



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

**PENENTUAN MOLIBDENUM SECARA SPEKTROFOTOMETRI
DENGAN PENGOMPLEK TIOSIANAT DAN ANALISIS UNSUR
UTAMA SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM DALAM
BATUAN BUKIT PARONGGANG KABUPATEN SOLOK**

TESIS



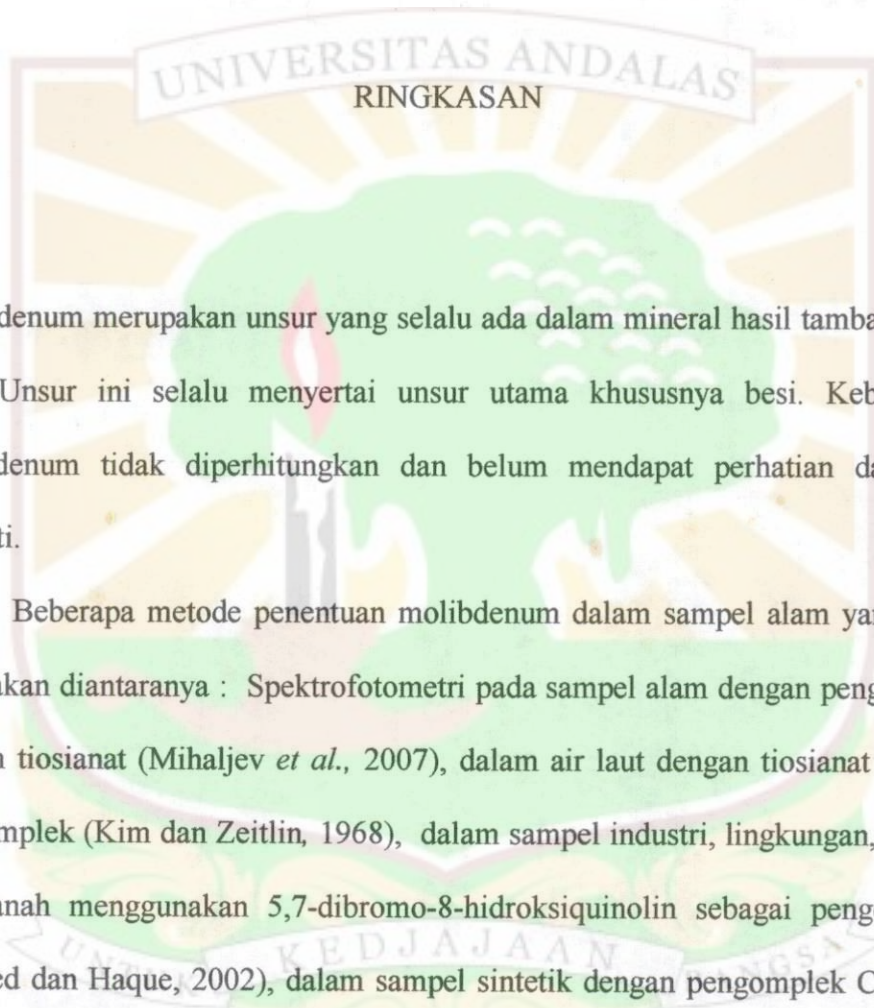
**ROZALINDA
06207061**

**PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG 2008**

PENENTUAN MOLIBDENUM SECARA SPEKTROFOTOMETRI DENGAN
PENGOMPLEK TIOSIANAT DAN ANALISIS UNSUR UTAMA SECARA
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM DALAM BATUAN
BUKIT PARONGGANG KABUPATEN SOLOK

Oleh : ROZALINDA

(Di bawah bimbingan Hamzar Suyani dan Safni)



Molibdenum merupakan unsur yang selalu ada dalam mineral hasil tambang bijih besi. Unsur ini selalu menyertai unsur utama khususnya besi. Keberadaan molibdenum tidak diperhitungkan dan belum mendapat perhatian dari para peneliti.

Beberapa metode penentuan molibdenum dalam sampel alam yang telah digunakan diantaranya : Spektrofotometri pada sampel alam dengan pengomplek kalium tiosianat (Mihaljev *et al.*, 2007), dalam air laut dengan tiosianat sebagai pengomplek (Kim dan Zeitlin, 1968), dalam sampel industri, lingkungan, biologi dan tanah menggunakan 5,7-dibromo-8-hidroksiquinolin sebagai pengomplek, (Ahmed dan Haque, 2002), dalam sampel sintetik dengan pengomplek CHMFC, (Bishnoi dan Sharma, 2004), spektrofotometri turunan pertama, (Abbaspour dan Baramakeh, 2002). Metode analisis injeksi alir dalam berbagai sampel, (Barakat dan Mahmoud, 2003), metode electro thermal atomic absorbtion spectrometry (ET-AAS) dalam serum manusia, (Barrera *et al.*, 1991), metode spektroskopi refleksi difusi menggunakan pirokatekol violet sebagai pengomplek, (Kononova

et al., 2004), metode kolorimetri menggunakan ditiol sebagai pengomplek, (Williams, 2006), induktively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) dalam sampel laut, (Petisleam *et al.*, 2006), induktively coupled plasma atomic emission spektrometry (ICP-AES) dalam material besi, (Fereira *et al.*, 2001), voltammetry stripping katoda adsorpsi dalam larutan asam nitrat 0,15 M, (Hajian dan Shams, 2006) dan metode ditiol (Young, 1971).

Teknik yang digunakan itu belum ada memakai metode spektrofotometri yang dikembangkan secara sederhana pada penentuan molibdenum dalam batuan dengan menggunakan larutan standar amonium metamolibdat, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan pengomplek tiosianat. Umumnya metode yang telah digunakan belum ada biayanya yang murah dan sederhana. Penggunaanya benar-benar harus ahli karena membutuhkan tahapan proses yang rumit.

Penentuan molibdenum dalam batuan bijih besi dengan metode spektrofotometri yang dikembangkan secara sederhana menggunakan tiosianat sebagai pengomplek sangat sensitif dan selektif. Beberapa unsur utama yang juga terdapat dalam bijih besi seperti besi, tembaga, mangan, seng dan timbal untuk menentukannya digunakan metode atomic spektroskopi serapan atom (SSA).

Tujuan penelitian adalah mendapatkan metode spektrofotometri untuk penentuan kadar unsur molibdenum dalam batuan dan kadar unsur utama (besi, tembaga, mangan, seng dan timbal).

Manfaat dari penelitian ini yaitu dapat menjadi metode yang baik untuk menentukan unsur molibdenum dalam batuan secara spektrofotometri. Juga memberikan informasi kadar molibdenum dan unsur utama serta sebagai bahan

informasi bagi peneliti berikutnya dalam usaha mengatasi gangguan pada penentuan molibdenum.

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Analisis Terapan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam UNAND Padang, sejak bulan Maret 2007 sampai dengan Februari 2008. Alat-alat yang digunakan meliputi spektrofotometer UV visible (S 1000 Secomam, France), thermo spectronic Genesys 20 (USA), atomic absorption spectroscopy (AAS) (UKE) serta neraca analitik (Ohaus merk Adventurer USA), hot plate serta peralatan gelas lainnya. Bahan kimia yang digunakan yaitu amonium metamolibat $\{(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O\}$, asam nitrat p.a (HNO_3 p.a), asam klorida p.a (HCl p.a), kalium tiosianat (KSCN), kalium iodida (KI), natrium sulfat (Na_2SO_3), feri amonium sulfat ($NH_4Fe(SO_4)_2.12H_2O$), tembaga sulfat ($CuSO_4.5H_2O$), seng sulfat ($ZnSO_4.7H_2O$), logam mangan dan timbal (Merk) serta akuabides.

Variabel-variabel yang ditentukan pada kondisi ini adalah penentuan panjang gelombang maksimum, kurva kalibrasi standar, aplikasi pada sampel batuan bijih besi, rekoverti dan pengaruh ion pengganggu (ion besi). Menentukan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan cara mengambil 6 mg/L larutan amonium metamolibat, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 25 mL asam klorida (1 : 2). Selanjutnya ditambahkan 3 mL larutan kalium tiosianat 25 %, 3 mL larutan kalium iodida 50 %, 2 mL larutan natrium sulfat 1 % dan ditambahkan akuabides sampai tanda batas. Labu dibolak-balik sebanyak ± 12 kali dan dibiarkan selama 30 menit. Setelah itu dimasukkan ke dalam kuvet untuk diukur dengan spektrofotometer UV/Vis. Panjang gelombang diset dari 300-600 nm.

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa metode tiosianat yang dikembangkan secara sederhana mempunyai kemampuan yang baik untuk penentuan molibdenum dengan spektrofotometer UV/Vis. Serapan maksimum diperoleh pada panjang gelombang 456 nm. Aplikasi metode dilakukan pada sampel batuan dan didapatkan kandungan molibdenum terbesar sebanyak 0,09 %.

Nilai standar deviasi relatif (SDR) didapatkan dari 11 kali pengukuran pada konsentrasi 6 mg/L adalah 0,433 %. Limit deteksi (LoD) yang terdeteksi dari metode ini yaitu 0,027 mg/L, sedangkan Limit kuantitasi (LoQ) = 0,089 mg/L. Didapatkan juga nilai absorpsivitas molar (ϵ) = $7,760 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ dan sensitivitas Sandell $12 \mu\text{g cm}^{-2}$. Pada rentangan konsentrasi 2-10 mg/L didapatkan persamaan regresi $y = 0,078x + 0,0172$, koefisien determinasi (R^2)=0,996 dan gradien 0,078 serta nilai rekoverti yang diperoleh sangat baik yaitu 97,45 %.

Pengaruh ion pengganggu yang telah diuji cobakan adalah ion besi(III) dengan konsentrasi 10-400 mg/L. Pada penambahan ion besi (III) sampai dengan konsentrasi 200 mg/L kelihatannya belum mengganggu karena tidak terjadi kenaikan sinyal. Pada penambahan 400 mg/L terjadi kenaikan sinyal yang sangat signifikan yaitu sebesar 504,054 %. Dari hasil analisa didapatkan semua sampel mengandung molibdenum dan unsur-unsur utama (besi, mangan, seng, tembaga dan timbal). Kadar unsur utama yang paling banyak dalam batuan adalah besi yang terdapat dalam sampel 5 (S5) sebesar 60,472 %.

