

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN HASIL PENELITIAN

1. Judul Penelitian : Penentuan Fe, Mn dan Zn dalam Batuan Menggunakan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) secara Ekstraksi Pelarut
2. Bidang Penelitian : Kimia Analitik
3. Ketua Peneliti
- a. Nama lengkap : Edi Nasra, S.Si, M.Si
 - b. Jenis Kelamin : Laki-laki
 - c. NIP : 19810622 200312 1001
 - d. Disiplin Ilmu : Kimia Analitik
 - e. Pangkat/Golongan : Penata Muda/IIIa
 - f. Jabatan : Asisten Ahli
 - g. Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
 - h. Alamat : Jl. Prof. Dr. Hamka Padang
 - i. Telp/email : -
 - j. Alamat rumah : Jl. Gelugur J.14 Wisma Indah II Lapai
 - k. telp/email : 085263751265/hardi_rais@yahoo.com
4. Jumlah anggota peneliti : -
Nama anggota peneliti : -
5. Lokasi Penelitian : Lab. Kimia Analitik
Jumlah biaya penelitian : Rp. 7.500.000

Terbilang: Tujuh Juta Lima Ratus Ribu Rupiah

Menyetujui,
Pembimbing Penelitian

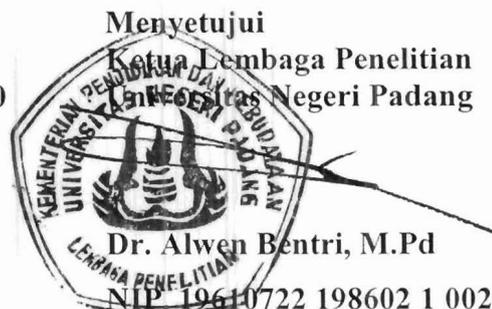
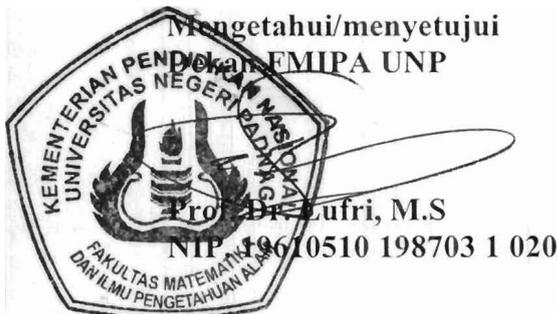


Drs. Amrin, M.Si
NIP. 19520103 198203 1001

Padang, 27 Desember 2011
Ketua Peneliti,



Edi Nasra, S.Si, M.Si
NIP. 19810622 200312 1001



**HALAMAN BUKTI KETERLIBATAN MAHASISWA
DALAM PROSES PENELITIAN**

NO	Nama Mahasiswa	NIM	Bentuk Keterlibatan	Tanda Tangan Mahasiswa
1	Syafianti	84266 /2007	Ekstraksi ion Fe^{3+} dengan menggunakan ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dalam pelarut kloroform	1.
2	Devi Susanti	84269 /2007	Ekstraksi ion Mn^{2+} dengan menggunakan ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dalam pelarut kloroform	2.
3	Kurrata A'yun Syam	84278 /2007	Ekstraksi ion Zn^{2+} dengan menggunakan ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dalam pelarut kloroform	3.

Menyetujui,
Pembimbing Penelitian



Drs. Amrin, M.Si
NIP. 19520103 198203 1001

Padang, 27 Desember 2011
Ketua Peneliti,



Edi Nasra, S.Si, M.Si
NIP. 19810622 200312 1001

LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN
LAPORAN HASIL PENELITIAN

1. A. Judul Penelitian : Penentuan Fe, Mn dan Zn dalam Batuan Menggunakan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) secara Ekstraksi Pelarut
- b. Bidang ilmu : Kimia Analitik

2. Personalia

Ketua Peneliti

Nama Lengkap dan gelar : Edi Nasra, S.Si., M.Si

Pangkat/Gol/NIP : Penata Muda/ III-a/19810622 200312 1 001

Fakultas/Jurusan : FMIPA/Kimia

3. Usul Penelitian : telah direvisi sesuai saran pembahas

Padang, 27 Desember 2011

Mengetahui:

Ketua Lembaga penelitian

Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang



Dr. Anan Ven Bentri, M.Pd

NIP. 19610722 198602 1 002

Pembahas

A handwritten signature in black ink, consisting of several loops and a long horizontal stroke.

Dr. Hj. Latisma, Dj, M.Si

NIP. 19521215 198602 2 001

RINGKASAN DAN SUMMARY

Analisa logam berat merupakan analisa rutin yang dilakukan banyak peneliti di berbagai bidang, baik yang berkecimpung di bidang lingkungan, kesehatan maupun pertambangan. Dalam bidang pertambangan, analisa logam berat dimaksudkan untuk mengetahui berapa kandungan logam tersebut dalam matriks sampelnya, baik dalam bentuk mineral maupun batuan. Penelitian ini dimaksudkan untuk mengetahui kandungan logam berat khususnya Besi (Fe), Mangan (Mn) dan Seng (Zn) dalam sampel batuan yang diperoleh di daerah Koto Bira Kecamatan Sungai pagu Kabupaten Solok Selatan Sumatera Barat.

Penentuan Fe, Mn dan Zn dalam sampel batuan tersebut dilakukan dengan cara ekstraksi pelarut menggunakan ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dalam pelarut kloroform. Penelitian dilakukan dalam 2 (dua) tahapan, yaitu: 1. optimasi kondisi ekstraksi yang terdiri dari pH, konsentrasi ligan APDC dan waktu ekstraksi, 2. Aplikasi kondisi optimum yang didapat untuk menentukan konsentrasi logam Fe, Mn dan Zn pada sampel batuan.

Dari penelitian yang dilakukan didapatkan bahwa panjang gelombang serapan untuk masing-masing kompleks $M(PDC)_x$ (M = ion logam Fe, Mn dan Zn; x = jumlah ligan terikat) adalah 261 nm dengan absorbtifitas molar 14039; 14230,8 dan 16114,94 $L \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ berturut-turut yang menunjukkan probabilitas penyerapan cahaya yang besar. Panjang gelombang maksimum diperoleh pada berbagai variasi pH, sehingga selain menentukan λ_{maks} juga dapat menentukan pH optimum pembentukan kompleks. Untuk $Fe(PDC)_3$, $Mn(PDC)_2$ dan $Zn(PDC)_2$ didapatkan pH optimumnya 2, 6 dan 4. Konsentrasi ligan yang digunakan untuk membentuk kompleks memberikan serapan optimum pada 0,04 mM untuk $Fe(PDC)_3$, sedangkan $Mn(PDC)_2$ dan $Zn(PDC)_2$ masing-masingnya pada konsentrasi ligan 0,06 dan 0,08 mM. Kestabilan kompleks yang dihasilkan dapat diamati dari waktu pembentukan kompleks. Hasil yang didapat menunjukkan bahwa kompleks stabil pada waktu yang relatif singkat, yaitu 10 menit untuk $Mn(PDC)_2$ dan 15 menit untuk $Fe(PDC)_3$ dan $Zn(PDC)_2$. Dari kondisi optimum yang telah didapatkan dicari %E untuk masing-masing logam dan diaplikasikan ke sampel batuan. Persen ekstraksi (% E) untuk ion Fe(III), Mn(II) dan Zn(II) berturut-turut 75,56 %, 90,055 % dan 97,495 %. Aplikasi ke sampel batuan didapatkan bahwa kandungan logam Fe dalam sampel 32,475%. Sedangkan logam Mn dan Zn tidak terdeteksi dengan metoda ini.

Dari hasil yang didapat perlu dilakukan penyelidikan lebih lanjut untuk mendapatkan hasil yang lebih baik. Misalnya dicari pengaruh logam Mn dan Zn dalam penentuan konsentrasi Fe dalam sampel. Karena % Fe yang dihasilkan tidak terlalu besar, perlu dilakukan spesiasi untuk logam Fe, karena Fe berada dalam tingkat oksidasi 2+ dan 3+.

