

541-39
Pen

MILIK PERPUSTAKAAN
UNIMED

LAPORAN PENELITIAN

**PENGARUH ANION DAN KOMPOSISI PELARUT TERHADAP
EKSTRAKSI SAMARIUM (III) KRIPTAT [2.2.2B]**

Oleh

**Dra. Anna Juniar, Msi
Drs. Germanicus Sinaga, M.Pd
Drs. Ajat Sudrajat, M.Si
Dra. Lisnawaty Simatupang
Drs. Kawan Sihombing, M.Si**



07/006

**BIAYA DARI DANA RUTIN UNIVERSITAS NEGERI MEDAN TAHUN
ANGGARAN 2005 SESUAI DENGAN SURAT PERJANJIAN
PELAKSANAAN DANA RUTIN NOMOR : 01444A/J39.10/LK/2005
TANGGAL 24-08-2005**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI MEDAN
NOVEMBER, 2005**

RINGKASAN

**PENGARUH ANION DAN KEPOLARAN PELARUT TERHADAP
EKSTRAKSI SAMARIUM (III)-KRIPTAT[2.2.2B]**

Oleh

(Anna Juniar, Ajat Sudrajat, Lisnawaty, Germanicus, Kawan: 2005)

Kriptan adalah ligan makrosiklik netral yang mampu membentuk kompleks dengan logam secara selektif berdasarkan kesesuaian ukuran jari-jari kation dengan ukuran rongga kriptan. Sifat kriptan yang istimewa ini dimanfaatkan untuk ekstraksi Sm(III) pada pelarut air ke dalam toluen, yang diramalkan berlangsung melalui pembentukan pasangan ion.

Penelitian dilakukan dengan mengamati pengaruh pH, konsentrasi kriptan[2.2.2B], jenis dan konsentrasi pasangan ion serta pengaturan kepolaran pelarut terhadap persen ekstraksi(%E) dan perbandingan distribusi (D) dengan mengukur konsentrasi Sm(III) sebelum dan sesudah ekstraksi dengan AAS-GF. Anion yang digunakan adalah klorida, pikrat dan asetat. Stoikiometri Sm(III) dengan kriptan[2.2.2B] juga diamati dengan Spektrofotometer UV-VIS.

Hasil percobaan menunjukkan bahwa pH berpengaruh pada pembentukan Sm(III)-kriptat[2.2.2B] pada pH 3 – 6. Hasil pengukuran dengan Spektrofotometer UV-VIS menunjukkan Stoikiometri Sm(III)kriptat[2.2.2B] adalah 1:1. Dari percobaan pengaruh jenis anion terhadap %E pada pH 5 diperoleh 1:2 untuk asetat dan 1:1 untuk pikrat. Bentuk kompleks yang diramalkan adalah $(\text{Sm-Hkriptat}^{4+}, \text{Pic}, 3\text{Cl})$, $(\text{Sm-Hkriptat}^{4+}, 4\text{Cl})$ dan $(\text{Sm-Hkriptat}^{4+}, 2\text{OAc}, 2\text{Cl})$. Pengaruh komposisi pelarut terhadap %E menunjukkan bahwa penurunan kepolaran pelarut hanya mengakibatkan penurunan %E kompleks $(\text{Sm-Hkriptat}^{4+}, 4\text{Cl})$.

Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Negeri Medan , 2005

ABSTRACT

EFFECT OF ANION AND SOLVENT COMPOSITION TOWARD Sm(III) CRYPTATE[2.2.2B] EXTRACTION

(Anna Juniar, Ajat Sudrajat, Lisnawaty, Germanicus, Kawan: 2005)

Cryptand, a neutral macrocyclic ligand, has capability to form complex with ion selectively due to suitability of ionic size of cation with cavity size of cryptand. This unique characteristic of cryptand is used for Sm(III) extraction from aqueous to chloroform phase, which is assumed through ion-pair formation.

The experiment was carried out by studying the effect of pH, concentration of cryptand[2.2.2B], type and concentration of anion, and solvent polarity toward %E and D by measuring Sm(III) concentration in aqueous phase with AAS-GF prior and after extraction. Anions being used were chloride, acetic and picric ion.

The result of experiment showed that pH affected the formation of Sm(III)-cryptate[2.2.2B] complex at pH 3 – 6. UV-VIS spectrophotometer gave stoichiometry of Sm(III)-cryptate[2.2.2B] was 1:1. Effect of anion toward %E at pH 5 gave information that mole ratio of Sm(III)-cryptate[2.2.2B] to anion were 1:2 and 1:1 respectively for acetic and picric ion. Furthermore, possible complex species presented at pH 5 were $\text{Sm-Hkriptat}^{4+}, \text{Pic}, 3\text{Cl}$, $(\text{Sm-Hkriptat}^{4+}, 4\text{Cl})$ and $(\text{Sm-Hkriptat}^{4+}, 2\text{OAc}^-, 2\text{Cl})$. Decreasing in solvent polarity only resulted in decreasing in %E ($\text{Sm-Hkriptat}^{4+}, 4\text{Cl}$).

Chemistry Departemen Faculty of Mathematics and Science
State University of Medan, 2005

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa, karena dengan rahmat dan karuniaNya, penelitian sekaligus pembuatan laporan yang berjudul “ Pengaruh Anion Dan Komposisi Pelarut Terhadap Ekstraksi Samarium-(III)Kriptat[2.2.2B]” dapat diselesaikan.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh pasangan ion berbeda yaitu klorida, pikrat dan asetat terhadap stabilitas dan selektivitas ekstraksi Sm(III)Kriptat[2.2.2B] serta menentukan jenis kompleks Sm-kriptat[2.2.2B] yang stabil terhadap kepolaran pelarut.

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih kepada Rektor, Dekan FMIPA dan Ketua Jurusan Kimia FMIPA, Kepala Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Negeri Medan atas bantuan dan izinnya kepada penulis untuk melakukan penelitian ini di UNIMED. Ucapan terima kasih juga penulis ucapkan kepada semua pihak yang telah membantu terlaksananya penelitian dan penulisan laporan penelitian ini.

Penulis menyadari dalam penulisan ini masih terdapat banyak kekurangan, oleh karenanya kritik dan saran sangat penulis harapkan untuk perbaikan di masa yang akan datang. Akhirnya penulis berharap semoga laporan hasil penelitian ini dapat menambah informasi yang bermanfaat bagi semua pihak yang memerlukannya.

