Atomic Absorbtion spectrofotometry

Ramadhan triyandi

Pendahuluan

Spektroskopi : adalah ilmu yang mempelajari materi dan atributnya berdasarkan cahaya, suara atau partikel yang dipancarkan, diserap atau dipantulkan oleh materi tersebut

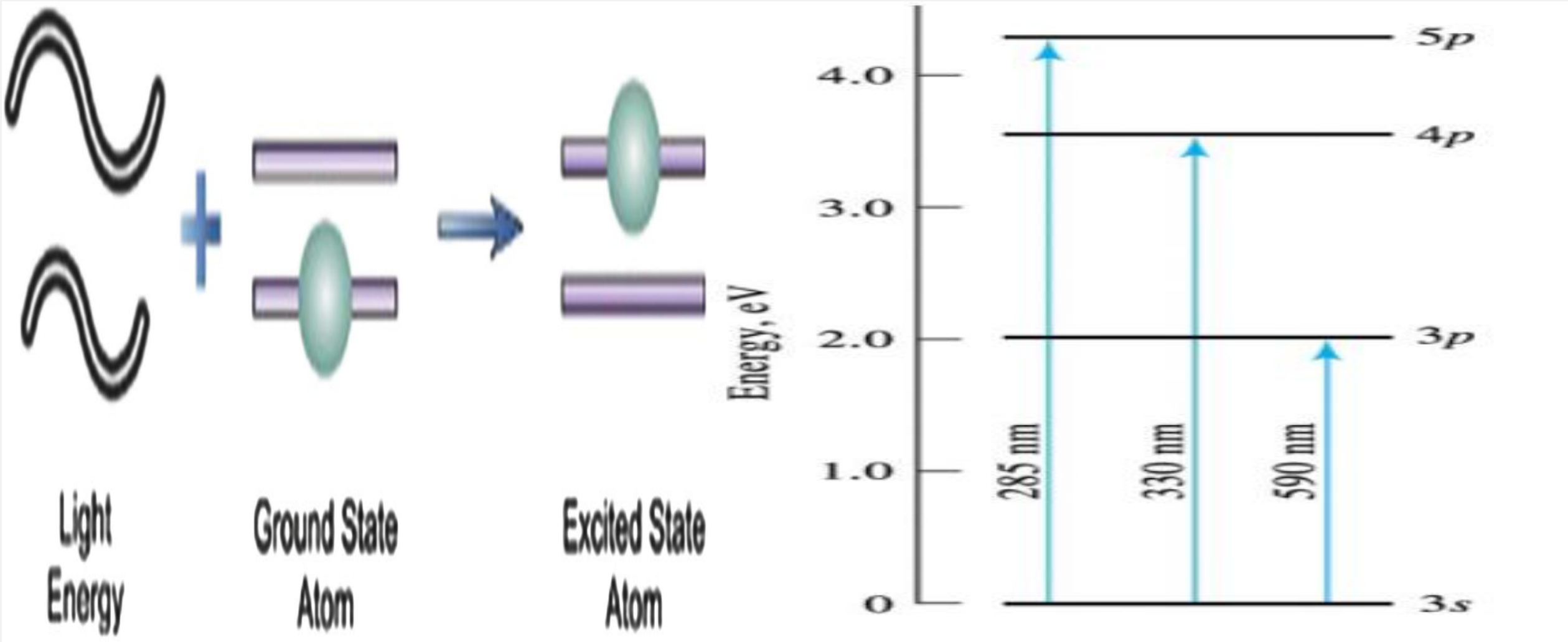
Spektrometri Serapan Atom (SSA), metode analisis kuantitatif unsur logam dalam jumlah sedikit dan sangat sedikit sekali memberikan kadar total unsur logam dalam suatu sampel dan tidak tergantung dalam bentuk molekul dari logam dalam sempel.

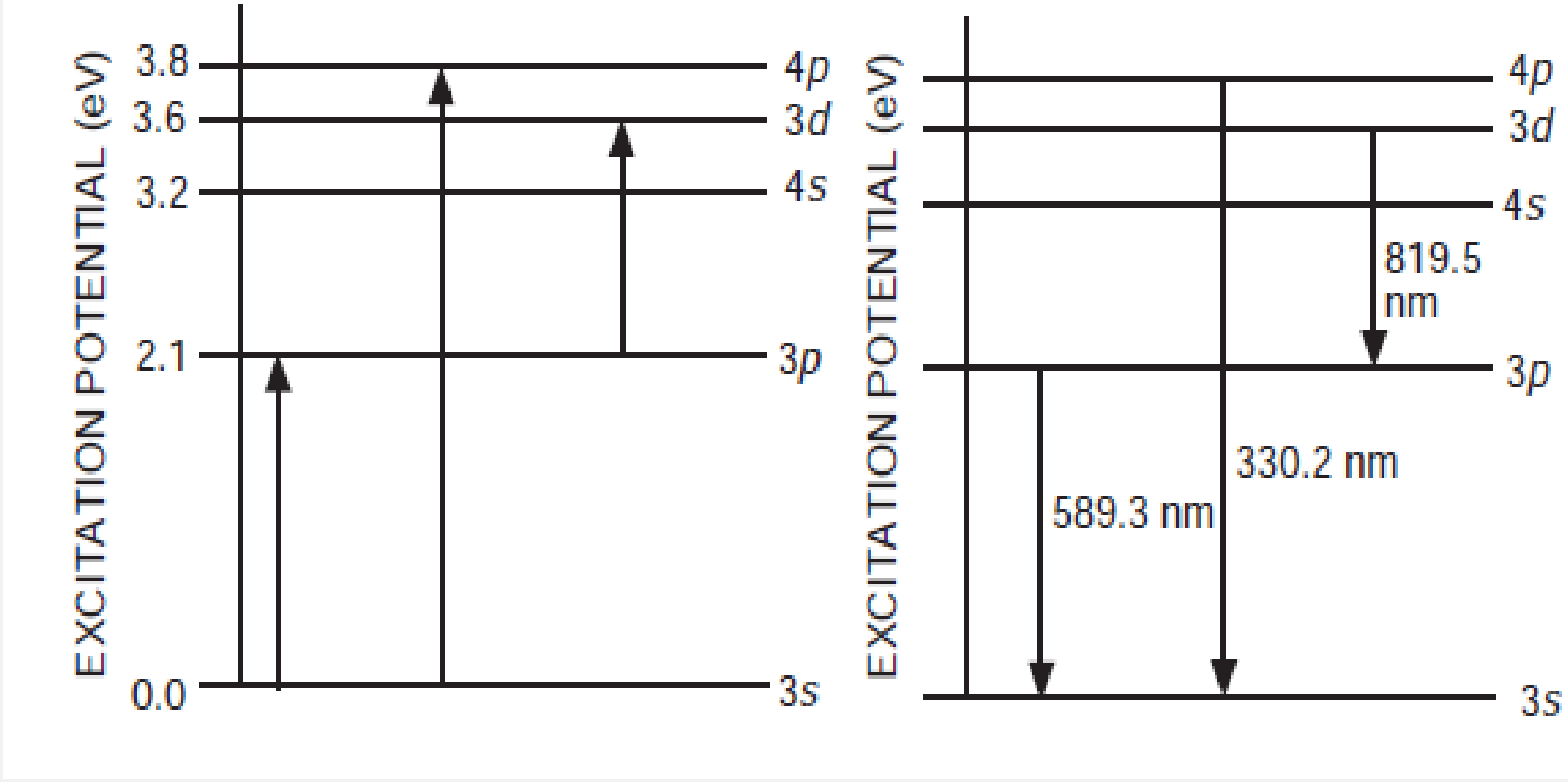
SSA : Pengukurannya berdasarkan Penyerapan energi sinar oleh atom atom / logam netral dalam keadaan bebas, dan sinar yag diserap biasanyan sinar tampak / UV dengan panjang gelomba tertentu oleh atom.