PENGANTAR

Kegiatan penelitian mendukung pengembangan ilmu serta terapannya. Dalam hal ini, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang berusaha mendorong dosen untuk melakukan penelitian sebagai bagian integral dari kegiatan mengajarnya, baik yang secara langsung dibiayai oleh dana Universitas Negeri Padang maupun dana dari sumber lain yang relevan atau bekerja sama dengan instansi terkait.

Sehubungan dengan itu, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang bekerjasama dengan Pimpinan Universitas, telah memfasilitasi peneliti untuk melaksanakan penelitian tentang *Penentuan Fe, Zn dan Mn dalam Batuan Menggunakan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) secara Ekstraksi Pelarut*, sesuai dengan Surat Perjanjian Penelitian DIPA Anggaran 2011 Nomor: 330/UN35.2/PG/2011 Tanggal 19 Juli 2011.

Kami menyambut gembira usaha yang dilakukan peneliti untuk menjawab berbagai permasalahan pembangunan, khususnya yang berkaitan dengan permasalahan penelitian tersebut di atas. Dengan selesainya penelitian ini, Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang akan dapat memberikan informasi yang dapat dipakai sebagai bagian upaya penting dalam peningkatan mutu pendidikan pada umumnya. Di samping itu, hasil penelitian ini juga diharapkan memberikan masukan bagi instansi terkait dalam rangka penyusunan kebijakan pembangunan.

Hasil penelitian ini telah ditelaah oleh tim pembahas usul dan laporan penelitian, kemudian untuk tujuan diseminasi, hasil penelitian ini telah diseminarkan ditingkat Universitas. Mudah-mudahan penelitian ini bermanfaat bagi pengembangan ilmu pada umumnya dan khususnya peningkatan mutu staf akademik Universitas Negeri Padang.

Pada kesempatan ini, kami ingin mengucapkan terima kasih kepada berbagai pihak yang membantu terlaksananya penelitian ini, terutama kepada pimpinan lembaga terkait yang menjadi objek penelitian, responden yang menjadi sampel penelitian, dan tim pereviu Lembaga Penelitian Universitas Negeri Padang. Secara khusus, kami menyampaikan terima kasih kepada Rektor Universitas Negeri Padang yang telah berkenan memberi bantuan pendanaan bagi penelitian ini. Kami yakin tanpa dedikasi dan kerjasama yang terjalin selama ini, penelitian ini tidak akan dapat diselesaikan sebagaimana yang diharapkan dan semoga kerjasama yang baik ini akan menjadi lebih baik lagi di masa yang akan datang.

Terima kasih.

Padang, Desember 2011
Ketua Lembaga Penelitian
Universitas Negeri Padang,

Dr. Nwen Bentri, M.Pd.
NIP. 19610722 198602 1 002

DAFTAR TABEL

Tabel	Hal
1. Pengaruh pH pada pembentukan $M(PDC)_x$	14
2. Data spektroskopi UV kompleks $M(PDC)_x$	15
3. Pengaruh Konsentrasi APDC pada Serapan Kompleks $M(PDC)_x$	17
4. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap pembentukan $M(PDC)_x$	18
5. Data % E Kompleks $M(PDC)_x$	19

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Hal
1. Struktur APDC	7
2. Spektrofotometer UV-Vis.....	9
3. Pengaruh pH pada pembentukan kompleks $M(PDC)_x$	15
4. Struktur Molekul Kompleks $M(PDC)_x$	16
5. Pengaruh konsentrasi APDC pada pembentukan $M(PDC)_x$	17
6. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap pembentukan $M(PDC)_x$	18

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran

1. λ_{maks} Mn(PDC) ₂	24
2. λ_{maks} Zn(PDC) ₂	25
3. λ_{maks} Fe(PDC) ₃	26
4. Data dan kurva kalibrasi penentuan %E	27
5. Perhitungan penentuan kadar Fe dalam sampel	30
6. deskripsi batuan.	31

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1. Latar belakang

Logam yang berasal dari kerak bumi dapat berupa bahan-bahan murni, organik dan anorganik. Logam mula-mula diambil dari pertambangan di bawah tanah (kerak bumi), yang kemudian dicairkan dan dimurnikan dalam pabrik menjadi logam-logam murni. (Darmono, 1995)

Pada dasarnya, logam sangat diperlukan dalam proses produksi dari suatu pabrik, baik pabrik cat, aki/baterai, sampai produk alat-alat listrik. Diantara logam-logam yang banyak kegunaannya adalah Besi (Fe), Seng (Zn) dan Mangan (Mn). Dalam industri, manfaat utama besi adalah untuk membuat baja. Baja biasanya digunakan sebagai rangka dalam pembuatan jembatan maupun gedung-gedung yang bermanfaat bagi kehidupan manusia (Sugiyarto, 2003), sedangkan seng digunakan dalam pelapisan logam seperti baja, dan dapat digunakan sebagai zat warna untuk cat, lampu, gelas, keramik, pestisida dan sebagainya (Darmono, 1995). Mangan digunakan dalam proses pembuatan bahan dasar industri, contohnya dalam pembuatan baja paduan seperti ferromangan (mengandung kira-kira 80% Mn). Baja ini sangat kuat dan digunakan untuk membuat rel kereta api (mengandung sampai 12 % Mn) dan untuk membuat mesin-mesin berat. (Sugiyarto, 2003).

Salah satu sumber logam berat di alam adalah batuan. Mengingat banyaknya manfaat logam Fe, Zn dan Mn, maka perlu dilakukan analisis logam dalam batuan dengan suatu metode yang memiliki ketelitian dan ketepatan tinggi. Selain itu, metode yang dikembangkan juga harus sederhana, sensitif, selektif, dan tidak mahal agar dapat digunakan sebagai analisis rutin. Salah satu metode yang banyak digunakan untuk analisa logam adalah *Atomic Absorption Spectrometry* (Yuliani, 2009; Chan, 2011 dan Uthamira, 2011), *Ion Chromatography* (Yasui Takashi, 2007), *HPLC* (Daud, 2001) dan yang lainnya. Namun, kebanyakan metode ini membutuhkan peralatan yang rumit dan mahal. Oleh karena itu digunakan metode ekstraksi dalam analisis logam melalui spektrofotometri UV-Vis karena metode ini lebih mudah dilakukan skala laboratorium di banyak

perguruan tinggi. Sebab metode ini tidak membutuhkan cuplikan dalam jumlah besar, aman, sederhana, ekonomis dan tidak membutuhkan waktu yang terlalu lama.

Sistem ekstraksi sering juga digunakan dalam analisis logam yang kadarnya relatif rendah (trace metal) seperti dalam sampel batuan. Salah satu ekstraktan yang digunakan dalam ekstraksi pelarut antara lain dengan menggunakan ligan seperti ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dalam metil iso butil keton (Yathi, 2006), 8-hidroksikuinolin dalam kloroform (Underwood, 1986). Keuntungan yang didapat dari sistem ekstraksi menggunakan reagen APDC adalah lebih fleksibel karena APDC dapat bekerja pada pH rendah dan dapat menganalisis dengan baik lebih dari 30 macam logam dari logam-logam alkali, alkali tanah, halida-halida, tanah liat dan beberapa bahan-bahan organik seperti protein.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana kondisi optimum ekstraksi Fe (III), Zn (II) dan Mn (II) dengan menggunakan ekstraktan APDC dalam pelarut Kloroform ?
2. Berapa persen Zn yang terekstrak dari ekstraksi ion Fe (III), Zn (II) dan Mn (II) menggunakan ekstraktan APDC dalam pelarut kloroform?
3. Berapa kadar Fe, Zn dan Mn dalam sampel batuan?

1.3. Batasan Masalah

Untuk lebih terarahnya penelitian, maka penelitian ini dibatasi pada beberapa aspek berikut:

1. Sampel batuan yang dianalisis adalah bijih besi yang berasal dari Solok Selatan.
2. Destruksi batuan bijih besi menggunakan pelarut HCl dengan ukuran partikel 63 μm (Chan, 2010)

3. Kondisi optimum ekstraksi hanya dibatasi pada pH larutan, konsentrasi ligan dan waktu ekstraksi
4. Konsentrasi ion Fe, Zn dan Mn yang telah terekstrak oleh APDC dalam pelarut kloroform diukur dengan menggunakan Spektrofotometer UV-VIS.