Medan, Nopember 2005

Kepala Proyek Penelitian

Dra. Anna Juniar, MSi

NIP. 131765627

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN PENGESAN	
RINGKASAN	i
ABSTRACT	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR	vi
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	3
A. Lantanida	3
B. Kriptan	3
C. Pengaruh pH dengan berbagai jenis pasangan ion	4
BAB III TUJUAN PENELITIAN	5
A. Tujuan Penelitian	5
B. Manfaat Penelitian	5
BAB IV METODE PENELITIAN	6
A. Lokasi Penelitian	6
B. Bahan dan Alat Penelitian	6
C. Jalannya Penelitian	6
D. Prosedur Penelitian	7
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN	9
A. Hasil Penelitian	9
B. Pembahasan	12
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	14
A. Kesimpulan	14
B. Saran	14

DAFTAR PUSTAKA.....15

LAMPIRAN.....16



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Kurva pengaruh pH terhadap %E Sm-kriptat[2.2.2B]	9
Gambar 2. Kurva pengaruh pH terhadap log D Sm-kriptat[2.2.2B].....	10
Gambar 3. Kurva pengaruh konsentrasi pasangan ion terhadap log d kompleks Sm-kriptat[2.2.2B].....	10
Gambar 4. Pengaruh Komposisi pelarut terhadap log D Sm-kriptat[2.2.2B].....	13



BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

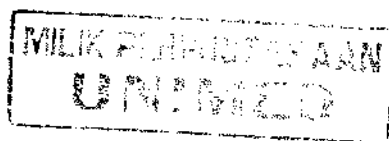
Kebutuhan akan ion logam dalam keadaan murni dewasa ini sangatlah penting dalam berbagai industri yang berbasiskan kimia, karena ion-ion logam ini dapat dimanfaatkan sebagai katalis dalam industri minyak bumi, industri televisi, industri gelas, keramik, metalurgi, pembuatan peralatan gelombang mikro padat, konstruksi laser, magnet dan lapisan sinar x. Kenyataannya banyak ion-ion logam yang keberadaannya di alam dalam bentuk senyawa. Untuk itu sangatlah perlu dikembangkan teknik pemisahan dan pemurnian ion logam di laboratorium (Kolthoff, 1979).

Lantanida merupakan ion logam dalam kelompok unsur tanah jarang. Samarium (Sm) merupakan salah satu ion logam yang terdapat dalam kelompok ini. Sm dalam keadaan murni banyak digunakan untuk pembuatan peralatan elektronik bidang kedokteran seperti untuk lapisan sinar x. Untuk itu perlu dikembangkan teknik ekstraksi pelarut guna mendapatkan ion logam dalam keadaan murni

Pemisahan Lantanida baik sebagai suatu kelompok ataupun sebagai individu merupakan pekerjaan menantang bagi ahli kimia analis. Berbagai metode telah dikembangkan yaitu kristalisasi bertingkat, dekomposisi termal, penukar ion dan ekstraksi pelarut serta membran transport. Teknik ekstraksi pelarut adalah cara yang perlu dikembangkan untuk pemisahan dan pemurnian lantanida karena metode itu cukup sederhana, cepat dan mudah dilakukan.

Untuk memisahkan logam Lantanida dengan cara ekstraksi pelarut, biasanya digunakan suatu ligan pengkompleks. Ion-ion logam Lantanida yang akan dipisahkan direaksikan terlebih dahulu dengan ligan tertentu membentuk kompleks yang tidak larut pada fasa air tetapi larut dalam fasa organik.

Dengan telah disintesisnya berbagai ligan makrosiklik yang mampu membentuk kompleks dengan logam secara selektif, perlu diteliti kemampuannya



untuk memisahkan ion-ion Lantanida dengan cara ekstraksi. Kriptan, suatu jenis krown eter bisiklik telah digunakan sebagai ligan pengkompleks untuk berbagai logam. Pembuatan dan sifat-sifat kompleks kriptan dengan ion-ion logam alkali dan alkali tanah telah dilaporkan oleh J.M Lehn dan Loyola. Pembentukan kompleks logam Lantanida dengan ligan ini telah pula dipelajari oleh Lehn (Lehn, 1975 dan Jimenez, 1979).

Beberapa penelitian tentang ekstraksi logam Lantanida dengan menggunakan kriptan telah dilakukan. Studi ekstraksi Sm^{3+} dan Yb^{3+} yang dikomplekskan dengan kriptan[2.2.1] dan kriptan[2.2.2] dilakukan dengan menggunakan asam pikrat sebagai pasangan ion pada berbagai pH (Simbolon, 1996). Karena jenis kriptan cukup banyak, akan diteliti jenis kriptan yang lain yaitu kriptan[2.2.2B] pada ekstraksi pelarut ion logam Sm^{3+} dengan memvariasikan konsentrasi pasangan anion yang berbeda-beda (OAc^- , Cl^- dan Pic^-).

Sangatlah dibutuhkan data-data mengenai pengaruh pH, konsentrasi kriptan[2.2.2B] dan jenis serta konsentrasi anion terhadap persen ekstraksi kompleks Sm-kriptat[2.2.2B] untuk mendapatkan informasi bentuk kompleks yang terekstrak dan yang stabil terhadap perubahan kepolaran pelarut.

B.Rumusan Masalah

Dalam Penelitian ini permasalahan yang akan dikaji adalah bagaimana pengaruh anion (klorida, pikrat dan asetat) serta komposisi pelarut terhadap kestabilan kompleks dan selektivitas ekstraksi kompleks Sm-kriptat[2.2.2B] ?

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Lantanida

Unsur-unsur lantanida sering dikenal sebagai kelompok unsur tanah jarang, meskipun keberadaannya di alam cukup tinggi. Unsur-unsur tersebut tidaklah terdapat dalam bentuk bebas, tetapi ikut serta dalam pembentukan batu-batuan seperti monasit dan basnasit. Kandungan Samarium dalam monasit mencapai 2,8% dan Ytterbium 0,03%. Logam-logam lantanida ini sangat banyak pemakaiannya, antara lain sebagai katalis pada proses pemecahan rantai karbon minyak bumi. Demikian juga industri gelas, keramik dan film banyak memanfaatkan logam-logam lantanida (James, 1993).

Samarium ditemukan dengan metoda spektroskopi pada tahun 1970 oleh Locoq de Boisbaudran dalam mineral Samarkit. Samarium memiliki massa atom relatif 150,35 dengan nomor atom 62, mempunyai titik leleh 1072°C , jari-jari ion Sm^{3+} $0,964 \text{ \AA}$ dan bervalensi 2 atau 3. Samarium ditemukan bersamaan dengan unsur tanah jarang lainnya dalam berbagai mineral, misalnya dalam Monasit dan Basnasit. Samarium dalam Monasit terdapat sekitar 2,8% (James, 1993)

Samarium termasuk unsur tanah jarang yang dapat digunakan untuk lampu kilat karbon pada industri perfilman, industri keramik dan katalis pada pemecahan rantai karbon minyak bumi. Sulfida Samarium stabil pada temperatur tinggi dan memiliki efisiensi termoelektrik yang baik sampai 1100°C . Oksida Samarium dapat menyerap radiasi infra merah yang dapat dimanfaatkan untuk pembuatan kaca optik. Samarium juga digunakan untuk laser sebagai pendoping kristal kalsium fluorida .