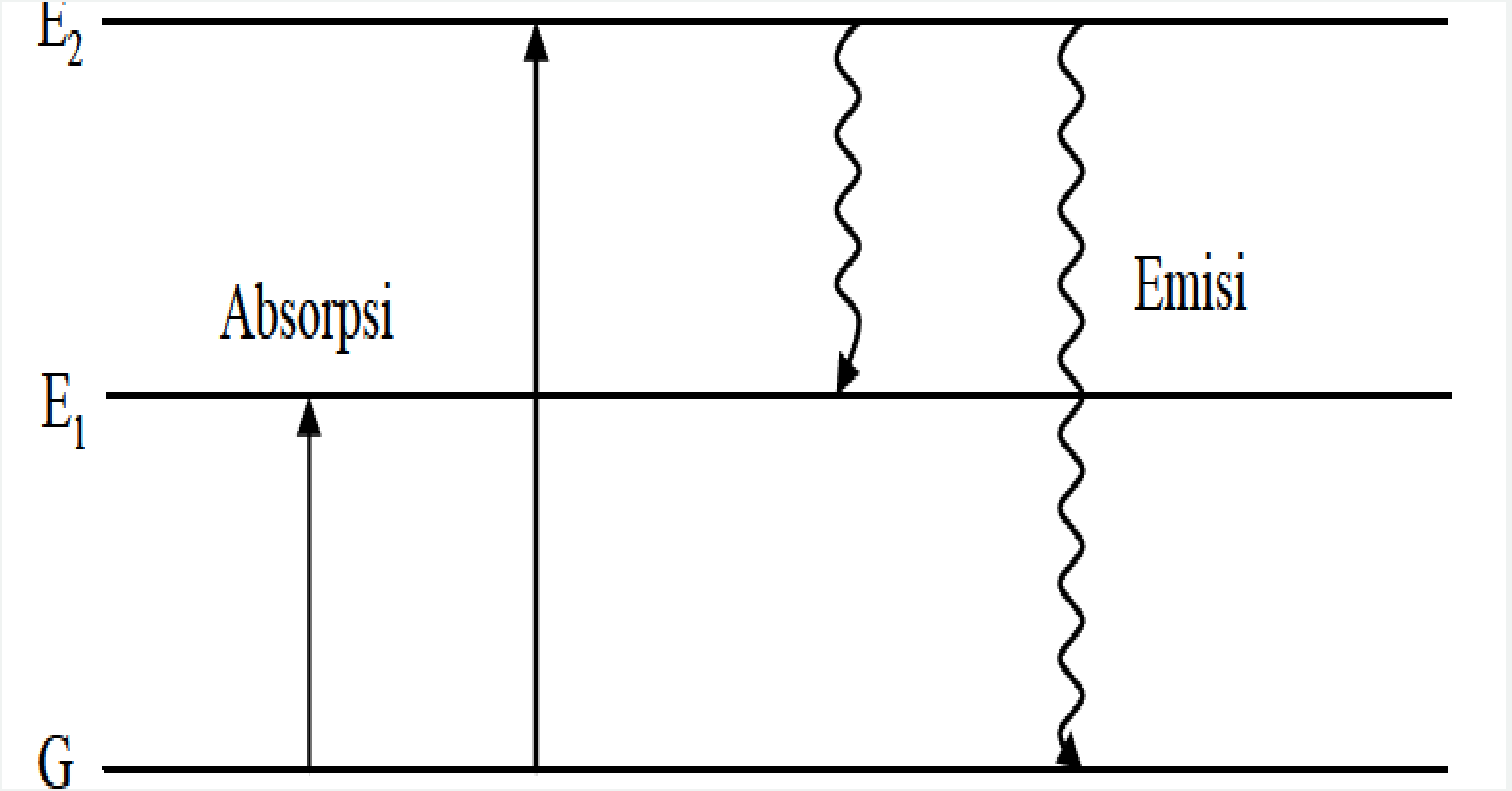
- Fraunhofer : mengamati garis garis hitam pada spektrum matahri.
- Allan Walsh, in 1955*, was the pioneer for the introduction of **atomic absorption spectroscopy** (AAS).
- which eventually proved to be one of the best – known – instrumental - techniques in the analytic alarm a mentarium, that has since been exploited both intensively and extensively in carrying out the quantitative determination of trace metals in liquids of completely diversified nature, for instance : blood serum-for Ca^{2+},Mg^{2+}, Na^{+} and K^{+} ; edible oils-Ni^{2+} ; beer samples-Cu^{+} ; gasoline (petrol)-Pb^{2+} ; urine-Se^{4+} ; tap-water- Mg^{2+} ; Ca^{2+} ; lubricating oil-Vanadium (V).

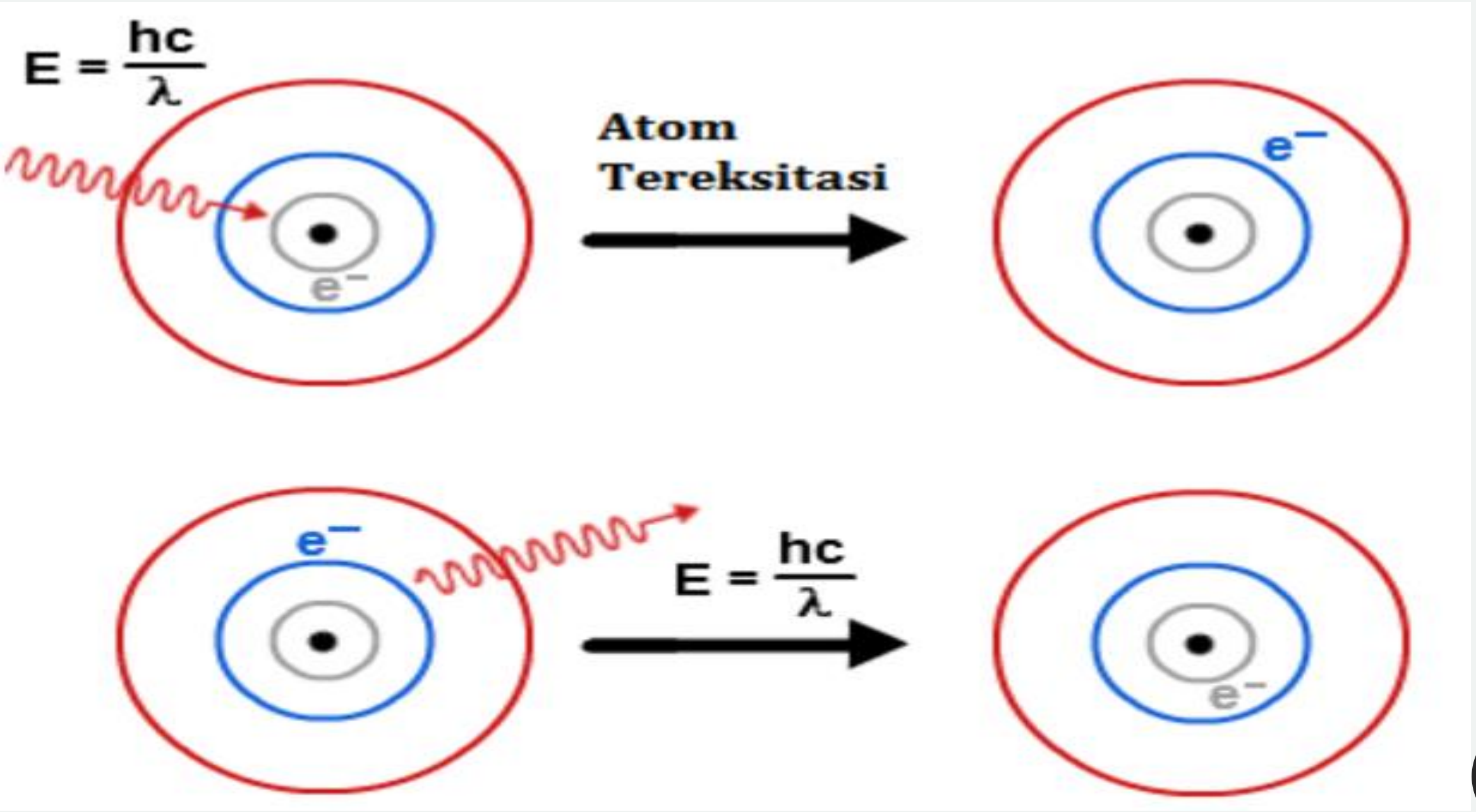
- Spektroskopi serapan atom (SSA) dapat dilakukan dengan menggunakan nyala api larutan sampel disedot langsung ke dalam nyala api atau dengan menggunakan alat electrothermal-dimana larutan sampel pertama kali diuapkan dan kemudian dinyalakan pada permukaan yang panas.
- Telah diketahui bahwa logam berbentuk gas atom dalam bentuk yang tidak dieksekusi yaitu, atom keadaan dasar, akan menyerap energi radiasi yang terkait dengan spesifiknya masing-masing panjang gelombang resonansi.
- cahaya dengan panjang gelombang resonansi yang sama dilewatkan melalui api terdiri dari atom-atom seperti itu, bagian dari cahaya akan diserap sesuai.
- tingkat penyerapannya akan berbanding lurus dengan jumlah total atom Ground State yang ada dalam nyala api, yang pada akhirnya membentuk dasar Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

