



PENGUJIAN PELARUT BAHAN JALAN, AIR CAMPURAN BETON DAN AIR LINGKUNGAN KOROSI DENGAN ALAT ULTRA VIOLET VISIBLE SPECTROPHOTOMETER

Leksmningsih

RINGKASAN

Banyaknya kerusakan jalan dan jembatan bukan hanya oleh pengaruh sifat fisik, tetapi juga disebabkan oleh pengaruh sifat kimia dari bahan jalan dan jembatan. Salah satu cara untuk dapat mengevaluasi sifat kimia bahan jalan dan jembatan adalah dengan menganalisis unsur-unsur. Untuk mengenali unsur yang terdapat di dalam setiap jenis bahan jalan tersebut, digunakan alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer, yaitu dengan pembuatan grafik standar dari masing-masing unsur yang mempunyai panjang gelombang 200 sampai dengan 3000 Nm.

Di dalam tulisan ini dilaporkan hasil pengujian terhadap kemurnian bahan-bahan pelarut organik dan anorganik yang lazim dipakai dalam penelitian bahan jalan, pengujian air campuran beton, dan air lingkungan korosi.

Dari hasil pengujian terlihat bahwa konsentrasi bahan pelarut pro analisa (p.a) berkisar antara 90 - 99,5 %, pelarut teknis 60 - 85 %. Air campuran beton untuk contoh air dari kotamadya Bandung mempunyai kadar Sulfat (SO_4 -) tinggi terutama contoh dari sungai Cipanteuneun (83.64 ppm). Air lingkungan korosi dengan kadar SO_4 tertinggi diperoleh dari contoh air yang diambil dari sungai Brantas (393.90 ppm). Pengujian contoh-contoh tersebut dapat dilakukan dengan cepat dan akurat. Dengan kinerja tersebut alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer dapat digunakan untuk menunjang penelitian di bidang bahan jalan dan lingkungan.

SUMMARY

The process of degradation of many road and bridge materials are influenced by both physical and chemical factors. Some of the chemical properties of these materials can be analysed using Ultra Violet Spectrophotometer equipment. This equipment is capable of detecting any chemical element with an associated wavelength in the range 200 to 3000 Nm. The report includes test on four kinds of materials : (i) purified solvent and, (ii) technical solvent used within road materials, (iii) water used for concrete mixing and (iv) water that has been involved in the bridge corrosion process.

The results presented here show that the purities of pro analyze solvent are in range 90% - 95% while that of technical solvent is only 60% - 85%, some source of water have a high sulphur content, for example that from the Cipanteuneun river, Bandung, (used for concrete mixing) had 83.64 ppm and that from the Brantas river (involved the corrosion process) had 393.90 ppm.

Use of the Ultra Violet Visible Spectrophotometer equipment enabled these test to be performed quickly and accurately. This experimental capability will be of considerable value to research on road and bridge materials and also to studies of the road environment.

I. PENDAHULUAN

Banyak faktor yang menyebabkan usia jalan dan jembatan tidak sesuai dengan yang diharapkan, antara lain faktor sifat fisik dan sifat kimia bahan jalan dan jembatan. Pengamatan menunjukkan relatif cukup banyak terjadi kerusakan jalan dan jembatan disebabkan bukan hanya oleh sifat fisik tetapi juga disebabkan oleh pengaruh sifat kimia dari bahan jalan. Salah satu cara untuk dapat mengevaluasi sifat kimia bahan jalan dan jembatan adalah dengan menganalisis unsur-unsur yang terdapat dalam setiap jenis bahan jalan. Untuk mengenali unsur-

unsur tersebut dapat dilakukan dengan menggunakan alat Ultra Violet Visible (UV. Vis.) Spectrophotometer.