B. Kriptan

Kriptan adalah senyawa krown bisiklik dengan struktur sangkar yang sterik, dengan dua atom nitrogen pada kedua ujung jembatan. Kompleks logam dengan ligan sangkar ini dinamakan kriptat. Selektivitas dan stabilitas kompleks yang dibentuk kriptan lebih besar dibandingkan dengan krown eter monosiklik (Hiraoka, M, 1982).

Topologi kriptan yang mempunyai rongga intramolekular, secara khusus akan beradaptasi untuk membentuk kompleks yang stabil dan selektif dengan kation. Kriptan menunjukkan selektivitas yang tinggi terhadap ion-ion alkali, alkali tanah, ion logam transisi dan lantanida (Kolthoff, L.M, 1979 dan Alexander, V, 1995).

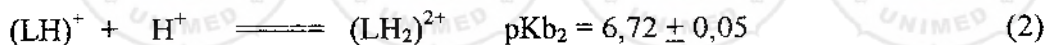
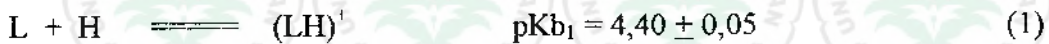
C. Pengaruh pH dengan berbagai jenis pasangan ion

Dalam pelarut air kriptan dapat berbentuk kriptan bebas (L), kriptan terprotonasi satu (HL^+) dan kriptan terprotonasi dua (H_2L^{2+}) bergantung pada pH larutan tersebut. Pembentukan kompleks Sm^{3+} -kriptat dipengaruhi oleh bentuk kriptan tersebut (Thaler, 1999). Terdapat dua asumsi yang dapat diajukan untuk menjelaskan pembentukan kompleks Sm^{3+} -kriptat dalam pelarut air yaitu:

1. Masuknya ion Sm^{3+} ke dalam rongga kriptan bebas membentuk kompleks

$\text{Sm}(\text{kriptat})^{3+}$. Hal ini dimungkinkan dengan melihat kesetimbangan-

kesetimbangan yang terjadi.. Protonasi kriptan[2.2.2B]



Ini berarti kriptan[2.2.2B] merupakan basa yang lebih lemah dari pada kriptan[2.1.1]. Spesi ligan kriptan [L] yang dominan pada $\text{pH} < 4,40$ adalah bentuk LH_2 dan pada $\text{pH} 4,40 - 6,72$ bentuk LH dan pada $\text{pH} > 6,72$ bentuk L bebasnya.

2. Kriptan[2.2.2B] yang digunakan diperkirakan mempunyai rongga yang sama dengan kriptan[2.2.2] yaitu memiliki diameter $2,8 \text{ \AA}^0$, yang berarti lebih besar dari pada diameter kation Sm^{3+} ($2,08 \text{ \AA}^0$). Dengan demikian pada ekstraksi diharapkan kedua ion logam dapat masuk secara sempurna ke dalam rongga kriptan[2.2.2B] dan kompleks yang terbentuk diharapkan lebih stabil dari pada dengan kriptan[2.1.1] (Zhang, 1998 dan Anderson, R, 1991).

BAB III

TUJUAN PENELITIAN

A. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui pengaruh kepolaran pelarut terhadap ekstraksi Samarium(III) kriptat[2.2.2B] dengan pasangan ion berbeda yaitu klorida, pikrat dan asetat
2. Menentukan jenis kompleks Sm-kriptat[2.2.2B] yang stabil dengan perubahan kepolaran pelarut.

B. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberi manfaat dalam proses pemisahan dan pemurnian ion logam yang sangat dibutuhkan pada industri kimia.

BAB IV

METODE PENELITIAN

A. Lokasi Penelitian

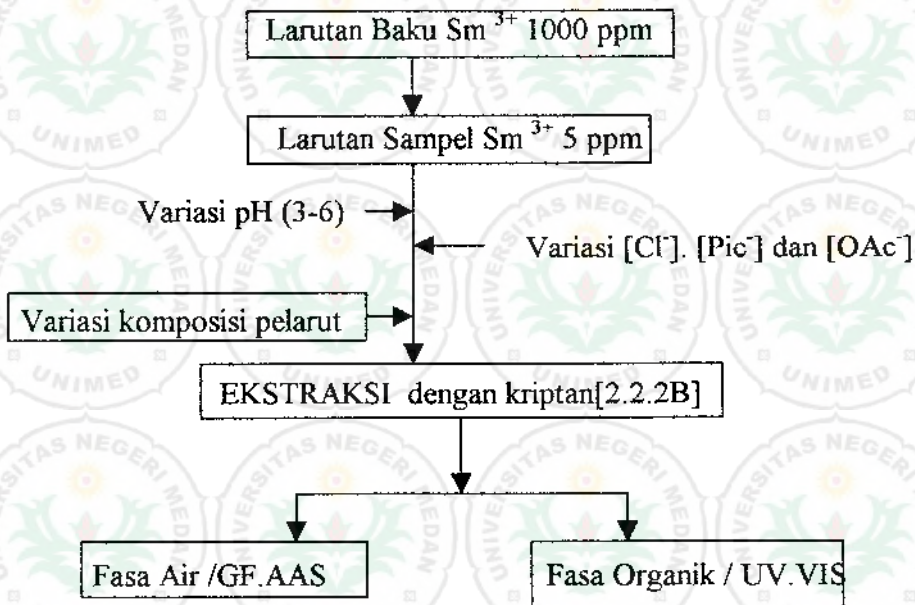
Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA UNIMED Medan selama enam bulan.

B. Bahan dan Alat Penelitian

Bahan yang dipergunakan pada penelitian ini adalah : CHCl_3 , HCl , HNO_3 , kriptan[2.1.1] , Sm_2O_3 , asam pikrat , $\text{N}(\text{CH}_3)_4\text{OH}$, CH_3COOH , toluen semua bahan berkualitas pro analisa (p.a).

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah pH meter Orion, Spektrofotometer UV-VIS berkas ganda Hitachi 150-20, GF.AAS Perkin Elmer 3110, corong pisah dan alat-alat kaca yang biasa digunakan di laboratorium.

C. Jalannya Penelitian



D. Prosedur Penelitian

1. Larutan Baku Samarium(III)

Larutan baku Sm^{3+} dengan konsentrasi 1000 ppm dibuat dengan cara melarutkan 1,160 gram Sm_2O_3 dalam larutan HCl (1:1) dan dipanaskan dalam penangas air selama kurang lebih 15 menit untuk meyakinkan bahwa semua oksida larut. Setelah semua oksida larut, larutan dibiarkan dingin sampai suhu ruang dan kemudian diencerkan dengan air bebas ion dalam labu volumetri 1 liter.

