

Materi Ajar :

SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM

Disusun Oleh :

Jamaludin Al Anshori, S.Si.

Staf Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Lingkungan
Jurusan Kimia FMIPA
Universitas Padjadjaran



Dalam Rangka Kerjasama antara
Kappatheta dan Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Lingkungan
Jurusan Kimia FMIPA Unpad

PANITIA PENYELENGGARA
PELATIHAN INSTRUMENTASI ANALISA KIMIA
DESEMBER 2005

SPEKTROSKOPI

Spektroskopi adalah ilmu yang mempelajari interaksi antara radiasi elektromagnetik dan materi.

RADIASI ELEKTROMAGNETIK

- Merupakan suatu bentuk energi yang terpancarkan melalui ruang dengan kecepatan yang sangat tinggi, meliputi sinar gamma, sinar X, sinar ultraviolet, sinar tampak, sinar infra merah, microwave dan gelombang radio.
- Memiliki sifat dualistik antara sifat gelombang (seperti panjang gelombang, frekuensi, kecepatan dan amplitudo) dan sifat partikel (seperti absorpsi dan emisi energi radiasi).
- Sebagai gelombang radiasi elektromagnetik terdiri atas komponen magnetik yang saling tegak lurus.
- Sebagai partikel radiasi elektromagnetik dipandang sebagai pancaran foton, membawa kuantum energi tertentu. Besarnya kuantum energi foton berbanding lurus dengan frekuensi menurut persamaan kuantum Planck

$$\epsilon = hv$$

ϵ : energi radiasi

h : konstanta Planck = $6,63 \times 10^{27}$ erg sec

v : frekuensi

Oleh karena $v = c/\lambda$, maka persamaan tersebut sering ditulis $\epsilon = hc/\lambda$, dengan c : kecepatan = $3,0 \times 10^{10}$ cm/sec, dan λ : panjang gelombang.

MATERI DAN ENERGI

- Dalam spektroskopi, materi dibedakan menjadi:

Materi dalam bentuk atom (*Atomic spectroscopy*)

Materi dan bentuk molekul (*Molecular spectroscopy*)

- Dalam materi terkandung **ENERGI**, yaitu potensi untuk melakukan kerja. Energi dalam materi karena adanya gaya interaksi dalam materi itu:

Dalam atom:

- inti atom	<i>Nuclear Energy</i>	~MeV
- inti elektron	<i>Electronic Energy</i>	~eV
- translasi	<i>Translational Energy</i>	~kecil

Dalam Molekul :

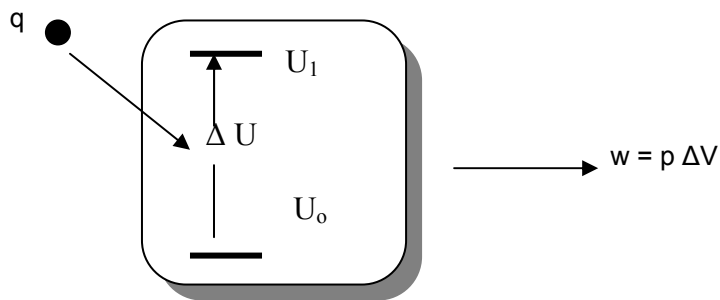
- inti atom	<i>Nuclear Energy</i>	~MeV
- inti elektron	<i>Electronic Energy</i>	~Ev
- vibrasi molekular	<i>Vibration energy</i>	~kal
- rotasi molekular	<i>Rotational Energy</i>	~ 0,01 kal
- translasi	<i>Translational Energy</i>	~kecil

- Energi internal suatu sistem adalah energi total dalam system itu

$$U = U_{\text{inti}} + U_{\text{elek}} + U_{\text{vib}} + U_{\text{rot}} + U_{\text{trans}}$$

