

# METODE ALTERNATIF ANALISIS SULFUR DALAM SOLAR DENGAN ALAT ICP-OES OPTIMA 5300 PERKIN ELMER

Agus Taufiq<sup>1</sup>, Ricson P. Hutagaol<sup>2</sup> dan Ujang Pramono<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>Akademi Kimia Analisis, <sup>2</sup>FMIPA Universitas Nusa Bangsa  
\*Jl. Pangeran Sogiri Np. 283 Cibinong Bogor  
\*e-mail : ujang.pramono@trakindo.co.id

## ABSTRACT

***Alternative Method for Sulphur Analyse in Diesel Fuel Using ICP-OES Device.  
By. Agus Taufiq, Ricson P. Hutagaol<sup>2</sup> and Ujang Pramono***

*Advancement of atomic emission spectroscopy with come together source of new excitation created analysis technic as Inductively Coupled Plasma (ICP). Its analysis technic is constitute the simultaneous analysis technic by mean of higher accurate and sensitivity level. Whereas predominance of this technic therefore necessary conducted research for determination amount of sulfur in diesel fuel by ICP's technic in order that can used to alternative method. Modify of Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP – OES) Perkin Elmer Optima 5300 had done to get reliable and acceptable result. Conclusion of result of the research from this alternative method that the best optimum wavelength used for this technic was 180.669 nm with accuration = 100.7 %, precission 0.78 %, linearity = 0.99968588, LoD = 0.00112, LoQ = 0.0316. Sample analysis result of diesel fuel using wave length ( $\lambda$ ) 180.669 nm gave very good validation value, where % CV less of 2/3 % Horwitz. The recovery result of the sample got very good value, that was 99.1233 %, This showed that ICP – OES 5300 Perkin Elmer device could be used as alternative method for sulphur content analysis in diesel fuel.*

*Keywords : Sulphur, ICP – OES, validation*

## ABSTRAK

Kemajuan pada spektroskopi emisi atom dengan ditemukannya sumber eksitasi baru melahirkan teknik analisis secara *Inductively Coupled Plasma* (ICP). Analisis dengan teknik ini merupakan analisis secara simultan dengan tingkat ketelitian dan sensitifitas yang tinggi. Mengingat keunggulan teknik analisis ini perlu diadakan penelitian penentuan kandungan sulfur dalam solar dengan teknik ini, agar dapat digunakan sebagai metode alternatif. Pada penelitian ini dilakukan modifikasi metode pada alat *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES) Perkin Elmer Optima 5300 agar diperoleh data yang bisa dipercaya dan diterima. Hasil penelitian dari metode alternatif ini memberikan kesimpulan bahwa panjang gelombang optimum ( $\lambda$ ) yang paling baik digunakan untuk metode alternatif ini adalah pada 180.669 nm dengan akurasi = 100.7 %, Presisi = 0.78 %, Linieritas ( $R^2$ ) = 0.99968588, LoD = 0.00112, LoQ = 0.0316. Hasil analisis contoh solar menggunakan panjang gelombang ( $\lambda$ ) 180.669 nm memberikan nilai validasi yang sangat baik, dimana % CV lebih kecil dari 2/3 % Horwitz juga hasil analisis recovery (perolehan kembali) dari contoh menghasilkan nilai yang sangat baik yaitu 99.1233 %, hal ini menunjukkan bahwa alat ICP – OES 5300 Perkin Elmer bisa digunakan untuk analisis kandungan sulfur dalam solar menggunakan metode alternatif ini.

Kata kunci : Sulfur, ICP – OES, validasi

## PENDAHULUAN

Efek emisi belerang dari kendaraan bermotor sangat berbahaya bagi lingkungan hidup manusia, oleh karena itu sejumlah lembaga pemerintah, terutama di Amerika Utara dan Eropa, telah secara ketat mengendalikan dan

secara bertahap mengurangi kandungan sulfur dari bahan bakar yang digunakannya. Tingkat Belerang yang diizinkan terus diturunkan dari tingkat saat ini sekitar 330 mg/kg pada bensin dan 500 mg/kg pada bahan bakar solar hingga 30 dan 15 mg/kg pada bensin dan solar, dan mendekati nol pada tahun 2010