1.4. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Menentukan kondisi optimum proses ekstraksi Fe, Zn dan Mn yang diekstraksi menggunakan ekstrak APDC dalam pelarut Kloroform meliputi pH larutan, konsentrasi ligan, dan waktu ekstraksi.
2. Menerapkan kondisi optimum ekstraksi yang diperoleh untuk menentukan kandungan Fe, Zn dan Mn dalam sampel batuan bijih besi.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Ekstraksi Pelarut

Ekstraksi pelarut adalah suatu metode pemisahan berdasarkan transfer suatu zat terlarut dari suatu pelarut ke dalam pelarut lain yang tidak saling bercampur. (Christian, 1986). Beberapa parameter dalam ekstraksi pelarut adalah:

a. Koefisien Distribusi (K_D)

Hukum distribusi Nernst, menyatakan apabila ke dalam dua pelarut yang tidak saling bercampur dimasukan zat terlarut yang dapat larut dalam kedua pelarut tersebut maka akan terjadi pembagian kelarutan. Kedua pelarut tersebut umumnya pelarut organik dan air.

Dalam prakteknya solut akan terdistribusi dengan sendirinya ke dalam kedua pelarut tersebut setelah dikocok dan dibiarkan terpisah. Perbandingan konsentrasi solut di dalam kedua pelarut tersebut tetap dan merupakan suatu tetapan pada suhu tetap. Tetapan tersebut disebut tetapan distribusi atau koefisien distribusi. Koefisien distribusi (K_D) dinyatakan dengan :

$$K_D = \frac{C_1}{C_2} \dots\dots\dots (1)$$

dimana :

- K_D : Koefisien distribusi
- C_2 : Konsentrasi solut dalam pelarut organik
- C_1 : Konsentrasi solut dalam pelarut air

b. Angka Banding Distribusi (D)

Angka banding distribusi menyatakan perbandingan konsentrasi total zat terlarut dalam pelarut organik (fasa organik) dan pelarut air (fasa air). Jika zat terlarut itu adalah senyawa X, maka rumus angka banding distribusi dapat ditulis sebagai berikut :

$$D = \frac{\text{Konsentrasi total senyawa X dalam fasa organik}}{\text{Konsentrasi senyawa total X dalam fasa air}} \dots\dots\dots (2)$$

Untuk keperluan analisis kimia, angka banding distribusi (D) akan lebih bermakna daripada koefisien distribusi (K_D). Pada kondisi ideal dan tidak terjadi asosiasi, disosiasi atau polimerisasi, maka besarnya harga $K_D = D$.

c. Hubungan D dengan K_D

Untuk melihat hubungan D dengan K_D , secara sederhana dapat dilihat pada ekstraksi asam lemah [HX] dalam fasa air dan organik. HX terionisasi menjadi H^+ dan X^- , anion sisa asam [X^-] tidak larut dalam fasa organik



Sehingga koefisien distribusi asam lemah dapat dituliskan dengan rumus:

$$K_D HX = \frac{[HX]_{org}}{[HX]_{air}} \dots\dots\dots(3)$$

Jika asam monomerik terdapat didalam kedua fasa pelarut, maka anion asam tidak menembus masuk kedalam fasa organik. Maka dapat dituliskan dengan perbandingan distribusi yaitu :

$$D = \frac{[HX]_{org}}{[HX]_{air} + [X^-]_{air}} \dots\dots\dots (4)$$

Disosiasi asam dari pereaksi khelat dapat dituliskan sebagai berikut ;



Sehingga :

$$K_a = \frac{[H_3O^+]_{air}[X^-]_{air}}{[HX]_{air}} \dots\dots\dots (5)$$

Atau:

$$[X^-]_{air} = \frac{K_a [HX]_{air}}{[H_3O^+]_{air}} \dots\dots\dots (6)$$

Substitusi persamaan 6 ke persamaan 4 yaitu :

$$D = \frac{[HX]_{org}}{[HX]_{air} + K_a [HX]_{air} / [H_3O^+]_{air}} \dots\dots\dots(7)$$

Atau:

$$D = \frac{[HX]_{org}}{[HX]_{air} \{1 + (K_a / [H_3O^+]_{air})\}} \dots\dots\dots(8)$$

Substitusi persamaan 3 ke persamaan 8 yaitu:

$$D = \frac{K_D HX}{1 + (K\alpha/[H_2O^+]_{air})} \dots\dots\dots(9)$$

d. Persen Ekstraksi (%E)

Perbandingan konsentrasi zat hasil ekstraksi dengan konsentrasi zat mula-mula dikalikan dengan 100 % dapat dinyatakan dengan persen ekstraksi (%E) yang dituliskan dengan rumus :

$$\% E = \frac{\text{Konsentrasi Zat hasil Ekstraksi}}{\text{Konsentrasi Zat Mula-Mula}} \times 100\% \dots\dots\dots (10)$$

Hubungan antara persen ekstraksi dengan perbandingan distribusi dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$D = \frac{[V_a/V_o]E}{100-E} \dots\dots\dots (11)$$

Dengan V_a = Volume fasa air

V_o = Volume fasa organik

Jika $V_a = V_o$, maka harga D dapat disederhanakan menjadi :

$$D = \frac{E}{100-E} \dots\dots\dots (12)$$

Untuk persentase ekstraksi dapat dicari dengan persamaan :

$$\% E = \frac{D}{D+V_a/V_o} \times 100\% \dots\dots\dots (13)$$

Jika $V_a = V_o$ maka persamaan diatas menjadi :

$$\% E = \frac{D}{D+1} \times 100\% \dots\dots\dots (14)$$

(Underwood, 1986: 453).

2.2. Ekstraksi Suatu Logam Sebagai Senyawa kompleks

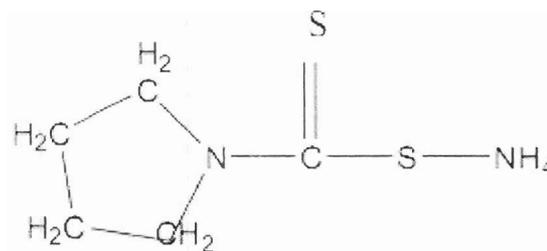
Analisis ion logam dengan menggunakan ekstraksi pelarut dapat dilakukan dengan mengkomplekskan ion logam tersebut agar lebih hidrofobik dan dapat diekstrak oleh pelarut organik. Banyak pengompleks yang digunakan untuk mengekstrak ion logam dalam pelarut organik. Salah satunya adalah pereaksi 8-kuinolinol (8-hidroksikuinolin). Pereaksi ini dengan ion logam membentuk molekul yang tidak larut dalam air, larut dalam kloroform atau karbon tetraklorida (Underwood, 1986). Begitu juga dengan APDC, dengan ion besi, seng dan

mangan dapat membentuk kompleks yang tidak bermuatan sehingga dapat diekstrak dalam pelarut kloroform

Ion logam dalam senyawa kompleks disebut ion pusat, sedangkan ion atau molekul netral yang mempunyai pasangan elektron bebas disebut ligan. Kompleks kelat atau sepi adalah kompleks yang terbentuk apabila ion pusat bersenyawa dengan ligan yang mempunyai dua atau lebih gugus. Banyaknya ikatan kovalen koordinasi yang terjadi antara ligan dengan ion pusat disebut bilangan koordinasi. Pembentukan kompleks oleh ligan bergantung pada kecenderungan untuk mengisi orbital kosong dalam usaha mencapai konfigurasi elektron yang lebih stabil. Untuk memudahkan ekstraksi maka ion logam yang bermuatan harus dinetralkan oleh ion atau molekul netral menjadi kompleks tidak bermuatan (Khopkar, 2008).

2.3. Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC)

Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) merupakan kristal putih yang dapat larut dalam air. Mempunyai berat molekul 164,29 g/mol dengan rumus struktur $C_5H_{12}N_2S_2$.



Gambar 1. Struktur APDC

Ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat (APDC) dapat digunakan untuk ekstraksi logam-logam renik (trace metal) dalam pelarut organik kloroform dan metil iso butil keton (MIBK). Dalam pelarut kloroform, ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat digunakan sebagai pengompleks dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah antara lain besi, kobalt, nikel, vanadium, tembaga, arsen, antimoni dan timbal. Selain itu, APDC juga dapat digunakan untuk menentukan bismut dalam baja dengan EDTA dan KCN sebagai zat penopeng (Stary dan Irving, 1964).