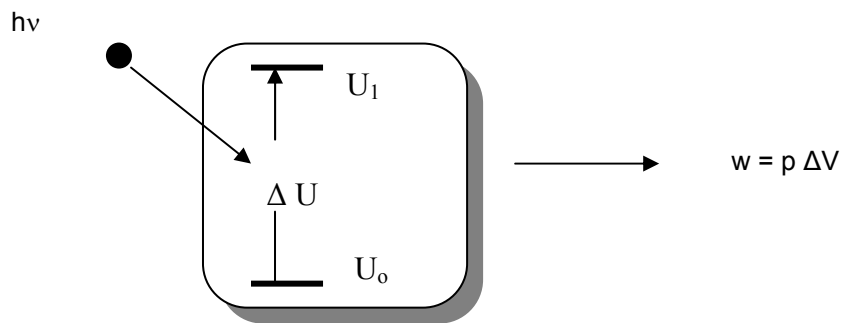
INTERAKSI RADIASI ELEKTROMAGNETIK DENGAN MATERI

- Hukum Termodinamika I tentang Kekekalan Energi



$$q = \Delta U + p \Delta V$$

- Dalam spektroskopi



Transisi

- Syarat : Transisi hanya akan terjadi bila dan hanya bila

$$h\nu = \Delta U$$

dengan : $\Delta U = U_1 - U_0$

U_1 : *excited state*

U_0 : *ground state*

➤ **BEBERAPA CONTOH SPEKTROSKOPI**

SPEKTROSKOPI UV – TAMPAK

SPEKTROSKOPI IR

SPEKTROSKOPI ABSORPSI ATOM

SPEKTROSKOPI FLUORESENSI SINAR X

➤ **APLIKASI PRAKTIS DALAM ANALISIS KIMIA**

SPEKTROSKOPI : ANALISIS KUALITATIF

SPEKTROMETRI : ANALISIS KUANTITATIF

➤ **BEBERAPA CONTOH TRANSISI**

○ Sinar γ	TRANSISI NUKLIR	$\Delta U_{\text{INTI}} : \sim \text{MeV}$
○ Sinar X	TRANSISI ELEKTRONIK	$\Delta U_{\text{ELEK}} : \sim \text{eV}$
○ Sinar UV	TRANSISI ELEKTRONIK	$\Delta U_{\text{ELEK}} : \sim \text{eV}$
○ Sinar Tampak	TRANSISI ELEKTRONIK	$\Delta U_{\text{ELEK}} : \sim \text{eV}$
○ Sinar IR	TRANSISI VIBRASI	$\Delta U_{\text{VIB}} : \sim \text{kal}$

➤ **MACAM INTERAKSI**

ABSORPSI

EMISI

FLUORESENSI

➤ **JENIS SPEKTROSKOPI MENURUT RADIASI ELEKTROMAGNETIK YANG DIGUNAKAN**

SPEKTROSKOPI SINAR γ

SPEKTROSKOPI SINAR X

SPEKTROSKOPI SINAR UV

SPEKTROSKOPI SINAR TAMPAK

SPEKTROSKOPI SINAR IR

➤ **JENIS SPEKTROSKOPI MENURUT MATERI YANG DILIBATKAN**

SPEKTROSKOPI ATOMIK

SPEKTROSKOPI MOLEKULER

➤ **JENIS SPEKTROSKOPI MENURUT INTERAKSI YANG DILIBATKAN**

SPEKTROSKOPI ABSORPSI

SPEKTROSKOPI EMISI

SPEKTROSKOPI FLUORESENSI

SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM

I. Spektrometri Serapan Atom

Spektrometri merupakan suatu metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan atau yang diserap oleh spesi atom atau molekul analit. Salah satu bagian dari spektrometri ialah Spektrometri Serapan Atom (SSA), merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog *et. al.*, 2000).

Sejarah SSA berkaitan erat dengan observasi sinar matahari. Pada tahun 1802 Wollaston menemukan garis hitam pada spektrum cahaya matahari yang kemudian diselidiki lebih lanjut oleh Fraunhofer pada tahun 1820. Brewster mengemukakan pandangan bahwa garis Fraunhofer ini diakibatkan oleh proses absorpsi pada atmosfer matahari. Prinsip absorpsi ini kemudian mendasari Kirchhoff dan Bunsen untuk melakukan penelitian yang sistematis mengenai spektrum dari logam alkali dan alkali tanah. Kemudian Planck mengemukakan hukum kuantum dari absorpsi dan emisi suatu cahaya. Menurutnya, suatu atom hanya akan menyerap cahaya dengan panjang gelombang tertentu (frekwensi), atau dengan kata lain ia hanya akan mengambil dan melepas suatu jumlah energi tertentu, ($\epsilon = hv = hc/\lambda$). Kelahiran SSA sendiri pada tahun 1955, ketika publikasi yang ditulis oleh Walsh dan Alkemade & Milatz muncul. Dalam publikasi ini SSA direkomendasikan sebagai metode analisis yang dapat diaplikasikan secara umum (Weltz, 1976).

Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom-atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada dalam sel. Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari:

1. Hukum Lambert : Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi.
2. Hukum Beer : Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan:

$$I_t = I_0 \cdot e^{-(\epsilon bc)}, \text{ atau}$$

$$A = -\text{Log } I_t/I_0 = \epsilon bc$$

Dimana : I_0 = Intensitas sumber sinar

I_t = Intensitas sinar yang diteruskan

ϵ = Absorptivitas molar

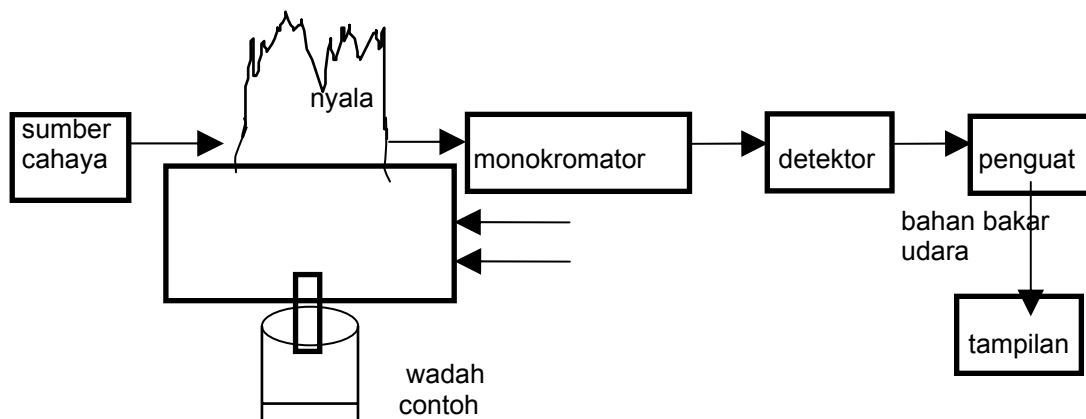
b = Panjang medium

c = Konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

A = Absorbans.

Dari persamaan di atas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day & Underwood, 1989).

Pada alat SSA terdapat dua bagian utama yaitu suatu sel atom yang menghasilkan atom-atom gas bebas dalam keadaan dasarnya dan suatu sistem optik untuk pengukuran sinyal. Suatu skema umum dari alat SSA adalah sebagai berikut:



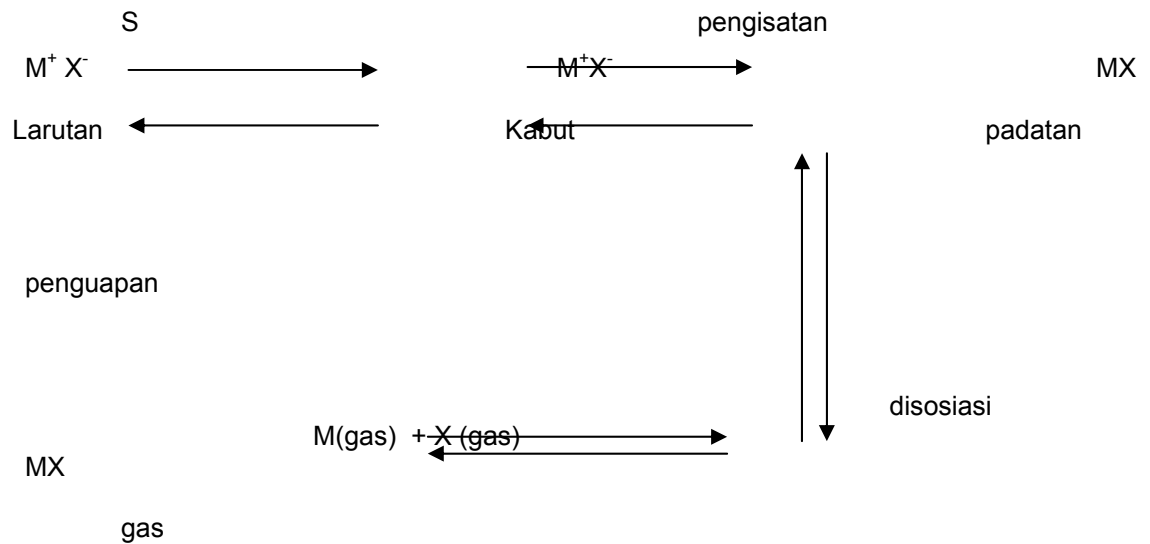
Gambar 1 Skema Umum Komponen pada Alat SSA (sumber: Haswel, 1991)