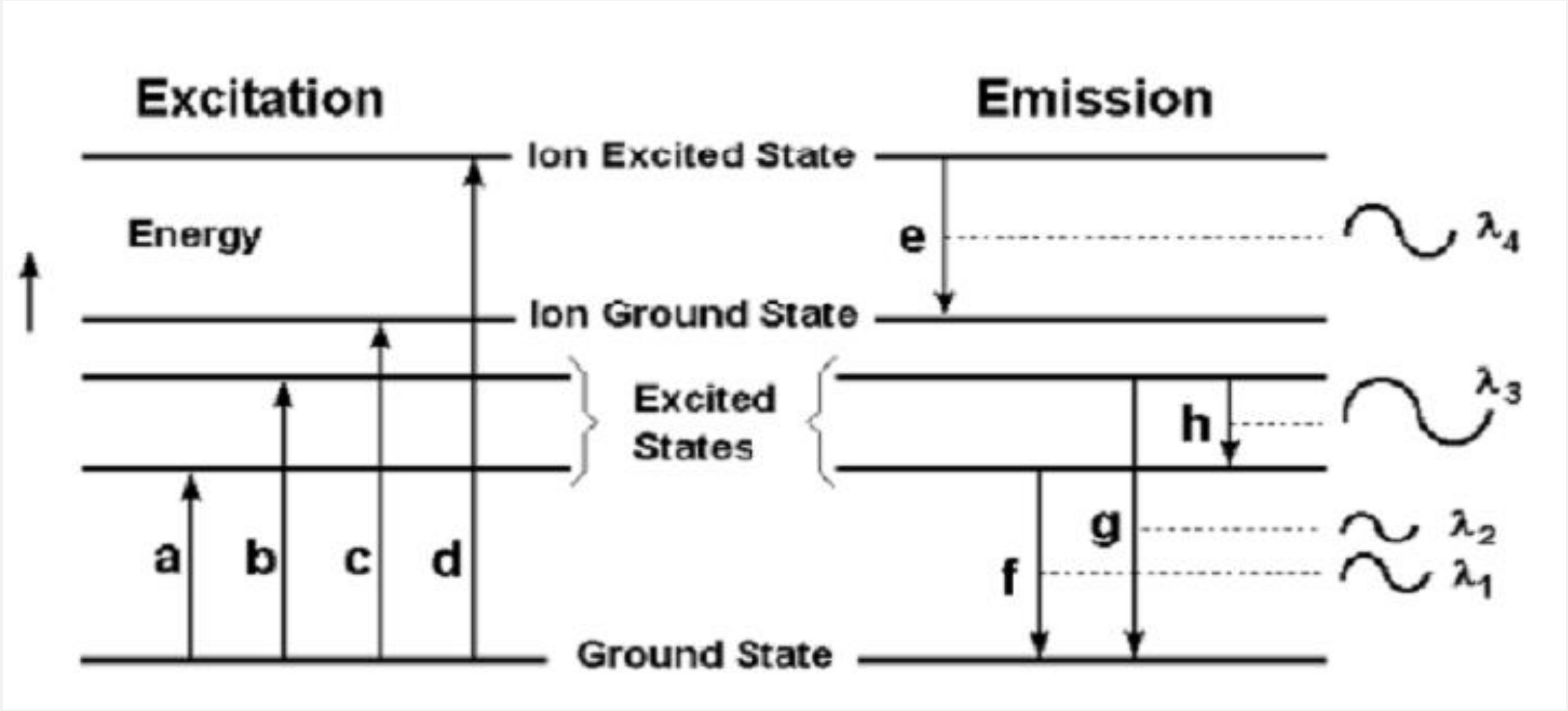
Eksitasi Atom



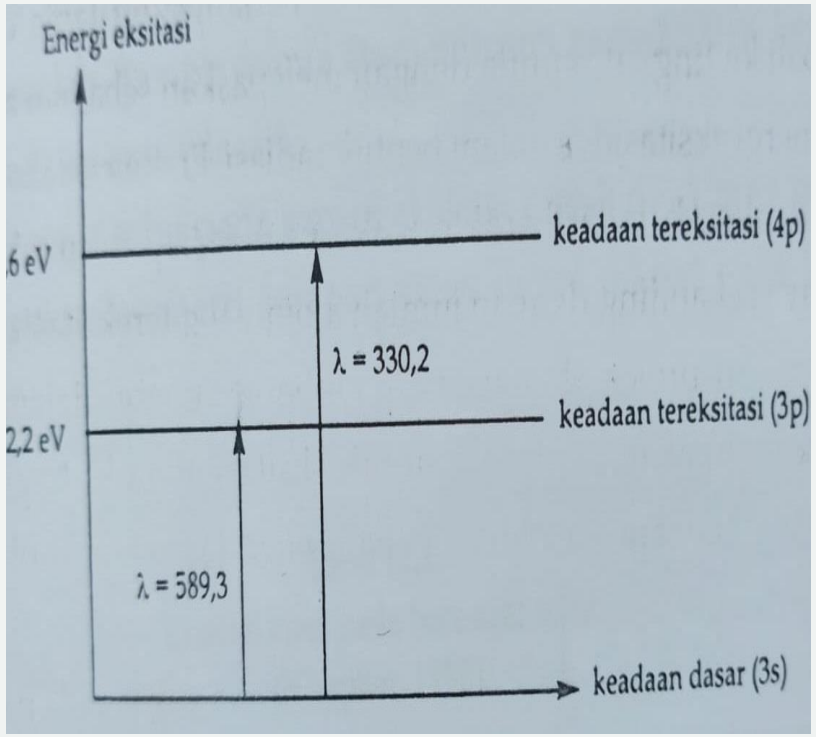

EXCITATION POTENTIAL (eV)
3.8
3.6
3.2
2.1
0.0
4p
3d
4s
3p
3s
EXCITATION POTENTIAL (eV)
4p
3d
4s
819.5 nm
3p
330.2 nm
589.3 nm
3s


E2
Absorpsi
E1
Emisi
G


E = hc/λ
e⁻
Atom
Tereksitasi
e⁻
e⁻
E = hc/λ
e⁻


Excitation
Emission
Ion Excited State
Energy
e
λ4
Ion Ground State
Excited
States
h
λ3
g
λ2
f
λ1
a
b
c
d
Ground State

Contoh Logam NA



Suhu 2500^0 K

- Keberhasilan SSA

1. Proses Eksitasi
2. memperoleh garis Resonansi
3. Temperatur Nyala harus tinggi

Persamaan Boltzzman

$$\frac{N_j}{N_0} = \frac{P_j}{P_0} \exp(-\frac{E_j}{K.T})$$

K : Tetapan Boltzman (1,38 x 10^{-16}) Energi / Derajad kelvin)

T : Suhu Dalam Derajad Kelvin

EJ : Selisih Energi (dalam Erg) antara keadaan tereksitasi dengan keadaan azas

NJ : Jumlah Atom dalam Keadaan tereksitasi

No : Jumlah atom dalam keadaan azas

Pj : Kumlah keadaan kuantum dengan energi yang sama pada keadaan tereksitasi

Po : Jumlah Keadaan kuantum dengan energi yang sama dalam keadaan azas

Contoh perhitungan 12.1.

Hitunglah perbandingan jumlah atom natrium dalam keadaan tereksitasi 3p dan azas 3s jika suhu atomisasi mencapai 2500 °K.

Jawab:

Mula-mula dihitung Ej yaitu selisih energi antara 3p dan 3s. Jika kita lihat diagram energi parsial atom Na maka terdapat 2 panjang gelombang emisi dari 3p ke 3s yaitu 5890 dan 5895 A°. Untuk perhitungan dicari rata-ratanya yaitu 5892,5 °A.
Jadi panjang gelombang = 5892,5 °A.

$$\text{Bilangan gelombang} = \frac{1}{5892{,}5\,^{\circ}\text{A} \times 10^{-8}\ \text{cm}/^{\circ}\text{A}} = 1{,}698 \times 10^{4}/\text{cm}$$

Jadi $Ej = 1{,}698 \times 10^{4}/\text{cm} \times 1{,}986 \times 10^{-16}\ \text{erg cm}^{-1} = 3{,}372 \times 10^{-12}\ \text{erg}$

Untuk perhitungan $\frac{Pj}{Po}$; dalam keadaan azas 3s, ada dua tingkat energi dengan energi yang sama (jadi Po =2) atau pada orbital 3s maksimum terisi 2 elektron, sedangkan dalam keadaan tereksitasi 3p ada 6 tingkat atau terisi maksimum dengan 6 elektron (jadi Pj =