(Nadkarni, 2004). Mengingat pentingnya penanganan masalah emisi sulfur dari bahan bakar yang digunakan oleh kendaraan bermotor, maka analisis kandungan sulfur dalam bahan bakar menjadi sangat penting pula karena turut membantu dalam memantau kandungan sulfur dalam bahan bakar yang beredar di tanah air. Kemajuan pada spektroskopi emisi atom dengan ditemukannya sumber eksitasi baru melahirkan teknik analisis secara *Inductively Coupled Plasma* (ICP). Analisis dengan teknik ini merupakan analisis secara simultan dengan tingkat ketelitian dan sensitifitas yang tinggi. Selain itu analisis dapat dilakukan dengan cepat, mudah dan tidak memerlukan persiapan pada contoh karena keselektifan yang tinggi dan limit deteksi yang rendah sampai rentang ppb. Namun demikian teknik ini masih terbatas penggunaannya hanya untuk analisa logam berat yang memiliki nilai ekonomis yang tinggi tetapi berada pada tingkat konsentrasi yang rendah seperti penentuan unsur lantanida dan aktinida (Arches, 2003 dalam Rinawati *et al*)

Penggunaan lain teknis analisis secara ICP juga hanya digunakan pada analisis kandungan aditif dan *wear metal* (logam – logam keausan) yang terdapat dalam pelumas, dengan menggunakan ASTM D 5185.

### **Prinsip Kerja Alat ICP-OES Optima 5300 Perkin Elmer**

*Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES) modern dirancang dengan prinsip dasar metoda analisis yang menggunakan sepasang induksi, yaitu induksi medan magnet dan induksi medan listrik sebagai sumber energi untuk mengeksitasi elektron – elektron dari atom – atom yang ada dalam contoh. Elektron – elektron yang sudah tereksitasi

ketingkat energi yang lebih tinggi, akan kembali ke keadaan dasar sambil melepaskan energi yang berupa sinar. Sinar yang dilepaskan masuk ke spektrometer dan oleh *grating* sinar ini didispersikan menjadi spektrum garis yang spesifik untuk masing – masing atom atau ion yang berada dalam contoh tersebut. (Bos and Fredeen. 2004).

## **METODOLOGI PENELITIAN**

### **Bahan**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi hal – hal berikut : larutan standar primer Sulfur dalam Diesel Fuel konsentrasi 0,1 % No Catalog : 150–410–003 dengan No Lot : 1002218D , larutan standar primer Sulfur dalam Diesel Fuel konsentrasi 0,5% No Catalog : 150 – 410–011 dengan No Lot : 5001017D, larutan standar Sulfur dalam Diesel Fuel konsentrasi 0 % sebagai blanko No Catalog: 150–410–012 dengan No Lot : 12G, larutan standar sekunder Sulfur konsentrasi 0,2 %, larutan standar sekunder Sulfur konsentrasi 0,4 %, gas Argon *High Purity* (HP) dan gas Nitrogen *High Purity* (HP).

### **Peralatan**

Peralatan yang digunakan selama penelitian ini dilaksanakan adalah alat ICP–OES Optima 5300 Perkin Elmer dan *Autosampler* AS 93 Perkin Elmer, *Shaker* (pengocok sample) merek Red Devil, *Chiller* (penghasil air pendingin untuk ICP–OES), *Compressor* (pensuplai udara bertekanan), *Dryer* (penghasil udara kering untuk ICP – OES), pipet serologi 10 ml *grade A*.

### **Tahapan Pengerjaan**

#### **1. Penentuan $\lambda$ Optimum**

- Dibuat larutan standar dengan berbagai konsentrasi dengan cara mengencerkan larutan standar primer sulfur 0,5 % dimana

larutan pengencernya adalah larutan blanko sulfur 0,0 %.

- Kemudian dilanjutkan dengan memasukkan semua data panjang gelombang yang ada ke dalam software Winlab32. Konfirmasi data lainnya seperti tekanan gas Argon, Gas Nitrogen, kecepatan aliran larutan standar dan contoh, tinggi plasma, tekanan aliran nebulizer dan tekanan auxiliary yang masuk ke dalam ruang pembakaran mengikuti penyetelan yang biasa digunakan untuk analisis lainnya.
- Dilakukan proses kalibrasi menggunakan deret larutan standar sulfur 0,0 %, 0,1 %, 0,2%, 0,4% dan 0,5% untuk mendapatkan nilai intensitas untuk semua panjang gelombang sulfur yang sudah dimasukkan ke dalam *software*.
- Setelah kalibrasi selesai maka dilanjutkan dengan dengan proses validasi dengan cara melakukan pengukuran larutan blanko dan standar CRM 0,1 % dibaca sebagai contoh sebanyak 7 (tujuh) kali pengulangan untuk melihat akurasi, presisi, linearitas, LoD dan LoQ dari masing-masing panjang gelombang yang di uji.
- Hasil perhitungan validasi akan didapat  $\lambda$  optimum yang akan digunakan untuk analisis selanjutnya.