2. Larutan baku kriptan [2.2.2B]

Larutan baku kriptan [2.2.2B] dibuat dengan melarutkan 0,53 mL kriptan dalam 25 mL toluen. Konsentrasi yang diperoleh adalah 0,05 M.

3. Larutan Baku asam pikrat

Larutan baku pikrat dibuat dengan melarutkan 1,4 gram asam pikrat dalam air bebas ion dalam labu volumetri 100 mL. Kemudian distandarisasi dengan NaOH $7,125 \times 10^{-3}$ M dengan indikator PP. Konsentrasi asam pikrat yang diperoleh adalah $4,43 \times 10^{-3}$ M.

4. Larutan Baku asam asetat.

Larutan baku asetat dibuat dengan melarutkan 2,87 mL asam asetat p.a (99,8%) dengan air bebas ion dalam labu ukur 50 mL sampai batas. Konsentrasi asam asetat yang diperoleh adalah 1,000 M.

5. Pengaruh pH terhadap % ekstraksi

Sm^{3+} diekstraksi pada rentang pH 3 – 6 dengan larutan kriptan [2.2.2B] $5,0 \times 10^{-4}$ M dalam toluen. Percobaan ini dilakukan untuk ketiga jenis pasangan ion Cl^- , Pic^- dan OAc^- . Larutan Sm-asetat dibuat dengan menambahkan larutan asam asetat 2,89 x 10^{-4} M sebanyak 10 mL sehingga diperoleh perbandingan mol $\text{Sm(III)} : \text{OAc}^- = 1:1$

Larutan Sm-pikrat dibuat dengan menambahkan larutan asam pikrat $2,89 \times 10^{-4} \text{M}$ sebanyak 10 mL sehingga diperoleh perbandingan mol Sm(III) : Pic⁻ = 1:1. Dari hasil ini akan diperoleh kurva log D versus pH. Fragment spesi yang terbentuk ditentukan dari kemiringan kurva yang diperoleh.

6. Pengaruh jenis dan konsentrasi anion

Dibuat seri larutan Sm³⁺ yang mengandung $3,0 \times 10^{-4} \text{M}$ asam asetat dengan variasi perbandingan mol Sm : asam asetat maupun asam pikrat dari 1:0,5 sampai 1:4. pH percobaan diatur pada pH 5,0. Kemudian larutan tersebut diekstraksi dengan larutan kriptan[2.2.2B] dengan konsentrasi $3,0 \times 10^{-4} \text{M}$. Dari hasil ini akan diperoleh kurva log D versus log konsentrasi asam asetat maupun pikrat. Stoikiometri logam:kriptan:anion(mol logam dan mol kriptan tetap) ditentukan dari kemiringan kurva yang diperoleh.

7. Penentuan stoikiometri Sm:kriptan[2.2.2B] dalam fasa toluen dengan spektrofotometer uv-vis.

Larutan kriptan [2.2.2B] sebanyak 2 mL dengan konsentrasi $5,0 \times 10^{-5} \text{M}$ dalam toluen dimasukkan ke dalam kuvet, kemudian ditambahkan larutan Sm(III)-klorida secara bertahap sehingga diperoleh perbandingan mol antara kriptan dengan Sm(III) dari 0 sampai 3. Pada setiap kali penambahan logam, serapan larutan diukur pada panjang gelombang maksimum. Serapan yang diperoleh dialurkan terhadap perbandingan mol ligan:mol logam sehingga diperoleh perbandingan stoikiometri kompleks yang terbentuk.

8. Pengaruh komposisi pelarut.

Dibuat 3 jenis larutan Sm³⁺ 5 ppm yang masing-masing mengandung pasangan anion yang berbeda (Cl⁻, Pic⁻ dan OAc⁻) sesuai dengan stoikiometri masing-masing kompleks dalam labu volumetri 100 mL. pH larutan diatur pada pH 5. Larutan Sm³⁺ tersebut diekstraksi dengan larutan kriptan[2.2.2B] $5 \times 10^{-4} \text{M}$ dalam berbagai komposisi pelarut dengan fraksi kloroform dalam toluen (v/v) 0%, 2%, 4%, 6%, 8%, 10% dan 12%. Setelah fasa air dipisahkan dari fasa toluen %E dan log D Sm(III) ditentukan dengan GF.AAS.



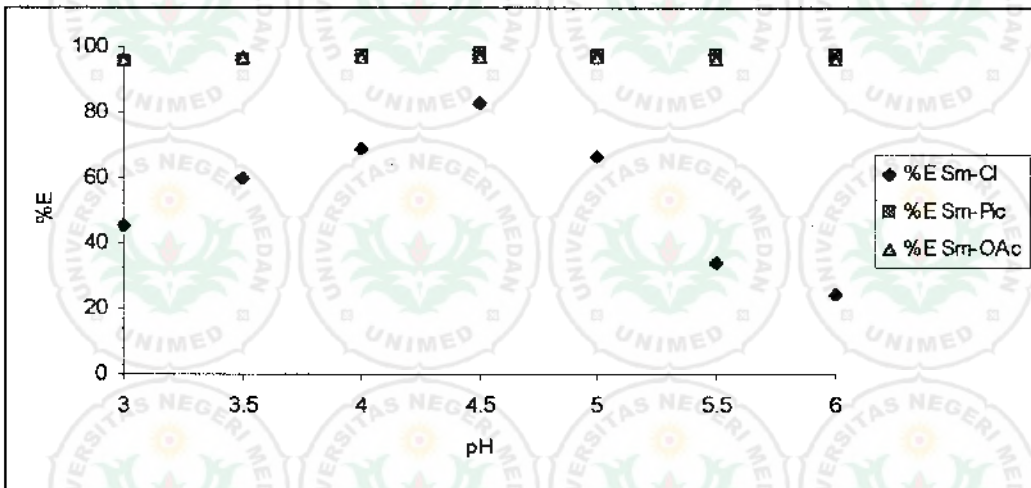
BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Penelitian

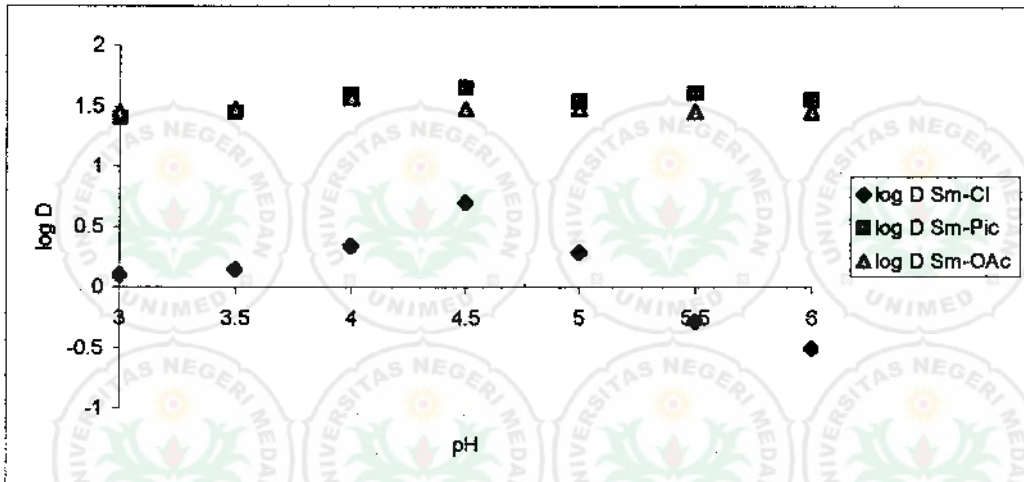
1. Pengaruh pH dengan % E berbagai jenis pasangan ion

