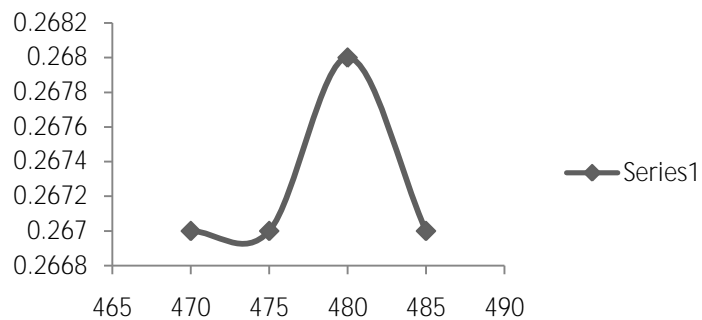


## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

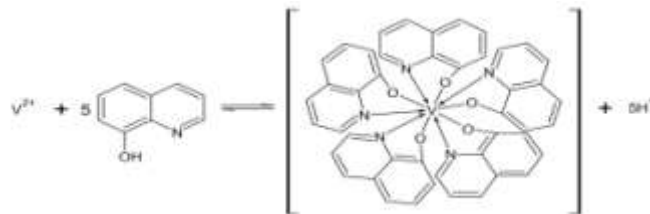
### IV.1 Panjang Gelombang Maksimum Logam Vanadium

Penelitian ini dilakukan pengukuran panjang gelombang maksimum yang merupakan tahap awal. Panjang gelombang maksimum ditunjukkan pada gambar IV.1 sebagai berikut:



Gambar IV.1 Panjang gelombang maksimum [v-oksin]

Penentuan max ditentukan berdasarkan reaksi vanadium dan pengompleks oksin yang memiliki absorbansi maksimal. Reaksi yang terjadi pada pembentukan kompleks vanadium-oksin sebagai berikut:



Gambar IV.2 Struktur antara logam V- 8-hidroksikuinolin

Panjang gelombang maksimum kompleks V-oksin ditentukan dengan menggunakan metode spektrofotometri UV-Visible. Dari Gambar IV.2 dapat dilihat bahwa penyerapan maksimum terjadi pada panjang gelombang 480 nm. Vanadium (V) dengan pengompleks oksin dapat diserap pada panjang gelombang 480 nm dengan absorbansi 0,268 dan warna yang terbentuk adalah orange.

### IV.2 Optimasi pH Optimum logam Vanadium

Pada proses optimasi analisis logam vanadium dengan menggunakan pengompleks oksin pada variasi pH 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12. Logam

vanadium 4 ppm ditambahkan dengan pengompleks oksin 0,1 M, kemudian di ekstraksi. Hasil dari pengukuran pH optimum menggunakan spektrofotometri UV-Visible yakni pH optimum pada pH 2 dengan absorbansi 0,537. Presentasi ekstraksi V dengan pengompleks oksin pada variasi pH dapat dihitung dengan persamaan :

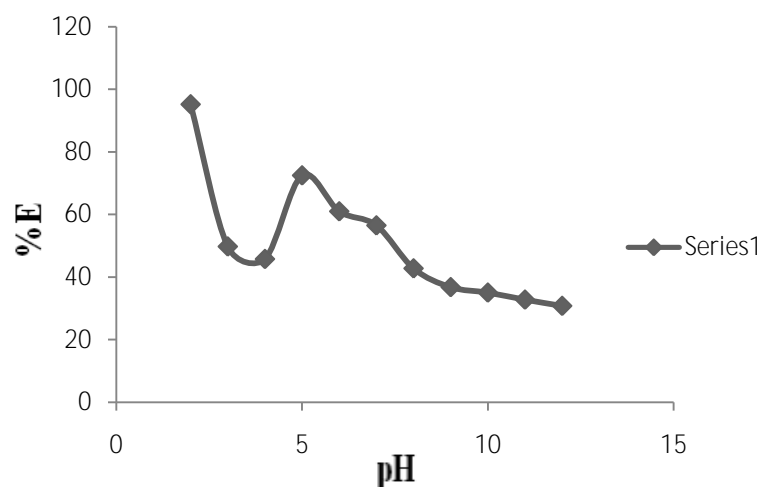
$$\% = \frac{\text{absorbansi}}{\text{absorbansi maksimum}} \times 100 \quad (\text{IV.1})$$

