001-9999),
.....

Ketik konsentrasi larutan standar kedua yang dipakai. Misalnya standar kedua 3 ppm maka tekan [3], [.] , [0], [0] kemudian tekan [Enter].

j. Pengaturan larutan standar ketiga:

STD 3 (.0001-9999),
.....

Ketik konsentrasi larutan standar ketiga yang dipakai. Misalnya standar ketiga 5 ppm maka tekan [5], [.] , [0], [0] kemudian tekan [Enter].

k. Pengaturan larutan standar keempat:

STD 4 (.0001-9999),
.....

Ketik konsentrasi larutan standar keempat yang dipakai. Misalnya standar keempat 7 ppm maka tekan [7], [.] , [0], [0] kemudian tekan [Enter].

l. Pengaturan larutan standar kelima:

STD 5 (.0001-9999),
.....

Ketik konsentrasi larutan standar kelima yang dipakai. Misalnya standar kelima 10 ppm maka tekan [10], [.] , [0], [0] kemudian tekan [Enter].

m. Pengaturan larutan standar baku (reslope standar):

RSLP (.0001-9999),
.....

Ketik konsentrasi larutan standar yang dipakai untuk standar patokan (baku), biasanya larutan standar pertama yang dipakai untuk standar baku. Misalnya standar pertama 1 ppm maka tekan [1], [.] , [0], [0] kemudian tekan [Enter].

n. Pengaturan waktu pembacaan di layar:

READ DELAY (0- 60 sec),
0

Waktu pembacaan di layar adalah waktu jeda saat kita tekan dengan pemunculan di layar. Pada alat ini sudah terprogram waktu jeda 0,1 detik, maka tinggal menekan [Enter].

o. Mencetak kondisi kalibrasi dan kurva kalibrasi:

Print Calib (Y/N) : Y
Graph size (1-3) : 1

Bila ingin mencetak kondisi-kondisi standar yang telah dibuat/diprogram di atas maka kita pilih Y (yes) dan mencetak grafik dengan ukuran tertentu (1-3), ukuran standar adalah 1, maka jika kita pilih 1 maka dengan menekan [enter] maka kondisi standar akan tercetak dan grafik akan tercetak setelah kita memperoleh data serapan sejumlah larutan standar yang digunakan.

p. Pengaturan jenis sampel dan lain-lain

Sistem umumnya dipakai nilai defaultnya maka beberapa pilihan tinggal menekan [enter]

4. Mengatur Pembakaran

- Alirkan gas/udara dari tabung kompresor dengan menekan tombol **gas on**, maka udara akan keluar melalui burner
- Alirkan gas bahan bakar dan nyalakan api dengan menekan tombol **flame on**, maka katup penyulut api akan bergerak untuk menyalakan bahan bakar
- Atur besar kecilnya api dengan mengulir tombol gas (**oxidant**) dan bahan bakar (**fuel**) pada tinggi tertentu
- Tekan tombol **Key Cont** untuk mengetahui serapan atom unsur setiap saat
- Cek serapan akuades dan larutan blanko dengan menginjeksikan larutan tersebut pada kapiler penyerap sampel
- Atur serapan akuades dan blanko dengan mengatur tinggi rendahnya pembakaran

5. Mencari dan membuat kurva kalibrasi

Sesuai dengan pemrograman yang telah dibuat sebelumnya, kurva standar ditentukan dengan cara sebagai berikut:

- Tekan tombol **Key Data** dan dilanjutkan tekan **Key Print**
- Pasang kertas pada printer dan pastikan printer dalam keadaan siap cetak (on)

- c. Aspirasikan (injeksikan) akuades pada burner, kemudian tekan **Key Auto Zerro** maka serapan akuades akan tercetak dengan harga yang dinolkan
 - d. Aspirasikan larutan standar pertama, kemudian tekan tombol **Key Calib**, maka serapan larutan standar pertama akan dicetak, yang dilengkapi dengan nilai rata-rata, dan simpangan bakunya
 - e. Aspirasikan larutan standar kedua, kemudian tekan tombol **Key Calib** sama seperti pada larutan standar pertama. Hal yang sama dilakukan untuk sejumlah larutan standar sesuai dengan jumlah yang diprogramkan.
 - f. Setelah semua larutan standar diaspirasikan maka alat secara otomatis mencetak grafik kurva kalibrasi larutan standar
6. Menentukan Kadar Unsur dalam Sampel
- a. Aspirasikan akuades pada burner, kemudian tekan tombol **Key Auto zerro**, maka serapan akuades yang dinolkan akan tercetak
 - b. Aspirasikan larutan sampel, kemudian tekan tombol **Key Read**, maka konsentrasi larutan sampel secara otomatis terbaca dan tercetak
 - c. Aspirasikan larutan blanko jika disediakan larutan blanko kemudian tekan tombol **Key Read**, maka konsentrasi blanko secara otomatis tercetak.

Daftar Pustaka

1. Anonim. 1998. *Guide to Operating Atomic Absorption Spectrophotometer*. Perkin Elmer Company.
2. Pecsok and Shield. 1968. *Modern Methods of Chemical Analysis*. New York : John Wiley & Sons.
3. Skoog, D.A. 1985. *Principles of Instrumental Analysis*. 3th Edition. New York : Saunders College Publishing.
4. Suyanta, Regina Tutik, Sunarto. 2000. *Petunjuk Praktikum Kimia Analisis Instrumen*. Yogyakarta: Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY.
5. Willard, Merrit, Dean (1974). *Instrumental Methods of Analysis*. New York : Van Nostrand Company.



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA

Memberikan

PIAGAM

No. : 670 / J.35.13 / PP / 2004

Kepada

SUSILA KRISTIANINGRUM, M.Si.

Sebagai **Pelatih / Instruktur** dalam :

“ Kegiatan Pelatihan Penggunaan dan Perawatan Alat-alat Laboratorium Kimia ”

Yang diselenggarakan oleh FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta dengan Dana Pendamping JICA
Pada tanggal 17 Maret 2004 di FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta



Yogyakarta, 17 Maret 2004
Dekan FMIPA UNY

Sukirman, M.Pd.
NIP. 130 340 113