11 juni 2008

*"ALLAH akan meninggikan
Orang Orang yang beriman dan
Orang orang yang diberi ilmu pengetahuan
Beberapa derajat"
(Alqur'an surat Mujadilah ayat 11)*



*Ya ALLAH!
Janganlah kami menuntut ilmu karena ria
Dan jangan pulalah kami meninggalkannya
Karena mu
Ya Rabbil
Jauhkanlah kami dari keangkuhan dan
Kesombongan karena ilmu dan jadikanlah
Ilmu sebagai pegangan bagi kami untuk menuju-Mu
Ya Rabbil, amin.....*

*Semua ini aku persembahkan untuk orang-orang yang terkasih:
Ibuku Nuraja tersayang dan Bapakku Baheram (Alm) terkasih yang telah mengilhami
hidupku dan penyejuk hatiku yang tidak pernah bosannya memberi semangat dan nasehat.
Untuk suamiku tercinta Efrizal A. yang selalu memberikan dukungan terbaik dalam
hidupku agar tercapainya segala keinginanku. Untuk keempat buah hatiku tersayang Rofe
Efindro, Rofi Yuliantra, Jefri Elfiandri dan Alfin Rahman, engkau merupakan penyejuk
hatiku yang selalu memberi semangat untuk berjuang. Mama tidak akan pernah lelah
berjuang untukmu semoga anak-anakku menjadi anak yang shaleh dan selalu menegakkan
kebenaran di jalan Allah, amin.*

*Untuk adikku Masrayadi (Alm), Melihardi, Muhyadi, Guslendra dan Meri Irwandi yang
telah banyak memberikan dukungan pada diriku, semua bantuan yang diberikan pada ku
yang pantas membalas hanyalah Allah, semoga kita semua menjadi orang-orang yang beriman,
amin.....*

*Kupersembahkan karya ini
Untuk orang-orang terkasih
Dalam hidup ku*

PERNYATAAN KEASLIAN TESIS

Dengan ini saya menyatakan bahwa isi tesis yang berjudul:

"Penentuan Molibdenum Secara Spektrofotometri Dengan Pengomplek Tiosianat Dan Analisis Unsur Utama Secara Spektroskopi Serapan Atom Dalam Batuan Bukit Paronggang Kabupaten Solok", adalah hasil karya saya sendiri dan bukan ciplakkan dari hasil karya orang lain, kecuali kutipan yang sumbernya dicantumkan. Jika kemudian hari pernyataan ini ternyata tidak benar, maka status kelulusan dan gelar yang saya peroleh batal dengan sendirinya.

Padang, 11 juni 2008

Yang membuat pernyataan


ROZALINDA
BP:06 207 061

UNTUK KEDJAJAAN BANGSA

RIWAYAT HIDUP

Penulis lahir di Solok, pada tanggal 08 Januari 1964. Merupakan anak pertama dari enam bersaudara dengan orang tua Bapak Baheram (Alm) dan Ibu Nuraja. Penulis mempunyai suami yang bernama Efrizal A. dan telah mempunyai empat orang anak yang bernama Roef Efandro, Rofi Yuliandra, Jefri Elfiandri dan Alfin Rahman.

Penulis menamatkan SD Negeri Sungai Kalu pada tahun 1976, tamat SMP Negeri 1 Muara Labuh pada tahun 1980 dan tamat SMA Negeri Muara Labuh Kabupaten Solok pada tahun 1983. Setelah tamat SMA penulis melanjutkan Pendidikan di IKIP Padang Jurusan Kimia dengan program DIII/AIII, dan tamat pada tahun 1986. Pada tahun 1987 diangkat menjadi guru di SMA PGRI Kodya Solok. Pada tahun 2000 penulis menamatkan program S1/AIV Jurusan Kimia FKIP Universitas Terbuka. Selanjutnya pada tahun 2003 penulis dipindahkan ke SMA Negeri 3 Kota Solok. Pada tahun 2006 penulis diberi kesempatan untuk melanjutkan pendidikan ke Program Pascasarjana di Universitas Andalas (UNAND) pada jurusan Kimia, yang dibiayai oleh Pemda Provinsi Sumatra Barat. Pada tahun 2008 telah berhasil menyelesaikan pendidikan tersebut.

KATA PENGANTAR

Penulis mengucapkan puji syukur ke hadirat Allah SWT atas taufik dan hidayah-Nya penulis telah dapat menyelesaikan tesis ini. Tesis ini ditulis berdasarkan hasil penelitian yang berjudul : "Penentuan Molibdenum Secara Spektrofotometri Dengan Pengomplek Tiosianat Dan Analisis Unsur Utama Secara Spektroskopi Serapan Atom Dalam Batuan Bukit Paronggang Kabupaten Solok".

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih kepada Bapak Prof. Dr. Hamzar Suyani, M.Sc. sebagai ketua komisi pembimbing atas saran, arahan dan bimbingannya selama penelitian dan penulisan tesis ini. Selanjutnya ucapan terima kasih penulis tujukan kepada Ibu Dr. Hj. Safni, M.Eng. sebagai anggota komisi pembimbing yang telah memberikan saran dan kritik, sehingga tesis ini terwujud. Penulis juga tidak lupa mengucapkan terima kasih kepada PEMDA Provinsi Sumatera Barat dan Kepala SMAN 3 Kota Solok yang telah memberikan bantuan materil selama pendidikan. Selanjutnya Ketua Program Studi, dosen dan karyawan jurusan Kimia serta, guru dan karyawan SMAN 3 Kota Solok. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak langsung hingga tersusunnya tesis ini.

Akhirnya penulis berharap semoga hasil-hasil penelitian yang dituangkan dalam tesis ini akan bermanfaat dalam pengembangan ilmu pengetahuan untuk menemukan teknologi penentuan molibdenum dalam sampel batuan.

Padang , Juni 2008

Penulis

DAFTAR ISI

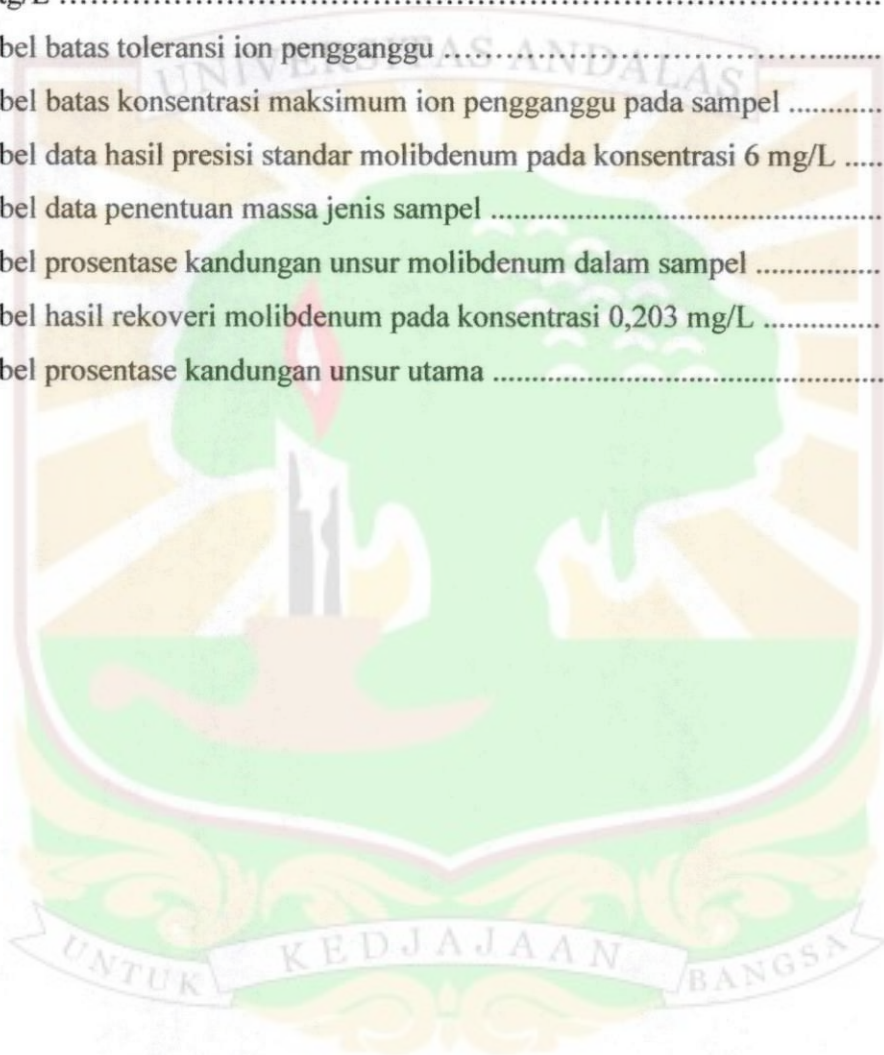
	Hal
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI.....	xii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvii
I. PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Masalah.....	3
1.3. Tujuan Penelitian	4
1.4. Manfaat Penelitian	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Batuan.....	5
2.1.1. Batuan Beku.....	5
2.1.2. Batuan Sedimen	6
2.1.3. Batuan Metamorf.....	6
2.2. Biji Besi	7
2.3. Molibdenum	
2.3.1. Terdapatnya.....	8
2.3.2. Sumber.....	8
2.3.3. Pembuatan.....	8
2.3.4. Oksida	9
2.3.5. Sifat	10
2.3.6. Reaksi.....	11
2.4. Metode Penelitian Molibdenum.....	11

2.4.1.	Metode Spektrofotometri	
2.4.1.1.	Pengomplek Ditiol	12
2.4.1.2.	Pengomplek Kalium Tiosianat.....	12
2.4.1.3.	Pengomplek Alizarin Red S.....	12
2.4.1.4.	Pengomplek Tiosianat.....	13
2.4.1.5.	Pengubah adalah Magnesium nitrat, Barium diflourida, Asam nitrat, Paladium Magnesium nitrat dan Paladium hidroksilamin	14
2.4.1.6.	Pengomplek Pyrokatekol Violet	15
2.4.1.7.	Pengomplek 5,7-dibromo-8-hidroksiquinolin.....	15
2.4.1.8.	Pengomplek 6-kloro-3-hidroksi-2-(5'-metilfuryl)-4H- kromene-4-one	16
2.4.1.9.	Metode Kolorimetri.....	17
2.4.2.	Metode ICP-MS	17
2.4.3.	Metode ICP-AES	17
2.4.4.	Metode Voltametri Stripping Katoda Absorpsi	18
III. BAHAN DAN METODE		
3.1.	Tempat dan Waktu Penelitian.....	19
3.2.	Teknik Pengambilan Sampel	19
3.3.	Persiapan Sampel	20
3.4.	Alat dan Bahan	
3.4.1.	Alat.....	21
3.4.2.	Bahan	21
3.5.	Pembuatan Reagen Kimia.....	21
3.6.	Pembuatan Larutan Induk 100 mg/L	23
3.7.	Pembuatan Larutan Blanko	23
3.8.	Pembuatan Larutan Standar 2, 4, 6, 8, 10 mg/L	23
3.9.	Prosedur Pelarutan Sampel	23
3.10.	Variasi Konsentrasi Larutan Standar	24
3.11.	Penentuan Spektrum Absorpsi Serapan Maksimum.....	24