Persamaan di atas dapat diperoleh data presentase ekstraksi pada optimasi variasi pH yang terdapat pada tabel IV.2 sebagai berikut :

Tabel IV.1 Hasil perhitungan %E untuk ekstraksi V pada berbagai variasi pH

pH	%E
2	95,25
3	49,75
4	45,75
5	72,50
6	61,00
7	56,50
8	42,75
9	36,75
10	35,00
11	32,75
12	30,75

Berdasarkan Tabel IV.1 dapat dibuat grafik hubungan antara variasi pH dan %E diperoleh grafik seperti pada Gambar IV.3



Gambar IV.3 Hubungan variasi pH dengan %E pada ekstraksi V

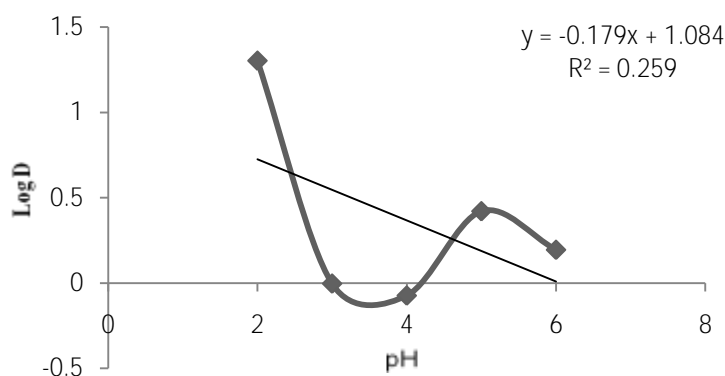
Dari pH optimum logam merupakan kompleks stabil V dengan oksin dalam pelarut kloroform. Pengaruh pH pada hasil ekstraksi sesuai dengan persamaan (6) yang menunjukkan bahwa pengaruh perbandingan distribusi (D) merupakan fungsi pH dan persentase ekstraksi dipengaruhi oleh D, maka persentase ekstraksi dipengaruhi oleh pH. Harga %E dapat digunakan untuk menghitung harga D yang dapat diselesaikan dengan persamaan (6), seperti pada tabel IV.2 berikut ini:

Tabel IV.2 Harga perbandingan distribusi (D) pada ekstraksi V pada pH 2, 3, 4, 5, dan 6 dengan konsentrasi oksin 0,1 M.

Tabel IV.2 Harga perbandingan distribusi (D) dan Log D

Optimasi pH	$D_V$	Log $D_V$
6	1,564	0,194
5	2,636	0,420
4	0,843	-0,074
3	0,999	-0,004
2	20,052	1,302

Data pada tabel IV.2 menunjukkan bahwa harga perbandingan distribusinya (D) dengan nilai tertinggi pada pH 2 untuk logam vanadium. Hal ini dapat dikatakan bahwa semakin tinggi nilai D, maka ekstraksi semakin baik. Data IV.2 dapat digambarkan dengan memplotkan Log D dengan pH.



Gambar IV.4. Hubungan antara log D terhadap pH pada ekstraksi logam V

Berdasarkan Gambar IV.4 diperoleh slope  $-0,179x$ . Tetapan ekstraksi ( $K_{eks}$ ) untuk logam V dari variasi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (6) dengan menyelesaikan persamaan garis pada Gambar IV.4 yaitu:  $y = -0,179x + 1,084$ . Hasil yang diperoleh yaitu  $K_{eks} = 12,133$ .