6) maka: $\frac{Pj}{Po} = 6/2 = 3$

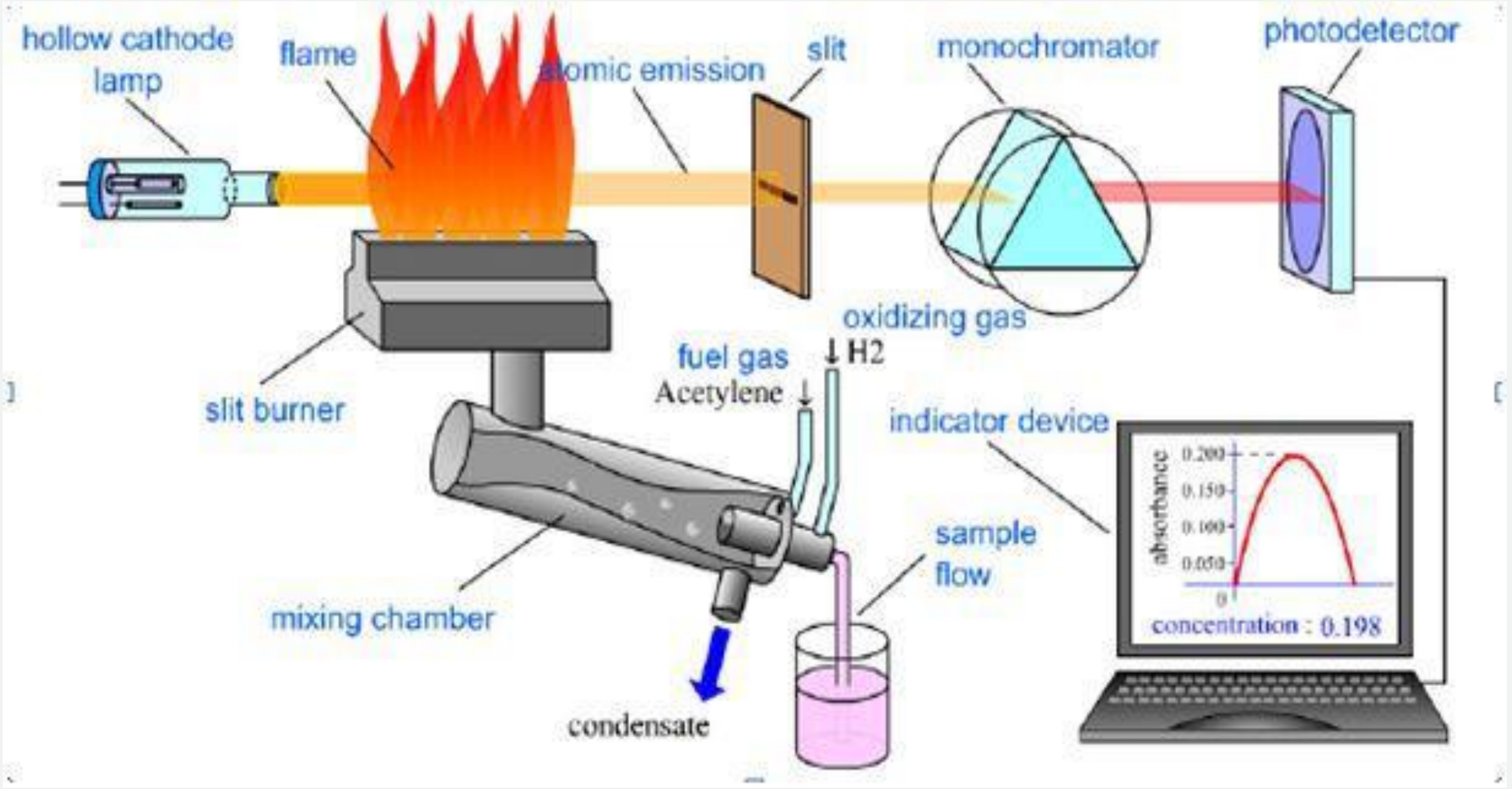
Jadi perbandingan jumlah atom-atom natrium dalam keadaan tereksitasi dan dalam keadaan azas:

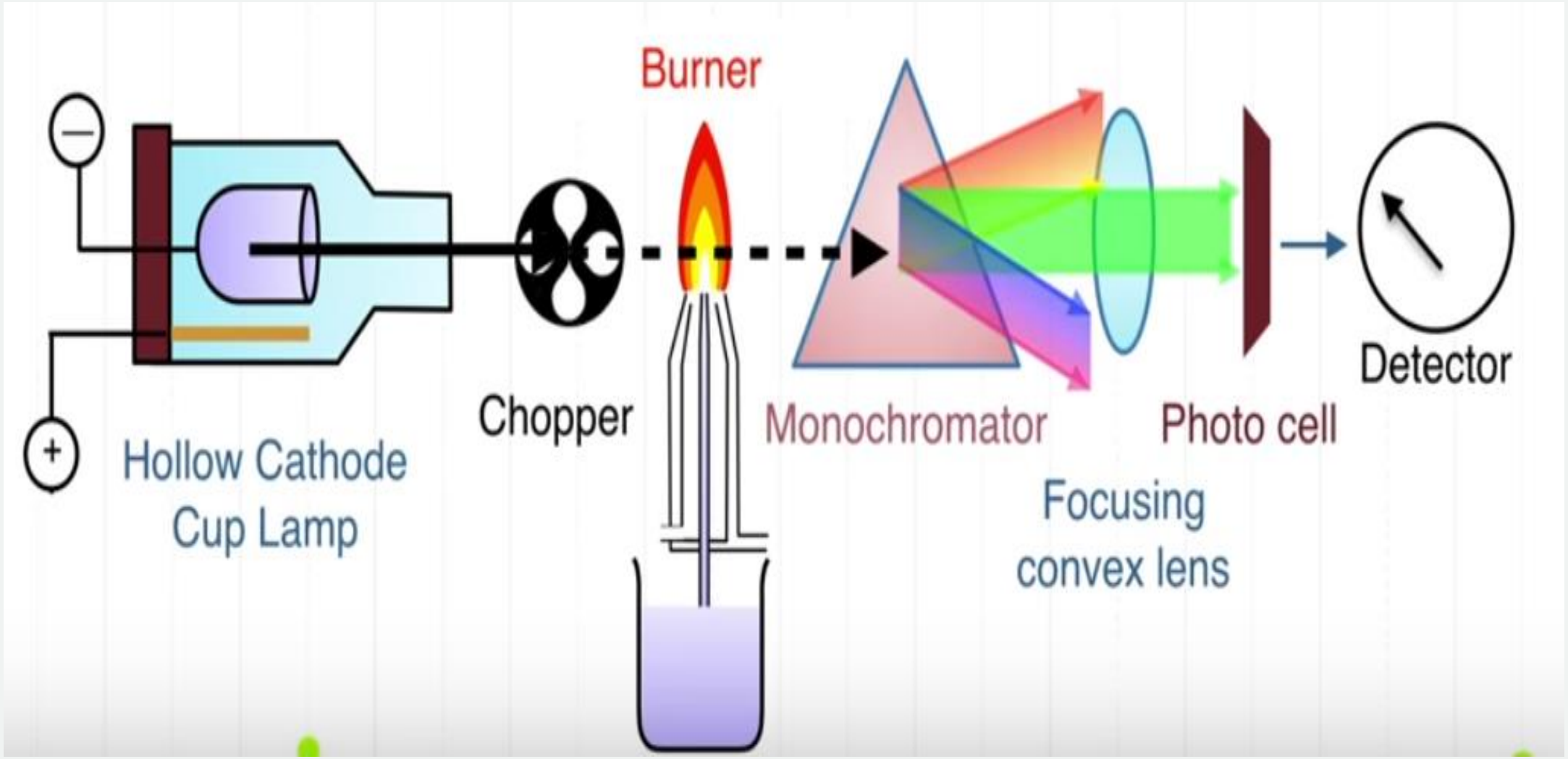
$$\frac{N_j}{N_o} = \frac{P_j}{P_0} \exp\left(-\frac{E_j}{KT}\right)$$

$$\frac{N_j}{N_0} = 3 \exp\left(-\frac{3{,}372 \times 10^{-12}}{1{,}380 \times 10^{-16} \times 2500}\right)$$

$$\log \frac{N_j}{3N_0} = \left(-\frac{3{,}372 \times 10^{-12}}{1{,}380 \times 10^{-16} \times 2500}\right)$$

$$\frac{N_j}{N_0} = 1{,}7 \times 10^{-4}$$


hollow cathode lamp
flame
atomic emission
slit
monochromator
photodetector
oxidizing gas
H2
fuel gas
Acetylene
slit burner
indicator device
sample flow
mixing chamber
condensate
absorbance
0.200
0.150
0.100
0.050
0
concentration : 0.198


Burner
Hollow Cathode
Cup Lamp
Chopper
Monochromator
Focusing
convex lens
Photo cell
Detector

Komponen Instrumen AAS

1. Sumber sinar atau sistem, dari lampu katode untuk menghasilkan sinar dengan energi tertentu dan sesuai dengan atom penyerap. Sumber radiasi harus dapat mengisikan radiasi dengan energi yang sama dengan absorsi atom sampel.

lampu katoda berongga *(Hollow Cathode Lamp, HCL).* Katoda pada HCL terbuat dari logam yang jenisnya sesuai dengan logam yang akan dianalisis. Anoda terbuat dari logam wólfram, nikel atau zirkonium. Katoda diisolasi dari anoda dengan pelindung terbuat dari kaca. HCL ini diisi dengan gas neon atau argón dengan tekanan sangat rendah dan pada ujung lampu terdapat jendela Pirex tempat keluarnya sinar radiasi menuju ruang atomisasi.

HOLLOW CATHODE LAMP

Merits

- The spectral line produced by the hollow cathode lamp are so narrow that they completely absorbed by atoms. By this method, one can easily detect and measure the atomic absorbtion.

Demerits

- Each HCL emits the spectrum of that metal which is used in the cathode.
- Eg., copper cathode emits the copper spectrum, zinc cathode emits the zinc spectrum.