3.12.	Aplikasi Pada Sampel	
3.12.1.	Pengujian Kadar Molibdenum Dalam Sampel Secara Spektrofotometri.....	24
3.12.2.	Analisis Logam-Logam Makro Dalam Sampel.....	24
3.13.	Uji Presisi.....	25
3.14.	Uji Akurasi.....	25
3.15.	Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantitasi (LoQ)	26
3.16.	Pengaruh Ion Pengganggu	26
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1.	Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	28
4.2.	Kurva Kalibrasi.....	30
4.3.	Standar Deviasi Relatif (SDR).....	31
4.4.	Batas Deteksi dan Batas Kuantitas	32
4.5.	Aplikasi Pada Sampel	34
4.6.	Rekoveri.....	35
4.7.	Pengaruh Ion Pengganggu	36
4.8.	Kandungan Unsur Utama.....	38
4.8.1.	Logam Besi	38
4.8.2.	Logam Mangan	39
4.8.3.	Logam Seng	39
4.8.4.	Logam Tembaga	40
4.8.5.	Logam Timbal	40
V. KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1.	Kesimpulan	41
5.2.	Saran	42
DAFTAR PUSTAKA.....		43
LAMPIRAN.....		45

DAFTAR TABEL

Nomor	Hal
1. Tabel sifat-sifat molibdenum	10
2. Tabel interferensi ion pengganggu pada penentuan larutan molibdenum 1 $\mu\text{g/L}$	13
3. Tabel batas toleransi ion pengganggu	16
4. Tabel batas konsentrasi maksimum ion pengganggu pada sampel	18
5. Tabel data hasil presisi standar molibdenum pada konsentrasi 6 mg/L	33
6. Tabel data penentuan massa jenis sampel	34
7. Tabel prosentase kandungan unsur molibdenum dalam sampel	35
8. Tabel hasil rekoverti molibdenum pada konsentrasi 0,203 mg/L	36
9. Tabel prosentase kandungan unsur utama	38



DAFTAR GAMBAR

Nomor	Hal
1. Lokasi pengambilan sampel	20
2. Spektrum absorpsi kompleks molibdenum dengan kalium tiosianat pada konsentrasi molibdenum(VI) 6 mg/L	29
3. Kurva kalibrasi molibdenum dengan pengomplek kalium tiosianat	30
4. Pengaruh konsentrasi ion Fe^{3+} terhadap sinyal serapan kompleks molibdenum	37



DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Hal
1. Peta lokasi pengambilan sampel	45
2. Spektrum absorpsi molibdenum pada panjang gelombang 300-600 nm.....	46
3. Data hasil pengukuran serapan 11 kali blanko	49
4. Data hasil pengukuran serapan 11 kali larutan standar	50
5. Data absorban kurva kalibrasi standar	51
6. Data penentuan massa jenis sampel.....	52
7. Data absorban dan prosentase kandungan molibdenum dalam sampel.....	53
8. Data perhitungan rekoverti	54
9. Data absorban ion pengganggu	55
10. Data absorban besi	56
11. Data absorban mangan	57
12. Data absorban seng	58
13. Data absorban tembaga	59
14. Data absorban timbal	60
15. Contoh perhitungan sensitivitas Sandell.....	61
16. Contoh perhitungan prosentase unsur utama dalam sampel.....	62
17. Contoh perhitungan prosentase unsur molibdenum dalam sampel.....	63
18. Contoh sampel batuan yang dianalisis	64
19. Deretan larutan standar molibdenum dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L	65



I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Dalam rangka menunjang perekonomian daerah, salah satu sektor yang dapat diupayakan adalah pemanfaatan bahan galian tambang yang selama ini belum dikelola secara maksimal. Salah satu sarana untuk mengoptimalkan pemanfaatan bahan galian dibutuhkan data deposit bahan tambang yang terperinci dari hasil penelitian dan pemetaan. Berbagai penelitian dan pemetaan yang dilakukan selama ini telah menunjukkan bahwa Kabupaten Solok sangat potensial untuk pengembangan usaha pertambangan. Bahan galian di wilayah Kabupaten Solok mempunyai potensi deposit bahan tambang yang beragam dari segi jenis, kualitas maupun kuantitas. Sebagian besar bahan tambang tersebut dikelola rakyat dengan cara tradisional, yang dikenal dengan tambang rakyat. Ada pula beberapa bahan tambang yang pengelolaannya sudah dipegang investor, baik berskala nasional maupun regional (Anonim, 2004).

Banyak negara yang sudah meninggalkan eksploitasi sumber daya alamnya sebagai pengendali perekonomiannya. Dewasa ini banyak negara telah berpegang pada konsep pembangunan berbasis pengetahuan. Tanpa menguasai ilmu pengetahuan dan teknologi untuk memberi nilai tambah pada kekayaan sumber daya alam, kita Indonesia akan segera terpuruk dalam persaingan global. Selama ini Indonesia hanya mengekspor bahan mentah tanpa memperhatikan oksida-oksida logam yang terkandung di dalamnya (Arif, 2007).

Dinas Pertambangan Pemda Kabupaten Solok (2004) hanya menentukan kadar besi dalam bijihnya. Menurut hasil penelitian kadar besi yang

didapatkan $\pm 66\%$. Sedangkan unsur-unsur yang lain keberadaannya dalam bijih diabaikan.

Bertitik tolak dari kenyataan di atas, maka dilakukan penelitian untuk menentukan unsur utama (Fe, Mn, Pb, Cu dan Zn) dan terutama unsur logam molibdenum yang terdapat di Bukit Paronggang Nagari Air Dingin Kecamatan Lembah Gumanti Kabupaten Solok. Analisis unsur-unsur makro maupun mikro lainnya belum dilakukan, karena investor hanya membeli besi berdasarkan kadar besi yang ada dalam bijihnya. Keberadaan unsur selain besi dalam bijih besi tidak pernah diperhitungkan padahal banyak yang mempunyai nilai jual sangat tinggi (Anonim, 2004).

Molibdenum adalah unsur yang mungkin ada dalam mineral hasil tambang bijih besi, tetapi belum mendapat perhatian dari para peneliti. Padahal diperkirakan unsur ini hampir selalu ada menyertai unsur utama khususnya besi (Young, 1971).

Pada umumnya metode yang digunakan untuk penentuan logam dalam sampel adalah AAS. Beberapa metode penentuan molibdenum dalam sampel alam yang telah digunakan antara lain spektrofotometri pada sampel alam dengan pengomplek kalium tiosianat, (Mihaljev *et al.*, 2007), spektrofotometri dalam air laut dengan tiosianat sebagai pengomplek (Kim dan Zeitlin, 1968), spektrofotometri dalam sampel industri, lingkungan, biologi dan tanah menggunakan 5,7-dibromo-8-hidroksiquinolin sebagai pengomplek, (Ahmed Haques, 2002), spektrofotometri dalam sampel sintetik dengan pengomplek CHMFC, (Bishnoi *et al.*, 2004), metode spektrofotometri turunan pertama, (Abbas pour dan Baramakeh, 2002), metode analisis injeksi alir, (Barakat dan Mahmoud,

2003), Metode Electro Thermal Atomic Absorbtion Spectrometry (ET-AAS), (Barrera *et al.*, 1991), metode spektroskopi refleksi difusi, (Kononova *et al.*, 2004), metode kolorimetri, (Williams, 2006), metode induktively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), (Petisleam *et al.*, 2006), metode induktively coupled plasma atomic emmision spektrometry (ICP-AES), (Fereira *et al.*, 2001), voltammetry stripping katoda adsorpsi, (Hajian dan Shams, 2006) dan metode ditiol (Young, 1971). Teknik-teknik di atas belum ada untuk pengembangan metode spektrofotometri yang dikembangkan secara sederhana pada penentuan molibdenum dalam batuan dengan menggunakan pengomplek tiosianat. Umumnya metode yang telah digunakan belum ada biaya murah dan teknik yang sederhana. Penggunaanya harus benar-benar ahli karena membutuhkan tahapan proses yang rumit.

Oleh sebab itu perlu dicari metode yang sederhana, salah satu yang mungkin adalah spektrofotometri yang sudah dikembangkan secara sederhana. Pada metode ini standar yang digunakan adalah amonium metamolibdat. Ke dalam larutan standar tersebut ditambahkan 25 mL asam klorida (1:2), 3 mL larutan kalium tiosianat 25 %, 3 mL kalium iodida 50 % dan 2 mL natrium sulfit 1 % serta ditambahkan akuabides sampai volume larutan menjadi 50 mL. Dengan adanya ion tiosianat dalam larutan, akan membentuk kompleks molibdenum(V) yang berwarna merah (Young, 1971).

1.2. Perumusan masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan di atas, maka yang menjadi permasalahan dalam penelitian ini adalah:

1. Apakah metode spektrofotometri dengan pengomplek tiosianat dapat digunakan untuk menentukan kadar molibdenum dalam batuan.
2. Berapa kadar unsur Fe dan unsur-unsur utama lainnya, seperti : Cu, Mn, Pb dan Zn dalam sampel batuan dari Bukit Paronggang Kabupaten Solok.

1.3. Tujuan penelitian

Sesuai dengan permasalahan di atas maka penelitian ini bertujuan mendapatkan metode spektrofotometri untuk menentukan kadar unsur molibdenum dalam batuan dan unsur utama (Fe, Cu, Mn, Pb dan Zn) yang terdapat dalam sampel batuan.

1.4. Manfaat penelitian

Sehubungan dengan permasalahan dan tujuan yang ingin dicapai, hasil penelitian ini diharapkan bermanfaat untuk :

1. Dapat menjadi metode yang baik pada penentuan unsur molibdenum dalam batuan secara spektrofotometri.
2. Memberikan informasi tentang kadar molibdenum dan unsur utama (Fe, Pb, Cu, Mn dan Zn) dalam sampel batuan.
3. Sebagai bahan informasi bagi peneliti berikutnya dalam usaha mengatasi gangguan pada penentuan molibdenum.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Batuan

Proses pembentukan batuan di Alam sebenarnya sama dengan proses pembentukan mineral di Alam, karena batuan adalah gabungan dari mineral baik sejenis maupun berbagai jenis. Oleh karena itu proses pembentukan batuan juga dimulai dari pembekuan magma baik membentuk Kristal maupun Amorf (Kismojohadi, 1962).

