

PENGGUNAAN PEREAKSI XYLENOL ORANGE DALAM ANALISIS MOLYBDENUM MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI

Yusuf Nampira, Dian Anggraini

Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – BATAN

Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang Selatan

Email: ad_90@ymail.com

(Naskah diterima tanggal: 20 April 2012, disetujui tanggal: 22 Mei 2012)

ABSTRAK

Penggunaan pereaksi xylenol orange dalam analisis kandungan molybdenum telah dipelajari dengan menggunakan metode spektropotometri. Tujuan kegiatan ini adalah untuk mengetahui kemampuan xylenol orange dalam membentuk senyawa kompleks molybdenum-xylenol orange sehingga senyawa kompleks tersebut dapat digunakan untuk menganalisis unsur Mo. Pada penelitian ini dipelajari beberapa faktor yang mempengaruhi pembentukan senyawa kompleks tersebut, antara lain adalah pH, waktu, perbandingan mol xylenol orange serta jumlah kandungan molybdenum. Bahan yang digunakan adalah ammonium molybdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, larutan xylenol orange dengan konsentrasi 0,5% dan larutan buffer dengan pH (1,5). Hasil pengukuran menunjukkan bahwa kompleks xylenol orange molybdenum memberikan puncak spektrum absorpsi maksimum pada panjang gelombang 563,6 nm. Absorbansi maksimum tercapai pada perbandingan mol Mo dan xylenol orange 1:2. Konsentrasi Mo yang mengikuti hukum *Lambert Beer* berada dalam kisaran mulai dari 2 ppm sampai dengan 4 ppm. Kestabilan senyawa kompleks molybdenum – xylenol orange sangat singkat yaitu lebih kecil dari 5 menit. Data pengukuran ini selanjutnya dapat digunakan sebagai parameter kerja dalam penentuan unsur Mo dengan metode spektrophotometer UV-VIS.

Kata kunci: Analisis molybdenum, xylenol orange, metode spektropothometri.

ABSTARCT

THE USE OF XYLENOL ORANGE (XO) REAGENT IN MOLYBDENUM (MO) ANALYSIS. The use of xylenol orange (XO) reagent in the analysis of Molybdenum (Mo) by spectrophotometry have been studied. The aim of this activity is to study the ability of xylenol orange to form a compound of molybdenum-xylenol orange complex to be analyzed by spectrophotometry. Some factors influencing the forming of the complex compound, for instance pH, time, comparison of XO/MO and the amount of Mo, are also studied. The materials used in this research includes ammonium molybdat $(\text{NH}_4)_6\text{M}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 0,5% xylenol orange and buffer solution (pH 1,5). Measurement result indicates that molybdenum content can be determined by spectrophotometry method at a wavelength of 563,6 nm. The maximum absorbance reached at a ratio of Molybdenum/Xylenol orange 1:2. The concentration of Mo was determined by using law of Lambbert Beer, which stayed in the range of 2 ppm to 4 ppm. The stability of complex compound

of molybdenum xylenol orange was shorter than 5 minutes. This measurement result can be used as a parameter in the determination of Mo element with UV-VIS spectrophotometer.

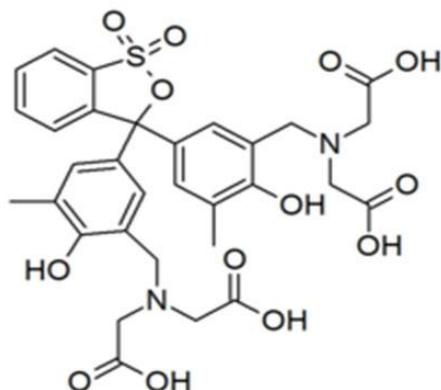
Keywords: molybdenum analysis, xylenol orange, spectrophotometry.