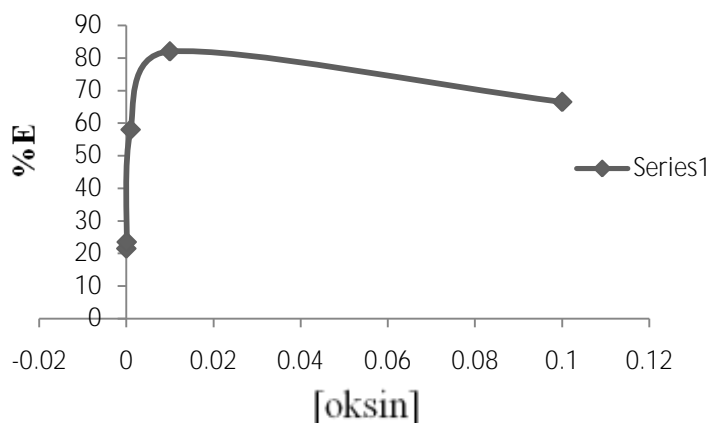
### IV. 3 Optimasi Konsentrasi 8-Hidroksikuinolin

Pada pengukuran optimasi konsentrasi logam V-8-hidroksikuinolin dengan variasi konsentrasi  $10^{-5}$ ,  $10^{-4}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-2}$ , dan 1 M pada pH 2 untuk logam vanadium disajikan pada Tabel IV.3 :

Tabel IV.3 Pengaruh konsentrasi oksin terhadap %E dalam ekstraksi

Konsentrasi (M)	%E
$10^{-5}$	21,50
$10^{-4}$	23,25
$10^{-3}$	58,00
$10^{-2}$	82,00
$10^{-1}$	66,50

Berdasarkan Tabel IV.3 dapat dikatakan bahwa semakin besar konsentrasi oksin maka semakin besar juga presentasi ekstraksi. Hal ini berarti semakin banyak logam vanadium yang terekstrak ke dalam fasa organik. Pada penelitian ini presentasi konsentrasi oksin paling tinggi yakni berada pada konsentrasi  $10^{-2}$  M. Dengan demikian konsentrasi oksin yang dipakai yakni konsentrasi  $10^{-2}$  M. Hubungan antara konsentrasi oksin dengan absorbansi dapat disajikan dalam grafik sebagai berikut :



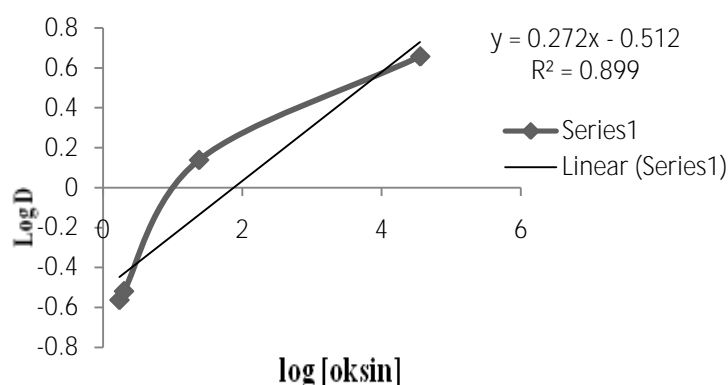
Gambar IV.5 Hubungan antara konsentrasi oksin dengan %E

Selanjutnya dari hasil perhitungan dapat ditentukan harga perbandingan distribusinya (D) dan log D untuk logam vanadium yang disajikan dalam Tabel IV.4.

Tabel IV.4 Harga perbandingan distribusi (D) dan log D ekstraksi V pada pH 2 dengan variasi log [oksin].

$D_V$	$\text{Log}D_V$
0,237	-0,563
0,302	-0,519
1,380	0,139
4,555	0,658

Data IV.4 diatas dapat disajikan dalam bentuk grafik log D dengan log [oksin] untuk logam V.



