BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1 Penentuan Penetapan Kondisi Optimum

IV.1.1 Penentuan panjang gelombang

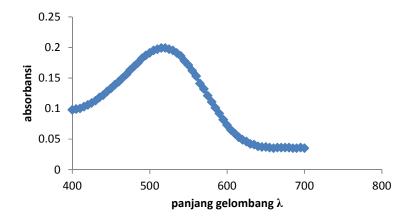
Pengukuran panjang gelombang maksimum kompleks Ni(II)-ARS dan Mn(II)-ARS dengan spektrofotometer UV-Vis merupakan pengukuran awal pada penelitian ini. Panjang gelombang maksimum merupakan panjang gelombang pada absorbansi tertinggi yang didapat dari hasil analisis menggunakan spektrofotemeter UV-Vis. Panjang gelombang yang digunakan untuk pengukuran dipilih kisaran 400-700 nm. Pengukuran λ_{max} dilakukan dengan mereaksikan Ni(II) dengan ARS dan Mn(II) dengan ARS, membentuk kompleks Ni(II)-ARS dan Mn(II)-ARS yang diukur absorbansinya untuk penentuan λ_{max} berwarna merah. Terbentuknya warna merah dikarenakan pH larutan netral.Larutan kompleks yang dapat ditentukan secara spektrofotometer UV-Vis melalui reaksi sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Ni$}^{2^{+}}\text{(aq)} + 2 \ \text{C}_{14}\text{H}_{7}\text{NaO}_{7}\text{S}\text{(aq)} &\rightarrow \left[\text{Ni}(\text{C}_{14}\text{H}_{7}\text{NaO}_{7}\text{S})_{2}\right]^{2^{-}}\text{(aq)} + 2\text{Na$}^{+} + 2\text{NO}_{3}^{-}\text{(aq)} \\ \text{Mn$}^{2^{+}}\text{(aq)} + 2 \ \text{C}_{14}\text{H}_{7}\text{NaO}_{7}\text{S}\text{(aq)} &\rightarrow \left[\text{Mn}(\text{C}_{14}\text{H}_{7}\text{NaO}_{7}\text{S})_{2}\right]^{2^{-}}\text{(aq)} + 2\text{Na$}^{+} + 2\text{CI}^{-}\text{(g)} \end{aligned}$$

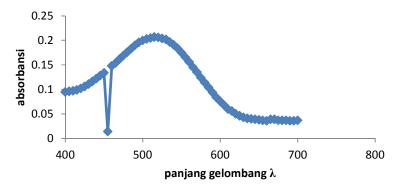
Dari kedua persamaan reaksi maka struktur kompleks yang terbentuk dan kurva yang dihasilkan dari absorbansi pada pengukuran sebagai berikut:

Gambar IV.1 Struktur Ni(II)-ARS

Gambar IV.2 Struktur Mn(II)-ARS



Gambar IV.3 Panjang gelombang maksimum Ni(II)-ARS pada rentang 400-700



Gambar IV.4 panjang gelombang maksimum Mn(II)-ARS pada rentang 400-700

Gambar IV.3 dan gambar IV.4 diatas dapat dilihat bahwa, warna merah keunguan yang dihasilkan pada kompleks Ni(II)-ARS dan Mn(II)-ARS merupakan warna komplementer yang diserap oleh kompleks tersebut. Penelitian pengaruh Ni²⁺ dan Cu²⁺ dengan ligan fenantrolin yang telah dilakukan oleh Budiana dkk., (2017) khususnya pada panjang gelombang Ni²⁺ berada pada λ_{max} 330 nm. Hal yang sama dilakukan oleh Jannatin dkk., (2017) pada analisis histamin dengan pereaksi Ni²⁺ dan ARS secara spektrofotomtri UV-Vis, Ni²⁺ berada pada λ_{max} 520 nm. Puncak Ni(II)-ARS berada pada λ_{max} 520 nm dengan absorbansi tertinggi 0,199.

Menurut Rusydi dkk., (2004) dalam penetapan Mn^{2+} dengan pereaksi tea dan periodat menggunakan spektrofotometer UV-Vis menyatakan bahwa analisis Mn menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada umumnya berada pada panjang gelombang 450- 590 nm dan kebanyakkan berada pada puncak 510 dan 520 nm. Puncak Mn(II)-ARS berada pada λ_{max} 510 dengan absorbansi tertinggi 0,206.