## 2. Analisis Kandungan Sulfur

- Larutan standar disiapkan dengan berbagai konsentrasi dan larutan blanko
- Siapkan larutan contoh yang akan dianalisis
- Masukkan  $\lambda$  optimum kedalam software Winlab32 dan informasi lainnya sama seperti saat akan melakukan penentuan  $\lambda$  optimum.
- Lakukan proses kalibrasi
- Setelah proses kalibrasi selesai dilanjutkan dengan proses analisis contoh.
- Data hasil analisis contoh kemudian di validasi dengan perhitungan % Horwitz.

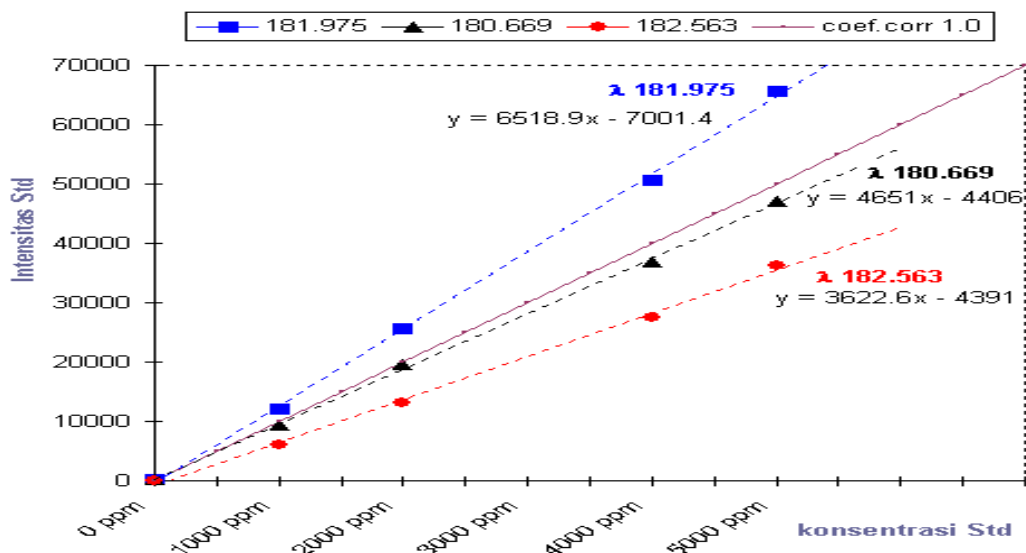
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Penentuan $\lambda$ Optimum

Ada 3 panjang gelombang unsur Sulfur yaitu; 180,669 nm, 181,975 nm, 182,563 nm. Hasil pembacaan kalibrasi dengan larutan standar yang telah dilakukan, kemudian larutan " *Certified Reference Material* " (CRM) dengan konsentrasi 1000 ppm dibaca sebagai contoh sebanyak 7 (tujuh) kali pengulangan dengan alat ICP-OES Optima 5300 Perkin Elmer, lalu dilakukan perhitungan % akurasi, % presisi dan linearity-nya, memberikan data sebagai berikut :

Tabel. 1 Parameter yang Diukur pada Setiap Panjang Gelombang

$\lambda$ (nm)	Akurasi (%)	Presisi (%)	Linearity ( $r^2$ )	
180,669	100,7	0,78	0,999685	
181,975	96,63	0,41	0,999509	
182,563	89,94	0,58	0,998199	
$\lambda$ (nm)	LoD (ppm)	LoQ (ppm)	Intensitas (cps)	Blanko
180,669	0,0044	0,0072	123,7	
181,975	0,009	0,0146	173,7	
182,563	0,1035	0,2995	68,9	



Gambar 1. Grafik Perbandingan Linearitas Kurva Kalibrasi  $\lambda$  180,669 nm, 181,975 nm dan 182,563 nm