Ion Pirolidin dithiokarbamat adalah ligan bidentat yang mampu membentuk kestabilan dan digunakan agen pengompleks untuk ekstraksi dan pemisahan ion logam dari larutan air.

Jika logam PDC kompleks dibentuk dengan penambahan APDC kedalam larutan ion logam, maka kompleks menjadi lebih stabil dan hanya dipengaruhi pada pH rendah (Kim Young Sam, 1997).

2.4. Spektrofotometri UV-VIS

Spektrofotometri didefinisikan suatu metoda analisis kimia berdasarkan pengukuran seberapa banyak energi radiasi diabsorpsi oleh suatu zat sebagai fungsi panjang gelombang.

Proses absorpsi ini kemudian dapat dijelaskan bahwa suatu molekul/ atom yang mengabsorpsi radiasi akan memanfaatkan energi radiasi tersebut untuk mengadakan eksitasi elektron. Eksitasi ini hanya akan terjadi bila energi radiasi yang diperlukan sesuai dengan perbedaan tingkat energi dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi dan sifatnya karakteristik.

Komponen-komponen yang mengabsorpsi dalam spektrofotometri UV-Vis dapat berupa absorpsi oleh senyawa-senyawa organik maupun anorganik. Senyawa-senyawa organik yang mengandung ikatan rangkap 2/rangkap 3 akan menghasilkan puncak-puncak absorpsi yang penting terutama dalam daerah UV. Gugus-gugus fungsional organik tidak jenuh yang mengabsorpsi sinar tampak dan UV ini dinamakan kromofor/ sering dikenal dengan pembawa warna. Contoh kromofor, NH_2 , $-\text{C}=\text{C}-$, $\text{C}=\text{O}$, $-\text{CHO}$, $-\text{NO}_2$, $-\text{N}=\text{N}-$ dan lain-lain. Sedangkan absorpsi oleh senyawa-senyawa anorganik, spektra dari hampir semua ion-ion kompleks dan molekul-molekul anorganik menghasilkan puncak absorpsi agak melebar.

Untuk ion-ion logam transisi, pelebaran puncak disebabkan oleh faktor-faktor lingkungan kimianya. Suatu contoh larutan Cu (II) encer berwarna biru muda, tetapi warna akan berubah menjadi biru tua dengan adanya amonia. Bila unsur-unsur logam membentuk kompleks, maka faktor ligan sangat menentukan. Sebagian radiasi yang terabsorpsi oleh suatu larutan analit yang mengabsorpsi

ternyata terdapat hubungan kuantitatif dengan konsentrasinya. Jumlah radiasi yang terabsorpsi oleh sampel dinyatakan dalam hukum Lambert-Beer dan dijadikan dasar pada analisis kuantitatif spektrofotometri dan dinyatakan dengan rumus:

$$A = a \cdot b \cdot c \text{ atau } A = \epsilon \cdot b \cdot C$$

Keterangan:

A = absorbansi/ radiasi yang terabsorpsi

a = konstanta absorptivitas (L/ g.cm)

c = konsentrasi sampel (g/ L)

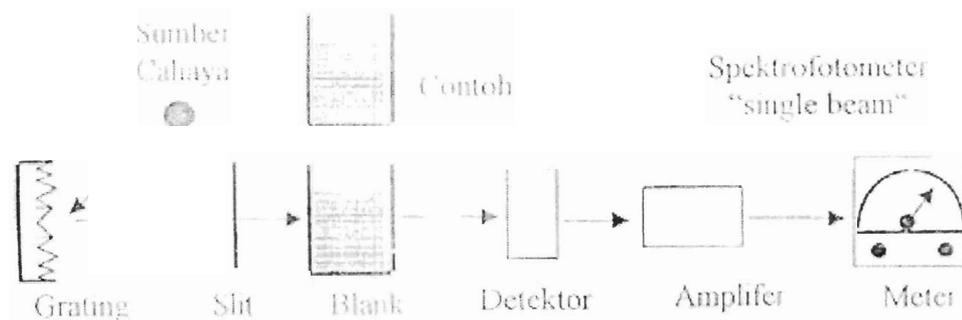
C = konsentrasi sampel (mol/ L)

ϵ = koefisien ekstingsi molar ($\text{mol}^{-1} \text{dm}^3 \text{cm}^{-1}$)

b = tebal larutan/ lebar kuvet (cm)

(Tahid, 2001).

Karena harga ϵ tetap untuk zat yang sama (pada panjang gelombang sama) dan b tetap, maka hubungan antara A dan c adalah linier. Spektrofotometer adalah alat yang digunakan untuk mengukur besarnya transmitansi/ absorbansi suatu sampel sebagai fungsi dari panjang gelombang. Spektrofotometer ada yang menggunakan berkas rangkap (*double beam*), tetapi prinsip peralatannya sama seperti sistem berkas tunggal (*single beam*).



Gambar 2. Spektrofotometer UV-Vis

1. Suatu sumber energi cahaya yang berkesinambungan yang meliputi daerah spektrum dalam mana instrumen itu dirancang untuk beroperasi.
2. Suatu monokromator yang terdiri dari celah (slit) merupakan bagian yang penting dalam menentukan unjuk kerja (performance) karakteristik dan

kualitasnya dan grating yang menjatuhkan sinar polikromatis untuk menghasilkan dispersi radiasi UV dan tampak (Tahid, 2001).

3. Suatu wadah untuk sampel yaitu sel untuk menaruh cairan ke dalam berkas cahaya spektrofotometri.
4. Suatu detektor, yang berupa transduser yang mengubah energi cahaya menjadi suatu isyarat listrik.
5. Suatu pengganda (amplifier) berfungsi sebagai penguat sinyal listrik yang dihasilkan oleh detektor.
6. Suatu sistem baca (recorder) untuk menampilkan bentuk sinyal listrik menjadi tampilan yang dapat dibaca (Day dan Underwood, 1989).

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 6 (enam) bulan dari bulan maret sampai september 2011 di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang.

3.2. Alat – alat dan Bahan

3.2.1. Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Spektrofotometer UV-Vis merk Shimadzu, neraca analitik merk Ohaus dengan ketelitian 0,1 mg, pH meter, corong pisah, magnetik stirer dan batang pengaduknya, erlenmeyer 250 ml.

3.2.2. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu : sampel bijih besi yang berasal dari daerah Koto Bira Kecamatan Sungai pagu Kabupaten Solok Selatan Sumatera Barat, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, logam mangan, ammonium pirolidin dithiokarbamat $[(\text{CH}_2)_4\text{CNS}_2\text{NH}_4]$, asam asetat (CH_3COOH) pekat, natrium asetat (CH_3COONa), natrium hidroksida (NaOH), asam nitrat (HNO_3) pekat, NaCl , kloroform, HCl pekat, aquades.

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}) dan Optimasi pH

Dalam erlenmeyer 250 ml masing-masing dimasukkan 5 ml larutan yang mengandung Fe^{3+} , Zn^{2+} dan Mn^{2+} 10 ppm. pH dibuat bervariasi yaitu 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 dengan penambahan HNO_3 atau NaOH . Untuk mempertahankan pH larutan maka ditambahkan buffer asetat. pH diukur dengan menggunakan pH meter. Selanjutnya ke dalam larutan tersebut ditambahkan 1 gram NaCl dan ekstrak APDC 1 mM sebanyak 5 ml kemudian ditambah 10 ml kloroform.

Larutan dikocok agar dapat tercampur homogen selama waktu tertentu sampai terbentuk 2 fase terpisah. Fase organik ditampung dalam kuvet kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan didapat (λ_{maks})

3.3.2. Optimasi Konsentrasi Ligan

Ekstraksi dilakukan dalam Erlenmeyer 250 ml dan dimasukkan 5 mL larutan yang mengandung Fe^{3+} , Zn^{2+} dan Mn^{2+} 10 ppm. pH dibuat pada kondisi pH optimum. Atur pH dengan penambahan HNO_3 dan NaOH . Untuk mempertahankan pH larutan maka ditambahkan buffer asetat, pH diukur dengan menggunakan pH meter. Selanjutnya ditambahkan 1 gram NaCl dan ekstrak APDC dengan konsentrasi 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07; 0,08; 0,09 dan 0,1mM sebanyak 5 mL kemudian ditambah 10 mL kloroform. Larutan dikocok agar dapat tercampur homogen selama waktu tertentu sampai terbentuk 2 fase terpisah. Fase organik ditampung dalam kuvet kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan dibuat grafik hubungan antara konsentrasi ligan dan absorbansi.