Dengan pembuatan grafik standar dari masing-masing unsur maka dapat diperiksa setiap unsur dari bahan jalan terutama yang mempunyai gelombang dari 200 sampai dengan 3000 Nm. Di dalam tulisan ini dilaporkan hasil pemeriksaan terhadap kemurnian bahan pelarut organik yang dipakai dalam penelitian bahan jalan. Pemeriksaan ini diperlukan untuk mengetahui konsentrasi kemurnian dari bahan pelarut tersebut. Pemeriksaan air campuran beton dimaksudkan untuk mengetahui kadar bahan kimia terlarut

3.2. Peralatan Ultraviolet Visible Spectrophotometer

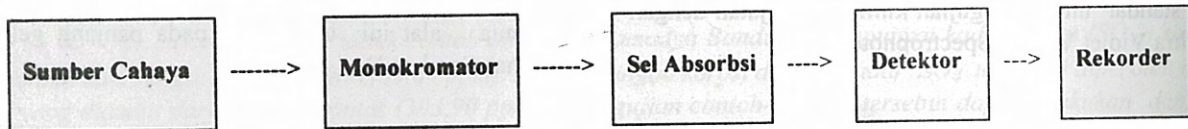
Menurut prinsip kerjanya peralatan Ultra Violet Visible Spectrophotometer terdiri dari :

Diagram Block

Meliputi peralatan yang digunakan untuk mengabsorpsi emisi radiasi elektro magnetik dari berbagai macam panjang gelombang. Alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer dapat bervariasi dari bentuk yang sederhana sampai yang kompleks, namun demikian komponen utamanya adalah tetap yaitu :

1. sumber cahaya yang stabil;
2. monokromator;
3. sel absorpsi/kuvet;
4. detector;
5. pengukur/rekorder.

Secara diagram digambarkan sebagai berikut :



Prinsip peralatan tersebut di atas baik optik maupun elektronik adalah sama untuk Spectrophotometer cahaya tampak (visible), Ultraviolet atau Inframerah. Perbedaan terletak pada jenis-jenis dari pada komponennya.

1. Sumber Cahaya.

Sumber cahaya radiasi adalah suatu bahan yang dapat dieksitasi dengan pemanasan atau tegangan tinggi. Untuk Ultra Violet Visible Spectrophotometer digunakan lampu tungstram yang dapat memancarkan (emisi) radiasi dengan panjang gelombang antara 190 sampai 900 Nm. Intensitas cahaya radiasi tidak hanya bergantung pada panjang gelombang tetapi juga pada tegangan listrik lampu tersebut. Oleh karena itu untuk mendapatkan intensitas cahaya yang konstan diperlukan tegangan listrik yang tetap dengan pemakaian stabilisator.

2. Monokromator

Dalam Spectrophotometer berkas cahaya radiasi yang digunakan mempunyai daerah panjang gelombang (pita radiasi) yang sempit, sehingga mempunyai keuntungan sebagai berikut :

1. Memungkinkan memisahkan pita absorpsi yang berdekatan
2. Sensitif dalam pengukuran intensitas
3. Mempunyai kecenderungan mengikuti hukum Beer.

Mengingat bahwa radiasi dari sumber cahaya adalah polikromatis maka diperlukan pemisah gelombang untuk memperoleh berkas pita radiasi sempit atau monokromatis. Untuk tujuan tersebut dipakai filter prisma/ grating sebagai monokromator. Terdapat dua sistem dasar yaitu Single Beam dan Double Beam.

Sistem Single Beam sangat sederhana, mengingat bahwa setiap pengukuran contoh selalu harus dikalibrasi dengan pelarut (blank) yang menggantikan tempat sel contoh, berarti fluktuasi dalam intensitas cahaya akan sangat berpengaruh, oleh karena itu sistem tersebut memerlukan sumber cahaya yang stabil.

Sistem dasar Double Beam lebih rumit tetapi punya kelebihan karena radiasi yang datang dipisah dua untuk blank dan contoh. Ini berarti bahwa pembacaan dalam pengukuran dapat dilakukan secara kontinu. Demikian pula fluktuasi intensitas cahaya, detektor dan amplifier akan dapat terkompensasi, karena setiap saat selalu dibandingkan antara contoh dengan blank.

