

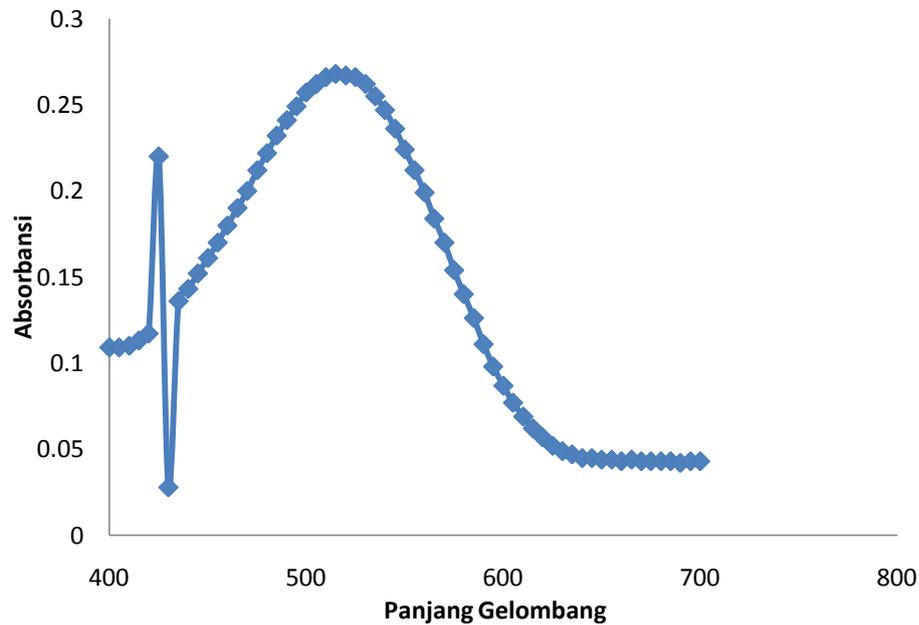
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

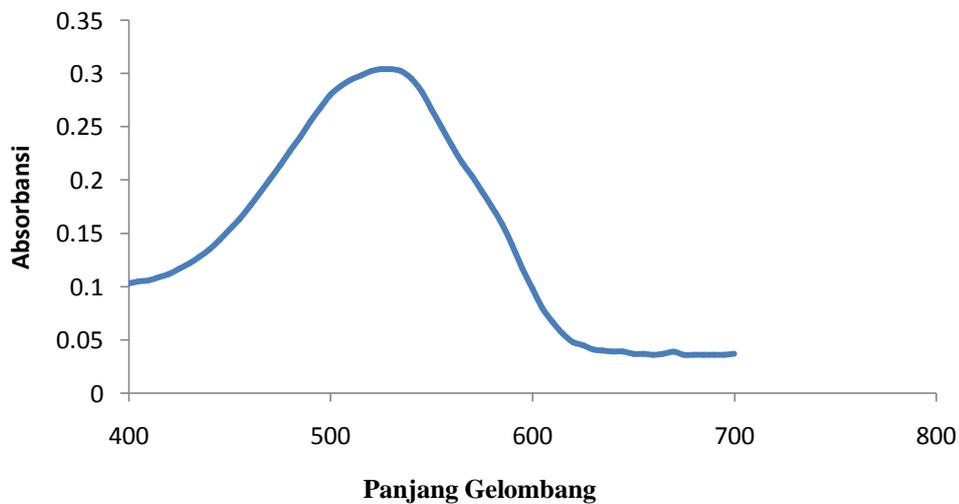
IV.1 Hasil Analisis Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks})

Proses penentuan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) untuk logam Cu dan Zn ini dibutuhkan untuk mendapatkan kepekaan analisis yang maksimum menggunakan instrument spektrofotometer UV-Vis. Panjang gelombang maksimum ditunjukkan pada panjang gelombang yang memiliki absorbansi tertinggi. Hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang dari suatu larutan baku pada konsentrasi tertentu dibuat untuk menentukan panjang gelombang maksimum. Pada pengukuran panjang gelombang ini dilakukan pada rentang panjang gelombang 400-700 nm. Panjang gelombang ini dipilih karena ultraviolet (UV) memiliki panjang gelombang 200-380 nm, sedangkan sinar tampak (*visible*) memiliki rentang panjang gelombang 380-780 nm. Oleh karena itu, reaksi Cu^{2+} -ARS dan Zn^{2+} -ARS dapat memberikan warna merah keunguan diukur pada panjang gelombang 400-700 nm. Pengukuran dilakukan dengan menambahkan Cu^{2+} -ARS dan Zn^{2+} -ARS sebagai ligan untuk membentuk kompleks (Khopkar, 1990).