IV.1.2 penentuan pH optimum

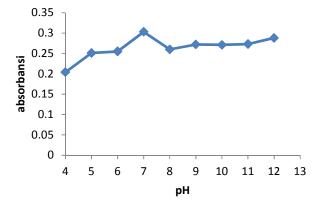
Pada penentuan pH optimum tujuannya adalah untuk mengetahui pada pH berapa kompleks Ni²⁺ dan Mn²⁺ dengan ARS terbentuk maksimal dan berada dalam keadaan stabil. Langkah awal yang dilakukan dalam penelitian ini adalah menentukan pH optimum antara logam Ni²⁺ dan Mn²⁺ menggunakan reagen ARS dengan variasi pH 4-12. Pembentukan senyawa kompleks dengan reagen ARS sangat dipengaruhi oleh pH. Jika pH larutan asam akan terbentuk warna kuning dan larutan yang bersifat netral dan basa akan terbentuk warna merah bata (Sharda, 2010). Hasil pengamatan absorbansi pada logam Ni dan Mn dengan berbagai variasi pH dan kurva yang dihasilkan dari absorbansi pada pengukuran adalah sebagai berikut:

Tabel IV.1 Hasil data pH optimum logam Ni

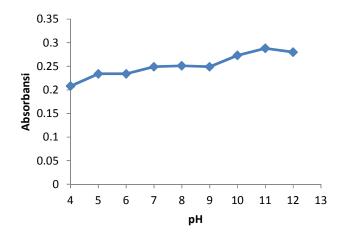
	A1 1 '
pН	Absorbansi
4	0,204
5	0,251
6	0,255
7	0,303
8	0,260
9	0,272
10	0,271
11	0,273
12	0,288

Tabel IV.2 Hasil data pH optimum logam Mn

рН	Absorbansi
4	0,208
5	0,234
6	0,234
7	0,249
8	0,251
9	0,249
10	0,273
11	0,288
12	0,280



Gambar IV.5 Kurva pH optimum Ni



Gambar IV.6 Kurva pH optimum Mn

Deswati dkk., (2013) mengatakan bahwa penetuan logam dengan salah satu parameter optimum analitik yang lakukan adalah penentuan pH menyatakan bahwa Kondisi pH suatu larutan dapat mempengaruhi kestabilan kompleks yang terbentuk dan konsentrasi analit yang terdeposisi pada elektroda kerja sekaligus arus puncak yang dihasilkan. Tinggi arus puncak optimum terjadi pada pH 7 dengan nilai absorbansi 0,303 untuk Ni²⁺ dan pH 11 dengan nilai absorbansi 0,288 untuk Mn²⁺. hal ini disebabkan adanya perubahan intensitas warna kompleks yaitu warna merah keunguan dan semakin meningkatnya pH larutan, maka semakin banyak ion Ni²⁺ dan ion Mn²⁺ dalam bentuk ion-ion bebas. akibatnya ion-ion tersebut dapat dengan mudah membentuk kompleks logam-ARS. Hal yang sama dilakukan oleh Selpiana dkk., (2016) pada penentuan kadar Pb dengan ligan ARS menggunakan spektrofotometri UV-Vis menyatakan bahwa ion logam dalam keadaan bebas mudah terkompleks dengan ligan. ARS berperan sebagai ligan sedangkan ion logam Ni dan Mn sebagai ion pusat.

IV.1.3 penentuan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi merupakan suatu garis yang diperoleh dari titik-titik yang menyatakan suatu konsentrasi terhadap absorbansi yang diserap setelah dilakukan analisa regresi linier. Konsentrasi Ni dan Mn secara spektrofotometri UV-Vis ditentukan berdasarkan kurva kalibrasi yang dibuat dengan mengukur absorbansi larutan standar Ni dan Mn dengan variasi 0, 10, 20, 30, 40 dan 50 ppm. Nilai

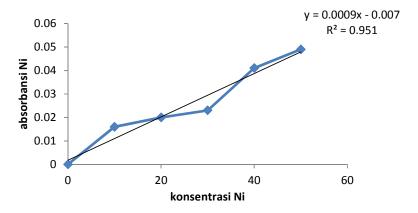
absorbansi yang diperoleh dari hasil pengukuran absorbansi larutan standar Ni dan Mn dengan variasi 0-50 ppm dapat dilihat gambar 7 dan 8.

Tabel IV.3 Hasil data penentuan kurva kalibrasi logam Ni

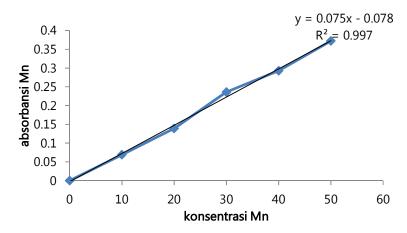
Konsentrasi (ppm)	absorbansi
0	0
10	0,016
20	0,02
30	0,023
40	0,041
50	0,049