Sel Absorpsi atau Kuvet

Sel atau Kuvet tempat contoh yang dianalisa harus bersifat transparan terhadap radiasi. Untuk cahaya

tampak, sel tersebut dari gelas biasa atau quartz. Kuvet berukuran dari 0.1 - 10 cm panjang penggunaan tergantung dari nilai absorbans yang diukur. Sel atau Kuvet bersih dan bebas dari goresan atau bekas pegangan tangan.

Detektor

Detektor adalah alat yang dapat mengubah energi foton yang diterimanya menjadi sesuatu yang terukur secara proporsional.

Dalam Ultra Violet Visible Spectrophotometer, energi foton cukup besar untuk menghasilkan arus listrik yang sebanding dengan radiasi yang diterimanya. Sistem demikian disebut " fotolistrik".

Adakalanya detektor memberikan signal meskipun tidak menerima radiasi. Hal ini disebut " noise " atau background signal " yang disebabkan oleh pengaruh listrik, atau perubahan detektor sendiri.

Suatu detektor yang baik mempunyai persyaratan berikut:

1. mempunyai sensitivitas tinggi dan noise rendah;
2. waktu jawab pendek;
3. stabil untuk keperluan kuantitatif;
4. mempunyai signal listrik yang mudah diaplikasi untuk dapat dibaca.

Pengukur Recorder

Signal dari detektor setelah diampifikasi (kepekaan sinar dilipat gandakan) dengan suatu amplifier akan dicatat oleh suatu pengukur dalam bentuk ammeter, potensiometer atau recorder dengan sistim digital.

Aplikasi

Ultra Violet Visible Spectrophotometer banyak digunakan dalam analisa kuantitatif baik untuk senyawa organik maupun anorganik.

IV. PERCOBAAN LABORATORIUM

4.1. Persiapan Pendahuluan

4.1.1. Persiapan peralatan.

Alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer model UV - 260 terdiri dari:

- Spectrophotometer main body
- CRT / Control unit
- Analyze turbid and opaque sample, terdiri dari :
 - Integrating sphere attachment
 - Absorption cell, fused silica
- Thermo sensitive chart with scale lines
- Sample compartment
- Silica gel holder
- Reference cell holder
- Sample cell holder
- Shutter block
- Quartz cell
- Tungsten halogen lamp
- Deuterium lamp DS - 3500
- Thermal head
- Didymium glass filter
- Detector photomultiplier R - 928 - 09
- Generator circuit board

4.1.2. Persiapan Bahan Kimia.

Standar test reagent meliputi:

- Bahan kimia organik
- Bahan kimia anorganik

4.1.3. Bahan pelarut organik dan anorganik antara lain:

- Benzol p.a
- Diethylether p.a
- $KMnO_4$
- Xylol p.a
- Toluene p.a
- H_2SO_4 p.a
- Aceton p.a
- $K_2Cr_2O_7$
- Ethanol p.a
- Aquades

4.2. Pengambilan Contoh

Pengambilan contoh air, dengan metode pengambilan contoh sesaat (grab sample). Contoh sesaat adalah keadaan air pada suatu saat dari suatu tempat.

Apabila suatu sumber air mempunyai karakteristik yang tidak banyak berubah di dalam suatu periode atau di dalam batas jarak tertentu maka contoh sesaat tersebut cukup mewakili keadaan waktu dan tempat tersebut.

Umumnya metode ini dapat dipakai untuk sumber air alamiah, tetapi tidak mewakili keadaan air buangan atau sumber air yang banyak dipengaruhi bahan buangan.

Apabila suatu sumber air atau air buangan diketahui mempunyai karakteristik yang banyak berubah, maka beberapa contoh sesaat diambil berturut-turut untuk jangka waktu tertentu. Pemeriksaan dilakukan sendiri-sendiri tidak digabungkan seperti pada metode gabungan. Jangka waktu pengambilan contoh berkisar ± 1 jam atau lebih. Pengambilan contoh mewakili keadaan pada saat air pasang atau air surut.