Panjang gelombang maksimum ditunjukkan dengan absorbansi tertinggi yang ditandai dengan adanya puncak seperti gambar dibawah ini yaitu gambar 4.1 λ_{maks} Cu dan gambar 4.2 λ_{maks} Zn.



Gambar IV.1. Panjang Gelombang Maksimum Cu²⁺- ARS

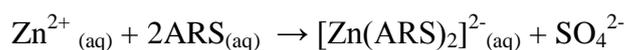
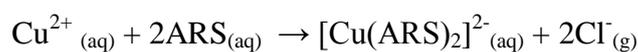


Gambar IV.2. Panjang Gelombang Maksimum Zn²⁺-ARS

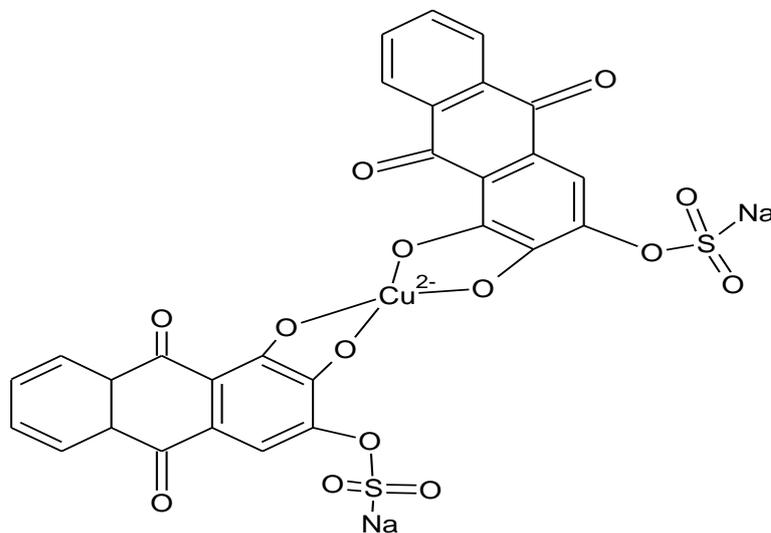
Panjang gelombang maksimum Cu²⁺-ARS yang dihasilkan terletak pada panjang gelombang 515 nm dengan absorbansi 0,268. Sedangkan panjang gelombang yang dihasilkan oleh Zn²⁺-ARS yaitu pada panjang gelombang 525 nm dengan absorbansi 0,304. Cu²⁺-ARS dan Zn²⁺-ARS memiliki warna keunguan sehingga terletak pada rentang warna pada panjang gelombang UV.

Reagen ARS merupakan agen pengkelat yang kuat karena adanya oksigen kuinoid dan dua gugus hidroksil pada α dan β dan jika direaksikan dengan logam akan membentuk cincin kompleks dengan ion logam tersebut. Ion logam berfungsi sebagai logam pusat dan ARS sebagai ligan. Logam yang elektronegatif memiliki kemampuan untuk membentuk kompleks yang stabil karena kecenderungan logam untuk menarik pasangan elektron lebih kuat. Ligan tersebut memiliki kemampuan untuk membentuk kompleks yang stabil karena dapat berikatan melalui lebih dari satu atom donor dengan logam menghasilkan ikatan yang lebih kuat (Rismiarti, 2018).