Dalam metode SSA, sebagaimana dalam metode spektrometri atomik yang lain, contoh harus diubah ke dalam bentuk uap atom. Proses pengubahan ini dikenal dengan istilah atomisasi, pada proses ini contoh diuapkan dan didekomposisi untuk membentuk atom dalam bentuk uap.

Secara umum pembentukan atom bebas dalam keadaan gas melalui tahapan-tahapan sebagai berikut :

- a. Pengisatan pelarut, pada tahap ini pelarut akan teruapkan dan meninggalkan residu padat.

- b. Penguapan zat padat, zat padat ini terdisosiasi menjadi atom-atom penyusunnya yang mula-mula akan berada dalam keadaan dasar.
- c. Beberapa atom akan mengalami eksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi dan akan mencapai kondisi dimana atom-atom tersebut mampu memancarkan energi.



Gambar 2 Tahapan Umum Atomisasi yang Terjadi pada SSA (Basset, *et.al.* 1994)

1.1 Sel Atom

Terdapat dua tahap utama yang terjadi dalam sel atom pada alat SSA dengan sistem atomisasi nyala. Pertama, tahap nebulisasi untuk menghasilkan suatu bentuk aerosol yang halus dari larutan contoh. Kedua, disosiasi analit menjadi atom-atom bebas dalam keadaan gas.

Berdasarkan sumber panas yang digunakan maka terdapat dua metode atomisasi yang dapat digunakan dalam spektrometri serapan atom :

- a. Atomisasi menggunakan nyala.
- b. Atomisasi tanpa nyala (*flameless atomization*).

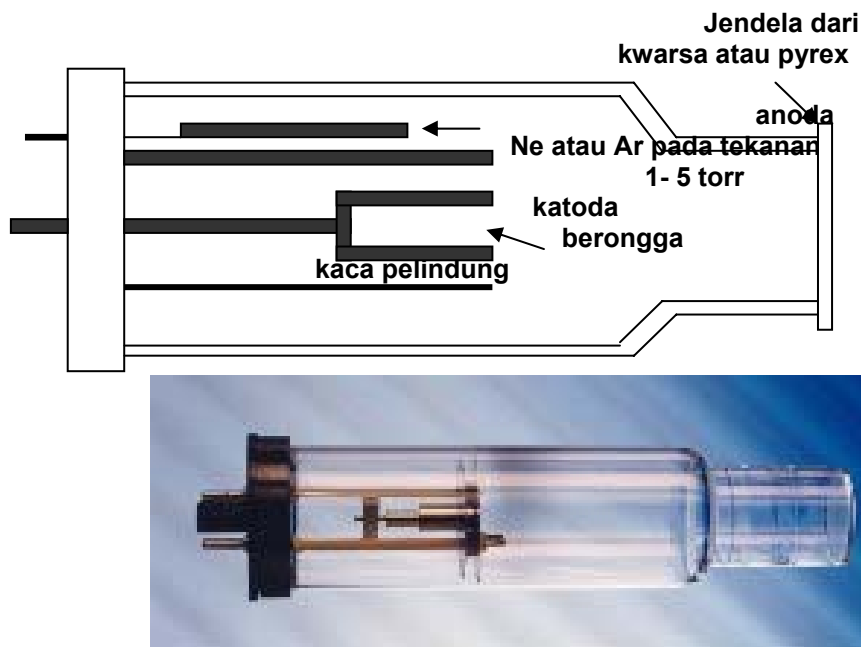
Pada atomisasi menggunakan nyala, digunakan gas pembakar untuk memperoleh energi kalor sehingga didapatkan atom bebas dalam keadaan gas. Sedangkan pada atomisasi tanpa nyala digunakan energi listrik seperti pada atomisasi tungku grafit (*grafit furnace atomization*).