4.3. Pemeriksaan pelarut bahan jalan dengan alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer

4.3.1. Cara pengujian konsentrasi bahan pelarut organik.

4.3.1.1. Pembuatan Kurva Standard.

- Ukur larutan organik dengan pipet ukuran 1ml, 2ml, 3ml.
- Encerkan dengan Ethanol sampai 100 ml dalam labu ukur.
- Kocok larutan tersebut sampai homogen dan masukan ke dalam kuvet dari alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer.
- Periksa kurva yang terbentuk dengan alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer dari panjang gelombang 190 - 900 Nm.

4.3.1.2. Persiapan Sample

- Ukur larutan organik dengan pipet sebanyak 1 ml
- Encerkan dengan ethanol sampai 100 ml
- Kocok larutan tersebut sampai homogen dan masukan ke dalam kuvet dari alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer
- Periksa kurva yang terbentuk dengan alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer dari panjang gelombang 190 - 900 Nm.
- Bandingkan hasil kurva standard yang terbentuk dengan kurva sample.

4.3.2. Cara Penentuan Ion Cl, Fe dan SO_4 dari air campuran beton dan air lingkungan korosi.

4.3.2.1. Penentuan konsentrasi Ion Chlorida (Cl) dengan metode HgCNS.

Membuat Larutan standard

- Masukan 1ml, 3ml, 5ml, larutan standard Cl yang mengandung 100 μ gr dalam 1 ml (100 ppm) ke dalam labu ukuran 100 ml.
- Tambahkan aquadest 50 ml, dan kocok.
- Tambahkan 2 ml 0.25 Feri Amonium Sulfat ($Fe(NH_4)(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) dalam 9 ml asam Nitrat, kocok larutan.
- Tambahkan 2 ml larutan jenuh $HgCNS_2$ dalam ethanol lalu dikocok.
- Setelah 10 menit ukur absorben pada panjang gelombang 470 Nm dengan alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer.

Pembuatan Larutan Blanko

- Pipet 100 ml aquadest.
- Tambahkan 2 ml 0.25 Feri Amonium Sulfat dalam 9 ml Asam Nitrat, kemudian dikocok.
- Tambahkan 2 ml larutan jenuh HgCSN dalam ethanol, kemudian larutan dikocok.
- Setelah 10 menit ukur absorben pada panjang gelombang 470 Nm. Larutan blanko dipakai sebagai pembanding dan dianggap sebagai larutan yang mengandung 0 ppm Cl.

Pemeriksaan Contoh

- Ukur dengan pipet contoh sebanyak 100 ml dan perlakukan sample seperti pembuatan larutan blanko.
- Ukur absorban pada panjang gelombang 470 Nm.
- Sebagai larutan induk dapat digunakan NaCl.

4.3.2.2. Penentuan Konsentrasi Ion Besi (Fe) dengan metode KCSN.

Pembuatan Larutan Standard

- Masukkan 1ml, 3ml, 5ml larutan standar besi 100 µgr dalam 1ml (100 ppm) ke dalam labu ukuran 100 ml.
- Tambahkan 50 ml, aquadest dan kocok.
- Tambahkan 3 ml H₂SO₄ 4N dan beberapa tetes air Brom jenuh sampai warna agak kuning.
- Panaskan sampai warna kuning hilang
- Dinginkan, lalu tambah 5 ml KCSN 20 %.
- Tambahkan aquadest sampai tanda batas 100 ml.
- Periksa warna merah yang terjadi dengan alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer pada panjang gelombang 470 Nm,

Pembuatan Larutan Blanko

- Masukkan 3 ml H₂SO₄ 4N ke dalam labu ukuran 100ml, tambahkan beberapa tetes air Brom jenuh sampai agak kuning.
- Panaskan sampai warna kuning hilang.
- Dinginkan, lalu tambah 5 ml KCSN 20 % dipakai sebagai pembanding dan untuk larutan 0 ppm

Pemeriksaan Contoh

- Ukur dengan pipet sample sebanyak 100 ml dan perlakukan sample seperti pembuatan larutan blanko.
- Ukur absorbennya pada panjang gelombang 470 Nm.
- Sebagai larutan induk dapat digunakan larutan FeCl₃ atau Fe(NH₄)(SO₄)₂ 12 H₂O.