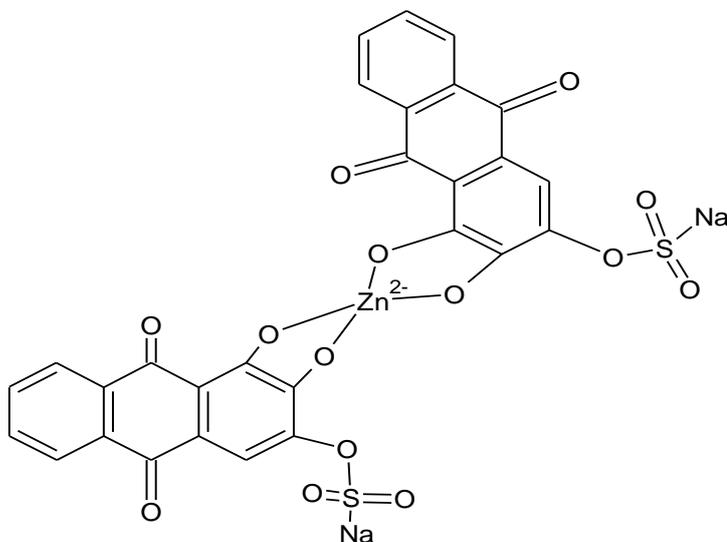
Diperkirakan reaksi yang terjadi antara Cu^{2+} dan Zn^{2+} dengan ligan ARS adalah sebagai berikut:



Berdasarkan persamaan reaksi tersebut maka struktur senyawa kompleks yang terbentuk diramalkan seperti pada gambar 4.3 dan 4.4 :



Gambar IV.3. Struktur $[\text{Cu}(\text{ARS})_2]^{2-}$



Gambar IV.4. Struktur $[Zn(ARS)_2]^{2-}$

IV.2 Penentuan pH Optimum

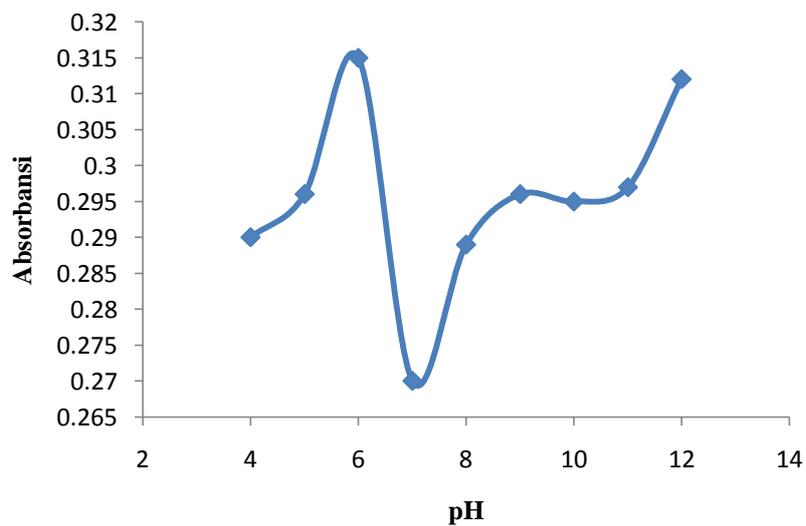
Penentuan pH optimum ini dilakukan dengan tujuan mendapatkan pH yang paling stabil untuk terbentuknya kompleks Cu^{2+} dan Zn^{2+} dengan larutan ARS. Reagen ARS dapat berubah warna tergantung pada pH dari larutan. Jika pH larutan asam akan terbentuk warna kuning dan larutan yang bersifat netral dan basa akan terbentuk warna merah bata (Sharda dkk, 2010).

Pengompleksan Cu^{2+} dan Zn^{2+} dengan menggunakan ARS menghasilkan merah keunguan yang disebabkan pembentukan kation kompleks reaksi Cu^{2+} -ARS dan Zn^{2+} -ARS. Senyawa kompleks yang terbentuk dibuat dengan mereaksikan larutan Cu^{2+} -ARS dan Zn^{2+} -ARS pada pH 4-12. Nilai penyerapan maksimum tergantung dari pH yang digunakan. Masing-masing logam dan diukur dengan pH yang berbeda dengan diukur pada panjang gelombang maksimum masing-masing logam yang telah diperoleh.

Hasil penentuan pH optimum untuk logam Cu dan Zn pada panjang gelombang maksimum adalah sebagai berikut:

Tabel IV.1.pH Optimum Logam Cu

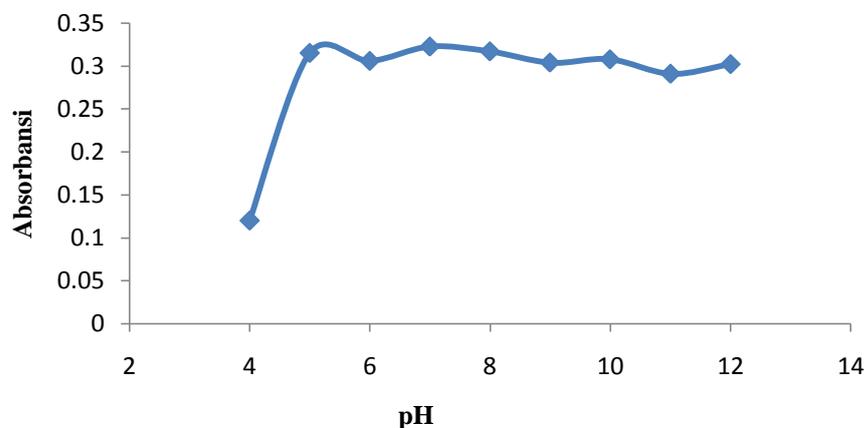
pH	Absorbansi
4	0,290
5	0,296
6	0,315
7	0,270
8	0,289
9	0,296
10	0,295
11	0,297
12	0,312



Gambar IV.5.Kurva pH Optimum Cu

Tabel IV.2. pH Optimum Logam Zn

pH	Absorbansi
4	0,120
5	0,315
6	0,306
7	0,323
8	0,317
9	0,304
10	0,308
11	0,291
12	0,302



Gambar IV.6. Kurva pH Optimum Logam Zn

Berdasarkan kedua kurva di atas, kurva pada gambar IV.5 dan IV.6 terlihat bahwa terjadi peningkatan jumlah absorbansi Cu^{2+} yang teradsorpsi pada pH 4-6 sedangkan pada Zn^{2+} teradsorpsi pada pH 4-7. Menurut Rocky dkk (2014) terjadi peningkatan pH tersebut dikarenakan banyaknya ion H^+ dalam larutan. Keberadaan ion H^+ dalam larutan dapat menyebabkan terjadinya persaingan antara ion H^+ dengan ion logam Cu^{2+} dan Zn^{2+} untuk berikatan dengan pasangan elektron bebas pada ARS. Dari data yang diperoleh di atas, hasil analisis penentuan pH optimum untuk Cu^{2+} adalah pada pH 6 dengan absorbansi 0,315 dan untuk Zn^{2+} adalah pH 7 dengan absorbansi 0,323. Pada pH 6 dan 7 ini terbentuk kompleks yang stabil dikarenakan terjadinya asosiasi ion dalam jumlah banyak sehingga dapat menyebabkan tereksitasinya logam dengan sempurna.

IV.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi merupakan suatu garis yang diperoleh dari titik-titik yang menyatakan suatu konsentrasi terhadap absorbansi yang diserap setelah dilakukan analisa regresi linear. Konsentrasi kurva kalibrasi dibuat harus sesuai rentang konsentrasi sampel. Konsentrasi yang dipilih untuk melakukan kurva kalibrasi yaitu 0, 10, 20, 30, 40 dan 50 ppm. Dimana masing-masing larutan standar ditambahkan larutan buffer untuk mengkondisikan pH menjadi pH 6 dan pH 7. Buffer ditambahkan agar kondisi pH tetap stabil. Penambahan buffer menyebabkan warna larutan berubah menjadi merah keunguan yang merupakan

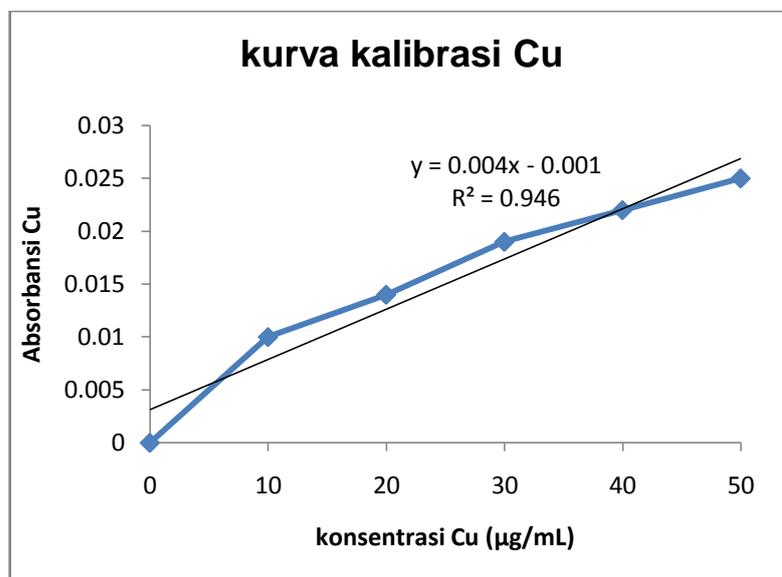
warna komplementer (warna yang terlihat) sehingga diukur pada panjang gelombang maksimum masing-masing logam.