PENDAHULUAN

Pengembangan bahan bakar reaktor riset di Pusat Teknologi Bahan Nuklir (PTBN) mengarah ke pembuatan bahan bakar paduan uranium UMo/Al sebagai bahan bakar alternatif pengganti bahan bakar U_3Si_2Al . Dalam rangka menunjang kegiatan tersebut maka diperlukan suatu metode untuk menganalisis unsur logam padu yaitu molybdenum (Mo) guna mengetahui komposisi unsur padu UMo secara tepat. Penentuan unsur Mo dengan metode spektrofotometri UV-VIS telah dilakukan oleh beberapa peneliti sebelumnya ^[1] menggunakan pereaksi thiocyanat – Sn (II) chloride dan dithiol sebagai khromofor. Penggunaan pereaksi thiocyanat – Sn (II) memerlukan tahapan kerja cukup panjang yang meliputi reduksi Mo(VI) menjadi MO (IV) oleh Sn (II), kemudian senyawa kompleks yang terbentuk di reaksi dengan 3- methylbutanol. Sedangkan pemakaian pereaksi dithiol kurang sensitif dan pembentukan kestabilan senyawa kompleks memerlukan waktu yang cukup lama lebih dari 2 jam. Pustaka ^[2] menyebutkan bahwa diantara ligan organik yang dapat dengan mudah bereaksi dengan unsur- unsur logam yaitu xylenol orange. Hal ini telah dibuktikan oleh peneliti sebelumnya bahwa pereaksi xylenol orange mampu secara efektif membentuk senyawa dengan unsur – unsur logam transisi dan lainnya seperti zirkonium dan strontium dengan waktu pembentukan senyawa kompleks lebih singkat ^[2,3]. Berdasarkan hal ini maka dimungkinkan xylenol orange sebagai unsur logam transisi

dapat bereaksi dengan Mo membentuk senyawa kompleks warna sehingga dapat di analisis dengan metode spektrofotometri.

Xylenol orange (3'.3"-bis([bis(carboxy-methyl) amino]methyl)-5',5"-dimethylphenolsulfonephthalein) merupakan senyawa organik, yang mengandung gugus fungsi amino dan dua fungsi bidentate dari asam karboksilat. Asam karboksilat (RCOOH) dikarakterisasi oleh gugus karboksil, yang merupakan senyawa cincin stabil dengan sistim elektron phi terdelokalisasi ^[4]. Susunan elektron phi mampu menyerap sinar elektro magnetik pada panjang gelombang besar (200 – 700 nm) pada daerah visibel atau tampak karena memiliki elektron valensi dengan energi rendah ^[5]. Data tersebut di dukung pula dari pustaka ^[6], yang menyatakan bahwa gugus fungsional karboksil merupakan gugus fungsional elektron tak jenuh sehingga ikatan rangkap dalam gugus tersebut dapat memberikan orbital phi. Peristiwa transisi elektron pada orbital phi paling sesuai untuk analisis pada daerah tampak dengan panjang gelombang 200 – 700 sehingga fenomena ini dapat di aplikasikan pada spektrofotometri uv-vis. Gugus karboksil ini disebut kromofor yang menyebabkan molekul menjadi senyawa berwarna. Hal ini yang menjadikan xylenol orange digunakan dalam analisis kimia sebagai salah satu indikator *metallochrome* yang dapat mengikat ion logam dan sebagai pereaksi pembentuk senyawa kompleks warna dalam metode spektrofotometri. Struktur molekul dari xylenol orange dapat dilihat pada Gambar 1 ^[7].



Gambar . Struktur Molekul xylenol orange.

Sehubungan dengan fakta- fakta diatas maka pada penelitian ini akan dilakukan percobaan mengenai penggunaan Mo dengan pereaksi xylenol orange dalam membentuk senyawa kompleks molybdenum–xylenol orange. Tujuannya adalah untuk mengetahui kemampuan xylenol orange dalam membentuk senyawa kompleks molybdenum–xylenol orange yang dapat dianalisis dengan spektrofotometri. Untuk itu akan dilakukan pengukuran absorbansi Mo pada beberapa parameter pengukuran yang merupakan faktor – faktor yang berpengaruh pada pembentukan senyawa kompleks molybdenum xylenol orange, diantaranya: derajat keasaman (pH), waktu kestabilan kompleks, perbandingan xylenol orange /Mo, konsentrasi Mo. Hasil kegiatan ini diharapkan dapat digunakan sebagai data dukung dalam melakukan penetapan parameter analisis unsur Mo dalam bahan bakar UMo/Al menggunakan metode spektrofotometri.