Tabel IV.4 Hasil data penentuan kurva kalibrasi logam Mn

Konsentrasi (ppm)	absorbansi
0	0
10	0,069
20	0,139
30	0,236
40	0,293
50	0,372



Gambar IV.7 Kurva kalibrasi senyawa kompleks Ni(II)-ARS



Gambar IV.8 Kurva kalibrasi senyawa kompleks Mn(II)-ARS

Berdasarkan gambar IV.7 dan IV.8 terlihat bahwa Kurva kalibrasi yang terbentuk pada gambar 7 memiliki persamaan garis y=0,0009x-0,007 dengan nilai $r^2=0,951$. Nilai regresi ini menunjukkan adanya korelasi yang erat antara absorbansi dengan konsentrasi. Karena memiliki nilai regresi 0,951 < r < 1. Sedangkan pada gambar 8 terlihat bahwa kurva kalibrasi yang terbentuk memiliki persamaan garis y=0,075x-0,078 dengan nilai $r^2=0,997$.Nilai regresi ini menunjukkan adanya korelasi yang erat antara absorbansi dengan konsentrasi. (Ninda dan Djarot, 2017)

IV.2Kandungan kadar Ni dan Mn dalam mineral sulfida

Penentuan kandungan kadar Ni dan Mn dalam mineral sulfida dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis berasal dari provinsi NTT tepatnya Kab. Sumba Timur. Sampel berupa serbuk dengan ukuran 250 mesh dilakukan dengan metode destruksi basah karena metode ini cukup baik dan sangat sesuai untuk penentuan unsur-unsur logam yang mudah menguap. Kesempurnaan destruksi ini ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik

Dalam penelitian ini, menggunakan zat pengoksidasi agua regia (HCl; 3: HNO₃; 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 temperatur yang cukup lama maka

sampel akan teroksidasi sempurna sehingga meninggalkan berbagai elemenelemen pada larutan asam dalam bentuk senyawa anorganik.

Pada 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 dengan reaksi sebagai berikut:

$$3HCI_{(aq)} + HNO_{3(aq)} \rightarrow CI_{2(g)} + NOCI_{(g)} + 2 H_2O_{(l)}$$

Pada akhir destruksi, larutan berwarna kuning dan terdapat endapan berwarna coklat. Endapan tersebut merupakan silica yang tidak dapat larut dengan aquaregia. Filtrat hasil destruksi kemudian disaring dan diencerkan menggunakan aquades sampai 100 ml, kemudian didestruksi lagi hingga menjadi 50 ml.

Untuk menentukan kandungan kadar nikel dan mangan, sampel terlebih dahulu dilakukan pengendapan terhadap besi, karena besi merupakan unsur pembentuk utama yang paling banyak dalam mineral sulfida dan bersifat asam. Pengendapan (presipitasi) adalah suatu proses pemisahan diri suatu fase padat keluar dari larutan (Vogel, 1985). Endapannya mungkin berupa kristal atau koloid dan dapat dikeluarkan dari larutan dengan penyaringan atau pemusingan.

Proses pengendapan menggunakan NaOH 5 Mbertujuan untuk memekatkan sampel destruksi sekaligus mengendapkan ion besi yang masih terikat dalam sampel tersebut. Besi ferri (Fe³⁺) berada dalam kondisi teroksidasi dan membentuk Fe(OH)₃, sedangkan besi ferro (Fe²⁺) berada dalam kondisi tereduksi dan membentuk FeCO₃ dan Fe(OH)₂. Besi mengendap pada kisaran pH 4 – 12 dalam bentuk Fe(OH)₃, FeCO₃, dan Fe(OH)₂ (Evangelou, 1998). Proses pengendapan Fe³⁺ dalam NaOH dengan reaksi sebagai berikut:

$$Fe^{3+} + NaOH \rightarrow Fe(OH) + Na^{+}$$

 $Fe^{3+} + NaOH + 2H_2O \rightarrow Fe(OH)_3 + Na^{+} + 2H^{+}$

Hasilnya berupa endapan besi hidroksida [Fe(OH)₃] dan endapan natrium serta uap/ gas hidroksida. Selain besi mengalami proses pengendapan, sebagian manganjuga ikut mengendap bersama Fe. Hal ini dikarenakan besi ferro (Fe²⁺) dapat bereaksi dengan mangan oksida (MnO₂) yang tidak larut, mengikuti reaksi dibawah ini:

$$MnO_2 + 4H^+ + 2Fe^{2+} \rightarrow Mn^{2+} + 2Fe^{3+} + 2H_2O$$

 $Fe^{3+} + 3H_2O \rightarrow Fe(OH)_3 + 3H^+$

Reaksi di atas menunjukkan Fe^{2^+} terlarut dapat mereduksi mangan oksida kedalam bentuk Mn^{2^+} yang larut (Stumm dan Morgan, 1981). Hasil analisis kandungan kadar Ni^{2^+} dan Mn^{2^+} dalam sampel mineral sulfida asal kabupaten Sumba Timur menggunakan spektrofotofotometer UV-Vis dengan rata-rata 7638,75 μ g/g untuk Ni dan 14732,5 μ g/g untuk Mn. berdasarkan data tersebut menunjukkan bahwa kadar logam Ni lebih banyak dari logam Mn.