3.3.3. Optimasi Waktu Ekstraksi

Ekstraksi dilakukan dalam Erlenmeyer 250 ml dan dimasukkan 5 mL larutan yang mengandung Fe^{3+} , Zn^{2+} dan Mn^{2+} 10 ppm. pH dibuat pada kondisi pH optimum. Atur pH dengan penambahan HNO_3 dan NaOH . Untuk mempertahankan pH larutan maka ditambahkan buffer asetat, pH diukur dengan menggunakan pH meter. Selanjutnya ditambahkan 1 gram NaCl dan ekstrak APDC dengan konsentrasi pada kondisi optimum sebanyak 5 mL, kemudian ditambah 10 mL kloroform. Larutan dikocok agar dapat tercampur homogen selama 10, 15, 20, 25, dan 30 menit sampai terbentuk 2 fase terpisah. Fase organik ditampung dalam kuvet kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis, kemudian dibuat grafik hubungan antara waktu ekstraksi dan absorbansi.

3.3.4. Persiapan Sampel

Sampel diperoleh dari daerah Koto Bira Kecamatan Sungai Pagu kabupaten Solok Selatan dan sampel batuan digerus, digiling dan diayak. Ditimbang $\pm 1,0000$ g sampel dengan ukuran partikel $63 \mu\text{m}$ dimasukkan ke dalam labu kjedahl 100 ml lalu tambahkan 25 ml HCl pekat. Larutan dididihkan di atas mantel pemanas sampai larut. Kemudian larutan didinginkan selama ± 10 menit, setelah dingin ditambahkan 25 ml aquades, lalu diuapkan kembali sampai terbentuk larutan jernih dan didinginkan kembali. Larutan disaring dengan kertas saring, filtrat ditampung dalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan aquades sampai tanda batas.

3.3.5. Prosedur Kerja Ekstraksi Terhadap Sampel Batuan Biji Besi

Ekstraksi dimulai dengan memasukkan larutan sampel sebanyak 5 ml ke dalam Erlenmeyer 250 ml. pH dibuat pada kondisi pH optimum. Atur pH dengan menambahkan HNO_3 dan NaOH. Untuk mempertahankan pH larutan maka ditambahkan buffer asetat, pH diukur dengan menggunakan pH meter. Selanjutnya ditambahkan 1 gram NaCl dan ekstrak APDC dengan konsentrasi pada kondisi optimum sebanyak 5 ml, kemudian ditambahkan 10 ml kloroform. Larutan dikocok agar dapat tercampur homogen dengan menggunakan waktu ekstraksi optimum sampai terbentuk 2 fasa terpisah. Fasa organik ditampung dalam kuvet kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini terdiri dari 2 tahapan, yaitu 1. optimasi kondisi ekstraksi yang terdiri dari pH, konsentrasi ligan APDC dan waktu ekstraksi, 2. Aplikasi kondisi optimum pada sampel batuan.

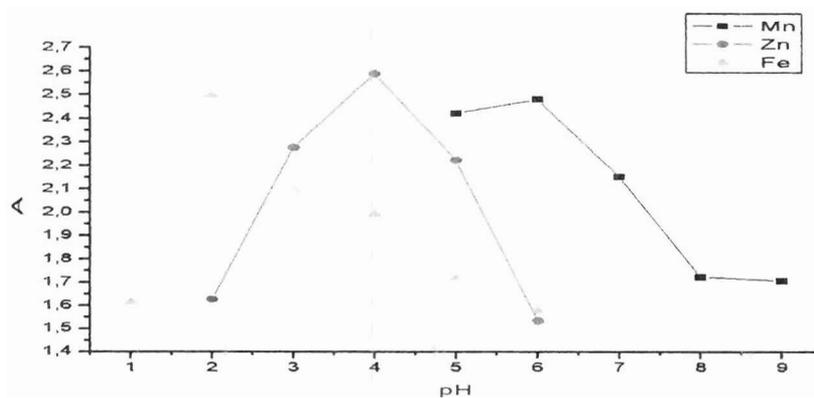
4.1. Penentuan λ_{maks} Kompleks Logam-APDC dan Optimasi pH

Pengukuran pada panjang gelombang maksimum dimaksudkan agar kepekaan metoda lebih baik dan kesalahan akibat pergeseran panjang gelombang akan semakin kecil. Oleh karena itu perlu dilakukan pengukuran λ_{maks} kompleks logam APDC. Penentuan λ_{maks} dari masing-masing logam ditentukan dengan memvariasikan pH pembentukan kompleks logam APDC yang datanya dapat dilihat pada Tabel 1 dan Lampiran 1, 2 dan 3:

Tabel 1. Pengaruh pH pada pembentukan $M(PDC)_x$

pH	A kompleks $M(PDC)_x$		
	$Mn(PDC)_2$	$Zn(PDC)_2$	$Fe(PDC)_3$
1			1,6148
2		1,6269	2,4990
3		2,278	2,0983
4		2,59	1,9934
5	2,4232	2,2247	1,7195
6	2,4817	1,5342	1,5761
7	2,1523		
8	1,7227		
9	1,7061		

Dari data tersebut, dapat dibuatkan grafiknya seperti yang dapat dilihat pada gambar 3



Gambar 3. Pengaruh pH pada pembentukan kompleks M(PDC)_x

Dari Tabel 1 dan Gambar 3 dilihat bahwa kompleks yang terbentuk dari masing-masing logam dengan APDC terjadi pada pH yang berbeda, yaitu pH 2 untuk Fe³⁺, pH 4 untuk Zn²⁺ dan pH 6 untuk Mn²⁺. Hal ini memungkinkan pengukuran masing-masing logam pada sampel alam seperti air maupun mineral batuan dengan menggunakan metoda ekstraksi pelarut dengan ligan APDC sebagai ekstraktan. Pengukuran pH perlu dilakukan karena pembentukan kompleks sangat di pengaruhi pH larutan.

Selain optimasi pH, pada lampiran 1,2 dan 3 juga didapat λ_{maks} pengukuran kompleks logam-APDC yang dapat dirangkum seperti yang terlihat pada Tabel 2.

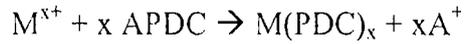
Tabel 2. Data spektroskopi UV kompleks M(PDC)_x

Ion logam	λ _{maks}	ε
Fe ³⁺	261 nm	14039
Zn ²⁺	261 nm	14230,8
Mn ²⁺	261 nm	16114,94