TATA KERJA

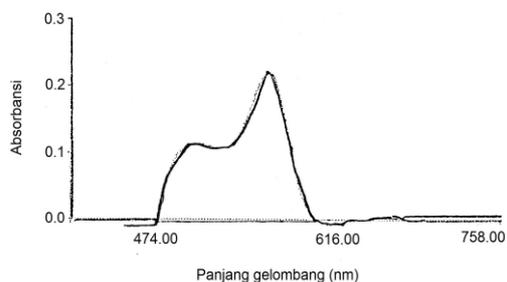
Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah larutan amonium molybdat 100 ppm dengan cara menimbang serbuk ammonium molybdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ H_2O sebanyak 0,125 g dan dilarutkan dalam aquades sebanyak 50 ml. Larutan deret

ammonium molybdat dengan variasi konsentrasi (1 ppm sampai dengan 6 ppm) dibuat dengan cara mengambil sejumlah larutan molybdat induk kemudian diencerkan menggunakan larutan 0,1 M H_2SO_4 dengan jumlah sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan. Bahan pereaksi yang digunakan adalah bahan xylenol orange dengan konsentrasi 0,5%. Larutan buffer dibuat dengan mencampur larutan natrium acetat 20 ml 5M dengan larutan asetat *glacial* sebanyak 250 ml.

Pengukuran absorbansi dilakukan dengan menggunakan alat spektrofotometer UV-VIS yang terdapat di laboratorium IRM-PTBN. Absorbansi maksimum ditentukan dengan melakukan *scanning* dari salah satu larutan deret molybdenum (5 ppm) dengan memipet 250 μL larutan molybdenum 100 ppm, dimasukkan dalam labu takar 5 ml. Kemudian ditambahkan sebanyak 75 μL larutan xylenol orange (0,5%) dan di tepatkan sampai tanda batas dengan larutan buffer. Kemudian pada panjang gelombang dengan nilai absorbansi maksimum dilakukan pengamatan absorbansi dengan parameter waktu dan perbandingan mol xylenol orange dengan Mo.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis kualitatif pada spektrofotometer UV-VIS berdasarkan puncak – puncak yang dihasilkan pada spectrum suatu unsur tertentu pada panjang gelombang tertentu. Oleh karena itu, untuk menentukan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks molybdenum - xylenol orange (Mo-XO) dilakukan *scanning* panjang gelombang mulai dari 190 nm sampai dengan 900 nm dari larutan campuran ammonium molybdat 5 ppm dengan xylenol orange. Hasil *scanning* tersebut ditampilkan pada Gambar 1.



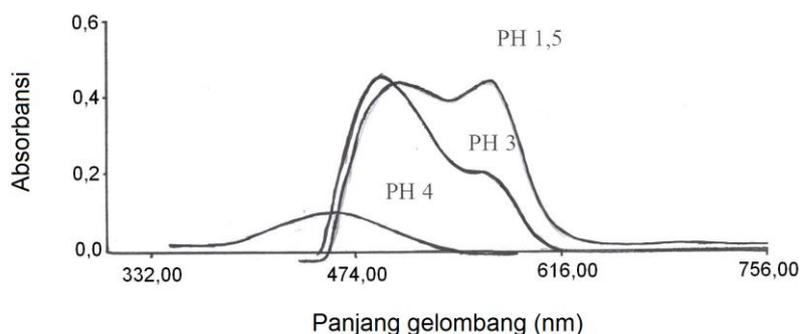
Gambar 1. Spektrum absorpsi kompleks molybdenum – xylenol orange.

Hasil *scanning* menunjukkan bahwa nilai absorbansi maksimum senyawa kompleks molybdenum – xylenol orange terjadi pada panjang gelombang absorbansi maksimum 563,6 nm. Selanjutnya pengukuran unsure Mo dilakukan pada panjang gelombang tersebut.

Reaksi pembentukan suatu senyawa kompleks dipengaruhi oleh

beberapa faktor, diantaranya adalah suasana media (pH). Oleh sebab itu, untuk mendapatkan pH optimum pembentukan senyawa kompleks xylenol orange - molybdenum dilakukan pengukuran dengan variasi pH 1,5 ; 3 dan 4. Spektrum dari hasil pengukuran kompleks Mo – xylenol orange pada berbagai pH dapat dilihat pada Gambar 2.