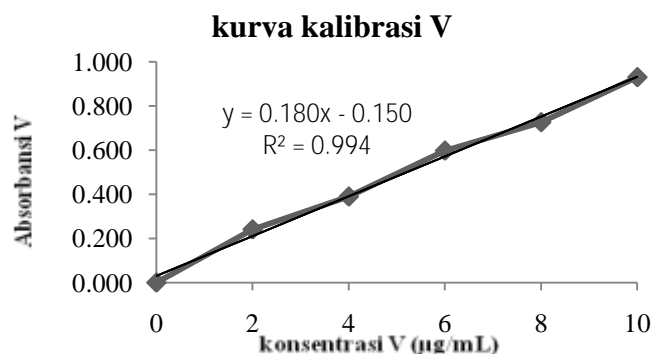
Gambar IV.6 Hubungan log D terhadap log [oksin] pada ekstraksi V

Berdasarkan Gambar IV.6 diperoleh kurva garis lurus dan mempunyai persamaan  $y = 0,272x - 0,512$  dan koefisien determinasi ( $R^2$ ) adalah 0,899 yang artinya adanya hubungan yang kuat antara [oksin] dengan nilai D. Dari persamaan diperoleh harga intersep sama dengan -0,512 sehingga  $K_{eks} = 0,307$

#### IV.4 Kurva Kalibrasi Vanadium

Tabel IV.5 Kurva kalibrasi

Konsentrasi ( $\mu\text{g/mL}$ )	Absorbansi
0	0,000
2	0,241
4	0,390
6	0,598
8	0,727
10	0,931



Gambar IV.7 Hubungan antara variasi logam V dengan absorbansi

Kurva kalibrasi merupakan suatu garis yang diperoleh dari titik-titik yang menyatakan suatu konsentrasi terhadap absorbansi yang diserap setelah dilakukan analisa regresi linier.

Pada penelitian ini variasi konsentrasi yang dipakai dalam pengukuran kurva kalibrasi yaitu: 2; 4; 6; 8; 10 µg/mL. Dari kurva kalibrasi standar yang didapatkan persamaan regresi  $y = 0,180x - 0,150$  dengan  $R^2 = 0,994$ . Koefisien korelasi ( $R^2$ ) sebesar 0,994 menyatakan bahwa terdapat korelasi yang erat dan linearitas yang baik antara konsentrasi larutan vanadium dengan absorbansinya. Hal ini dikarenakan nilai kisaran  $r^2$  berada pada rentang  $0,9 < r^2 < 1$ . Nilai  $r^2$  menunjukkan bahwa antara absorbansi dan konsentrasi memiliki hubungan korelasi yang linear (Djarot dan Kesawa, 2016)

#### IV.5 Pengaruh Interferensi $\text{Ca}^{2+}$ terhadap logam Vanadium

Tabel IV.6 Pengaruh interferensi  $\text{Ca}^{2+}$  terhadap logam vanadium

C Vanadium (ppm)	$\text{Ca}^{2+}$	
	C (ppm)	A
4	0	0,333
4	50	0,315
4	100	0,307
4	200	0,328
4	300	0,332
4	500	0,326
4	700	0,327
4	900	0,338
4	1000	0,332

Pada penelitian ini dilakukan uji selektivitas kompleks V- oksin terhadap logam pengganggu  $\text{Ca}^{2+}$  dengan variasi konsentrasi; 0; 50; 100; 200; 300; 500; 700; 900 dan 1000  $\mu\text{g/mL}$ . Berdasarkan Tabel IV.6 nilai absorbansi vanadium ketika ditambahkan  $\text{Ca}^{2+}$  tidak melebihi absorbansi dari vanadium dan hal ini hampir terjadi pada semua variasi konsentrasi  $\text{Ca}^{2+}$ . Menurut Khan,dkk (2010) perbandingan konsentrasi antara vanadium dengan kalsium yaitu pada perbandingan 5 $\mu\text{g/L}$  V : 2000  $\mu\text{g/L}$   $\text{Ca}^{2+}$ , tidak mengganggu analisis vanadium karena %*recovery* dari vanadium 98,6. Hal ini menunjukkan bahwa vanadium lebih mudah bereaksi dengan oksin dari pada bereaksi dengan  $\text{Ca}^{2+}$ .