4.3.2.3. Penentuan konsentrasi ion sulfat (SO₄) dengan metode BaCl₂.

Membuat Kurva Kalibrasi

- Membuat larutan baku sulfat yang mengandung kadar sulfat masing - masing 0, 5, 15, 20 mg/l (ppm) dan

masukkan larutan tersebut ke dalam labu erlenmeyer 250 ml sebanyak 100 ml.

- Tambahkan 5 ml pereaksi kondisi (campuran antara 50 ml gliserol, 30 ml HCl pekat, 300 ml aquadest, 100 ml ethanol dan 75 gr NaCl) aduk dengan pengaduk magnet.
- Tambahkan 1 sendok kristal BaCl₂·2H₂O aduk.
- Setelah 4 menit pengadukan, ukur absorbennya pada panjang gelombang 420 Nm dengan alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer.

Pemeriksaan Contoh

- Ukur dengan pipet aquadest sebanyak 100 ml ke dalam labu Erlenmeyer 250 ml.
- Tambahkan 5 ml pereaksi kondisi, lalu aduk .
- Tambahkan 1 sendok kristal BaCl₂·2H₂O, aduk selama 1 menit.
- Setelah 4 menit pengadukan ukur absorbennya pada panjang gelombang 420 Nm dengan alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer.
- Sebagai larutan induk dapat dipakai Na₂SO₄.

V. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian penggunaan peralatan Ultra Violet Visible Spectrophotometer untuk pengujian kemurnian bahan pelarut organik pro analisa (murni) dan teknis, contoh air dari berbagai sumber untuk air campuran beton dan air lingkungan korosi, diperoleh hasil sebagai berikut:

5.1. Hasil pemeriksaan Konsentrasi Bahan Pelarut Organik Bahan Jalan

Tabel 1

No	Nama Pelarut	Pengencer Solvent	Konsentrasi (%)	Maks (Nm)	Persyaratan maks (N/m)
1.	Diethiy ether p.a	Ethanol	99.50	251.2	210 - 260
2.	Diethiy ether teknis	Ethanol	83.10	251.2	210 - 260
3.	Toluen p.a	Ethanol	92.14	261.4	260 - 280
4.	Toluen teknis	Ethanol	60	261.4	260 - 280
5.	Aceton p.a	Ethanol	99.50	264.8	< 300
6.	Aceton teknis	Ethanol	63.05	264.8	< 300
7.	Xylol p.a	Ethanol	98	265	260 - 280
8.	Xylol teknis	Ethanol	80	265	260 - 280
9.	Benzol p.a	Ethanol	99.70	255	< 300
10.	Benzol teknis	Ethanol	62.70	255	< 300

5.2. Hasil Pemeriksaan Konsentrasi Bahan Pelarut Anorganik Bahan Jalan

Tabel 2

No	Nama Pelarut	Pengencer / Solvent	Konsentrasi (%)	Maks (Nm)	Persyartan maks (N/m)
1.	H ₂ SO ₄ p.a	H ₂ O	98.07	192.2	180 - 195
2.	KMnO ₄ p.a	H ₂ O	99	545	525 - 565
3.	K ₂ Cr ₂ O ₇ p.a	H ₂ SO ₄	99.50	349.5	350 - 370

Tabel 1 dan Tabel 2 memperlihatkan kemurnian bahan pelarut organik maupun anorganik untuk penelitian bahan jalan.

Persentase (%) kemurnian bahan pelarut sangat berpengaruh terhadap ketelitian pengujian. Untuk pelarut Pro Analisa (p.a) rata-rata mencapai konsentrasi > 90% sedangkan untuk pelarut teknis < 90%.