Dari ketiga panjang gelombang yang sudah diteliti, panjang gelombang 180,669 nm memberikan nilai intensitas blanko cukup kecil yaitu 123,7 *count per second* (cps), nilai blanko yang kecil menunjukkan kecilnya gangguan spektral pada panjang gelombang ini sangat kecil. Intensitas blanko standar yang masih dapat diterima maksimum 300 cps. Nilai intensitas larutan standar 5000 ppm memberikan hasil yang terbesar diantara ketiga panjang gelombang yang diteliti, yaitu 47027.9 cps. Hal ini menunjukkan semakin tinggi nilai hasil pengukuran intensitas larutan standar kalibrasi berarti panjang gelombang yang digunakan makin sensitif.

Panjang gelombang 180,669 nm memiliki nilai akurasi dan presisi serta linearitas yang paling tinggi diantara dua panjang gelombang yang lain sehingga paling memenuhi persyaratan untuk digunakan pada analisis kandungan sulfur dalam solar menggunakan alat ICP-OES Optima 5300 Perkin Elmer. Hal ini dapat lebih dipahami dengan melihat grafik perbandingan 3 panjang gelombang berikut :

**Analisis Kandungan Sulfur dengan  $\lambda$  180,669 nm**

Solar yang digunakan pada analisis ini milik PT. Sumberdaya Sewatama yang berasal dari berbagai tempat kerja yaitu Tanjung Pandan (TU 01), Pangkal Pinang (TU 02), Pontianak (TU 03) dan Pekanbaru (TU 04).

Setelah dilakukan kalibrasi menggunakan panjang gelombang ( $\lambda$ ) 180,669, data kalibrasi bisa dilihat pada Tabel.2 dan data initial standar dapat dilihat pada Tabel. 9 di bawah, diperoleh hasil analisis kandungan Sulfur dalam solar dengan alat ICP – OES Optima 5300 sebagai berikut ; TU 01 = 597,857 ppm, TU 02 = 1620.429 ppm, TU 03 = 256.143 ppm dan TU 04 = 615,286 ppm.

Validasi data dengan kode contoh TU 01 % CV  $\leq 2/3 \times$  % Horwitz = 0.5057  $\leq 4,0748$ , berdasarkan perhitungan menggunakan % Horwitz maka data analisis kode contoh TU 01 dinyatakan valid

Validasi data dengan kode contoh TU 02 % CV  $\leq 2/3 \times$  % Horwitz = 0,2011  $\leq 3,5070$ , berdasarkan perhitungan menggunakan % Horwitz maka data

analisis kode contoh TU 02 dinyatakan valid

Validasi data dengan kode contoh TU 03  $\% CV \leq 2/3 \times \% Horwitz = 0,7620 \leq 4,6293$ , berdasarkan perhitungan menggunakan  $\% Horwitz$  maka data analisis kode contoh TU 03 dinyatakan valid

Validasi data dengan kode contoh TU 04  $\% CV \leq 2/3 \times \% Horwitz = 0,2243 \leq 4,0572$ , berdasarkan perhitungan

menggunakan  $\% Horwitz$  maka data analisis kode contoh TU 04 dinyatakan valid.

Dari hasil analisis  $\% recovery$  dimana contoh TU 02 ditambahkan dengan larutan standar CRM 1000 ppm dengan perbandingan 4 : 1, yaitu 4 bagian contoh TU 02 dan 1 bagian standar CRM 1000 ppm, diperoleh hasil yaitu 99,1233 %.

Tabel 3. Data Pembacaan Contoh Solar dengan  $\lambda$  180,669

Data	TU 01 (ppm)	TU 02 (ppm)	TU 03 (ppm)	TU 04 (ppm)
1	601	1617	253	615
2	599	1622	257	617
3	602	1621	255	616
4	594	1625	255	614
5	595	1619	259	617
6	598	1623	257	614
7	596	1616	257	614
Rerata	597,86	1620,43	256,14	615,29
SD	3,02	3,26	1,95	1,38
RSD	0,0051	0,0020	0,0076	0,0022
$\% CV$	0,5057	0,2011	0,762	0,2243
$\% H$	6,1122	5,2604	6,944	6,0859
$2/3\%H$	4,0748	3,507	4,6293	4,0572

Tabel 4 Data Analisis  $\% Recovery$  (Perolehan Kembali) dengan  $\lambda$  180,669 nm