Proses pengkristalan dan pembekuan magma ada yang berjalan sangat lambat dan ada yang sangat cepat. Pada pengkristalan yang sangat lambat akan terbentuk kristal-kristal yang bagus dan sempurna. Dalam hal ini kristal akan menyusun diri dan mengisi ruang secara bebas dan terbentuklah suatu batuan. Seluruh ruang akan diisi penuh oleh kristal mineral yang sempurna (halokristalen). Pengkristalan yang sangat cepat terjadi bila cairan magma naik ke permukaan bumi dan langsung membeku karena suhu dingin di permukaan. Oleh karena cepatnya cairan magma ini membeku atau mengkristal, maka pembentukan kristal mineralnya tidak sempurna (hemikristalin) bahkan ada yang tidak mengkristal (amorf) (Kismojohadi, 1962).

2.1.1. Batuan beku

Batuan beku atau Igneous rocks adalah batuan yang terbentuk dari satu atau beberapa mineral dan terbentuk akibat pembekuan magma. Berdasarkan teksturnya batuan beku bisa dibedakan menjadi batuan beku Plutonik dan Vulkanik. Perbedaan antara keduanya bisa dilihat dari besar mineral penyusun

batuannya. Batuan beku Plutonik umumnya terbentuk dari pembekuan magma yang relatif lebih lambat sehingga mineral-mineral penyusunnya relatif besar, seperti Gabro, Diorite dan Granit. Sedangkan batuan beku Vulkanik umumnya terbentuk dari pembekuan magma yang sangat cepat (misalnya akibat letusan gunung api) sehingga mineral penyusunnya lebih kecil, seperti Basalt, Andesit dan Dacite.

2.1.2. Batuan sedimen

Batuan sedimen atau sering disebut Sedimentary Rocks adalah batuan yang terbentuk akibat proses pembatuan (lithifikasi) dari hasil proses pelapukan dan erosi yang kemudian tertransportasi dan seterusnya terendapkan. Batuan sedimen ini terdiri dari batuan sedimen klasik, batuan sedimen kimia dan batuan sedimen organik. Batuan sedimen klasik terbentuk melalui proses pengendapan material-material yang mengalami proses transportasi, contohnya batu konglomerat, batu pasir dan batu lempung. Batuan sedimen kimia terbentuk melalui proses presipitasi dari larutan, contohnya anhidrit dan batu garam. Batuan sedimen organik terbentuk dari gabungan sisa-sisa makhluk hidup, contohnya batu gamping terumbu.

2.1.3. Batuan metamorf

Batuan metamorf atau batuan malihan adalah batuan yang terbentuk akibat proses perubahan temperatur atau tekanan dari batuan yang telah ada sebelumnya. Akibat bertambahnya temperatur atau tekanan, batuan sebelumnya akan berubah tekstur dan strukturnya sehingga membentuk batuan baru dengan tekstur dan

struktur yang baru pula. Contoh batuan tersebut adalah batu Sabak atau Slate yang merupakan perubahan batu lempung. Batu Marmer merupakan perubahan dari batu Gamping sedangkan batu Kuarsit merupakan perubahan dari batu pasir. Apabila semua batuan-batuan yang sebelumnya terpanaskan dan meleleh maka akan membentuk magma yang kemudian mengalami proses pendinginan kembali dan menjadi batuan-batuan baru lagi (Kismojohadi, 1962).

2.2. Bijih besi

Besi dapat terjadi dari pembekuan langsung magma, proses metamorfosis ataupun dari pelapukan batuan basa. Besi terdapat dalam persenyawaan-persenyawaan oksida, karbonat atau sulfida.

Besi yang dibentuk karena proses metamorfosis biasanya ditemukan dalam batuan gamping yang sebagiannya berubah menjadi endapan besi. Besi dapat juga terbentuk sebagai akibat pelapukan dari batuan yang mempunyai kandungan mineral besi dan magnesium dalam jumlah banyak serta sedikit mengandung silikon dioksida, seperti peridotit. Oleh proses pelapukan sebagian silikat-silikat dapat dilarutkan dan sebagian besar dari logam-logam dalam batuan yang telah lapuk akan dihanyutkan oleh air tanah dalam bentuk karbonat atau hidrokarbonat dan yang tinggal dalam tanah adalah besi.

Besi dapat mempunyai arti ekonomis jika prosentase besi tinggi dan unsur-unsur lainnya dapat dengan mudah dikeluarkan. Endapan bijih besi yang ekonomis mengandung 50-60 % Fe (Anonim, 2004).

2.3. Molibdenum

2.3.1. Terdapatnya

C.W.Scheele (1778) di dalam Sugiyarto (2003), berhasil membuat oksida unsur baru dari mineral molibdenit, MoS, sehingga bisa membedakan mineral ini dengan grafit yang pada waktu itu diduga identik. Logam molibdenum empat tahun berikutnya ditemukan oleh P.J. Hjelm dari pemanasan oksida ini dengan batubara. Nama molibdenum berasal dari kata Yunani "molibdos" artinya mengandung makna kebingungan ketika menghadapi mineral-mineral lunak hitam yang dapat dipakai untuk menulis.

2.3.2. Sumber

Sumber molibdenum terpenting adalah molibdenit sulfida, MoS₂, bijih wulfenit, PbMoO₄ dan powelit, CaMoO₄ dan biasanya ditemukan dalam sumber-sumber alam hasil aktivitas Vulkanik seperti endapan magma, sumber air panas dan lapisan kuarsa (Sugiyarto, 2003).

2.3.3. Pembuatan

Logam molibdenum diproduksi sebagai hasil utama maupun sampingan dalam pengolahan tembaga. Pada proses tersebut bijih molibdenit terlebih dahulu dipisahkan dengan teknik flotasi, kemudian dipanggang untuk memperoleh oksidanya, MoO₃. Jika oksida ini digunakan langsung, sebagian paduannya seperti pada pabrik baja, diubah menjadi feromolibdenum dengan proses aluminotermis. Untuk memperoleh molibdenum yang lebih murni, oksida

molibdenum dilarutkan dalam larutan amoniak untuk dikristalkan sebagai amonium molibdat, $\text{NH}_4\text{Mo}_2\text{O}_7$, amonium dimolibdat, $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_2\text{O}_7$ atau amonium paramolibdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, bergantung pada kondisinya. Molibdenum dapat direduksi dengan gas hidrogen menjadi serbuk logam molibdenum yang berwarna abu-abu. Pengolahan serbuk menjadi padatan dapat dilakukan dengan tekanan tinggi menggunakan gas hidrogen (Sugiyarto, 2003).

Kekurangan molibdenum dapat menyebabkan keterbelakangan mental dan masalah pada susunan saraf. Fungsi molibdenum yang lain adalah sebagai katalis, penghambat korosi dan sebagai campuran dalam industri baja sehingga menambah kekuatan dan daya tahan baja. Juga sebagai campuran kawat filamen dalam bola lampu, industri elektronika dan semi konduktor, konstruksi alat pembakar pada suhu tinggi, industri gelas dan keramik serta sebagai anoda pada lampu sinar-X (Elvers et al., 1996).

2.3.4. Oksida

Oksida-oksida molibdenum banyak yang sudah dikenal diantaranya molibdenum(II) oksida, MoO , molibdenum(III) oksida, Mo_2O_3 , molibdenum(IV) oksida, MoO_2 dan molibdenum(VI) oksida, MoO_3 (Treadwell, 1961).

MoO_3 mudah dibuat dengan memanaskan logamnya atau sulfidanya dalam oksigen. Oksida-oksida ini tidak bereaksi dengan asam, tetapi larut dalam basa membentuk larutan molibdat. MoO_3 berupa padatan putih pada temperatur kamar tetapi menjadi kuning pada keadaan panas dan meleleh pada suhu di atas 795°C menjadi cairan warna kuning legam (Sugiyarto, 2003).

Mo_2O_5 berupa padatan violet yang larut dalam asam panas. Oksida ini dapat diperoleh dari reduksi MoO_3 dengan serbuk molibdenum pada di atas 750°C . Hasil reduksi yang mengandung larutan molibdenum(V) apabila ditambah amonia akan dihasilkan endapan coklat $\text{MoO}(\text{OH})_3$ dan jika endapan ini dipanaskan akan menghasilkan Mo_2O_3 (Sugiyarto, 2003).

MoO_2 diperoleh dari reduksi MoO_3 dengan H_2 atau NH_3 pada temperatur di bawah 400°C , dan di atas temperatur ini terjadi reduksi lebih lanjut menjadi logamnya. Selain itu MoO_2 juga dapat diperoleh dari reaksi molibdenum dengan uap air panas pada suhu di atas 800°C . MoO_2 berupa padatan coklat violet, tidak larut dalam asam-asam mineral non-oksidator tetapi larut dalam asam nitrat pekat dan terjadi oksidasi lebih lanjut menjadi Mo(VI) (Sugiyarto, 2003).

2.3.5. Sifat

Menurut Heslop dan Robinson (1960) beberapa sifat molibdenum tercantum dalam Tabel 1 :

Tabel 1. Sifat-Sifat Molibdenum

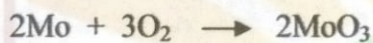
Nomor atom	42
Massa atom	95,94 g/mol
Konfigurasi elektron	(Kr) $4d^5 5s^1$
Jari-jari atom	$1,29 \text{ \AA}$
Jari-jari ion : Mo^{4+}	$0,68 \text{ \AA}$
Mo^{6+}	$0,62 \text{ \AA}$
Potensial ionisasi	7,18 eV
Kerapatan	10,4 g/mL
Titik leleh	2620°C
Muatan	2+, 3+, 4+, 5+, 6+
Titik didih	4620°C
Sifat magnet	Feromagnet

Sumber : Heslop dan Robinson (1960)

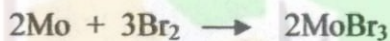
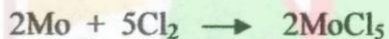
Keelektronegatifan unsur molibdenum 1,8 dan kelimpahannya di bumi $\pm 1,2$ ppm. Logam golongan VIB pada tingkat oksidasi rendah semakin tidak stabil dengan naiknya nomor atom (Sugiyarto, 2003).