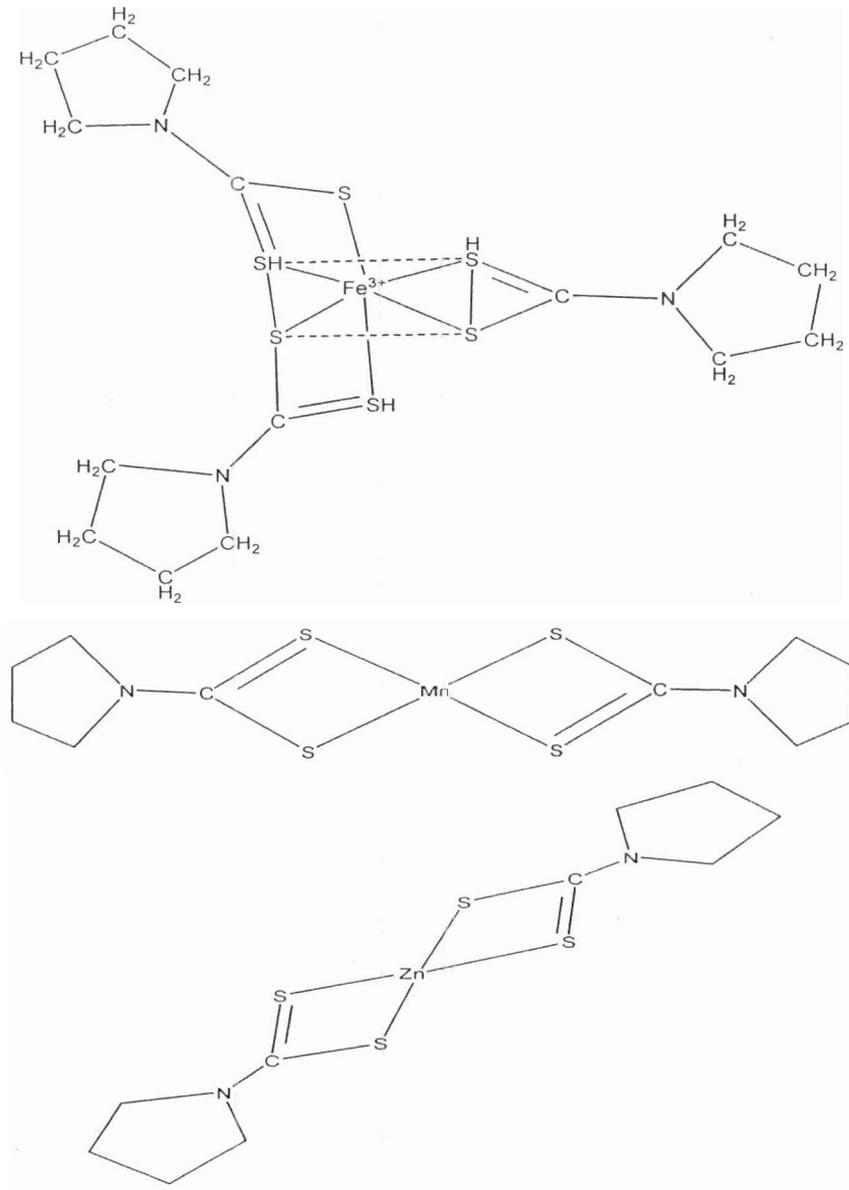
Dari tabel dapat disimpulkan bahwa kompleks logam-APDC menyerap pada λ_{maks} 261 nm untuk ketiga logam dengan nilai absorbtivitas molar yang relatif besar yang menunjukkan probabilitas penyerapan cahaya yang besar.

4.2. Optimasi Konsentrasi Ligan APDC

Secara umum kompleks yang terbentuk antara logam dengan APDC dapat digambarkan oleh persamaan reaksi berikut:



dimana M menunjukkan logam Fe, Zn dan Mn, sedangkan x menunjukkan jumlah ligan yang terikat pada ion logam. Struktur dari kompleks yang dibentuk dapat dilihat seperti pada Gambar 4.

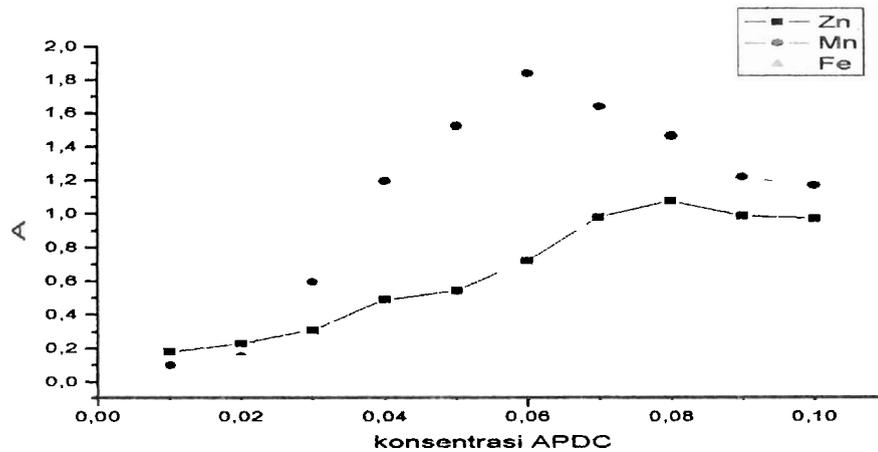


Gambar 4. Struktur molekul kompleks $\text{Fe}(\text{PDC})_3$ (atas), $\text{Mn}(\text{PDC})_2$ (tengah) dan $\text{Zn}(\text{PDC})_2$ (bawah)

Data serapan kompleks $M(PDC)_x$ pada variasi konsentrasi dapat dilihat pada Tabel 3 dan Gambar 5:

Tabel 3. Pengaruh Konsentrasi APDC pada Serapan Kompleks $M(PDC)_x$

Konsentrasi (mM)	A		
	Zn(PDC) ₂	Mn(PDC) ₂	Fe(PDC) ₃
0,01	0,1789	0,09554	0,26347
0,02	0,22643	0,1547	0,33803
0,03	0,30761	0,59313	0,40506
0,04	0,49202	1,1989	0,6357
0,05	0,54699	1,5283	0,49869
0,06	0,7229	1,8458	0,47104
0,07	0,98335	1,6452	0,36522
0,08	1,0761	1,4679	0,35724
0,09	0,99174	1,2235	0,2592
0,1	0,97531	1,1711	0,20034



Gambar 5. Pengaruh konsentrasi APDC pada pembentukan $M(PDC)_x$

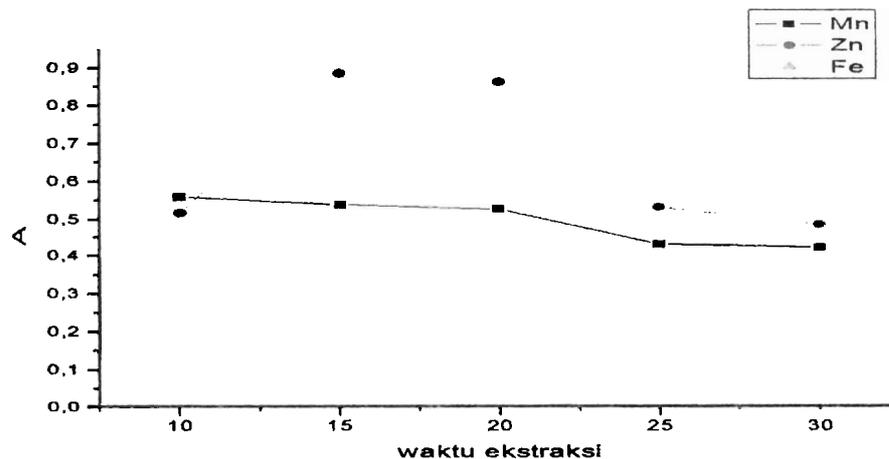
Dari Tabel 3 dan Gambar 5 dapat dilihat bahwa konsentrasi APDC maksimum untuk masing-masing logam juga berbeda, sesuai dengan perbandingan stoikiometris masing-masing logam. Konsentrasi APDC maksimum untuk Zn, Mn dan Fe berturut-turut 0.08, 0.06 dan 0.04 mM.

4.3. Optimasi Waktu Ekstraksi

Waktu ekstraksi berhubungan dengan waktu pembentukan kompleks yang stabil. Data pada Tabel 4 dan Gambar 6 menunjukkan serapan $M(PDC)_x$ pada variasi waktu ekstraksi.

Tabel 4. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap pembentukan $M(PDC)_x$

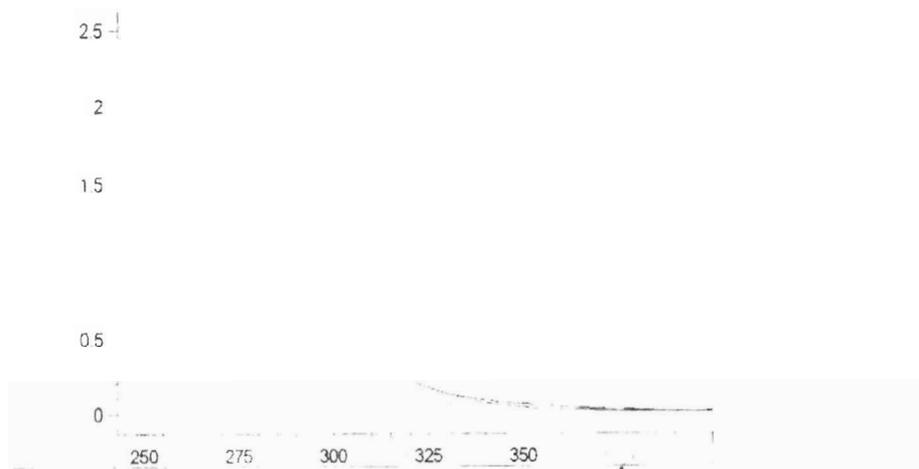
Waktu (menit)	A		
	Mn(PDC) ₂	Zn(PDC) ₂	Fe(PDC) ₃
10	0,55712	0,51445	0,09654
15	0,53599	0,88714	0,11188
20	0,52561	0,86457	0,0733
25	0,43331	0,53013	0,07079
30	0,42525	0,48544	0,03834