Ekstraksi Sm^{3+} dilakukan dalam suasana asam pada pH 3.0 – 6,0. Pengaturan pH dilakukan dengan menambahkan HCl 0,1 M dan $\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{OH}$ 2 M. Penggunaan basa tersebut dimaksudkan untuk menghindari gangguan logam-logam alkali yang dapat membentuk kompleks dengan kriptan. Pengaruh pH terhadap % E dan Log D dapat digunakan untuk menentukan pH yang tepat untuk ekstraksi dan bentuk kompleks yang terbentuk. Kurva %E terhadap pH berbagai jenis pasangan ion ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva pengaruh pH terhadap %E Sm-kriptat[2.2.2B] dengan pasangan anion yang berbeda.

Ket: $[\text{Sm}^{3+}] = 2,89 \times 10^{-4} \text{ M}$, $[\text{C}2.2.2\text{B}] = 3 \times 10^{-4} \text{ M}$, $[\text{HOAc}] = 2,89 \times 10^{-4} \text{ M}$, $[\text{Hpic}] = 2,89 \times 10^{-4} \text{ M}$

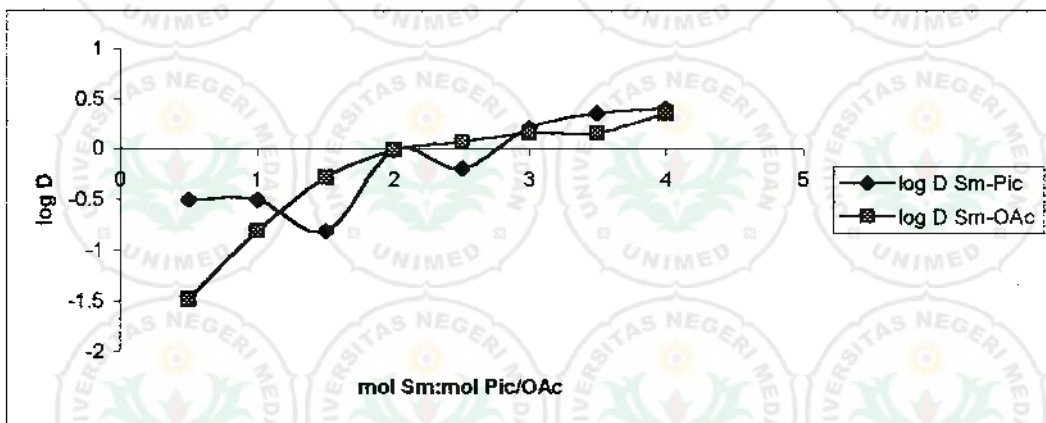


Gambar 2 Kurva pengaruh pH terhadap log D Sm-kriptat[2.2.2B] dengan pasangan anion yang berbeda.

Ket. $[Sm^{3+}] = 2,89 \times 10^{-4} M$, $[c2.2.2B] = 3 \times 10^{-4} M$, $[HOAc] = 2,89 \times 10^{-4} M$
 $[Hpic] = 2,89 \times 10^{-4} M$

2. Pengaruh konsentrasi pasangan ion pada ekstraksi Sm-kriptat[2.2.2B]

Pada percobaan ini ekstraksi dilakukan pada pH 5,0 dengan menggunakan anion pikrat dan asetat. Pikrat adalah anion lunak dan asetat berada diantara keduanya. Ion logam menyukai kelompok anion lunak dalam pembentukan kompleks pasangan anion, karena umumnya anion lunak berbentuk planar, berukuran besar, polarisabilitasnya tinggi, sehingga akan lebih mudah berpasangan dengan ion logam.



Gambar 3. Kurva pengaruh konsentrasi pasangan ion terhadap log D kompleks Sm-kriptat[2.2.2B].

3. Penentuan perbandingan stoikiometri kompleks Sm- kriptat[2.2.2B] dengan spektrofotometer UV VIS

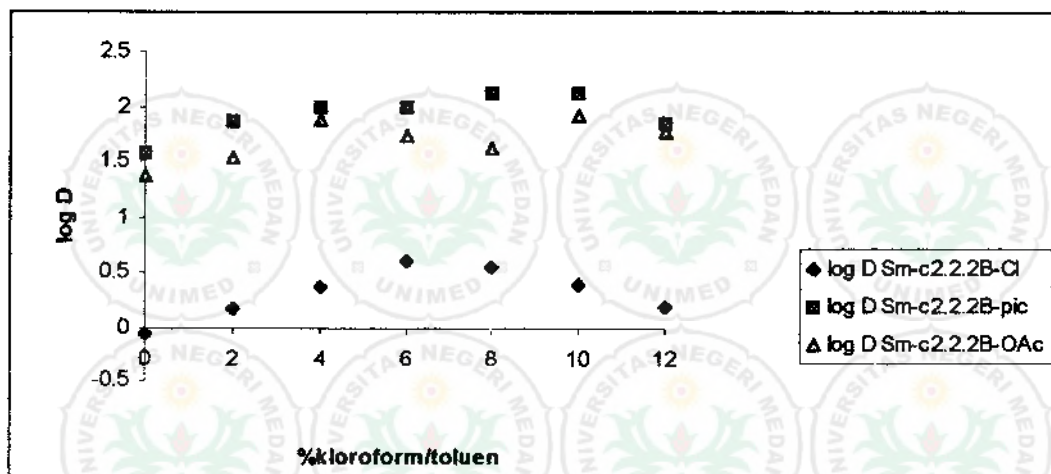
Untuk mengetahui stoikiometri kompleks yang terbentuk antara logam dan kriptan dilakukan pengamatan spektrum serapan berbagai campuran logam dan kriptan[2.2.2B] dalam toluen dengan metoda perbandingan mol. Hasil penentuan perbandingan stoikiometri kompleks Yb-kriptat adalah 1 : 1.