2.3.6. Reaksi

Menurut Heslop dan Robinson (1960) pembakaran logam molibdenum menghasilkan molibdenum(VI) oksida.



Logam molibdenum juga bereaksi dengan fluorin, klorin dan bromin.



2.4. Metode Penentuan Molibdenum

Telah ditemukan beberapa metode penentuan molibdenum diantaranya : metode spektrofotometri dengan pengomplek kalium tiosianat pada sampel makanan, pengomplek alizarin red S dengan metode spektrofotometri turunan pertama, pengomplek tiosianat dengan metode spektrofotometri injeksi alir dalam berbagai sampel alir, ET-AAS pada serum manusia, spektroskopi refleksi difusi dengan pengomplek pirokatekol violet, dalam sampel industri, lingkungan, biologi dan tanah menggunakan pengomplek 5,7-dibromo-8-hidroksiquinolin, dalam sampel sintetik dengan pengomplek 6-kloro-3-hidroksi-2-(5'-metilfuryl)-4H-kromene-4-one (CHMFC) dan dalam tanah serta batuan dengan ditiol sebagai pengomplek. Ada juga metode lainnya seperti : inductively coupled plasma mass spectrometry

(ICP-MS), inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) dan voltametri stripping katoda adsorpsi.

2.4.1. Metode Spektrofotometri

2.4.1.1. Pengomplek Ditiol

Young (1971) telah menguraikan penentuan logam molibdenum dengan metode spektrofotometri yang menggunakan ditiol sebagai pengomplek. Toluena-3,4-ditiol, biasanya disebut ditiol, menghasilkan kompleks hijau tua yang sedikit sekali larut. Ditiol merupakan pengomplek yang kurang selektif dibandingkan dengan tiosianat untuk penentuan molibdenum dalam batuan. Penyerapan maksimum pada panjang gelombang 680 nm.

2.4.1.2. Pengomplek Kalium Tiosianat

Penentuan logam molibdenum dalam makanan secara spektrofotometri telah dilakukan oleh Mihaljev et al. (2007) dengan menggunakan kalium tiosianat sebagai pengomplek. Kurva kalibrasi diperoleh pada rentangan konsentrasi 5-20 $\mu\text{g/L}$ dan persamaan regresi $E_x = (0,0453 \cdot \text{massa}) - 0,006$. Pada metode ini absorban diukur pada panjang gelombang 475 nm, standar deviasi rata-rata yang didapatkan dalam sampel adalah 14,3 %, sedangkan uji rekoverti nilai rata-rata didapatkan 95,9 %, artinya metode ini sangat bagus.

2.4.1.3. Pengomplek Alizarin Red S

Abbaspour dan Baramakeh (2002) telah melakukan penentuan logam molibdenum dan zirkonium dengan metode spektrofotometri turunan pertama dengan

pengomplek alizarin red S. Pada metode ini didapatkan penyerapan maksimum pada panjang gelombang 446 nm. Kurva kalibrasi diperoleh pada rentangan konsentrasi 0,5-13,0 $\mu\text{g mL}^{-1}$. Didapatkan standar deviasi relatif 1,35 %. Pada cara ini tidak ada ion-ion yang berpengaruh dalam penentuan logam molibdenum. Meskipun Hg^{2+} , W^{6+} dan Fe^{3+} memberikan beberapa permasalahan, tetapi dapat ditoleransi pada konsentrasi 100 kali lebih besar dibandingkan konsentrasi molibdenum, sedangkan ion besi dapat dilindungi dengan natrium tiosianat. Pengaruh ion luar pada penentuan molibdenum dapat dilihat dalam Tabel 2 :

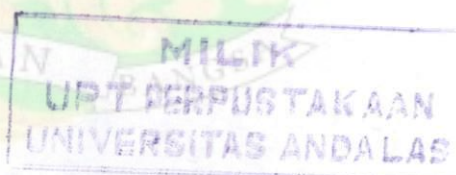
Tabel 2. Interferensi Ion Pengganggu Pada Penentuan Larutan Molibdenum 1 $\mu\text{g/mL}$

Ion	Perbandingan toleransi	Ion	Perbandingan Toleransi
Cr^{3+}	1000	Pb^{2+}	1000
Zn^{2+}	1000	Bi^{2+}	1000
Cd^{2+}	1000	As^{3+}	1000
Ni^{2+}	1000	Li^{+}	1000
Mg^{2+}	1000	Na^{+}	1000
Al^{3+}	1000	K^{+}	1000
Co^{2+}	1000	Ba^{2+}	1000
Cu^{2+}	1000	Ag^{+}	1000
Sb^{3+}	1000	V^{4+}	100
Hg^{2+}	1000	V^{5+}	1000
Sn^{2+}	1000	W^{6+}	100
Ti^{4+}	1000	Fe^{3+}	Interferensi

Sumber : Abbaspour dan Baramakeh (2002)

2.4.1.4. Pengomplek Tiosianat

- Penentuan molibdenum dengan metode spektrofotometri injeksi alir dalam berbagai sampel telah dilakukan oleh Barakat dan Mahmoud (2003) dengan menggunakan tiosianat sebagai pengomplek. Penentuan molibdenum dengan metode ini pertama kali dilakukan ekstraksi molibdenum(VI) dengan quinoline-8-ol. Pada metode ini didapatkan



penyerapan pada panjang gelombang 464 nm. Kurva kalibrasi standar diperoleh pada rentangan konsentrasi 0-200 $\mu\text{g mL}^{-1}$, koefisien determinasi (R^2) 0,9991 dan standar deviasi relatif (SDR) 0,7 % serta limit deteksi (LoD) 0,05 ppm.

Dalam penentuan molibdenum pada metode ini pengaruh ion pengganggu dapat diatasi yaitu mereduksi ion Cu^{2+} menjadi Cu^+ dengan penambahan asam askorbat, sedangkan ion besi tidak berpengaruh karena besi(III) direduksi menjadi besi(II) yang tidak berwarna.

- Penentuan molibdenum dalam air laut menggunakan metode spektrofotometri telah dilakukan oleh Kim dan Zeitlin (1968) dengan tiosianat sebagai pengomplek. Pada metode ini didapatkan penyerapan maksimum pada panjang gelombang 470 nm. Kurva standar pada rentangan konsentrasi 0-20 $\mu\text{g L}^{-1}$. Didapatkan standar deviasi relatif 1,37 % dan nilai rata-rata uji rekovery 99,7 %.

2.4.1.5. Pengubah adalah Magnesium nitrat, Barium difluorida, Asamnitrat, Paladium Magnesium nitrat dan Paladium hidroksilamin

Telah dilakukan penelitian oleh Barrera et al. (1991), tentang penentuan molibdenum dalam serum manusia dengan metode electrothermal atomic absorption spektrometry (ET-AAS). Pada metode ini bahan kimia yang digunakan sebagai pengubah adalah magnesium nitrat, barium difluorida, asam nitrat, paladium magnesium nitrat dan paladium hidroksilamin. Dari hasil penelitian didapatkan kadar molibdenum untuk pengubah magnesium nitrat 18 pg,

barium diflourida 22 pg, asam nitrat 17 pg, paladium magnesium nitrat 12 pg dan paladium hidroksilamin adalah 13 pg.

2.4.1.6. Pengomplek Pirokatekol Violet

Kononova et al. (2004), telah melakukan penelitian tentang penentuan molibdenum(VI) dengan cara spektroskopi refleksi difusi melalui prekonsentrasi dengan anion pengganti AV-17-10P. Penentuan molibdenum dalam larutan dikembangkan dengan menggunakan spektroskopi fasa padat. Penentuan molibdenum(VI) dilakukan dengan pirokatekol violet. Pada metode ini absorban diukur pada panjang gelombang 660 nm. Dari kurva kalibrasi didapatkan garis lurus dari kurva linear pada daerah konsentrasi 0,05-2,5 mg dm⁻³ dengan volume sampel 50 cm³ sedangkan limit deteksi (LoD) adalah 0,002 mg dm⁻³ dengan kesalahan standar 7,5 %.

2.4.1.7. Pengomplek 5,7-Dibromo-8-hidroksiquinolin

Penentuan molibdenum dalam sampel industri, lingkungan, biologi dan tanah menggunakan kompleks 5,7-dibromo-8-hidroksiquinolin menggunakan metode spektrofotometri telah dilakukan oleh Ahmed dan Haque (2002). Dari hasil penelitian didapatkan warna kompleks yang terbentuk kuning kehijauan. Penyerapan maksimum pada 401 nm. Koefisien absorpsivitas molar 4,13.10³ L mol⁻¹ cm⁻¹ dan sensitivitas Sandell 7 ng cm⁻². Grafik kalibrasi linear pada 0,1-50 µg mL⁻¹ dan limit deteksi 20 ng m⁻¹. Untuk menghilangkan pengaruh vanadium(V), Cu²⁺ dan Fe³⁺ dapat dilakukan dengan penambahan asam tartrat ,

EDTA, asam sitrat atau asam klorida. Pengaruh ion luar pada penentuan molibdenum dapat dilihat dalam Tabel 3.

Tabel 3. Batas Toleransi Ion Pengganggu

Sampel x	Perbandingan toleransi x/Mo (w/w)	Sampel x	Perbandingan toleransi x/Mo (w/w)
Amonium(I)	100	EDTA	200
Arsen(III)	100	Bromida	500
Asam Askorbat	500	Fluorida	500
Azide	100	Oksalat	500
Barium	100	Iodida	500
Bismut(III)	50	Pospat	200
Klorida	1000	Tiosianat	100
Nitrat	500	Natrium	1000
Sitrat	500	Kalium	1000
Tartrat	1000	Kalsium	1000
Magnesium	1000	Raksa(II)	50
Stronsium	100	Seng	100
Aluminium	50	Cesium	100
Mangan(II)	50	Talium(I)	100
Mangan(VII)	25	Besi(II)	100
Nikel	100	Arsen(V)	50
Kadmium	50	Wolfram(VI)	50
Kobal(II)	50	Galium	50
Kobal(III)	25	Selenium(VI)	50
Krom(III)	100	Selenium(IV)	50
Krom(VI)	50	Timah(IV)	50
Timbal(II)	50	Tembaga(II)	10
Vanadium(V)	10	Cerium(III)	50
Besi(III)	10	Molibdenum(V)	50
Perak(I)	20		

Sumber : Ahmed dan Haque (2002)

2.4.1.8. Pengomplek 6-Kloro-3-hidroksi-2-(5'-metilfuliril)-4H-kromene-4-one

Penentuan molibdenum(VI) dengan metode spektrofotometri dalam sampel sintetik telah dilakukan oleh Bishnoi et al. (2004) dengan pengomplek 6-kloro-3-hidroksi-2-(5'-metilfuliril)-4H-kromene-4-one (CHMFC). Komplek ini menghasilkan penyerapan maksimum pada panjang gelombang 438 nm. Molar

absorbsivitas $5,36 \times 10^4 \text{ dm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ dan sensitivitas Sandell $0,0017 \mu\text{g mL}^{-1}$. Standar deviasi relatif 0,2 % dalam larutan dan 0,5-1,5 % untuk sampel padat. Rentangan konsentrasi molibdenum yang digunakan $0,25\text{-}1,4 \mu\text{g mL}^{-1}$.