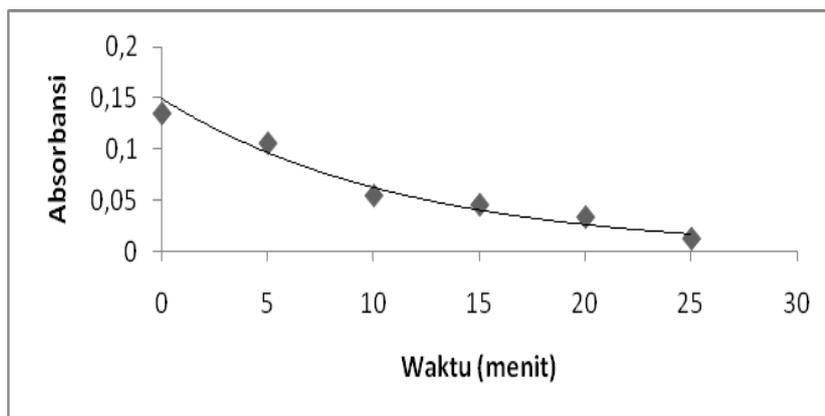
Gambar 2 menunjukkan bahwa absorbansi maksimum pada panjang gelombang 563,6 nm diperoleh pada pH 1,5, sedangkan pada pH 3 diperoleh nilai absorbansi lebih rendah dan pada pH 4 absorbansi tidak terdeteksi. Hal ini disebabkan semakin rendah nilai pH suatu media maka jumlah ion H^+ semakin besar sehingga keaktifan gugus xylenol orange didalam ligan semakin tinggi dan hal ini menyebabkan reaksi berlangsung semakin cepat.



Gambar 2. Spektrum Mo dalam senyawa kompleks xylenol orange pada berbagai pH.

Kestabilan suatu senyawa kompleks sangat tergantung dari waktu. Reaksi antara Mo dan xylenol orange terjadi sangat cepat. Fenomena ini ditunjukkan dari terbentuknya warna oranye kemerah-merahan pada larutan saat pencampuran kedua reaktan, tetapi dalam waktu yang singkat warna larutan tersebut cepat berubah menjadi oranye. Fakta ini menunjukkan bahwa

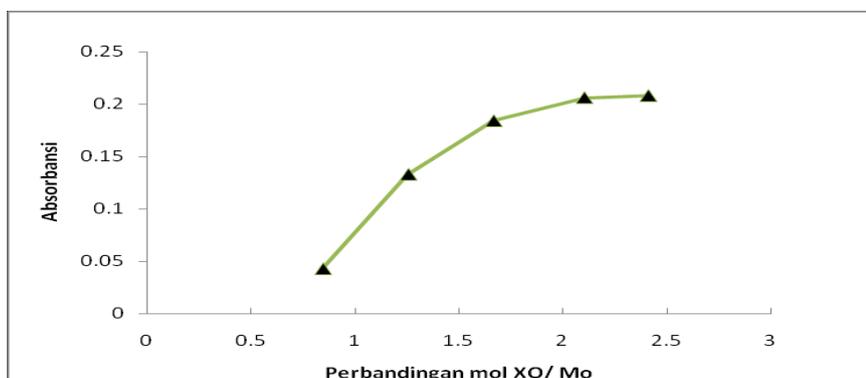
kestabilan senyawa kompleks molybdenum dan xylenol orange berlangsung dalam waktu pendek dalam kisaran perbedaan waktu 5 menit terjadi penurunan absorbansi sebesar 66%. Hal ini ditunjukkan oleh data hasil pengukuran absorbansi molybdenum terhadap waktu, seperti yang dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Hubungan antara nilai absorbansi molybdenum-xilenol orange terhadap tenggang waktu antara pereaksian dan pengukuran.

Selain waktu, parameter pengukuran yang berpegaruh terhadap kestabilan senyawa kompleks xilenol orange dan molybdenum adalah perbandingan mol xilenol orange dan molybdenum. Pada percobaan ini telah dilakukan pengamatan absorbansi

molybdenum dengan memvariasi jumlah xilenol orange dalam larutan ammonium molybdat dengan perbandingan mol XO/Mo dari 0,05 sampai dengan 2,5. Hasil pengukuran dari pengamatan ini ditampilkan dalam bentuk grafik seperti terlihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Hubungan perbandingan mol XO/Mo dengan absorbansi.

Gambar 4. menunjukkan bahwa nilai absorbansi Mo semakin tinggi dengan bertambahnya larutan pengomplek xilenol orange dan secara visual warna larutan terlihat cenderung berwarna oranye dan semakin tajam dengan bertambahnya larutan xilenol orange. Kenaikkan absorbansi dengan bertambahnya

perbandingan mol XO/Mo tampak jelas terlihat mulai dari perbandingan mol sekitar 0,8 sampai 2 cukup tajam sedangkan pada penambahan selanjutnya terlihat agak mendatar. Pada kondisi ini perbandingan mol xilenol orange dan molybdenum adalah 2:1. Hal ini disebabkan reaksi pembentukan senyawa kompleks pada pH 1,5 mencapai

kondisi *stochiometri* mole dan perbandingan mol xylenol orange dan molybdenum 2:1. Adanya kelebihan jumlah xylenol orange yang lebih besar tidak lagi mempengaruhi reaksi kesetimbangan pembentukan senyawa kompleks tersebut, sehingga kelebihan jumlah xylenol orange tidak berpengaruh pada besaran serapan pada panjang gelombang 563,6 nm.