Diperlukan nyala dengan suhu tinggi yang akan menghasilkan atom bebas. Untuk alat SSA dengan sistem atomisasi nyala digunakan campuran gas asetilen-udara atau campuran asetilen-N₂O.

Pemilihan oksidan bergantung kepada suhu nyala dan komposisi yang diperlukan untuk pembentukan atom bebas.

1.2 Sumber Cahaya

Sumber cahaya yang digunakan dalam alat AAS ialah lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*). Lampu ini terdiri dari suatu katoda dan anoda yang terletak dalam suatu silinder gelas berongga yang terbuat dari kwarsa. Katoda terbuat dari logam yang akan dianalisis. Silinder gelas berisi suatu gas lembam pada tekanan rendah. Ketika diberikan potensial listrik maka muatan positif ion gas akan menumbuk katoda sehingga terjadi pemancaran spektrum garis logam yang bersangkutan.



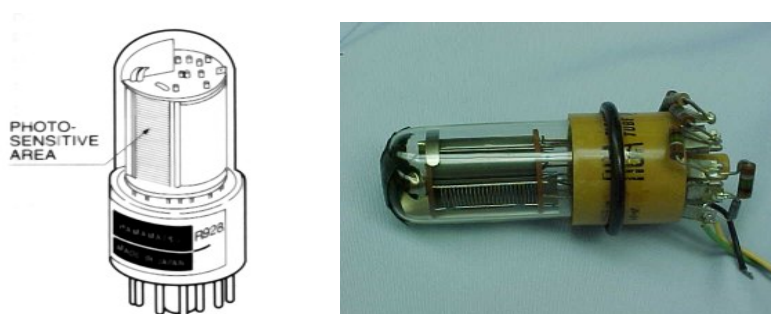
Gambar 3 Lampu Katoda Berongga (sumber: http://www.azwestern.edu/chemnasa-AASprimer-web_files-image002.jpg.htm)

1.3 Monokromator dan Sistem Optik

Berkas cahaya dari lampu katoda berongga akan dilewatkan melalui celah sempit dan difokuskan menggunakan cermin menuju monokromator. Monokromator dalam alat SSA akan memisahkan, mengisolasi dan mengontrol intensitas energi yang diteruskan ke detektor. Monokromator yang biasa digunakan ialah monokromator difraksi *grating*.

1.4 Detektor dan Sistem Elektronik

Energi yang diteruskan dari sel atom harus diubah ke dalam bentuk sinyal listrik untuk kemudian diperkuat dan diukur oleh suatu sistem pemroses data. Proses pengubahan ini dalam alat SSA dilakukan oleh detektor. Detektor yang biasa digunakan ialah tabung pengganda foton (*photomultiplier tube*), terdiri dari katoda yang dilapisi senyawa yang bersifat peka cahaya dan suatu anoda yang mampu mengumpulkan elektron. Ketika foton menumbuk katoda maka elektron akan dipancarkan, dan bergerak menuju anoda. Antara katoda dan anoda terdapat dinoda-dinoda yang mampu menggandakan elektron. Sehingga intensitas elektron yang sampai menuju anoda besar dan akhirnya dapat dibaca sebagai sinyal listrik. Untuk menambah kinerja alat maka digunakan suatu mikroprosesor, baik pada instrumen utama maupun pada alat bantu lain seperti *autosampler*.



Gambar 4 *Photo Multiplier Tube*

Daftar Pustaka

Higuchi, T and Hanssen, E. B., 1961, *Pharmaceutical Analysis*, Interscience Publisher, New-York.

Kemp, W., 1975, *Organic Spectroscopy*, ELBS, The Mamillan Press LTD., London.

Skoog, D. A., Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch, 2000. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Hardcover: 992 pages, Publisher: Brooks Cole

Willard, H. H., Merrit, L; L., and Settle Jr, F. A., 1989, *Instrumental Methods of Analysis*, Wadsworth Publishing Company, California.