2.4.1.9. Metode Kolorimetri

Penentuan molibdenum dalam tanah dengan ditiol (4-methyl-1:2-dimercap tobenzen) sebagai pengomplek telah dilakukan oleh Williams (2006). Molibdenum dipisahkan dari besi dengan ekstraksi.

2.4.2. Metode ICP-MS

Penentuan logam molibdenum dalam sampel laut (alga, udang dan ikan) telah dilakukan oleh Petisleam et al. (2006) dengan memakai metode inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Dari hasil penelitian didapatkan bahwa molibdenum pada sampel sedimen ditemukan $0,03\text{-}0,12 \mu\text{g/g}$, dalam air $1,1\text{-}1,8 \mu\text{g/L}$ dan dalam biosenosis $0,03\text{-}0,31 \mu\text{g/g}$.

2.4.3. Metode ICP-AES

Penentuan molibdenum dalam material besi dengan menggunakan metode inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) telah dilaporkan oleh Fereira et al. (2001). Sebelum dilakukan pengukuran molibdenum terlebih dahulu dilakukan pemisahan dan prekonsentrasi dengan menggunakan busa poliuretane dan tiosianat sebagai pengomplek. Reagen yang digunakan adalah asam klorida, asam nitrat dan aseton. Besi(III) dapat direduksi menjadi besi(II).

2.4.4. Metode Voltammetri Stripping Katoda Adsorpsi

Metode voltammetri stripping katoda adsorpsi untuk penentuan molibdenum dalam larutan asam nitrat 0,15 M dengan menggunakan 2, 3, 4, 5, 7-pentahidroksiflavin sebagai ligan telah dilakukan oleh Hajian dan Shams (2006). Molibdenum diprekonsentrasikan dengan elektroda merkuri dengan puncak potensial -350 mV VS Ag/AgCl (KCl jenuh). Persamaan regresi yang didapatkan adalah $i_p = 3,56c + 1,83$. Pada metode ini didapatkan limit deteksi (3σ) adalah $0,45 \mu\text{g mL}^{-1}$ dengan kurva kalibrasi linear di atas $70 \mu\text{g mL}^{-1}$. Batas konsentrasi maksimum ion pengganggu pada sampel dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Batas Konsentrasi Maksimum Ion Pengganggu Pada Sampel

Sampel	Batas Toleransi (w/w)
Alkali, alkali tanah, Cd^{2+} , Tl^+ , Zn^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{3+} , Al^{3+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Fe^{2+} , CN^- , ClO_4^- , Cl^- , V^{4+} , Hg^{2+}	500
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	250
WO_4^{2-} , CrO_4^{2-} , I^- , Bi^{3+} , Cu^{2+} , In^{3+}	25
	10

Sumber : Hajian dan Sham (2006)

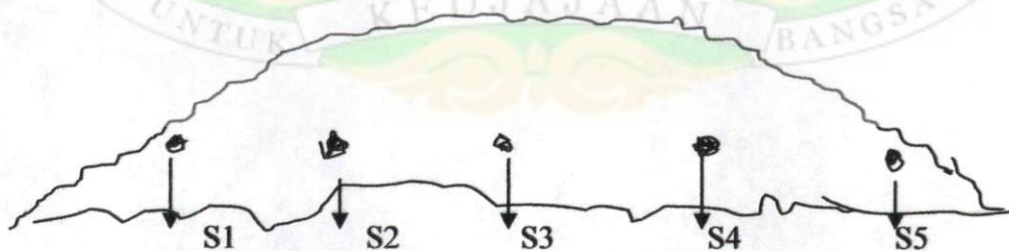
III. BAHAN DAN METODE

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analisis Terapan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Andalas dari bulan Maret 2007 sampai dengan Februari 2008.

3.2. Teknik Pengambilan Sampel

Sampel yang dianalisa berasal dari batuan Bukit Paronggang Nagari Air Dingin Kecamatan Lembah Gumanti Kabupaten Solok. Peta lokasi dapat dilihat pada Lampiran 1. Ketinggian lokasi sampel 1700 m dari permukaan laut. Sampel diambil secara melingkar pada jarak tertentu di permukaan yang sudah dikupas ± 2 m sebanyak 5 titik. Jarak antara titik satu dengan yang lainnya 200 m. Kemudian pada tiap titik pengambilan sampel diberi label S1, S2, S3, S4 dan S5 sehingga sampel tersebut mewakili objek yang diteliti. Cara pengambilan sampel dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Lokasi Pengambilan Sampel

Setelah itu ditentukan massa jenis dari kelima sampel dengan cara menimbang cuplikannya. Selanjutnya cuplikan dimasukkan ke dalam air yang volumenya sudah ditentukan lebih dahulu.

3.3. Persiapan sampel.

Sebelum sampel dianalisa, dilakukan beberapa pengerjaan pendahuluan yaitu : pemecahan batuan, pengeringan, penghalusan, pengayakan dan penyamplingan.

Proses pemecahan dilakukan pada lokasi pengambilan sampel dengan menggunakan martil dan pahat besar. Pemecahan batuan dimaksudkan untuk pengambilan sampel dan memudahkan proses pengeringan (Vogel, 1994).

Sampel yang sudah diperoleh dari lokasi dikeluarkan dari kantongnya dan dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 100-150 °C. Pengeringan bertujuan untuk menghilangkan uap air yang mungkin masih terdapat di dalam sampel yang akan dianalisis dan untuk mempermudah pengerjaan penghalusan. Selain itu pengeringan dimaksudkan supaya sampel tersebut stabil terhadap cuaca, seperti panas, dingin, dan kelembaman (Schenk dan Ebbing, 1924).

Penghalusan bertujuan untuk memperoleh sampel yang berukuran kecil sesuai yang diinginkan dan untuk memperoleh sampel yang homogen serta untuk mempermudah proses pelarutan. Sampel yang telah dihomogenkan diayak dengan ukuran 200 mesh (Day dan Underwood, 1999).

Sampel yang sudah halus tersebut dibagi empat bagian (sistim kuartering), kemudian diambil setengahnya yang berlawanan. Cara ini dilakukan sampai didapatkan berat sampel yang diinginkan (Schenk dan Ebbing, 1924).

3.4. Alat dan Bahan

3.4.1. Alat

Peralatan yang dipakai dalam penelitian ini adalah satu unit spektrofotometer UV visible (S 1000 Secomam, France), thermo spectronic genesys 20 (USA), atomic absorption spectroscopy (AAS) (UKE) serta neraca analitik (Ohaus merk Adventurer USA), hot plate serta peralatan gelas lainnya.

3.4.2. Bahan

Bahan kimia yang digunakan yaitu amonium metamolibdat $\{(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O\}$, asam nitrat p.a (HNO_3 p.a), asam klorida p.a (HCl p.a), kalium tiosianat (KSCN), kalium iodida (KI), natrium sulfit (Na_2SO_3), feri amonium sulfat ($NH_4Fe(SO_4)_2.12H_2O$), tembaga sulfat ($CuSO_4.5H_2O$), seng sulfat ($ZnSO_4.7H_2O$), logam mangan dan timbal (Merk) serta akuabides.

3.5. Pembuatan Reagen Kimia

1. *Larutan induk ammonium metamolibdat*, $(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$ 1000 mg/L.

Dilarutkan 1,8402 g ammonium metamolibdat dengan 0,15 M HNO_3 ke dalam labu ukur 1000 mL.

2. *Larutan tembaga sulfat*, $CuSO_4.5H_2O$ 500 mg/L.

Ditimbang 1,9647 g kristal $CuSO_4.5H_2O$ dan dilarutkan ke dalam labu ukur 500 mL dengan HNO_3 0,15 N sampai tanda batas.

3. *Larutan seng sulfat*, $ZnSO_4.7H_2O$ 500 mg/L.

Ditimbang 2,1994 g kristal $ZnSO_4.7H_2O$ dan dilarutkan ke dalam labu ukur 500 mL dengan HNO_3 0,15N sampai tanda batas.

4. *Larutan standar mangan 1000 mg/L.*

Ditimbang 1,0000 g logam mangan dan dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan dilarutkan dengan larutan asam nitrat 1:1 sampai tanda batas.

5. *Larutan standar timbal 1000 mg/L.*

Ditimbang 1,0000 g timbal dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mg/L dan dilarutkan dengan larutan asam nitrat 1:1 sampai tanda batas.

6. *Larutan feri amonium sulfat, $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 250 mg/L.*

Dilarutkan 2,2020 g feri amonium sulfat dengan HNO_3 1 % dalam labu 250 mL.

7. *Larutan asam klorida 1:2.*

Diambil 333,3 mL HCl p.a dan ditambahkan akuabides sampai volume menjadi 1000 mL.

8. *Larutan kalium tiosianat 25 %.*

Diambil 25,0000 g KSCN dan ditambahkan akuabides sampai volume menjadi 100 mL.

9. *Larutan kalium iodida 50 %.*

Diambil 50,0000 g KI dan ditambahkan akuabides sampai volume menjadi 100 mL.

10. *Larutan natrium sulfit 1 % (segar).*

Diambil 1,0000 g Na_2SO_3 dan ditambahkan akuabides sampai volume menjadi 100 mL.

3.6. Pembuatan Larutan Induk 100 mg/L

Diambil 10 mL dari 1000 mg/L larutan amonium metamolibdat, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan dimasukkan ke dalam labu 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

3.7. Pembuatan Larutan Blanko

Dipipet 10 mL akuabides ke dalam labu 50 mL, ditambahkan 25 mL larutan HCl (1:2), 3 mL larutan KSCN 25 %, 3 mL larutan KI 50 %, 2 mL larutan Na_2SO_3 1 % (segar) dan ditambahkan akuabides sampai tanda batas. Labu dibolak-balik ± 12 kali dan didiamkan selama 30 menit. Absorban diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang yang menghasilkan serapan maksimum yang ditentukan sebelumnya, yang akan dicoba pada rentangan 300-600 nm.