Gambar 6. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap pembentukan $M(PDC)_x$

Lampiran 1. λ_{maks} Mn(PDC)₂

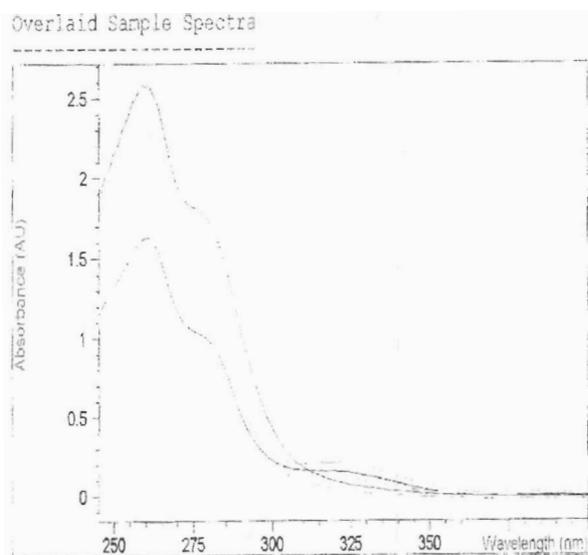
Overlaid Sample Spectra



Sample/Result Table

#	Name	Abs<261nm>	#	Name	Abs<261nm>
1	ph 5	2.42320	4	ph 8	1.72270
2	ph 6	2.48170	5	ph 9	1.70610
3	ph 7	2.15230			

Lampiran 2. λ_{maks} $Zn(PDC)_2$



Sample/Result Table

#	Name	Abs<261nm>	#	Name	Abs<261nm>
1	ph 2	1.62690	4	ph 5	2.22470
2	ph 3	2.27600	5	ph 6	1.53420
3	ph 4	2.59000			

*** End Hardcopy view ***

Lampiran 3. λ_{maks} Fe(PDC)₃

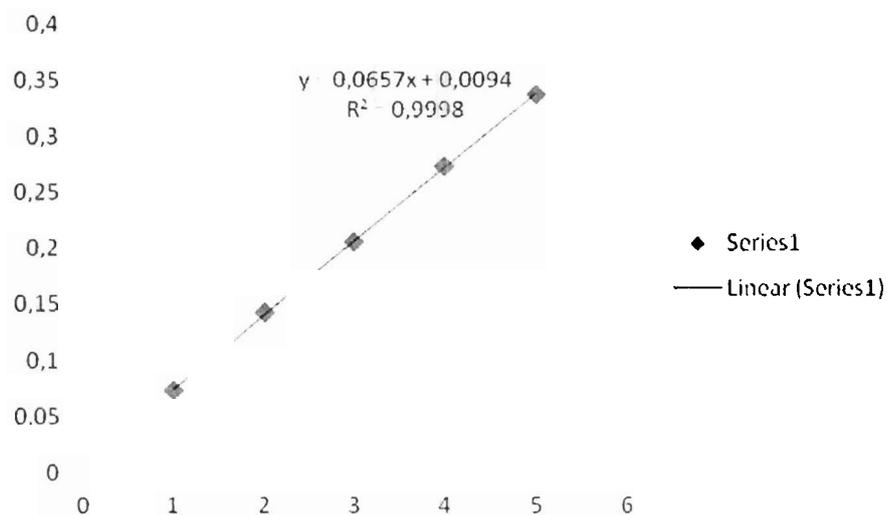
--



Lampiran 4. Data dan Kurva Kalibrasi Penentuan %E

a. %E Ion Fe(III)

[Fe], ppm	Absorban			A rata- rata
1	0,0731	0,0747	0,0741	0,073967
2	0,1453	0,1413	0,1412	0,1426
3	0,2112	0,201	0,2051	0,205767
4	0,2749	0,2718	0,273	0,273233
5	0,3331	0,3294	0,349	0,337167



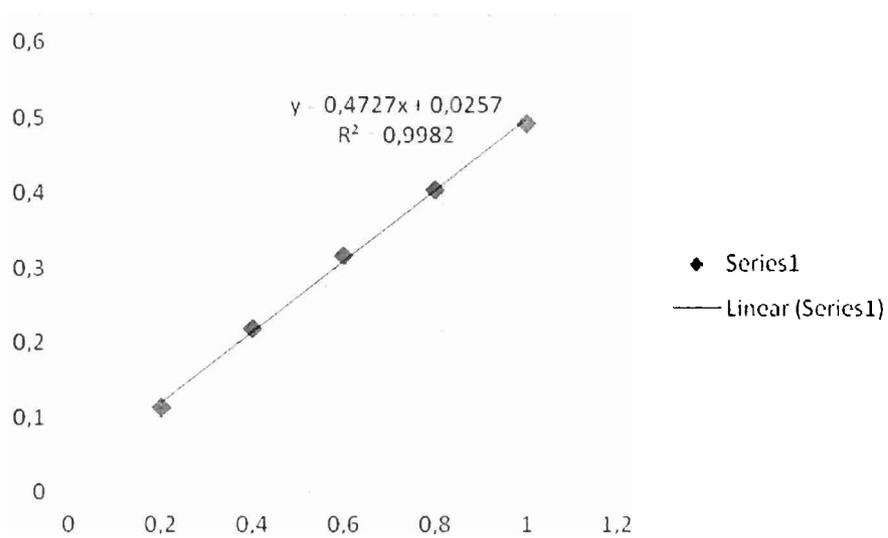
Perhitungan % E

Diketahui A sampel = 0,1726. Dengan menggunakan persamaan regresi di atas: $Y = 0,0657X + 0,0094$, sehingga didapatkan konsentrasi Fe dalam fasa air 2,444 ppm. Persen ekstraksi didapat dari:

$$\% E = \frac{10 - 2,444}{10} = 75,56 \%$$

b. %E Ion Zn(II)

[Zn], ppm	Absorban			A rata- rata
0,2	0,1091	0,1162	0,1128	0,1127
0,4	0,2139	0,2236	0,2219	0,2198
0,6	0,3183	0,3126	0,3185	0,316467
0,8	0,4148	0,3938	0,4058	0,4048
1	0,4918	0,4921	0,4948	0,4929



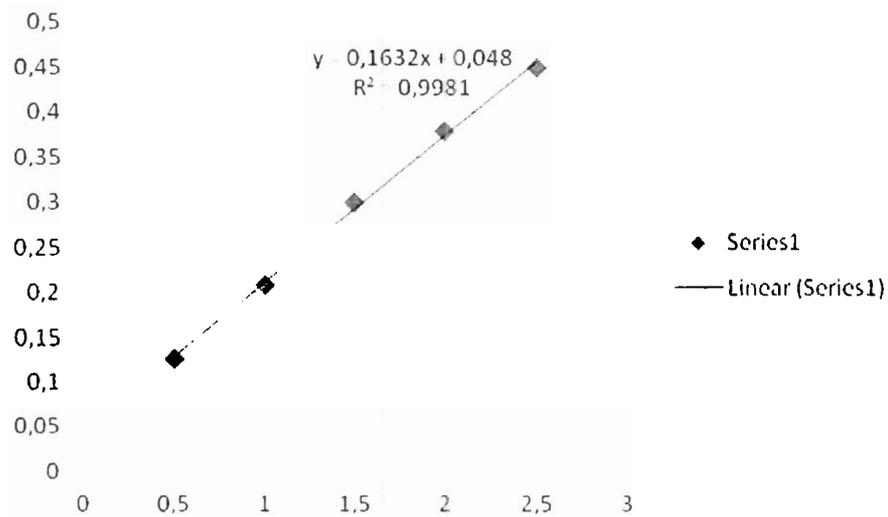
Perhitungan % E

Diketahui A sampel = 0,1441. Dengan menggunakan persamaan regresi di atas: $Y = 0,4727 X + 0,0257$, sehingga didapatkan konsentrasi Zn dalam fasa air 0,2505 ppm. Persen ekstraksi didapat dari:

$$\% E = \frac{10 - 0,2505}{10} = 97,495 \%$$

c. %E Ion Mn(II)