#### IV.6 Kandungan Logam Vanadium dalam sampel Mineral Sulfida

Tabel IV.7 Kandungan V dalam sampel mineral sulfida sebelum dan sesudah pengendapan

No	Kadar sebelum pengendapan ( $\mu\text{g/g}$ )	Kadar sesudah pengendapan ( $\mu\text{g/g}$ )
I	979	265,55
II	883,25	253,3
<b>Rata-rata</b>	931,12	518,85

Ket: Faktor pengenceran sampel tanpa pengendapan lima kali.

Pada penelitian ini sampel batuan mineral yang digunakan adalah sampel batuan mineral sulfida yang berasal dari kabupaten Sumba Timur. Dalam proses destruksi digunakan aquaregia sebagai pengoksidasi dengan perbandingan HCl :  $\text{HNO}_3$  (3: 1). Pada awal destruksi ketika sudah ditambahkan aquaregia warna larutan sampel kehitaman dan terdapat gembung-gelembung kecil. Berikut persamaan reaksi yang terjadi :



Pada akhir destruksi larutan sampel berwarna kuning dan terdapat endapan berwarna hitam, kemudian larutan sampel di saring. Larutan sampel didestruksi sebanyak dua kali untuk dilakukan variasi sampel dengan tanpa pengendapan dan pengendapan  $\text{Fe}^{3+}$ . Dalam pengujian interferensi  $\text{Ca}^{2+}$  tidak mengganggu analisis vanadium dan oksin sehingga dilakukan pengendapan Fe karena Fe merupakan salah satu logam mayor yang dapat mengganggu analisis. Pada tahap tanpa

pengendapan larutan sampel langsung di ubah pHnya ke pH optimum kemudian ditambahkan buffer pH optimum untuk menstabilkan pH lalu larutan sampel dikomplekskan dengan oksin dan diekstraksi. Hasil ekstraksi dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Hasil analisis sampel dapat dilihat pada Tabel IV.7 . Setelah dilakukan analisis tanpa pengendapan, dilanjutkan analisis dengan pengendapan logam  $\text{Fe}^{3+}$  dalam larutan sampel dengan menambahkan larutan NaOH sampai pH 3 sebab pada pH tersebut  $\text{Fe}^{3+}$  akan mulai mengendap.

Mineral sulfida ( $\text{FeS}_2$ ) saat teroksidasi akan menghasilkan  $\text{Fe}^{2+}$ .  $\text{Fe}^{2+}$  akan teroksidasi lebih lanjut menjadi  $\text{Fe}^{3+}$ . Pengendapan besi (III) atau  $\text{Fe}^{3+}$  dapat dilakukan menambahkan basa atau NaOH. Persamaan reaksi yang terjadi selama proses pengendapan yaitu :



Maka hasil yang diperoleh berupa endapan besi Hidroksida [ $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ] dan endapan natrium serta ion hidrogen. Filtrat hasil destruksi di atur ke pH optimum dengan penambahan NaOH ditambahkan larutan buffer pH 2 untuk menstabilkan larutan sampel kemudian dikomplekskan dengan oksin pada kondisi optimum kemudian diekstraksi. Hasil ekstraksi di analisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis dengan dua kali pengukuran. Hasil analisis sampel dapat di lihat pada tabel IV.7. Nilai absorbansi yang didapat kemudian diolah melalui persamaan linier yang berasal dari kurva kalibrasi untuk mendapatkan kadar vanadium dalam sampel. Kadar Vanadium dalam mineral sulfida sebelum dan sesudah pengendapan besi dengan NaOH pada pH 3 adalah 931,12  $\mu\text{g/g}$  dan 518,85  $\mu\text{g/g}$ .