2. Sistem pengatoman atom-atom bebas sebagai media absorsi atau sel serapan. Sistem pengatoman (atomizer) ada dua tipe pengatoman yaitu flame dan flameless.

a. Proses flame atomizer ada 2 metode yaitu :

1)Pembakaran gas aliran turbulen.

2)Pembakaran gas aliran laminar.

b.Proses flameless atomizer ada 3 metode yaitu:

1)Grafik funance atau elektro thermal atomizer (ETA).

2)Pembentukan senyawa hidrida.

3)Pembentukan uap dingin (cold vapor generation)

Flame / Pembakaran

Flames Used in Atomic Spectroscopy

Fuel and Oxidant	Temperature, °C
*Gas/Air	1700–1900
*Gas/O_2	2700–2800
H_2/air	2000–2100
H_2/O_2	2500–2700
†C_2H_2/air	2100–2400
†C_2H_2/O_2	3050–3150
†C_2H_2/N_2O	2600–2800

*Propane or natural gas
†Acetylene

C. .Proses pengatoman dalam nyala :

1)Larutan sampel di bawah oleh gas oksidan dan akan membentuk kabut.

2)Kabut larutan akan terbakar dalam nyala dan terjadi penguapan pelarut sehingga analit tertinggal sebagai kabut padatan.

3)Kabutan padatan akan terbentuk gas dan selanjutnya akan menjadi atom bebas.

4)Atom-atom bebas akan menyerap energi radiasi dari HCL (Hallow Cathode Lamp) dan mengalami eksitasi yang kemudian akan kembali dalam keadaan dasar sambil mengisikan energi. Dalam proses ini ada proses lain yang juga dapat terjadi kondensasi larutan kabut, eksitasi atom-atom gas, ionisasi atom-atom bebas dan reaksi antara atom analit dengan air.

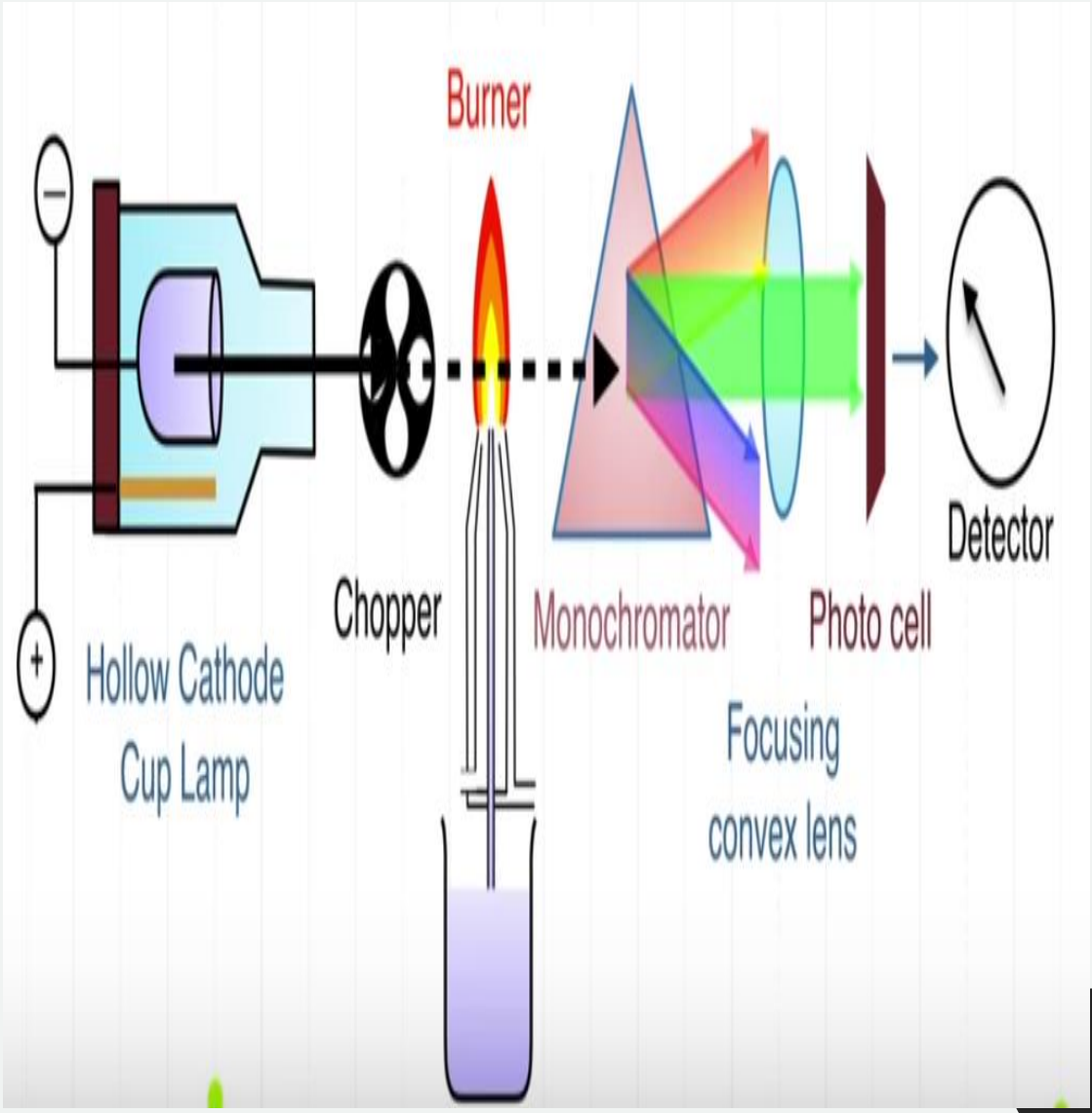
3.Monokromator : untuk memisahkan dan memilih Panjang gelombang yang digunakan dalam analisis, chopper : untuk memisahkan radiasi resonansi dan kontinyu

4.Detector atau system fotometri untuk mengukur intensitas sinar sebelum dan sesudah melewati medium serapan (medium serapan adalah atom bebas).

5.Sistem pembacaan, merupakan bagian yang menampilkan suatu angka atau gambar yang dapat di baca.

Cara kerja AAS

pengukuran serapan atom di 'lampu-katoda berongga’, yang dasarnya terdiri dari anoda Tungsten (A) dan katoda silinder (HCL) yang disegel dalam tabung kaca (B) yang diisi dengan neon atau Argon (C) dengan tekanan 1 hingga 5 torr. Merupakan praktik untuk membuat katoda dari logam yang spektrumnya diinginkan atau berfungsi untuk mendukung lapisan logam tertentu. diselingi antara hollow-cathode-lamp (HCL) dan nyala (J). sampel cair (G) disedot oleh alat penyemprot ke dalam nyala api (J). Tepat sebelum masuk ke api, solusi sampel pertama kali didapat tersebar menjadi kabut tetesan yang sangat kecil yang menguap dalam nyala api untuk menghasilkan garam kering, dan selanjutnya uap garam. Pada tahap khusus ini sebagian uap ini akan dipisahkan menjadi atom unsur yang harus diukur. Dengan cara ini, nyala memiliki kondisi tanah bebas (mis., atom yang layak diserap radiasi, dari sumber eksternal ketika radiasi akhirnya cocok persis dengan energi yang dibutuhkan untuk elemen transisi dari tingkat dasar-tanah ke tingkat tingkat kegembiraan atas. Radiasi yang dihasilkan tidak terserap dari nyala api (J), pertama melewati celah (K1) dan kemudian melalui monokromator yaitu, prisma atau kisi (L) yang secara eksklusif mengisolasi garis spektral yang menarik dari sumber cahaya; kedua, melalui celah (K2) ke dalam fotosel (PC), ketiga, ke sebuah photodetector (Q) dan keempat, outputnya cukup diperkuat dan terdaftar pada perekam (R). ini layak untuk disebutkan di sini bahwa penyerapan akhir diukur oleh perbedaan dalam sinyal yang ditransmisikan baik dalam ketiadaan dan keberadaan elemen yang diselidiki.



- Jenis logam tertentu ketika disedot ke dalam nyala api, itu akan memunculkan uap yang sesuai dari spesies logam.
- Seperti yang telah dibahas di bawah spektroskopi emisi nyala (FES) : Beberapa atom logam akan dinaikkan secara langsung ke tingkat energi sedemikian rupa hingga memancarkanradiasi logam tertentu. Pada titik kritis ini, kuantum logam cukup besar atom-atom dari unsur tertentumasih akan tetap berada di kondisi dasar yang tidak memancarkan, yang pada gilirannya akan terjadi menerima radiasi cahaya yang memiliki panjang gelombang spesifiknya sendiri.
- Konsekuensinya, ketika cahaya dari Panjang gelombang ini dilewatkan melalui nyala api; sepanjang atom dari spesies logam, sebagian yang sama akandiserap; dan penyerapan yang dihasilkan telah ditemukan berbanding lurus dengan densitas atom yang ada di nyala pada waktu material itu.
- Dalam AAS, seseorang secara logis menentukan jumlah cahaya yang diserap. Di lain kata-kata, konsentrasi unsur logam dapat ditentukan langsung dari nilai penyerapan.