5.3. Hasil Pemeriksaan Kadar Fe, Cl dan SO₄ dari air untuk Campuran beton.

Tabel 3

No.	Contoh dari	Kadar (ppm)			Persyartan (ppm)	maks (N/m)
		Fe ³⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻		
1.	PJJ	0.5224	13.1540	-	Fe maks. 40.000	Fe 469.4
2.	Cisaranten	0.3521	17.6933	45.2340	Cl maks. 35.000	Cl 458
3.	Cikapundung Leutik	2.8017	12.0721	75.0655	SO ₄ maks. 20.000	SO ₄ 195
4.	Ciburial	5.4778	9.9442	35.8456		
5.	Cikapundung Kolot	3.9974	28.4424	15.2433		
6.	Cipanteuncun	4.6559	5.6830	83.6442		

Tabel 3 memperlihatkan hasil pemeriksaan kadar Fe, Cl dan SO₄ dari air campuran beton. Kadar Fe tertinggi adalah pada contoh air dari sungai Ciburial. Cl pada sungai Cikapundung kolot, dan SO₄ pada sungai Cikapundung Leutik. Tingginya kadar ini dikarenakan terjadinya polusi oleh limbah dari pabrik di sekitar Kabupaten Bandung

5.4. Hasil Pemeriksaan Kadar Fe, Cl dan SO₄ dari air lingkungan korosi

Tabel 4

No.	Contoh dari	Kadar (ppm)			Persyartan (ppm)	maks (N/m)
		Fe ³⁺	Cl ⁻	SO ₄ ²⁻		
1.	S. Mojokerto	14.8012	23.9421	285.4021		Fe 46
2.	S. Brantas	27.2100	19.7721	393.9021		
3.	S. Brantas arah Jombang	26.9851	14.1233	390.2234		Cl 45 SO ₄ 19
4.	S. Boncol arah Purwokerto	6.3212	14.1224	69.2301		
5.	S. Kedung Gede Kolot	-	30.7613	-		
6.	S. Kali Pucang	2.3021	33.9021	4.8534		
7.	S. Muara Angke	-	30.7626	-		

Tabel 4 memperlihatkan hasil pemeriksaan kadar Fe, Cl dan SO₄ dari air lingkungan korosi. Kadar Fe tertinggi didapat pada contoh air dari sungai di daerah Jawa Timur, sedangkan kadar garam tinggi pada sungai di daerah pantai. Kadar sulfat tertinggi ditemui pada contoh air sungai di daerah Jawa Timur. Sungai sungai ini umumnya berada di sepanjang daerah industri.

VI. KESIMPULAN DAN SARAN

Dari hasil pengujian dapat disimpulkan bahwa alata Ultra Violet Visible Spectrophotometer bermanfaat untuk pemeriksaan kualitas bahan jalan dan jembatan.

- Bahan pelarut yang diperlukan untuk pengujian dan penelitian bahan jalan antara lain adalah bahan pelarut organik pro analisa (Diethyl Ether, Toluol, Aceton, Xylol, Benzene) bahan organik teknis; dan bahan anorganik (H₂SO₄, KMnO₄, dan K₂Cr₂O₇).
- Bahan jalan yang dapat diperiksa antara lain adalah air untuk campuran beton, dan air lingkungan korosi (dalam rangka penanggulangan korosi lapisan baja maupun galvanis).

- Karena data yang dihasilkan cukup akurat, maka untuk pengujian yang memerlukan ketelitian tinggi dapat disarankan penggunaan alat Ultra Violet Visible Spectrophotometer

3. Introduction to Ultraviolet and Visible Spectrophotometer Analysis, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan.
4. Operation Manual Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan.
5. Instruction Manual Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Galer W. Ewing, 1985 "Instrumental Methods of Chemical Analysis", Mc Graw Hill Book Company, New York.
2. Pecsok, L.R., Shields, L.D., Cairns, T., William, T.G. 1968 "Modern Methods of Chemical Analysis", John Wiley & Sons, New York.

Penulis :

Dra. Leksmningsih, Peneliti muda, Bidang Bahan Jalan, Pusat Litbang Jalan.

Lampiran - Lampiran