3.8. Pembuatan Larutan Standar 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L

Dipipet dari larutan induk 100 mg/L, 1, 2, 3, 4 dan 5 mL, masing-masingnya dimasukkan kedalam labu 50 mL. Masing-masing larutan standar diperlakukan sama dengan larutan blanko.

3.9. Prosedur Pelarutan Sampel

Ditimbang 1,0000 g sampel yang telah dipersiapkan dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL. Kemudian ditambahkan 20 mL aquaregia (15 mL HCl dan 5 mL HNO_3) dan dipanaskan dengan suhu antara 80-100 °C selama $\pm 1,5$ jam (hampir kering), kemudian didinginkan sampai suhu kamar. Setelah itu ditambahkan kembali 20 mL aquaregia dan dipanaskan dengan suhu antara 80-

100 °C selama $\pm 1,5$ jam (hampir kering) dan didinginkan lagi sampai suhu kamar. Kemudian ditambahkan akuabides ± 40 mL, larutan diaduk merata sampai homogen dan dipisahkan larutan dengan endapan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuabides sampai tanda batas (Vogel,1994).

3.10. Variasi konsentrasi larutan standar

Konsentrasi larutan standar molibdenum 100 mg/L divariasikan 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L untuk mendapatkan rentangan konsentrasi linear.

3.11. Penentuan Spektrum Absorpsi Serapan Maksimum

Dipipet 3 mL dari larutan molibdenum 100 mg/L dan diperlakukan sama dengan blanko. Spektrum absorpsi ditentukan pada rentangan panjang gelombang 300-600 nm dengan spektrofotometer UV/Vis.

3.12. Aplikasi pada Sampel

3.12.1. Pengujian Kadar Molibdenum Dalam Sampel Secara Spektrofotometri

Dipipet 3 mL larutan sampel 10.000 mg/L dan dimasukkan ke dalam labu 50 mL. Larutan sampel diperlakukan sama dengan larutan standar.

3.12.2. Analisis Logam-logam Makro Dalam Sampel

Larutan sampel yang sudah diencerkan 100 kali dianalisis kandungan unsurnya dengan spektroskopi serapan atom (SSA).

3.13. Uji Presisi

Uji ini untuk membuktikan ketelitian suatu metode berdasarkan tingkat keakuratan individual hasil analisis yang ditunjukkan dari hasil standar deviasi (SD) atau standar deviasi relatif (SDR).

Uji presisi penentuan logam molibdenum dengan metode spektrofotometri dan tiosianat sebagai pengomplek dilakukan sesuai dengan prosedur sebelumnya. Serapan diukur sebanyak 11 kali pada panjang gelombang yang sudah ditentukan sebelumnya. Konsentrasi molibdenum dihitung berdasarkan kurva kalibrasi standar, selanjutnya dihitung SD dan prosentase SDR-nya (Miller dan Miller, 1984).

3.14. Uji Akurasi

Uji ini untuk membuktikan kedekatan antara hasil analisis dengan nilai sebenarnya, biasanya menggunakan standard reference material (SRM), tetapi karena tidak tersedianya standar SRM, maka akurasi ditentukan berdasarkan hasil rekovery dari sampel yang sudah ditambahkan standar.

Sampel yang telah diberlakukan, ditambahkan larutan standar amonium metamolibdat 0,5, 1 dan 1,5 kali massa molibdenum maksimum yang ada dalam sampel. Kemudian dilakukan pengerjaan sebanyak 3 kali pengulangan, dimasukkan ke dalam kuvet, diukur dengan thermo spectronic Genesys 20 (USA) pada panjang gelombang maksimum, dihitung konsentrasi molibdenum yang didapat dan % rekovery dengan rumus :

$$\% \text{ rekovery} = (A-B)/C \times 100 \%,$$

Dimana A adalah konsentrasi setelah penambahan standar, B konsentrasi sebelum penambahan standar dan C konsentrasi yang ditambahkan (Harmita, 2004).

3.15. Limit Deteksi (LoD) dan limit Kuantitasi (LoQ)

LoD adalah konsentrasi terendah analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi oleh alat spektrofotometer UV/Vis . LoD dihitung dengan rumus :

$$\text{LoD} = \frac{3SD}{B} , \text{dimana :}$$

B : respon analitik blanko yang diplotkan ke persamaan linear kurva standar ($Y=a+bx$), SD adalah standar deviasi blanko. LoQ adalah batas konsentrasi terendah yang dapat dihasilkan oleh metode analisis menggunakan spektrofotometer UV/Vis dengan simpangan baku yang dapat diterima, dihitung dengan rumus $\text{LoQ} = \frac{10SD}{B}$ (Harmita, 2004). LoD dan LoQ dapat diketahui dengan menyiapkan 11 buah larutan blanko dan dianalisa sesuai dengan prosedur analisis. Dari ke 11 data tersebut diperoleh nilai rata-rata blanko dan standar deviasi (SD).

3.16. Pengaruh ion pengganggu

Untuk mengetahui sejauh mana ion-ion logam lain dapat mengganggu pada penentuan molibdenum dengan metode tiosianat, maka dilakukan uji terhadap ion besi. Caranya dengan menambahkan larutan standar besi dengan konsentrasi 10, 50, 100, 200, 400 mg/L ke dalam larutan standar molibdenum 6 mg/L. Kemudian diperlakukan sama dengan larutan standar molibdenum. Setelah itu dimasukkan

ke dalam kuvet, diukur dengan spektrofotometer UV/Vis pada panjang gelombang maksimum. Setelah itu dihitung prosentase perubahan sinyal dengan rumus :

$$\% \text{ Perubahan sinyal} = \frac{\text{Absorban setelah penambahan Fe}^{+3}}{\text{Absorban sebelum penambahan Fe}^{+3}} \times 100 \%$$



IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

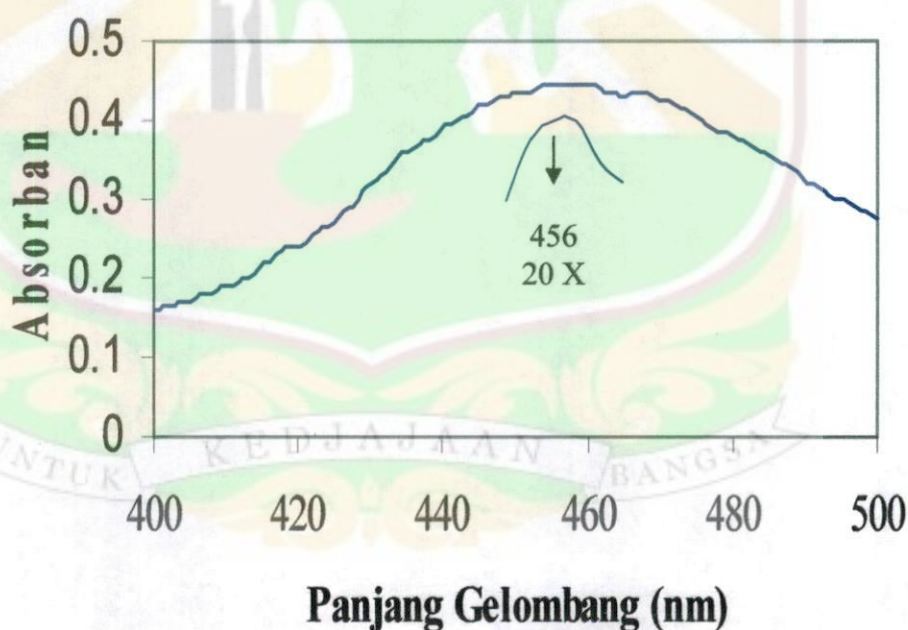
4.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Pada penentuan molibdenum dalam batuan menggunakan kalium tiosianat sebagai pengomplek dengan pendeteksi spektrofotometer diperlukan kondisi optimum. Penentuan spektrum absorpsi dari serapan maksimum molibdenum terhadap panjang gelombang merupakan faktor utama yang harus dipelajari dalam analisis kimia untuk tujuan kualitatif maupun kuantitatif dengan menggunakan spektrofotometer (Day dan Underwood, 1999).

Pada penelitian ini dilakukan penentuan molibdenum dengan proses penambahan asam klorida, kalium tiosianat, kalium iodida dan natrium sulfit untuk membentuk senyawa kompleks molibdenum(V) yang berwarna merah. Penyerapan maksimum digambarkan pada panjang gelombang 300-600 nm dengan konsentrasi molibdenum 6 mg/L. Hasil pengukuran spektrum absorpsi 400-500 nm yang sudah diperbesar 20 kali dapat dilihat pada Gambar 2 (data dapat dilihat pada Lampiran 2).

Dari Gambar 2 dapat dilihat bahwa serapan maksimum molibdenum terdapat pada panjang gelombang 456 nm, mendekati hasil literatur sebelumnya dimana molibdenum membentuk kompleks dengan kalium tiosianat pada panjang gelombang 460 nm (Young, 1971). Hal ini terjadi karena alat Spektrofotometer yang dipakai berbeda. Alat spektrofotometer diset 10 nm, jadi untuk menentukan panjang gelombang pada 456 nm tidak bisa dilakukan. Jika digunakan pengomplek tiosianat pada air laut, absorban tertinggi didapatkan pada 470 nm

(Kim dan Zeitlin, 1968). Dengan pengomplek alizarin red S penyerapannya pada 446 nm (Abbaspour dan Baramakeh, 2002). Bila 5,7-dibromo-8-hidroksiquinolin digunakan sebagai pengomplek, penyerapan maksimum pada 401 nm (Ahmed dan Haque, 2002). Pengomplek tiosianat yang diawali ekstraksi molibdenum(VI) dengan quinoline-8-ol, didapatkan penyerapan maksimum pada 464 nm (Barakat dan Mahmoud, 2003). Dengan pirokatekol violet sebagai pengomplek, penyerapannya pada 660 nm (Kononova *et al.*, 2004). Pengomplek 6-kloro-3-hidroksi-2-(5'-metilfuliril)-4H-kromene-4-one, didapatkan penyerapan maksimum pada 438 nm (Bishnoi *et al.*, 2004). Sedangkan dipakai pengomplek kalium tiosianat pada makanan terjadi penyerapan maksimum pada panjang gelombang 475 nm (Mihaljev *et al.*, 2007).