Nilai absorbansi yang diperoleh dari hasil pengukuran absorbansi larutan standar dapat dilihat dari gambar 4.7 dan 4.8 bahwa semakin besar konsentrasi Cu^{2+} dan Zn^{2+} semakin besar pula absorbansinya yang dapat diprediksikan bahwa kurva kalibrasi akan berbentuk linear.

Data yang diperoleh pada pengukuran absorbansi larutan kompleks Cu^{2+} -ARS dan Zn^{2+} -ARS dengan konsentrasi 0-50 ppm adalah sebagai berikut: Tabel dan kurva kalibrasi Cu^{2+} -ARS dan Zn^{2+} -ARS adalah sebagai berikut:

Table IV.3. Kurva kalibrasi Cu^{2+}

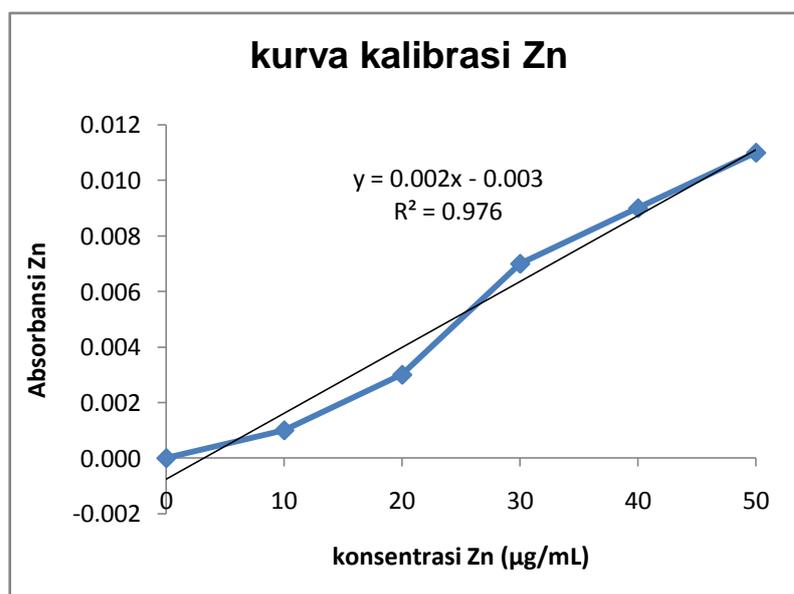
Konsentrasi	Absorbansi
0	0
10	0.01
20	0.014
30	0.019
40	0.022
50	0.025



Gambar IV.7. Kurva Kalibrasi Cu^{2+}

Tabel IV.4. Kurva Kalibrasi Zn^{2+}

Konsentrasi	Absorbansi
0	0
10	0.001
20	0.003
30	0.007
40	0.009
50	0.011



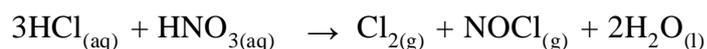
Gambar IV.8. Kurva Kalibrasi Zn

Kurva kalibrasi yang dihasilkan seperti pada gambar di atas, logam Cu^{2+} -ARS memiliki persamaan garis $Y = 0,004x - 0,001$ dengan nilai $r^2 = 0,946$ dan $y = 0,002x - 0,003$ dengan $r^2 = 0,976$ untuk Zn^{2+} -ARS. Menurut Djarot dan Kesawa (2016) syarat kurva kalibrasi dinyatakan baik bila nilai R^2 berada dalam rentang $0,9 > r^2 < 1$. Nilai r^2 menunjukkan bahwa antara absorbansi dan konsentrasi memiliki hubungan korelasi yang linear.