The atomic absorption spectrophoto meters are essentially of two types, namely :

- (*a*) Single-beam Atomic Absorption Spectrophotometer, and
- (*b*) Double-beam Atomic Absorption Spectrophotometer.

Single Beam

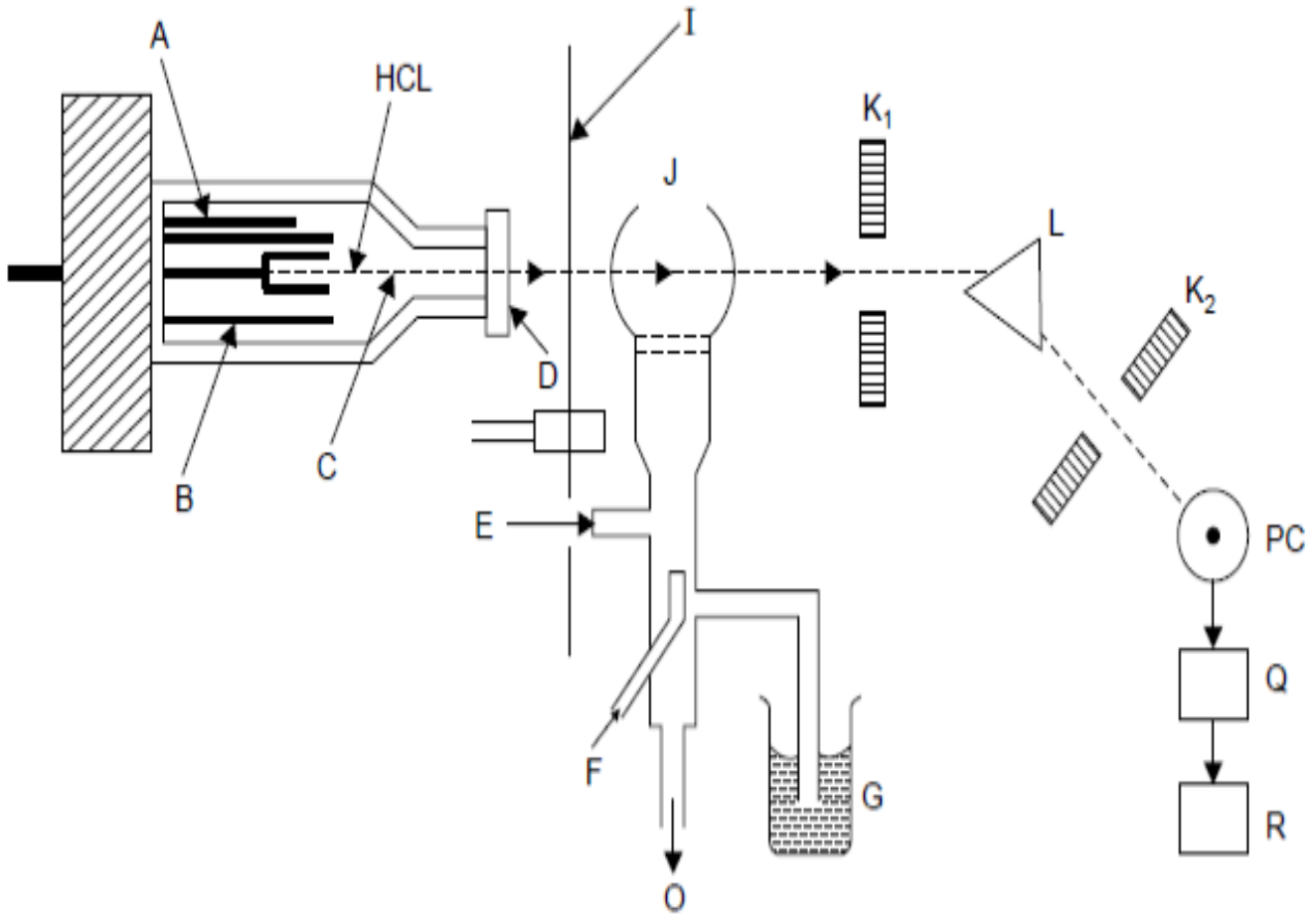


Figure 26.1 : Schematic Diagram of a Single-Beam Atomic Absorption Spectrophotometer.

A = Anode (Tungsten),
B = Glass-shield,
C = Neon or Argon at 1-5 torr,
D = Quartz or Pyrex Window,
E = Inlet for Acetylene,
F = Inlet for air,
G = Liquid sample sucked in by an atomizer,
HCL = Hollow cathode Lamp, = Chopper (a rotating shutter),
J = Flame,
K1 and K2 = Slits,
L = Prism or Grating,
M = Photocell,
O = Drain outlet to maintain a constant pressure head in the mixing chamber,
PC = Photocell,
Q = Photodetector, and
R = Amplifier and Recorder.

Double Beam

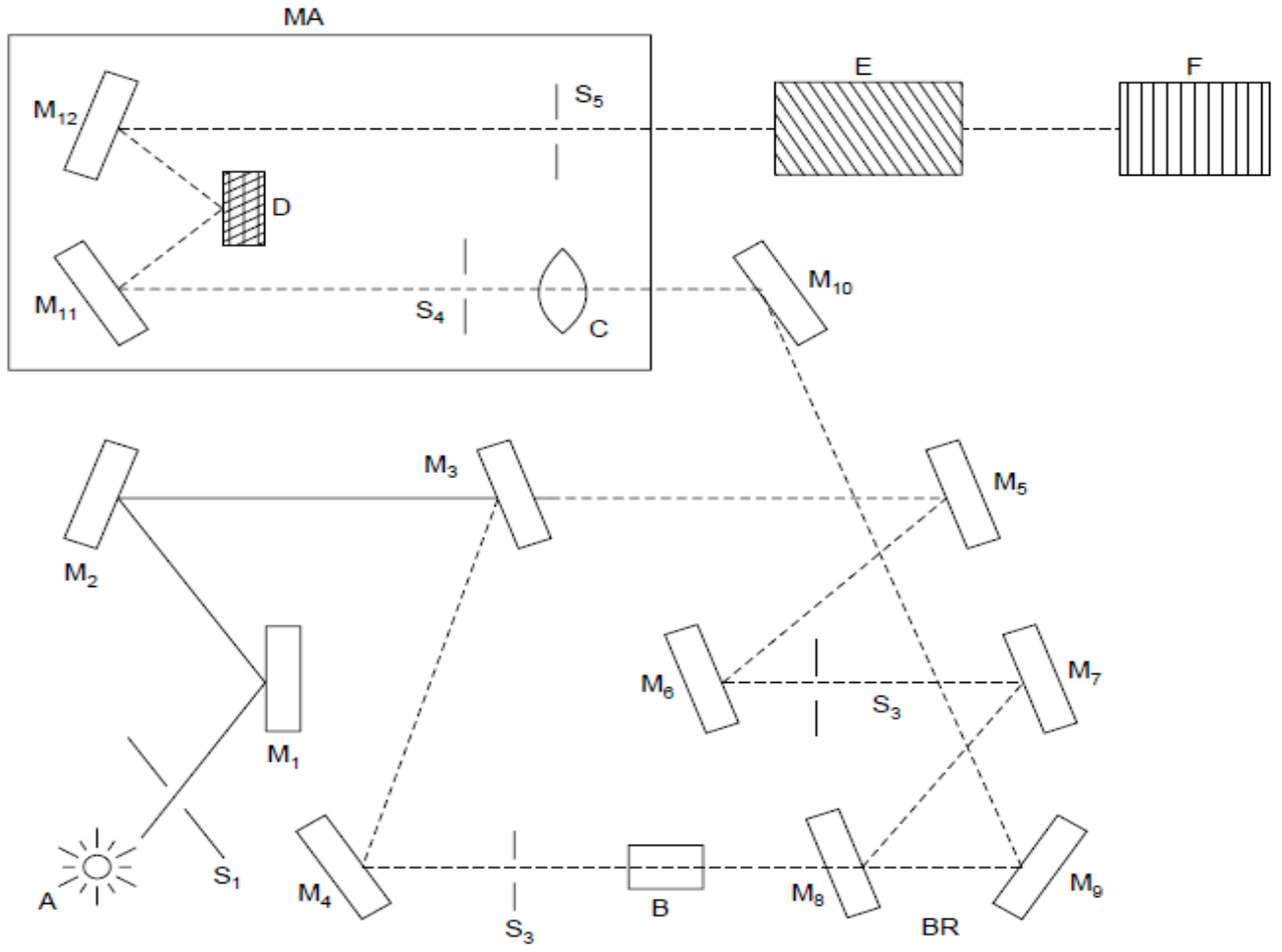


Figure 26.2 : Optical path of a Double-beam Atomic Absorption Spectrophotometer.