Tabel 1 Hasil Pengukuran uv-vis kompleks Sm-kriptat[2.2.2B] pada λ 283,4 nm.

mmol kriptan:mmol Sm	Absorbansi
1:0	0,798
1:0,5	0,734
1:1	0,671
1:1,5	0,528
1:2	0,329
1:2,5	0,130
1:3	0,030

4. Pengaruh Komposisi Pelarut

Kestabilan kompleks pasangan ion dipengaruhi oleh jenis pelarut. Dalam percobaan ini digunakan campuran pelarut kloroform dengan toluen karena kedua pelarut tersebut dapat saling bercampur sampai fraksi kloroform tertentu. Selain itu kedua pelarut tersebut adalah pelarut inert sehingga interaksinya dengan zat terlarut kecil. Kloroform adalah pelarut yang cukup polar sedangkan toluen adalah pelarut nonpolar, sehingga dengan melakukan penambahan fraksi kloroform ke dalam toluen secara bertahap diharapkan sifat pelarut bergeser dari polar ke non polar. Pengaruh komposisi pelarut terhadap log D ditunjukkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Kurva pengaruh komposisi pelarut terhadap log D Sm-kriptat[2.2.2B].

Keterangan: $[Sm^{3+}] = 5 \text{ ppm}$, $[c \text{ 2.2.2B}] = 5 \times 10^{-4} \text{ M}$, $pH = 5$,

B. Pembahasan

Dari gambar 1 dan 2 terlihat kompleks Sm-kriptat[2.2.2B] pikrat dan asetat memiliki slope 0. Hal ini menunjukkan ada satu spesi tunggal yang dominan terdapat pada kompleks terekstraksi. Spesi ligan yang dominan adalah bentuk LH. Adanya protonasi dan deprotonasi tidak berpengaruh terhadap kemampuan ligan untuk membentuk kompleks dengan logam Sm dan pasangan ion pikrat dan asetat.

Berbeda dengan kompleks pikrat dan asetat, log D kompleks Sm-kriptat[2.2.2B] klorida pada $pH < 4,5$ mempunyai slope +1, ini berarti terjadi protonasi 1 pada spesi ligan yang dominan pada pH tersebut. Selanjutnya pada $pH > 4,5$ slope -1, pada keadaan ini diramalkan terjadi deprotonasi kriptan dengan bentuk LH menjadi L, selain itu kemungkinan terjadi juga hidrolisis logam.

Dari ketiga kompleks Sm-kriptat[2.2.2B] dengan berbagai pasangan ion(klorida, pikrat dan asetat) nilai log D Sm-kriptat[2.2.2B]pikrat > asetat > klorida. Perbedaan ini disebabkan oleh perbedaan kepolaran kompleks yang terbentuk dengan berbagai pasangan ionnya.

Dari Gambar 2 terlihat bahwa kompleks Yb-kriptat[2.1.1]klorida memiliki slope 0 pada $\text{pH} < 4,5$ dan -1 pada $\text{pH} > 4,5$. Diramalkan spesi yang ada di dalam ekstraksi tersebut adalah YbLH-klorida pada $\text{pH} < 4,5$ dan YbLH-klorida yang terdeprotonasi menjadi YbL-klorida pada pH yang lebih tinggi.

Dari gambar 3 terlihat nilai log D kompleks Sm-kriptat[2.2.2B]OAc naik tajam dengan bertambahnya sampai perbandingan mol Sm:mol OAc dua setelah >2 cenderung relatif konstan hal ini menunjukkan semakin banyaknya kompleks yang terbentuk yang dapat terekstraksi ke fasa organik, slope yang diperoleh adalah 1,98 dengan demikian bentuk spesi yang mungkin adalah Sm-kriptat[2.2.2B](OAc) $_2$ Cl $_2$. Untuk kompleks Sm-kriptat[2.2.2B]Pic, nilai log D naik dengan bertambahnya konsentrasi asam pikrat. Harga slope yang diperoleh adalah 1,40. Hal ini menunjukkan bahwa perbandingan mol pikrat dengan ion logam adalah 1:1 dan bentuk spesi yang mungkin adalah SmH-kriptat[2.2.2B]PicCl $_3$.

Gambar 4 memperlihatkan kompleks SmH-kriptat[2.2.2B]PicCl $_3$ paling stabil dengan perubahan kepolaran pelarut diikuti kompleks Sm-kriptat[2.2.2B](OAc) $_2$ Cl $_2$. Hal ini disebabkan anion- anion ini termasuk anion lunak dalam kompleks tersebut. Rendahnya nilai log D kompleks Sm-HkriptatCl $_4$ dapat disebabkan tidak terdapatnya donor ikatan hidrogen dari zat terlarut yang dapat menjadi donor ikatan hidrogen pada campuran pelarut kloroform-toluen yang inert. Padahal kemampuan membentuk ikatan hidrogen tersebut dibutuhkan oleh pelarut dengan tetapan dielektrik rendah untuk dapat mensolvasi anion keras seperti klorida.

DAFTAR PUSTAKA

- Alexander, V(1995), Design and Synthesis of Macrocyclic Ligands and Their Complexes of Lanthanides and Actinides, *Chem rev* **95**: 173 – 342.
- Anderson, R(1991), *Sample Pretreatment and Separation*. London. John Wiley & Son.
- Hiraoka, M(1982), *Crown Compound, their characteristic and applications*. Elsevier Scientific Publishing Company, Tokyo.
- James R. Bowser(1993), The Lanthanide, Actinide, and Transactinide Elements, *Inorganic Chemistry*, 668 – 677.
- Jimenez Reyes, M., A.G. Mardok, G. Duplatre(1979), Radiochemical Separation of Alkali ions by Solvent Extraction of Cryptate Complexes. *J. Inorg. nucl. Chem.*, **41**: 1365 – 1373.
- Kolthoff, L.M(1979), The Lanthanide and Actinide. *Analytical Chemistry*, **51**: 1R – 21R.
- Lehn, J.M., J.P. Sauvage(1975), Cryptates: Stability and Selectivity of Alkali and Alkaline-Earth Macrobicyclic Complexes, *J. Am. Chem. Soc.*, **97** : 6700 – 6707.
- Simbolon B(1996), Efek jari-jari, kebiasaan kriptan [2.2.1] dan [2.2.2] serta komposisi pelarut terhadap pemisahan Sm(III) dan Yb(III), *Tesis Magister Sains Ilmu Kimia*. FMIPA. UI, Depok.
- Thaler, A; Heidari, N; Cox, B.G; Schneider, H(1999), Stability constants of Copper(I) and Silver(I) complexes with open-chain, macrocyclic and bicyclic azaligands in acetonitrile and comparison with result in dimethyl sulfoxide, *Inorg Chim. Acta*, **286(2)** : 160 – 168.
- Zhang, Xian Xin; Izatt, Reed M; Bradshaw, Jerald S; Krakowiak, Krzysztof E(1998), Approaches to improvement of metal ion selectivity by cryptands, *Coor. Chem. Rev.*, **174** : 179 – 189.