Data QC	
1	1479,2741
Banyaknya Pengulangan	Data Analisis 1493,4699 (ppm)
3	1610,2241
4	1417,1387
5	1518,9044
6	1480,3753
7	1490,4467
8	1463,1896
9	1510,7752
Rata-rata	1495,9776
$\% Recovery$	99,1233



## KESIMPULAN

Dari rangkaian penelitian penentuan panjang gelombang ( $\lambda$ ) optimum dan analisis kandungan sulfur dalam solar menggunakan alat ICP–OES Optima 5300 dapat di ambil tiga kesimpulan, yaitu :

1. Panjang gelombang optimum untuk pengujian kandungan sulfur dalam solar yaitu 180,669 nm
2. Pengukuran Sulfur dalam contoh Solar menggunakan panjang gelombang ( $\lambda$ ) 180,669 nm diperoleh nilai akurasi, presisi dan linearitas yang baik. Validasi menggunakan % Horwitz memberikan hasil %CV kurang dari 2/3 % Horwitz, artinya data analisis yang dihasilkan dinyatakan valid. Hasil analisis % *recovery* (perolehan kembali) memberikan hasil yang sangat bagus yaitu 99,1233 %, sehingga hasil analisis dengan metode ini dinyatakan valid.
3. Validasi dengan menghitung nilai akurasi, Presisi, LoD, LoQ, dan % mn memberikan hasil sangat baik, sehingga alat ICP –OES Optima 5300 Perkin Elmer bisa digunakan untuk analisis kandungan Sulfur dalam Solar dengan matrik larutan standar dan larutan contoh harus sama.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2001. *Portofolio Bahan Bakar Cair*. Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Depok
- Bos, Cand K, Fredeen. 2004. *Concept, Instrumentation and Techniques in Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry. Third Edition*. Perkin Elmer. Connecticut. USA
- Breitkreitz, C. M. et. al. 2003. *Determination of total sulfur in diesel fuel employing NIR spectroscopy and multivariate calibration*. *The Royal Society of Chemistry Journal*. a Institute of Chemistry, UNICAMP, CP 6154, CEP 13084-971, Campinas, Brazil. Department of Chemistry, UFPB, João Pessoa, Brazil
- Gasing. 2005. *Kajian Panjang Gelombang yang Sesuai untuk Analisa 23 Unsur Logam Secara Simultan dengan Menggunakan Instrumen ICP-OES Varian Vista MPX. Skripsi*. Universitas Nusa Bangsa. Bogor.
- Giwangkara, EG. 2007. *Pengantar Pengenalan Minyak Bumi (buku II) disampaikan dalam pelatihan Proses Pengolahan Minyak Bumi, Analisis Menggunakan Kromatografi Gas dan Interpretasi Hasil Analisisnya*. PT. Sucofindo SBU Laboratory Cibitung. Bekasi
- Hill, S., A, Fisher and M, Foulkes. 2007. *Basic Concept and Instrumentation for plasma Spectrometry (chapter 3) dalam Inductively Coupled Plasma Spectrometry and Its Application (second edition)*. University of Plymouth. Plymouth. UK
- Mermet, J. M. 2007. *Fundamental Principles of Inductively Coupled Plasma Spectrometry (chapter 2) in Inductively Coupled Plasma Spectrometry and Its Application (second edition)*. University of Plymouth. Plymouth. UK
- Nadkarni, K. 2004. *The Challenge of Sulfur Analysis in the Fuel of the Future*. Standardization News. Diakses dari [www.astm.org](http://www.astm.org). tanggal 20 Maret 2010; 10 : 52 PM.

Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup No. 04 tahun 2009 tentang Ambang Batas Emisi Gas Buang Kendaraan Bermotor Tipe Baru.

Rinawati, R., Supriyanto., Widya S. Dewi. 2008. Profil Logam Berat (Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Pb dan Zn) Di Perairan Sungai Kuripan Menggunakan ICP-OES . *Jurnal. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.*

Zoccolillo, L., M. Conto., R. Hanel and A. D. Magri. 1996. *A Computerized Analysis of The Sulfur Content in Diesel Fuel by Capillary Gas Chromatography with Flame Photometric Detector.* *Journal Chromatographia* Vol. 42. No. 11/12. June. Dipartimento di Chimica, Universita La Sapienza di Roma, P.le Aldo Moro, 5, 00815 Rome, Italy. *Page : 631.*