A= Source of light (Hollow-Cathode-Lamp),
B = Flame,
C = Field lens,
D = Grating,
E = Detector,
F = Read-out device
BR = Beam recombination zone,
MA = Monochromator assembly,
S1 to S4 = Slits,
S5 = Exit slit, and
M1 to M12 = Mirrors

Hukum Dasar Spektrofotometri Serapan Atom

- Hukum Lambert-Beer menyatakan bahwa besarnya serapan (A) proporsional dengan besarnya konsentrasi (c) dari zat uji. Secara matematis Hukum Lambert-Beer dinyatakan dengan persamaan
- **A = εbc**
- Dimana:
- ε = epsilon atau Absorptivitas Molar (M-1cm-1)
- b = lebar celah (cm)
- c = konsentrasi (M)

Metode preparasi sampel

- Dry ashing
- Wet digestion

Destruksi Basah

- Destruksi basah dengan asam pengoksidasi adalah prosedur preparasi sampel yang paling umum. Banyak metode persiapan sampel yang saat ini digunakan sebenarnya berkembang selama abad ke-19.
- Destruksi basah adalah perombakan (destruksi) sampel (bahan organik), pembubaran (dari anorganik bahan), penghancuran, pencernaan, pengabuan, mineralisasi, pencernaan asam, pengabuan basah dan pencernaan asam oksidatif menjadi sederhana bentuk kimia dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator.
- Pencernaan ini dihasilkan dengan mensuplai energi, seperti panas; dengan menggunakan reagen kimia, seperti asam; atau dengan kombinasi kedua metode tersebut.

- Pemilihan pelarut : jennies sampel, sensitivitas, ukuran sampel
- Pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, dan asam klorida.
- Menggunakan HNO_3 dan H_2SO_4, dekstruksi basah menggunakan HNO_3, H_2SO_4dan $HClO_4$, serta dekstruksi basah menggunakan HNO_3, H_2SO_4 dan H_2O_2
- Semua pelarut tersebut dapat digunakan baik tunggal maupun campuran.
- destruksi basah (dekomposisi total dan serangan kuat) beberapa kombinasi asam pengoksidasi (HNO_3, konsentrasi panas $HClO_4$, konsentrasi panas H_2SO_4) dan asam non-oksidasi (HCl, HF, H_3PO_4, H_2SO_4 encer, encer $HClO_4$) dan hidrogen peroksida.
- digesti basah memiliki keuntungan karena efektif pada anorganik dan bahan organik. menghancurkan atau menghilangkan matriks sampel, sehingga membantu mengurangi atau menghilangkan beberapa jenis gangguan, kecepatannya.
- Kekuranga dibatasi oleh suhu pencernaan maksimum yang rendah, yang tidak dapat melebihi titik didih tunggal atau campuran

Preparasi Sampel

- Sampel dapat berupa padat, cair dan gas.
- Agar dapat dianalisis dengan AAS, sampel harus berupa larutan jernih dan homogen boleh berupa larutan berwarna
- Sampel berupa oli, darah, serum, dll harus diencerkan dengan pelarut tertentu atau diabukan kemudian dilarutkan.
- Volume minimal sampel 0.5 mL
- Bebas dari matriks pengganggu

Cara Melarutkan Sampel

- Langsung dilarutkan dengan pelarut yang sesuai
- Sampel dilarutkan dalam suasana asam
- Sampel dilarutkan dalam suatu basa / dilebur dahulu dengan basa kemudian hasil leburan dilarutkan dalam pelarut yang sesuai

- Larutan dengan pelarut organik dapat dianalisis secara langsung jika viskositasnya tidak jauh berbeda dengan viskositas air.
- Pelarut tidak mengganggu nyala api, contoh CCl4 dapat memadamkan api udara-asetilen, penggunaan metilisobutil keton dan campuran hidrokarbon dapat meningkatkan pembentukan atom-atom gas pada keadaan GS sehingga dapat meningkatkan sensitifitas sampai 3x lipat daripada menggunakan pelarut air.
- Penggunaan pelarut kloroform dapat menimbulkan ledakan pada nyala sehingga harus dihindarkan penginjeksian secara langsung.
- Sisa-sisa asam pendestruksian juga harus diencerkan karena jika kosentarsi asam terlalu tinggi dapat menyebabkan korosi pada sistem pembakaran.

Compound	Formula	Molecular weight	Concentration		Density (kg l^{-1})	Boiling point (°C)	Comments
			w/w (%)	Molarity			
Nitric acid	HNO_3	63.01	68	16	1.42	122	68% HNO_3, azeotrope
Hydrochloric acid	HCl	36.46	36	12	1.19	110	20.4% HCl, azeotrope
Hydrofluoric acid	HF	20.01	48	29	1.16	112	38.3% HF, azeotrope
Perchloric acid	$HClO_4$	100.46	70	12	1.67	203	72.4% $HClO_4$, azeotrope
Sulfuric acid	H_2SO_4	98.08	98	18	1.84	338	98.3% H_2SO_4
Phosphoric acid	H_3PO_4	98.00	85	15	1.71	213	Decomposes to HPO_3
Hydrogen peroxide	H_2O_2	34.01	30	10	1.12	106	

The majority of wet digestion methods (total decomposition and strong attack) involve the use of some combination of oxidizing acids (HNO_3, hot conc. $HClO_4$, hot conc. H_2SO_4) and non-oxidizing acids (HCl, HF, H_3PO_4, dilute H_2SO_4, dilute $HClO_4$) and hydrogen peroxide. All of these acids are corrosive in nature, especially when hot and concentrated, and should be handled with caution to avert injury and accidents. Concentrated acids with the requisite high degree of purity are available commercially, but they can be purified further by subboiling distillation [42]. Detailed discussion of the properties and applications of these reagents may be found elsewhere [20, 22-25].

Wet digestion has the advantage of being effective on both inorganic and organic materials. It often destroys or removes the sample matrix, thus helping to reduce or eliminate some types of interference. The physical properties of the common mineral acids used in sample preparation are summarized in Table 1.

a) Asam sulfat pekat sering ditambahkan ke sampel untuk mempercepat oksidasi. Asam sulfat pekat adalah zat pengoksidasi yang kuat. Meski demikian waktu yang dibutuhkan untuk menghancurkannya masih cukup lama.

b) Campuran asam sulfat pekat dengan kalium sulfat pekat dapat digunakan untuk mempercepat penguraian sampel. Kalium sulfat pekat akan menaikkan titik didih asam sulfat pekat sehingga dapat meningkatkan suhu destruktif sehingga proses destruksi lebih cepat.

c) Campuran asam sulfat pekat dan asam nitrat pekat banyak digunakan untuk mempercepat proses destruktif. Kedua asam ini adalah pengoksidasi yang kuat. Dengan penambahan oksidator ini akan menurunkan suhu penghancuran sampel yaitu pada suhu 3500C, sehingga komponen yang dapat menguap atau terurai pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam abu yang berarti penentuan kadar abu lebih baik.

d) Asam perklorat pekat dapat digunakan untuk bahan yang sulit teroksidasi, karena perklorat pekat merupakan pengoksidasi yang sangat kuat. Kekurangan dari perklorat pekat adalah sifatnya yang mudah meledak sehingga cukup berbahaya, dalam penggunaannya harus sangat hati-hati.

e) Aqua regia adalah campuran asam klorida pekat dan asam nitrat pekat dengan perbandingan volume 3: 1 mampu melarutkan logam mulia seperti emas dan platina yang tidak larut dalam HCl pekat dan HNO3pekat. Reaksi yang terjadi jika 3 volume HCl pekat dicampur dengan 1 volume HNO3 pekat:

3 HCl (aq) + HNO3 (aq) Cl2 (g) + NOCl (g) + 2H2O (l)Gas klorin (Cl2) dan gas nitrosil klorida (NOCl) inilah yang mengubah logam menjadi senyawa logam klorida dan kemudian diubah menjadi kompleks anion stabil yang selanjutnya bereaksi dengan Clen–.

• Prosedur campuran asam bisa dibagi menjadi empat jenis

1. Dekomposisi total, biasanya dengan hidrofluorik asam dan asam mineral lainnya.

2. Perendaman kuat, untuk analisa rutin tapi keluar residu mineral tertentu, terutama silikat. Dilakukan dengan berbagai campuran asam sulfat, nitrat, dan perklorat.

3. perendaman sedang, menggunakan campuran asam yang lebih lemah.

4. Pencernaan sebagian (pencucian asam)

- Sebanyak 1 gram sampel sayuran dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL

•Ditambahkan larutan aqua regia atau campuran HNO3pekat : HCl pekat (1:3) sebanyak 3 mL.

•Dipanaskan di atas hotplate selama kurang lebih 30 menit sampai tidak terbentuk gas.

•Setelah semua sampel terdestruksi dan terbentuk larutan kemudian disaring dan disimpan di dalam botol sampel.

•Diperoleh larutan sampel hasil destruksi basah siap dianalisis.

•Dry Ashing

•Destruksi kering merupakan perombakan organic logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam muffle furnace dan memerlukan suhu pemanasan tertentu.