Lampiran 1**PERSONALIA PENELITIAN****1. Ketua Peneliti**

- a. Nama Lengkap : Dra. Anna Juniar, M.Si
- b. NIP/Golongan : 131765627 / III-d
- c. Pangkat / Jabatan : Penata Tk I / Lektor Madya
- d. Tempat Penelitian : Laboratorium Kimia FMIPA UNIMED
- e. Bidang Keahlian : Kimia Analitik
- f. Waktu untuk penelitian ini : 12 jam perminggu

2. Tenaga Peneliti I

- a. Nama Lengkap : Drs. Ajat Sudrajat, M.Si
- b. NIP/Golongan : 131916905 / III-c
- c. Pangkat / Jabatan : Penata / Lektor
- d. Tempat Penelitian : Laboratorium Kimia FMIPA UNIMED
- e. Bidang Keahlian : Kimia Analitik
- f. Waktu untuk penelitian ini : 12 jam perminggu

3. Tenaga Peneliti II

- a. Nama Lengkap : Drs. Germanicus Sinaga, M.Pd
- b. NIP/Golongan : 131285359 / III-d
- c. Pangkat / Jabatan : Penata / Lektor
- d. Tempat Penelitian : Laboratorium Kimia FMIPA UNIMED
- e. Bidang Keahlian : Kimia Anorganik
- g. Waktu untuk penelitian ini : 12 jam perminggu

4. Tenaga Peneliti III

- a. Nama Lengkap : Dra. Lisnawaty Simatupang
- b. NIP/Golongan : 132305998 / III-a
- c. Pangkat / Jabatan : Penata Muda / Assisten Ahli Madya

- d. Tempat Penelitian : Laboratorium Kimia FMIPA UNIMED
- e. Bidang Keahlian : Kimia Anorganik
- f. Waktu untuk penelitian ini : 12 jam perminggu
5. Tenaga Peneliti IV
- a. Nama Lengkap : Drs. Kawan Sihombing, M.Si
- b. NIP/Golongan : 131663507 / III-d
- c. Pangkat / Jabatan : Penata / Lektor
- d. Tempat Penelitian : Laboratorium Kimia FMIPA UNIMED
- e. Bidang Keahlian : Kimia Analitik
- f. Waktu untuk penelitian ini : 12 jam perminggu



UNIVERSITAS NEGERI MEDAN
(STATE UNIVERSITY OF MEDAN)
LEMBAGA PENELITIAN
(RESEARCH INSTITUTE)

Jl. Wilem Iskandar, Pasar V Kotak Pos No. 1589 - Medan 20221, Telp. (061) 6636757 - 6613365, Psw. 228 Fax. (061) 6614002, 6613319
E-mail: lpunimed@indo.net.id

No. : 081/J39.7.1/PI/2005
Lamp. :
Hal : Penelitian Dana Rutin Tahun 2005
20 September 2005

Kepada : Yth. Sdr. 1. Dekan FIP 3. Dekan FBS 5. Dekan FMIPA
2. Dekan FIS 4. Dekan FT 6. Dekan FK
masing-masing di lingkungan Unimed.

Dengan hormat,
Bersama ini kami sampaikan kepada Saudara usulan penelitian Dana Rutin yang dapat diterima/dilaksanakan Tahun 2005 sbb:

No.	Nama Peneliti	Fakultas
I. Bidang Pendidikan, Keolahragaan dan Kesehatan		
1.	Dra. Luey Karyati Basur	FMIPA
2.	Dr. Novita Sari Harahap	FK
3.	Drs. Jongga Manullang	FT
4.	Dra. Sariana Marbun, M.Pd	FIP
5.	Dra. Tita Juwita Ningsih, M.Si	FMIPA
6.	Hermawan Syahputra, S.Si	FMIPA
II. Bidang Penelitian Humaniora (Sosial, Ekonomi & Bahasa dan Seni).		
1.	Dra. Dina Ampera, M.Si	FT
2.	Rina Evianity, S.Pd, M.Hum	FBS
3.	Fauzia Agustini, SE, M.BA	FIS
4.	Dra. Juliarti, M.Si	FT
5.	Dra. Lily Herawati Lubis, M.Pd	FT
6.	Muhammad Ishak, SE, M.Si, Ak.	FIS
III. Bidang Penelitian Sains Teknologi dan Rekayasa		
1.	Dra. Nirwana, M.Si	FMIPA
2.	Drs. Andi Bahar	FT
3.	Drs. Marham Sitorus, M.Si	FMIPA
4.	Desteria Roza, S.Si, M.Si	FMIPA
5.	Dra. Anna Juniar, M.Si	FMIPA
6.	Akhafi Maas Siregar, S.Si, M.Si	FMIPA



UNIVERSITAS NEGERI MEDAN
(STATE UNIVERSITY OF MEDAN)
LEMBAGA PENELITIAN
(RESEARCH INSTITUTE)

Jl. Willem Iskandar, Pasar V Kotak Pos No. 1589 - Medan 20224, Telp. (061) 6636757 - 6613365, Fsw. 229 Fax. (061) 6614002, 6613319
E-mail:lpunimed@indo.net.id

IV.	Bidang Penelitian Tindakan Kelas (PTK) dan Penelitian Peningkatan Kualitas Pembelajaran (PPKP)	
1.	Drs. Muhammad Amin, ST, M.Pd	FT
2.	Drs. R. Tarigan, M.Pd	FMIPA
3.	Drs. KMS. Muhammad Amin Fauzi, M.Pd	FMIPA
4.	Dra. Rahmah, M.Hum	EBS
5.	Drs. Maju Lumban Gaol	FT
6.	Dra. Dorlince Simatupang	FIP

Untuk kelancaran proses pelaksanaan penelitian tersebut ada beberapa hal yang perlu diperhatikan:

- Tidak ada satu pun anggota peneliti yang sama dengan peneliti yang lain walaupun antar fakultas.
- Perbaikan anggota peneliti diberikan kesempatan mulai tanggal 20 s/d 23 September 2005-09-20
- Penelitian dapat dimulai pada tanggal pengumuman ini diumumkan dan harus sudah selesai tanggal 10 Nopember 2005-09-2005.
- Laporan Penelitian harus dikumpulkan pada tanggal 11 Nopember 2005
- Seminar hasil penelitian akan diadakan pada tanggal 14 s/d 17 Nopember 2005
- Laporan akhir penelitian harus sudah masuk di Lembaga Penelitian paling lambat tanggal 21 Nopember 2005.
- Apabila ada hal-hal yang belum jelas dapat menghubungi Lembaga Penelitian pada setiap hari.

Sehubungan dengan hal tersebut kami mohon bantuan Saudara untuk menyampaikan informasi ini kepada dosen/peneliti dilingkungan kerja Saudara. atas kerjasama yang baik kami ucapkan terima kasih.

