

PERBANDINGAN PELARUTAN CUPLIKAN DENGAN METODA KONVENSIONAL DAN MICROWAVE

Sahat Simbolon*

ABSTRAK

PERBANDINGAN PELARUTAN CUPLIKAN DENGAN METODA KONVENSIONAL DAN MICROWAVE. Diterangkan kelemahan sistem pelarutan cuplikan dengan metoda konvensional: membutuhkan waktu yang cukup banyak, merusak lingkungan, dan membutuhkan banyak perhatian selama pelarutan dilakukan, memerlukan lemari asam khusus untuk cuplikan biologi dan botani. Sebaliknya pelarutan cuplikan padat dengan metoda maju (tungku microwave) hanya membutuhkan waktu yang singkat, tidak merusak lingkungan, dan tidak membutuhkan banyak perhatian.

ABSTRACT

COMPARISON BETWEEN CONVENTIONAL AND MICROWAVE METHOD IN SAMPLE DISSOLUTION. It is clarified that the weakness of conventional method in sample dissolution are time consuming, environmental destruction, and it requires a lot of attention during dissolution, as well as a need of a special fumes hood for biological and botanical samples. On the other hand, dissolution of solid samples using microwave method is not time-consuming and environment-friendly. This method does not need much attention such as in conventional method.

PENDAHULUAN

Analisis unsur-unsur secara kuantitatif dapat dilakukan terhadap cuplikan padat, cair dan gas. Secara umum pada analisis unsur gas tidak perlu dilakukan perubahan bentuk fisik unsur, karena analisis dilakukan dengan instrumen khusus. Meskipun cuplikan padat dapat dianalisis secara langsung, misalnya dengan menggunakan metoda Pendaran Sinar X, APN dll, akan tetapi cukup banyak analisis cuplikan padat dilakukan melalui pelarutan langsung atau tidak langsung.

Pelarutan cuplikan padat dikerjakan pada bagian awal dari satu rangkaian langkah analisis. Karena cuplikan yang dianalisis merupakan sebagian dari cuplikan yang besar, maka agar dapat dilakukan analisis yang mendekati ideal, tidak boleh ada bagian dari cuplikan yang dibuang atau diabaikan saat pelarutan. Sebelum dilakukan analisis dengan suatu instrumen kimia analisis, cuplikan padat harus diubah terlebih dahulu menjadi cuplikan cair dengan komposisi yang sama dengan sebelum dilarutkan. Bila komposisinya berbeda kesalahan sudah terdapat di dalam langkah analisis yang

pertama dan kemudian dapat dipastikan bahwa hasil analisisnya secara keseluruhan tidak akan tepat. Oleh karena itu pelarutan cuplikan merupakan hal yang sangat penting di dalam kimia analisis. Makalah ini menerangkan perbedaan antara pelarutan cuplikan padat dengan menggunakan metoda konvensional dan metoda microwave.

PELARUTAN DENGAN METODA KONVENSIONAL

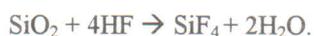
Secara umum dapat dikatakan bahwa melarutkan cuplikan harus disertai pemanasan agar cuplikan cepat larut. Semakin cepat sebuah cuplikan larut sempurna semakin "baik" pula metoda analisis yang digunakan. Pelarutan cuplikan di dalam pelarut air, asam atau campuran asam yang disertai pemanasan dari luar dikenal sebagai pelarutan dengan metoda konvensional. Pelarutan cuplikan dengan metoda konvensional membutuhkan waktu pelarutan yang cukup lama dan tidak menyenangkan karena uap asam yang cukup banyak ke luar dari sistem

*Peneliti Puslitbang Teknologi Maju, BATAN

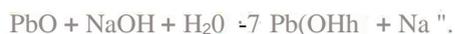
pelarutan [1]. Cukup banyak pelarut asam yang dapat digunakan seperti asam nitrat dan sulfat dll, yang disertai dengan pemanasan. Kalau asam tersebut tersebut di atas kurang mampu melarutkan, maka digunakan air raja atau *aqua regia*. Larutan HF juga sering digunakan, kecuali kalau akan menganalisis silikon di dalam suatu cuplikan, karena senyawa HF akan bereaksi dengan silikon dan gelas yang persamaan reaksinya dapat dituliskan sebagai berikut:



Bila disertai pemanasan, reaksinya berubah menjadi



Cuplikan yang sukar larut di dalam asam sebelum dilarutkan terlebih dahulu dilebur dengan NaOH sehingga terjadi reaksi antara cuplikan dengan NaOH. Misalnya kalau cuplikan mengandung PbO, maka hasil peleburannya menghasilkan reaksi



Hasil peleburannya kemudian baru dilarutkan di dalam air atau asam. Metoda ini sebenarnya tidak terlalu murah biayanya, karena metoda ini membutuhkan tungku tempat melebur dan cawan platina sebagai wadah peleburan cuplikan dan NaOH. Semakin lama atau semakin banyak langkah yang dibutuhkan untuk melarutkan sesuatu cuplikan, maka semakin kurang baik metoda pelarutannya, karena semakin besar pula kemungkinannya akan terkontaminasi.