•Pada umumnya dalam destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800oC, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis.

Dry Ashing

- Persiapan sampel padat melibatkan beberapa tahap: pengeringan, homogenisasi, dan/atau penggilingan, diikuti dengan mineralisasi dan dis solution dari subsample
- Sampel organik atau dari sifat campuran pada dua langkah berbeda : mineralisasi dan pembubaran.
- Sampel komposisi anorganik langsung dibubarkan
- Metode pengabuan Kering sangat sesuai untuk sampel yang memiliki kandungan bahan organik tinggi.

• langkah

1. Memastikan dekomposisi bahan organik dengan memanaskan sampel pada suhu yang relative suhu tinggi, dengan penyajian oksigen atmosfer sebagai agen oksidasi
2. Sampel sampel kering (umumnya 103–1051C) maasukan dalam bejana pengabuan silika vitreous, porselen, platinum) dan ditempatkan di tungku. Suhu kemudian dinaikkan secara progresif, untuk mencapai 4501C, dan kemudian dipertahankan selama beberapa jam
3. Pelarutan dari abu yang dihasilkan menggunakan asam yang sesuai atau campuran asam

Karakteristik Dry ashing

Keuntungan

1. Sampel banyak
2. Volume di hasilkan sedikit
3. Abu yang dihasilkan benar-benar bebas dari bahan organik
4. Sampel larutan (bening, tidak berwarna, dan tidak berbau)
5. Volume reagen dan penanganannya berkurang dibandingkan dengan metode destruksi basah
6. Keasaman larutan akhir dapat secara efisien dikendalikan: asam ditambahkan langsung ke abu dan hanya sebagian kecil yang disempurnakan

Kekurangan

1. Volatilisasi beberapa elemen.
2. Untuk beberapa jenis sampel, fenomena retensi dapat terjadi, yang juga mengakibatkan pemulihan yang tidak sempurna
3. Bahaya pencemaran oleh udara sekitar lebih besar dari pada prosedur pencernaan basah yang dilakukan dalam sistem tertutup

• Destruksi Kering

•Destruksi kering merupakan perombakan organic logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam muffle furnace dan memerlukan suhu pemanasan tertentu.

•Pada umumnya dalam destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800oC, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis.

• Contoh cara destruksi kering

•Ditimbang sampel sebanyak 1 gram tempatkan pada cawan porselin.

•Diuapkan dengan oven sampai temperatr 105 –110 oC selama 30menit.

•Diabukan didalam tanur selama 8 jam pada suhu 450 oC sampai sampel mengering.

•Sampel yang telah mejadi abu, kemudian ditambahkan HCl 10 M sebanyak 2 mL.

•Kemudian dipanaskan di atas hotplate sampai abu larut.

•Abu yang telah larut kemudian dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL kemudian diencerkan dengan larutan HNO30,1 M sampai tanda batas.

•Larutan siap dianalisis.

• Metode Penentuan Konsentrasi

•Metode Kurva Standar

Dilakukan dengan cara membandingkan absorbansi sampel terhadap kurva kalibrasi larutan standar (C vs Absorbansi)

• Metode ini dilakukan jika:

1.Konsentrasi sampel tidak terlalu kecil

2.Preparasi mudah dilakukan

3.Jumlah sampel banyak.

- Destructive Dry Destruction adalah pemodelan ulang organik dari logam dalam sampel menjadi logam anorganik dengan cara penyalaan sampel di dalam tungku tungku tungku dan membutuhkan suhu pemanasan tertentu. Umumnya pada destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800oC, namun suhu ini sangat bergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis.
- Untuk mengetahui temperatur penyalaan dengan sistem ini terlebih dahulu ditinjau jenis logam yang akan dianalisis. oksida logam yang terbentuk tidak stabil, maka perlakuan ini tidak memberikan hasil yang baik. Logam Fe, Cu, dan Zn oksida adalah Fe2O3, FeO, CuO, dan ZnO.
- Semua oksida logam ini cukup stabil pada suhu penyalaan yang digunakan. Oksida-oksida ini kemudian dilarutkan menjadi pelarut asam encer tunggal atau campuran, setelah itu dianalisis sesuai dengan metode yang digunakan.

• Metode Standar Adisi:

• metode dengan menambahkan larutan standar ke dalam larutan sampel.

•Metode ini perlu digunakan:

1.Jika konsentrasi sampel sangat rendah, jika menggunakan metode kurva standar mempunyai resiko ketelitian rendah.

2.Jika matrik dari sampel mempunyai gangguan yang besar terhadap analitnya.

3.Sampel jumlahnya sedikit

- Penggunaan meliputi sampel biologi dan klinik, forensic materials makanan dan minuman, air termasuk air buangan, tanah, tanaman, pupuk, besi, baja, logam campur, mineral, hasil hasil minyak bumi farmasi dan kosmetik

Applications of AAS in BP assays

- AAS is used in a number of limit tests for metallic impurities, e.g. magnesium and strontium in calcium acetate, palladium in carbenicillin sodium, and lead in bismuth subgallate. It is also used to assay metals in a number of other preparations: zinc in zinc insulin suspension and tetracosactrin zinc injection; copper and iron in ascorbic acid; zinc in acetylcysteine; lead in bismuthsubcarbonate; silver in cisplatinum; lead in oxyprenolol; aluminium in albumin solution; and calcium, magnesium, mercury and zinc in water used for diluting haemodialysis solutions.

Keuntungan

Keuntungan

• Selektiv

•Batas (limit) deteksi rendah (Sensitive)

•Dari satu larutan yang sama, beberapa unsur berlainan dapat diukur

•Pengukuran dapat langsung dilakukan terhadap larutan contoh (preparasi contoh sebelum pengukuran lebih sederhana, kecuali bila ada zat pengganggu)

•Dapat diaplikasikan kepada banyak jenis unsur dalam banyak jenis contoh.

•Batas kadar-kadar yang dapat ditentukan adalah amat luas (mg/L hingga persen).

DEMERITS OF AAS

I. It essentially requires a separate lamp for each element to be determined ; and this serious lacuna is usually overcome either by using a line-source with the introduction of flame or by using a continuous source with the introduction of a very high resolution monochromator,

II. AAS cannot be employed very effectively for such elements that produce their corresponding oxides when exposed in the flame, for example : Al, Mo, Si, Ti, W, V. Nevertheless, these estimations may be performed under suitably modified experimental parameters, and

III. When the solutions of metal salts are made in an aqueous medium the predominant anion present affects the resulting signal to a negotiable extent.

Name	Units[a]	Symbol
molarity	$\frac{\text{moles solute}}{\text{liters solution}}$	M
formality	$\frac{\text{number FWs solute}}{\text{liters solution}}$	F
normality	$\frac{\text{number EWs solute}}{\text{liters solution}}$	N
molality	$\frac{\text{moles solute}}{\text{kg solvent}}$	*m*
weight %	$\frac{\text{g solute}}{\text{100 g solution}}$	% w/w
volume %	$\frac{\text{mL solute}}{\text{100 mL solution}}$	% v/v
weight-to-volume %	$\frac{\text{g solute}}{\text{100 mL solution}}$	% w/v
parts per million	$\frac{\text{g solute}}{10^6\ \text{g solution}}$	ppm
parts per billion	$\frac{\text{g solute}}{10^9\ \text{g solution}}$	ppb

[a]FW = formula weight; EW = equivalent weight.

Perhitungan

- Menggunakan Kurva Baku
- Dengan Membuat Regresi Linier
- Y = A + BX
- FP = factor Pengenceran
- W = Berat Sampel
- Kadar = $\frac{Y\ x\ FP\ x\ Vol}{Berat\ Sampel}$

Contoh Bebrapa Logam

Zat	λ (nm)	Flame	Zat	λ (mm)	Flame
Ag	328.1	AA	Mn	279.5	AA
Al	309.3	NA	Mo	313.3	NA
As	193.7	AH	Na	589.0	AA
B	249.8	NA	Ni	232.0	AA
Ba	553.6	NA	Os	290.9	NA
Be	234.9	NA	Pb	217.0	AA
Bi	223.1	AA	Pd	244.8	AA
Ca	422.7	NA	Pt	265.9	AA
Cd	228.8	AA	Rb	780.0	AA
Co	240.7	AA	Rh	343.5	AA
Cr	357.9	AA	Ru	349.9	AA
Cs	852.1	AA	Sb	217.6	AA
Cu	324.7	AA	Sc	391.2	NA
Fe	248.3	AA	Se	196.0	AH
Ga	294.4	AA	Si	251.6	NA
Ge	265.2	NA	Sn	224.6	AH

Hg	253.7	AA	Sr	460.7	NA
In	303.9	AA	Te	214.3	AA
Ir	208.9	AA	Ti	364.3	NA
K	766.5	AA	V	318.5	NA
Li	670.8	AA	W	255.1	NA
Mg	285.2	AA	Zn	213.9	AA

Terima Kasih