[Mn], ppm	Absorban			A rata- rata
0,5	0,1279	0,1268	0,1266	0,1271
1	0,208	0,2083	0,2083	0,2082
1,5	0,3001	0,2998	0,3	0,299967
2	0,3792	0,3794	0,379	0,3792
2,5	0,4497	0,4496	0,4498	0,4497

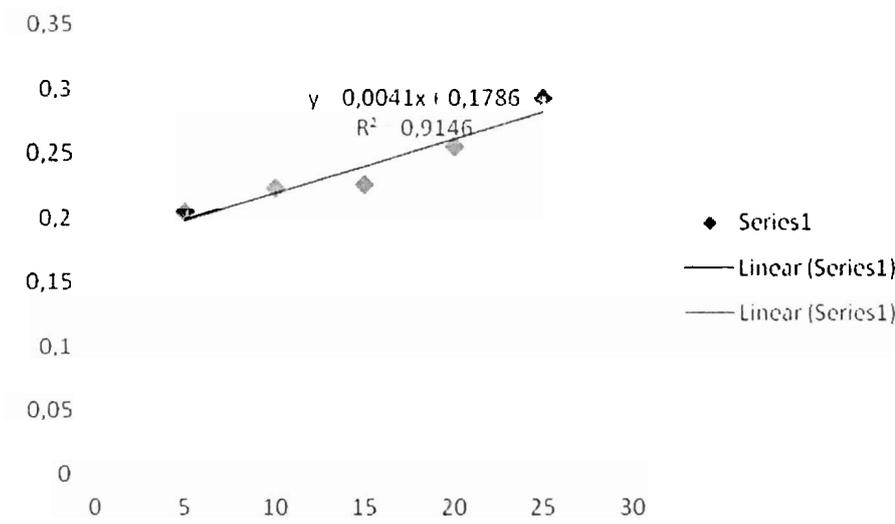


Perhitungan % E

Diketahui A sampel = 0,2103. Dengan menggunakan persamaan regresi di atas: $Y = 0,1632 X + 0,048$, sehingga didapatkan konsentrasi Zn dalam fasa air 0,9945 ppm. Porsen ekstraksi didapat dari:

$$\% E = \frac{10 - 0,9945}{10} = 90,055\%$$

Lampiran 5. Perhitungan penentuan kadar Fe dalam sampel



Diketahui $A = 0,19099$, dengan menggunakan persamaan regresi diatas $Y = 0,0041 X + 0,1786$ sehingga didapatkan konsentrasi besi dalam sampel 3,2475 ppm. Kadar Fe dalam sampel didapat:

$$\text{Kadar Fe} = \frac{3,2475 \frac{\text{ppm}}{\text{L}} \times 0,1 \text{ L} \times 1000}{1000 \text{ mg}} \times 100 \% = 32,475 \%$$

Lampiran 6. Deskripsi Batuan

PEMERINTAH PROPINSI SUMATERA BARAT

DINAS ENERGI SUMBER DAYA MINERAL

Jalan Jhoni Anwar No. 85, Lapai, Padang – 25142

Telp : (0751) 7054487

Diskripsi Batuan:

1. Warna : kuning muda, merah karat
2. Senyawa utama : a. Hematite (Fe_2O_3)
b. Magnetite (Fe_3O_4)
c. Siderit (FeCO_3)
3. Mineral Lainnya : a. Pyrite
b. Pyrrhotite
c. Marcosite
d. Chamosite
4. Nama Batuan : Bijih Besi
5. Lokasi Contoh Batuan : Koto Bira, Kecamatan Sungai Pagu, Kabupaten Solok Selatan

Padang, 28 Februari 2011

Kepala Seksi Sumber Daya Geologi



Dra. Zurnelia

NIP: 19610120 1991 11 2 001

DAFTAR HADIR

Hari/Tanggal : Kamis / 24 Nopember 2011

A c a r a : Seminar Hasil Penelitian Dosen Muda FMIPA UNP

NO.	NAMA	JABATAN	TANDATANGAN
1.	Mawardi	Pembahas	1.
2.	Ernie Novrianti		2.
3.	Anumy		3.
4.	Edi Nasron		4.
5.	Irdowati		5.
6.	Terimadesi		6.
7.	Desy Kurniawati		7.
8.	Ramadhan Sumarmi	Pemakalah	8.
9.	Latima		9.
10.	Amali Pato		10.
11.	Harman Anuro		11.
12.	Bayharti	Pemakalah	12.
13.	Mades Fikury	Pemakalah	13.
14.	Syakbaniah	Pembahas	14.
15.	Muhyiatul Fadilah	Pemakalah	15.
16.	Itobu		16.
17.			17.
18.	Sumanti		18.
19.	Ranawati		19.
20.	Yunita Effendi		20.
21.	Firayri Seninda		21.
22.	Anmka		22.
23.	Rabiah		23.
24.	Sesmentia		24.
25.	ISLAMIRNA		25.
26.	Johana Hiranova		26.
27.	Adek Andriani		27.
28.	Maslianti		28.

Ketua Pelaksana,

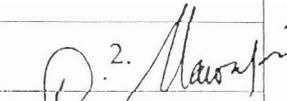
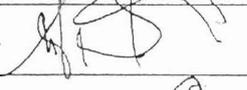
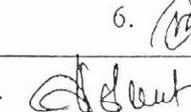
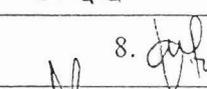
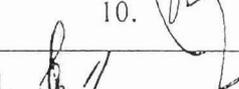
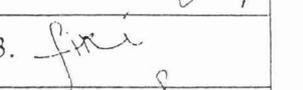
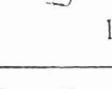
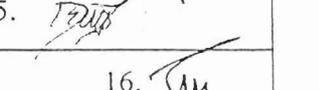
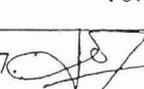
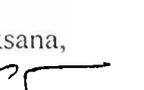
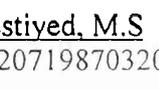
Prof. Dr. Festiyed, M.S
NIP. 196312071987032001

DAFTAR HADIR

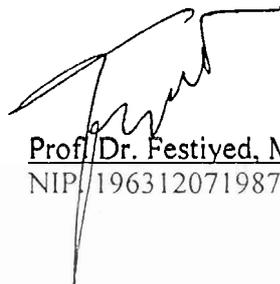
**MILIK PERPUSTAKAAN
UNIV. NEGERI PADANG**

Hari/Tanggal : Kamis / 24 Nopember 2011

A c a r a : Seminar Hasil Penelitian Dosen Muda FMIPA UNP

NO.	NAMA	JABATAN	TANDATANGAN
1.	Prof. Dr. Festiyed, M.S	Ketua Pelaksana	1.
2.	Dr. Mawardi, M.Si	Pembahas	2. 
3.	Dr. Ramadhan Sumarmin, M.Si	Pembahas	3. 
4.	Dra. Syakbaniah, M.Si	Pembahas	4. 
5.	Dr. Hj. Latisma Dj., M.Si	Pembahas	5. 
6.	Irdawati, M.Si	Pemakalah	6. 
7.	Ernie Novriyanti, S.Pd, M.Si	Pemakalah	7. 
8.	Muhyiatul Fadilah, S.Si, M.Pd	Pemakalah	8. 
9.	Drs. Mades Fifendy, M.Biomed	Pemakalah	9. 
10.	Harman Amir, S.Si, M.Si	Pemakalah	10. 
11.	Dra. Bayharti, M.Sc	Pemakalah	11. 
12.	Guspatni, S.Pd	Pemakalah	12. 
13.	Fitri Amelia, S.Si, M.Si	Pemakalah	13. 
14.	Edi Nasra, S.Si, M.Si	Pemakalah	14. 
15.	Desy Kurniawati, S.Pd, M.Si	Pemakalah	15. 
16.	Drs. Yashardi	Sekretariat	16. 
17.	Sesmerita, S.Pd, M.Pd	Anggota	17. 

Ketua Pelaksana,



Prof/Dr. Festiyed, M.S

NIP/196312071987032001