IV.5 Penentuan Kadar Cu dan Zn dalam Mineral Sulfida

Mineral sulfida yang digunakan pada penelitian ini adalah mineral sulfida yang berasal dari Kabupaten Sumba Timur, Kecamatan Matawai Lapau, Desa Wanggameti. Analisis kadar Cu dan Zn dari sampel mineral sulfida dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan cara destruksi basah. Karena pada umumnya destruksi basah dapat digunakan untuk menentukan unsur-unsur dengan konsentrasi yang rendah menggunakan asam-asam mineral pekat dan zat-zat pengoksidasi. Dalam penelitian ini, menggunakan zat pengoksidasi aqua regia ($\text{HCl} : \text{HNO}_3 ; 3 : 1$) karena daya oksidasinya sangat tinggi dan dapat melarutkan hampir semua logam termasuk logam-logam mulia, sehingga jika sampel dimasukan dalam zat pengoksidasi lalu dipanaskan pada suhu yang cukup lama maka sampel akan teroksidasi sempurna sehingga meninggalkan berbagai elemen-elemen pada larutan asam dalam bentuk senyawa anorganik.

Pada sampel batuan larutan yang digunakan adalah aqua regia. Saat awal destruksi, larutan berwarna hijau dan muncul gelembung kecil yang cukup banyak. Gelembung tersebut merupakan gas klor dan gas nitrosil klorida yang berfungsi untuk mengikat logam menjadi senyawa klorida. Berikut persamaan reaksi yang terjadi :



Pada akhir destruksi, larutan berwarna kuning dan terdapat endapan berwarna coklat. Endapan tersebut merupakan silika yang tidak dapat larut dengan aqua regia. Sampel air hasil destruksi kemudian disaring.

Sampel air hasil destruksi kemudian diencerkan menggunakan aquades 100 ml dan diuapkan hingga sampel 50 ml. Maka untuk memisahkan Fe dari larutan, dilakukan pengendapan dengan menggunakan NaOH 5 M untuk meningkatkan nilai pH menjadi pH 5 dari pH awal sampel adalah pH 1 yang ditambahkan pada larutan. Proses ini bertujuan untuk memekatkan sampel air sekaligus mengendapkan ion besi yang masih terikat dalam air. Pengendapan (presipitasi) adalah suatu proses pemisahan dari suatu fase padat keluar dari larutan. Endapannya mungkin berupa kristal atau koloid dan dapat dihilangkan dari larutan dengan penyaringan atau pemusingan (*centrifuge*) (Vogel,1985).

Mineral sulfida (FeS_2) saat teroksidasi akan menghasilkan Fe^{2+} . Fe^{2+} akan teroksidasi lebih lanjut menjadi Fe^{3+} , Untuk mengendapkan besi (III) atau Fe^{3+} , kita menambahkan basa atau NaOH dimana Fe^{3+} akan sulit larut pada pH 6 sampai 8.. Berikut persamaan reaksi yang terjadi :

1. $\text{FeS}_2 + 7/2\text{O}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + 2\text{SO}_4^{2-} + 2\text{H}^+$
2. $\text{Fe}^{2+} + 1/4 \text{O}_2 + \text{H}^+ \rightarrow \text{Fe}^{3+} + 1/2\text{H}_2\text{O}$
3. $\text{Fe}^{3+} + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3 + 3\text{H}^+$
4. $\text{FeS}_2 + 1/4 \text{Fe}^{3+} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 15\text{Fe}^{2+} + 2\text{SO}_4^{2-} + 16\text{H}^+$
5. $\text{Fe}^{3+} + \text{NaOH} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Fe}(\text{OH})_3 + \text{Na}^+ + 2\text{H}^+$

Maka hasil yang diperoleh berupa endapan besi Hidroksida [$\text{Fe}(\text{OH})_3$] dan endapan Natrium serta uap/gas Hidrogen.

Filtrat hasil destruksi dikomplekskan dengan ARS. Larutan tersebut diukur absorbansinya menggunakan instrumen spektrofotometer UV- Vis. Nilai absorbansi yang didapat kemudian diolah melalui persamaan linier yang berasal dari kurva kalibrasi untuk mendapatkan kadar tembaga dan seng dalam sampel. Hasil analisis kandungan Cu^{2+} dan Zn^{2+} dalam sampel mineral sulfida asal kabupaten Sumba Timur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan rata-rata kandungan Cu 1125 $\mu\text{g/g}$ dan Zn 4375 $\mu\text{g/g}$. Dari data diatas tersebut maka kita dapat melihat bahwa kandungan logam Zn lebih banyak dari logam Cu.