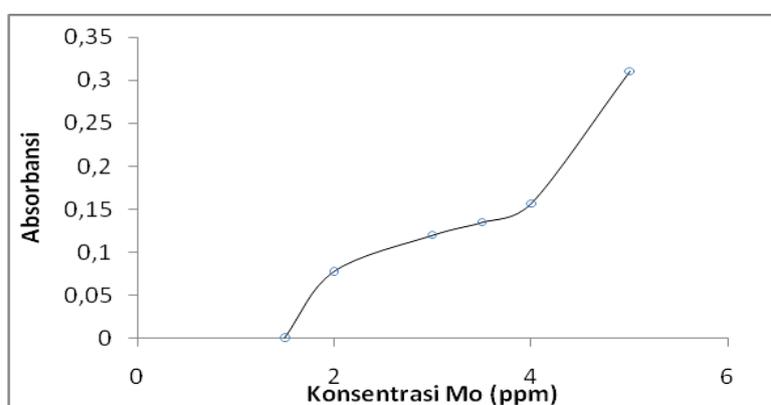
Penentuan suatu unsur dengan metode spektrofotometri secara kuantitatif mengikuti hukum *Lambert Beer*, yang

menyatakan adanya hubungan linier antara konsentrasi dan absorbansi sebagai berikut;

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \quad (1)$$

Dengan A = absorbansi, ϵ = koefisien absorbtivitas molar, $\text{molar}^{-1} \cdot \text{L}^{-1}$, b = tebal media yang dilewati sinar, cm, c = konsentrasi larutan sampel, ppm.

Hasil pengukuran dari larutan Mo variasi konsentrasi mulai dari 1 ppm sampai dengan 6 ppm memberikan nilai absorbansi seperti yang terlihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Hubungan konsentrasi Mo dengan nilai absorbansi pada panjang gelombang 563,6 nm.

Gambar 5 di atas menunjukkan bahwa absorbansi hasil serapan sinar oleh larutan kompleks dengan konsentrasi Mo dari 1,5 ppm sampai dengan 6 ppm tidak masuk dalam hubungan linier antara serapan dan konsentrasi Mo. Berdasarkan pustaka ^[8] dijelaskan bahwa ada beberapa faktor yang menyebabkan deviasi terhadap hukum *Lambert Beer*, antara lain terjadinya interaksi dengan molekul – molekul dalam sampel berpengaruh pada nilai karakteristik absorbansi molekul tersebut. Selain itu dimungkinkan adanya pengaruh *stray radiation*, yaitu radiasi yang mencapai detektor tidak semua melalui sampel. Berdasarkan hubungan absorbansi dengan

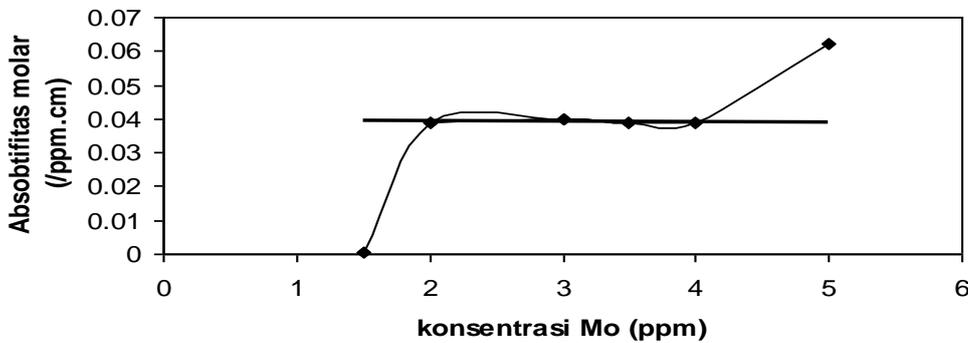
intensitas cahaya sbb;

$$A = \log (P_o + P_s / P + P_o) \quad (2)$$

Dengan A = absorbansi, P_o = intensitas cahaya sebelum melalui sampel, P_s = intensitas cahaya yang terserap sampel, P = intensitas cahaya keluar sampel, maka pada konsentrasi Mo rendah, intensitas cahaya sumber banyak tidak terserap oleh kompleks Mo-xylenol orange. Hal ini menyebabkan nilai absorbansi kompleks Mo-xylenol orange lebih kecil dari serapan oleh kompleks Mo-xylenol orange dalam daerah linier. Adapun pada peristiwa serapan pada konsentrasi Mo tinggi intensitas cahaya

yang keluar sampel semakin (P) kecil sedangkan intensitas diserap (nilai Ps) semakin besar maka absorbansi akan dipengaruhi hanya oleh nilai Ps dan ini akan menyebabkan hubungan konsentrasi dan