Untuk cuplikan yang berasal dari bahan geologi biasanya dibutuhkan waktu melarutkan yang sangat lama, mungkin dibutuhkan waktu berjam-jam atau bahkan berhari-hari. Jika cuplikannya hanya berjumlah satu-dua saja, pelarutan dapat dilakukan dengan cukup teliti dalam waktu relatif pendek dengan menambahkan panas dari kompor pemanas (*hot-plate*). Kalau jumlah cuplikannya cukup banyak, maka waktu pelarutan menjadi sangat lama dan membosankan. Selain itu pelarutan cuplikan

geologi dengan menggunakan kompor pemanas dengan sistem terbuka membutuhkan perhatian yang cukup besar, karena asam yang digunakan sebagai pelarut akan selalu berkurang dan asam harus ditambahkan ke dalam sistem dari waktu ke waktu. Penambahan asam yang segar ke dalam sistem pelarutan tidak dapat dilakukan pada saat sistem pelarutan sedang dalam keadaan panas, karena akan terjadi percikan yang mengakibatkan sebagian kecil cuplikan akan keluar dari wadahnya yang mengakibatkan kesalahan di dalam perhitungannya kemudian. Penambahan asam segar ke dalam sistem yang sudah mendekati kering akibat pemanasan harus dilakukan dalam keadaan yang cukup dingin, idealnya dalam suhu kamar. Menunggu penurunan suhu sistem pelarutan dari $\pm 180^\circ\text{C}$ sampai suhu kamar bukanlah waktu yang singkat. Waktu keseluruhan pelarutan semakin panjang karena penambahan asam segar dilakukan berkali-kali sampai semua cuplikan dapat larut. Semua asam yang digunakan dalam sistem pelarutan ini akan menghasilkan uap asam yang tidak baik bagi kesehatan maupun untuk lingkungan.

Uap asam akibat pemanasan asam dan cuplikan akan menguap ke udara di sekeliling lemari asam, selanjutnya ke lingkungan. Oleh karena asam yang digunakan mempunyai sifat korosif terhadap logam, maka lemari asam yang digunakan akan cepat mengalami reaksi korosi yang hasilnya dapat menjadi kontaminan bagi cuplikan yang sedang dilarutkan. Metoda konvensional ini akhirnya tidak bersahabat dengan lingkungan.

Untuk mengurangi kelemahan metoda pelarutan cuplikan di atas maka digunakanlah metoda pelarutan cuplikan dengan sistem tertutup. Pemanasan sistem pelarutan masih dari luar sehingga wadah cuplikan menjadi media perpindahan panas. Kalau wadahnya terbuat dari bahan yang dapat mentransfer panas dengan baik, maka pemanasannya mempunyai efisiensi yang tinggi. Ditinjau dari sudut pemakaian asam, metoda ini mampu mengurangi

pemakaian asam, mengurangi kemungkinan terkontaminasi dan tidak membutuhkan perhatian yang besar karena selama pemanasan dapat ditinggalkan di dalam tungku. Metoda ini membutuhkan wadah dan tutup yang mempunyai ulir. Pada saat pemanasan cuplikan di dalam asam wadah dan tutup yang berulir akan menjadi sebuah tabung yang tertutup rapat sehingga uap asam yang terjadi selama pemanasan tidak ke luar dari tabung. Uap asam suatu saat akan jenuh dan kembali mencair sebagai asam cair dan kembali melarutkan cuplikan. Tabung yang digunakan terbuat dari Teflon PFA yang tahan panas dan asam. Pelarutan dengan metoda ini menghasilkan tekanan dari uap asam yang terdapat di dalam tabung sebelum mencair kembali akibat jumlah uap asam yang cukup banyak. Tekanan cukup membantu pelarutan cuplikan. Akan tetapi meskipun metoda ini sudah disertai panas dan tekanan ternyata masih membutuhkan waktu yang berjarn-jam dan ada kalanya berhari-hari.

Pelarutan cuplikan biologi biasanya dilakukan dengan mengabukannya terlebih dahulu kemudian baru dilarutkan di dalam asam. Tetapi ada juga dengan melarutkannya langsung di dalam asam kuat agar terjadi oksidasi dengan bahan organik dari cuplikan biologi. Metoda pelarutan dengan asam kuat membutuhkan kontrol yang sangat baik dan lemari asam yang khusus karena cuplikan biologi biasanya menggunakan asam perklorat.