Ketua,


Prof. Dr. Abdul Muin Sibuea, M.Pd
NIP. 130935473



UNIVERSITAS NEGERI MEDAN

(STATE UNIVERSITY OF MEDAN)

Jl. Willem Iskandar Psr. V Kotak Pos No.1589 – Medan 20221
Telp. (061) 6613365, 6613276, 6618758 Fax.(061) 6614002 - 6613319

SURAT PERINTAH KERJA (SPK)

Nomor : 01444A / J39.10/LK/2005

Tanggal : 24 Agustus 2005

Pada hari ini, Rabu tanggal dua puluh empat, bulan Agustus tahun dua ribu lima, kami yang bertanda tangan dibawah ini :

1. Drs. Evendi Ritonga, M.Pd : Berdasarkan Surat Keputusan Rektor UNIMED No.: 00764 / J39/ KEP/2005, tanggal 02 Mei 2005 dalam hal ini Pejabat Pembuat Komitmen / Kuasa Penanggungjawab Administrasi Umum UNIMED (Kegiatan 5584) bertindak untuk dan atas nama Rektor untuk selanjutnya dalam SPK ini disebut sebagai PIHAK PERTAMA.

2. Prof.Dr.Abdul Muin Sibuea, M.Pd : Ketua Lembaga penelitian UNIMED. Berdasarkan SK Pejabat Pembuat Komitmen/Kuasa Administrasi Umum UNIMED (Kegiatan 5584) Nomor : 599H/J39.16/SK/2005, tanggal 16 Mei 2005, dalam hal ini bertindak untuk dan atas nama Dosen Pelaksana Kegiatan Penelitian serta Seminar Hasil Penelitian, untuk selanjutnya dalam SK ini disebut sebagai : PIHAK KEDUA.

Kedua belah pihak secara bersama-sama telah sepakat mengadakan Perjanjian Kerja dengan ketentuan sebagai berikut :

PASAL 1 JENIS PEKERJAAN

Pihak Pertama memberi tugas kepada Pihak Kedua, dan Pihak Kedua menerima tugas tersebut untuk melaksanakan/koordinasi pelaksanaan 4 (empat) kegiatan Pelaksanaan Penelitian berjudul :

1. Penelitian Tindakan Kelas (PTK) dan Penelitian Peningkatan Kualitas Pembelajaran (PPKP),
2. Penelitian Ilmu Humaniora (Sosial, Ekonomi dan Bahasa/Seni),
3. Penelitian Pendidikan, Keolahragaan dan Kesehatan,
4. Penelitian Sains, Teknologi dan Rekayasa.

PASAL 2 NILAI PEKERJAAN

Pihak Pertama memberi dana Pelaksanaan untuk 4 (empat) Kegiatan Penelitian tersebut sebesar Rp. 94.000.000.- (Sembilan puluh empat juta rupiah), termasuk pajak-pajak yang dibebankan kepada Dana DIPA Administrasi Umum UNIMED (Kegiatan 5584) TA. 2005, dan pembayarannya secara bertahap sebagai berikut :

PASAL 3 CARA PEMBAYARAN

1. Tahap I (Pertama) sebesar 70 % yaitu Rp.65.800.000.- (Enam puluh lima juta delapan ratus ribu rupiah), dibayar sewaktu Surat Perintah Kerja (SPK) ini ditandatangani oleh kedua belah pihak.
2. Tahap II (Kedua) sebesar 30 % yaitu Rp. 28.200.000.- (Dua puluh delapan juta dua ratus ribu rupiah), dibayar setelah Pihak Kedua menyerahkan 4 (empat) Laporan Hasil Penelitian (Kegiatan 5584) Kepada Pihak Pertama.



UNIVERSITAS NEGERI MEDAN

(STATE UNIVERSITY OF MEDAN)

Jl. Wiliem Iskandar Psr. V Kotak Pos No.1589 – Medan 20221
Telp. (061) 6613365, 6613276, 6618758 Fax.(061) 6614002 - 6613319

PASAL 4 JANGKA WAKTU PELAKSANAAN

Pihak Kedua wajib menyelesaikan Kegiatan Pelaksanaan Penelitian dimaksud dalam pasal 1 SPK ini selambat-lambatnya tanggal 14 Nopember 2005, sejak tanggal SPK ini.

PASAL 5 LAPORAN

1. Pihak Kedua menyampaikan 4 (empat) Laporan akhir Kegiatan Pelaksanaan Penelitian kepada Pihak Pertama sebanyak 6 (enam) eksemplar yang akan didistribusikan kepada :
 - 1) Pihak Pertama sebanyak 4 (empat) laporan, masing-masing 1 (satu) eksemplar (ASLI) + copy
 - 2) Lembaga Penelitian sebanyak 4 (empat) laporan, masing-masing 1 (satu) eksemplar beserta artikel dan berkas lain yang diminta oleh LP UNIMED
 - 3) Kantor Pelayanan dan Perbendaharaan Negara (KPPN) Medan sebanyak 4 (empat) laporan, masing-masing 1 (satu) eksemplar.
 - 4) Direktorat Pembinaan Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat (DP3M) Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Depdiknas RI sebanyak 4 (empat) laporan, masing-masing 2 (dua) eksemplar.
2. Sistematika Laporan Akhir Kegiatan Pelaksanaan Penelitian harus memenuhi ketentuan seperti yang ditetapkan dalam buku Panduan Pelaksanaan Penelitian dan Pengabdian pada Masyarakat Edisi VI Tahun 2002 yang dikeluarkan oleh DP3M Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Depdiknas RI.
3. Bersamaan dengan Laporan Akhir Pelaksanaan, PIHAK KEDUA juga menyampaikan Ringkasan Hasil Kegiatan dan artikel ilmiah.

PASAL 6 SANKSI

Apabila Pihak Kedua dalam melaksanakan kegiatan seperti tercantum pada pasal 1 penyelesaian laporan hasil, maka Pihak Kedua dikenakan sanksi :

1. Denda sebesar 1 % perhari dengan maksimum denda sebesar 5 % dari nilai Surat Perintah Kerja (SPK)
2. Tidak akan diikutsertakan dalam kegiatan Penelitian berikutnya.

PASAL 7

Surat Perintah Kerja (SPK) ini dibuat rangkap 6 (enam) dengan ketentuan sebagai berikut :

- 1 (satu) lembar pada : Administrasi Umum UNIMED
- 1 (satu) lembar pada : Ketua Pelaksana Kegiatan Pelaksanaan Penelitian
- 3 (tiga) lembar pada : Kantor Pelayanan dan Perbendaharaan Negara (KPPN) Medan
- 1 (satu) lembar pada : Lembaga Penelitian UNIMED

Pihak Kedua :
Ketua Tim Pelaksana,

Prof. Dr. Abdul Muin Sibuea, M.Pd.

NIP. 130936473

Pihak Pertama :
Pejabat Pembuat Komitmen /
Kuasa Penanggungjawab Kegiatan 5584

Drs. Evendi Ritonga, M.Pd

NIP. 131272205