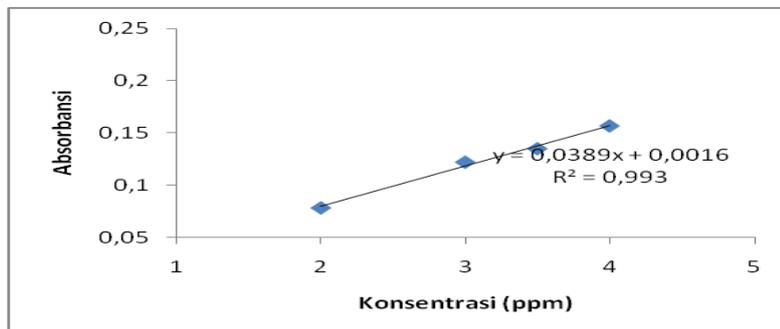
absorbansi menjadi tidak linier. Fenomena diatas menyebabkan adanya perbedaan nilai absorbtivitas molar, ϵ (ml/l), seperti yang terlihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Hubungan absorbtifitas molar Mo-xylenol orange dengan konsentrasi Mo.

Bila data pada konsentrasi 1,5 ppm dan 6 ppm dihilangkan dari grafik tersebut maka

akan diperoleh hubungan linier seperti yang terlihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Hubungan linier konsentrasi Mo dengan absorbansi.

Berdasarkan data di atas maka batasan konsentrasi Mo yang mengikuti hukum *Lambert Beer* terjadi pada daerah pengukuran mulai dari konsentrasi 2 ppm dengan 4 ppm. Sehingga dapat ditetapkan bahwa daerah konsentrasi ini merupakan daerah kerja pengukuran untuk penentuan unsur Mo selanjutnya.

SIMPULAN

Unsur Mo dapat dianalisis dengan metode spektrofotometri melalui pengukuran senyawa kompleks xylenol

orange – molybdenum pada panjang gelombang absorbansi maksimum 563,6 nm. Kondisi pengukuran yang optimal diperoleh pada perbandingan mol xylenol orange dan molybdenum 2:1 dalam media asam dengan larutan buffer pada pH 1,5. Waktu stabil senyawa kompleks molybdenum xylenol orange sangat singkat dibawah 5 menit dan kisaran konsentrasi molybdenum yang mengikuti hukum *Lambert Beer* pada daerah 2 ppm sampai dengan 4 ppm dan selanjutnya data ini digunakan sebagai daerah kerja pengukuran unsur Mo dengan metode spektrofotometer UV-VIS.

DAFTAR PUSTAKA

- [1]. Abdul Majeed, (1991), Spectrophometric Determination of Molybdenum with Xylenol Orange, *Jurnal Chem Soc Pak*, Vol 13, No.3.
- [2]. Abdul Majeed, (1997), Spectrophometre of Micro Concentartion of Strontium with Xylenol Orange, *Jurnal Chem Soc Pak*, Vol 19, No.3.
- [3]. Abdul Majeed, (1996), Spectrophometric Determination of Iron with Xylenol Orange, *Jurnal Chem Soc Pak*, Vol 18, No.3.
- [4]. Javad Zolgharnein, (2009), Spectrophotometric Determination of Trace Amount of Fluoride Using an Al-XO Complex as a Colored agent", *Analytical Sciences*, Oktober, Vol 25.
- [5]. Olga Solovey- Vandersheen, (2003), UV-Visible and IR spectroscopyc Studies of Ruhtenium (III) xylenol Orange Complex, *Acta Chem Slov*, 2014, 51, 95-105, Received 15 October 2003.
- [6]. Anonim, (n.d), <http://gugus.fungsional/electron.valensi.energy.rendah>.
- [7]. Struicture arsenazo III.
- [8]. Hobart.H.Willard, (1988), *Instrumental Methods of Analysis*, Publishinh Company, Hobart H.Willard, Wadsworth, 7^{Th Edition}.