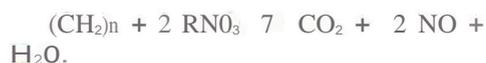
PELARUTAN DENGAN METODA MICROWAVE

Untuk mengatasi masalah yang timbul dan meningkatkan untuk efisiensi pemanasan selama proses pelarutan cuplikan dari bidang geologi, atau cuplikan biologi digunakan metoda pelarutan dengan pemanasan *microwave*. Tungku *microwave* dapat memanaskan larutan di dalam sebuah wadah, akan tetapi wadahnya tidak mengalami pemanasan secara langsung. Suhu wadahnya akan mengalami kenaikan akibat perpindahan panas dari larutan ke wadahnya, kebalikan dengan sistem konvensional. Dengan menggunakan tungku *microwave*, cuplikan

akan cepat larut, sering dalam dalam orde menit. Cuplikan yang akan dilarutkan dimasukkan ke dalam tungku *microwave*, kemudian tungku *microwave* difungsikan dan akhirnya cuplikan dapat larut dengan sempurna. Tungku *microwave* pada prinsipnya memanaskan asam atau campuran asam yang digunakan sebagai pelarut cuplikan secara internal dengan oscilator elektromagnet. Energi dari tungku *microwave* ke dalam asam melalui polarisasi *absortive* ditransfer bukan melalui tumbukan molekul. Wadah cuplikan di dalam sistem ini juga tertutup agar uap asam yang sangat korosif tersebut tidak merusak tungku *microwave*. Oleh karena pelarutan dengan menggunakan tungku *microwave* ini sangat cepat dan tidak membutuhkan banyak perhatian, maka metoda ini sangat disenangi. Sudah banyak cuplikan dari bahan geologi dan biologi yang dilarutkan dengan metoda ini dan hasilnya lebih baik daripada menggunakan metoda konvensional. Di samping itu pelarutan cuplikan dengan tungku *microwave* sangat aman dan tidak merusak lingkungan karena tidak menghasilkan banyak uap asam yang ke luar dari sistem atau lemari asam.

Metoda ini baik untuk melarutkan cuplikan yang mengandung unsur - unsur yang mudah menguap, karena apabila digunakan metoda konvensional yang terbuka unsur-unsur tersebut akan terlepas ke lingkungan sebelum dilakukan analisis. Metoda ini juga baik untuk melarutkan cuplikan yang mengandung unsur radioaktif, karena bahan radioaktif yang terdapat di dalam cuplikan tidak ke luar dari sistem.

Metoda ini juga baik untuk cuplikan biologi dan botani yang mengandung hidrokarbon. Reaksi antara hidrokarbon dan asam akan menghasilkan gas yang mempunyai tekanan tertentu. Reaksinya dapat dituliskan sebagai berikut ini



Memang tidak semua cuplikan geologi dapat dilarutkan dengan tungku *microwave* secara sempurna, ada cuplikan geologi yang memang sukar larut baik di dalam asam atau campuran asam yang disertai dengan pemanasan. Cuplikan geologi yang mengandung zirkonium cukup banyak tidak dapat larut di dalam asam meskipun sudah digunakan tungku *microwave*. Cuplikan geologi yang mengandung zirkonium ini memang merupakan anomali atau exception saja dari cuplikan geologi lainnya.

KESIMPULAN

1. Metoda *microwave* dapat melarutkan cuplikan lebih cepat dan aman daripada metoda konvensional.
2. Metoda konvensional lebih baik digunakan untuk cuplikan yang sangat mudah larut saja, sedangkan metoda *microwave* digunakan untuk cuplikan yang sukar larut.
3. Metoda *microwave* sebaiknya digunakan untuk cuplikan yang mengandung unsur-unsur berbahaya atau mempunyai sifat radioaktif agar tidak mencemari lingkungan.
4. Kalau cuplikan mengandung unsur-unsur yang sangat menguap, maka sebaiknya menggunakan metoda *microwave* untuk menghindarkan penguapan ke udara yang dapat mempengaruhi hasil analisis.

DAFTAR PUSTAKA

1. NADKARNI, R. A; Application of microwave oven samples dissolution in analysis, *Anal Chern* 1984, 56, 2233 - 2237.
2. KINGSTON, H M and JESSIE, L. B; Microwave Energy for Acid Decomposition at Elevated Temperature and Pressure Using Biological and Botanical samples; *Anal Chern* 1986, 58, 2534 - 2541.
3. FISCHER, L.B; Microwave Dissolution of Geologic Material Application to Isotope Dilution Analysis; *Anal Chern* 1986, 58, 261-263.
4. ABU-SAMRA, A et al. Wet Ashing of Some Biological samples in a Microwave Oven; *Anal Chern* 1975, 47, 1475- 1477.
5. BARRET, P and DAVIDOWSKI, L, J; Microwave Oven-Based Wet Digestion Technique; *Anal Chern* 1978, 50, 1021-1022