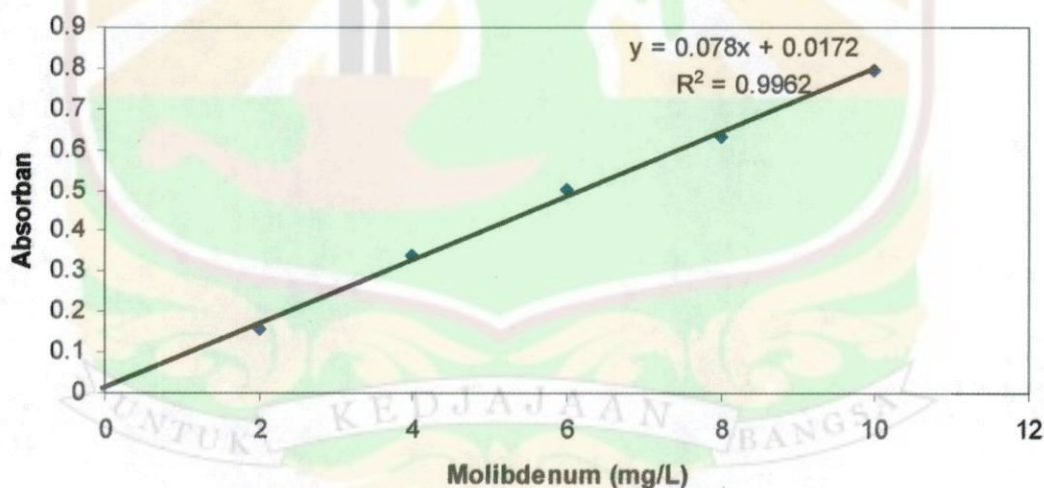


Gambar 2. Spektrum Absorpsi Molibdenum yang membentuk kompleks dengan Kalium Tiosianat.
Keterangan : $[Mo^{5+}] = 6 \text{ mg/L}$

4.2. Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi standar molibdenum dibuat terhadap larutan standar molibdenum dengan pengomplek kalium tiosianat dengan variasi konsentrasi 2-10 mg/L yaitu 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L dengan menggunakan kondisi optimum yang telah diperoleh di Gambar 2. Kurva kalibrasi molibdenum dengan pengomplek larutan kalium tiosianat dapat dilihat pada Gambar 3.

Dari perhitungan statistik diperoleh suatu persamaan regresi $Y = 0,078X + 0,0172$ dengan nilai koefisien determinasi (R^2) = 0,996 dimana nilai gradien 0,078 dan absorpsivitas molar $7,760 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ dan sensitivitas Sandell $12 \mu\text{g cm}^{-2}$ (cara menghitung absorpsivitas molar dan sensitivitas Sandell dapat dilihat pada Lampiran 15), didapatkan kurva pada Gambar 3. Hal ini merupakan kurva linear yang bagus dari kurva kalibrasi.



Gambar 3. Kurva Kalibrasi Molibdenum dengan Pengomplek Kalium Tiosianat

Kurva kalibrasi linear dengan pengomplek tiosianat telah dipelajari oleh Kim dan Zeitlin (1968). Diperoleh kurva pada rentangan konsentrasi 0-20 $\mu\text{g/L}$. Sedangkan oleh Abbaspour dan Barakeh (2002) diperoleh kurva kalibrasi linear

pada rentangan konsentrasi 0,5-13,0 µg/mL dengan pengomplek alizarin red S. Dipelajari juga oleh Ahmed dan Haque (2002) kurva kalibrasi linear diperolehnya pada rentangan konsentrasi 0,1-50 µg/mL. Pengomplek yang dipakai yaitu 5,7-dibromo-8-hidroksiquinolin. Menurut Barakat dan Mahmoud (2003), dengan tiosianat sebagai pengomplek kurva kalibrasi standar diperoleh pada rentangan konsentrasi 0-200 µg/mL. Kurva kalibrasi linear dengan pengomplek pyrokatekol violet sudah dipelajari oleh Kononova *et al.* (2004). Diperoleh kuva kalibrasi linear pada rentangan konsentrasi 0,05-2,5 µg/L. Kurva kalibrasi linear juga sudah dipelajari oleh Hajian dan Shams (2006). Dihasilkan persamaan regresi $y = 3,56x + 1,83$. Sudah dipelajari juga oleh Petisleam *et al.* (2006) didapatkan kurva kalibrasi linear pada rentangan konsentrasi 0,25-1,4 µg/mL. Sedangkan kurva kalibrasi linear dengan pengomplek kalium tiosianat juga telah dipelajari oleh Mihaljev *et al.* (2007). Diperoleh kurva kalibrasi linear pada rentangan konsentrasi 5-10 µg/L dan persamaan regresi $Ex = (0,0453 \times \text{massa}) - 0,006$.

4.3. Standar Deviasi Relatif

Standar deviasi relatif (SDR) digunakan untuk melihat tingkat ketelitian metode. Penentuan standar deviasi relatif dilakukan pada konsentrasi molibdenum 6 mg/L dengan melakukan 11 kali ulangan ($n = 11$) data dapat dilihat pada Tabel 5.

Dari data Tabel 5 didapatkan absorban rata-rata 0,485 yang dikonversikan ke kurva kalibrasi standar, sehingga pada konsentrasi 6 mg/L didapatkan harga standar deviasi (SD) 0,002 dan standar deviasi relatif (SDR) 0,433 %. Berdasarkan literatur (Harmita,2004) jika konsentrasi analit 1-10 mg/L, maka nilai

SDR paling tinggi adalah 7,3-11 %, maka SDR untuk metode ini jauh lebih kecil, artinya SDR yang diperoleh sangat bagus.

Jika dibandingkan pula dengan standar deviasi relatif yang diperoleh Mihaljev *et al.* (2007) yaitu 14,3 % dengan pengomplek yang sama dengan metode ini, maka nilai SDR yang didapatkan pada metode ini jauh lebih bagus. Hal yang menyebabkan harga SDR berbeda dengan metode ini karena sampel dan kondisi panjang gelombang maksimum yang dipakai berbeda. Dilaporkan oleh Abbaspour dan Baramakeh (2002) SDR adalah 1,35 % yang memakai pengomplek alizarin red S. Menurut Barakat dan Mahmoud (2003) dengan pengomplek yang sama dengan metode yang dilakukan ini didapatkan SDR 0,7 % serta oleh Kim dan Zeitlin (1968) adalah 1,37 %.

4.4. Batas deteksi dan Batas Kuantitas

Batas deteksi atau limit deteksi (LoD) adalah konsentrasi terendah dari analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi oleh spektrofotometer UV/Vis. Limit kuantitasi (LoQ) menunjukkan batas kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama pada metode tiosianat.

Limit Deteksi (LoD) didefenisikan sebagai konsentrasi yang memberi sinyal tiga kali standar deviasi blanko, yang terdeteksi dengan metode ini adalah 0,027 mg/L. Sedangkan limit kuantitasi (LoQ) yang memberikan sinyal 10 kali standar deviasi blanko. Pada metode ini didapatkan adalah 0,089 mg/L (data absorban dapat dilihat pada Lampiran 3).

Telah dipelajari oleh Kononova *et al.* (2004) bahwa limit deteksi pada metode spektroskopi refleksi difusi dengan pengomplek pirokatekol violet adalah 0,02

mg/L. Hal ini berbeda karena menggunakan spektrofotometer dan pengomplek yang berbeda. Menurut Barakat dan Mahmoud (2003) memakai pengomplek yang sama dengan metoda ini, didapatkan nilai LoD 0,05 ppm, oleh Kononova *et al.* (2004) memakai pirokatekol violet sebagai pengomplek didapatkan LoD 0,002 mg dm³. Dilaporkan juga oleh Ahmed dan Haque (2002) bahwa nilai LoD yang didapatkannya adalah 20 ng m⁻¹ yang menggunakan pengomplek 5,7-dibromo-8-hidroksiquinolin.

Tabel 5. Data Hasil Presisi Standar Molibdenum Pada Konsentrasi 6 mg/L

Nomor	Absorban 6 mg/L
1	0,479
2	0,485
3	0,486
4	0,485
5	0,486
6	0,485
7	0,485
8	0,486
9	0,487
10	0,487
11	0,487
Rata-rata	0,485
SD	0,002
RSD	0,433%

4.5. Aplikasi Pada Sampel

Sampel yang akan ditentukan kandungan molibdenumnya terlebih dahulu ditentukan massa jenisnya seperti tercantum pada Tabel 6 (Data penentuan massa jenis sampel dapat dilihat pada Lampiran 6 dan contoh sampel batuan yang dianalisis dapat dilihat pada Lampiran 18).

Tabel 6. Data Hasil Penentuan Massa Jenis Sampel

Kode Sampel	Massa Jenis (g/mL)
S1	2.760
S2	4.747
S3	4.689
S4	4.932
S5	5.048

Metode ini diaplikasikan terhadap 5 sampel batuan dari Bukit Paronggang Nagari Air Dingin Kecamatan Lembah Gumanti Kabupaten Solok. Dari kondisi optimum yang didapatkan, diaplikasikan untuk mengukur molibdenum dalam sampel batuan seperti tertera pada Tabel 7 (data absorban dan prosentase kandungan molibdenum dalam sampel dapat dilihat pada Lampiran 7).

Dari Tabel 7 dapat dilihat nilai konsentrasi molibdenum pada tiap sampel batuan (data hasil pengukuran molibdenum dalam sampel dapat dilihat pada Lampiran 6). Pada sampel batuan ini selalu ditemukan molibdenum terutama pada sampel S3 walaupun dalam konsentrasi yang rendah yang mana selama ini keberadaannya tidak diperhitungkan, hanya terbawa secara cuma-cuma dalam bijih besi yang harganya relatif murah (Anonim, 2004). Padahal unsur

molibdenum mempunyai harga jual jauh lebih tinggi dari bijih besi dan kegunaannya juga banyak sekali (Sugiyarto, 2003).

Tabel 7. Prosentase Kandungan Unsur Molibdenum Dalam Sampel

No	Kode Sampel	%
1	S1	0,054
2	S2	0,074
3	S3	0,090
4	S4	0,087
5	S5	0,068

4.6. Rekoveri

Untuk melihat tingkat ketepatan metode dilakukan dengan menggunakan sampel yang ditambahkan larutan standar (*dispike*). Rekoveri diperoleh dari perbandingan konsentrasi sampel yang ditambahkan larutan standar dengan sejumlah konsentrasi standar dan sampel yang telah dikali dengan faktor pengenceran. Pada penelitian ini sampel diambil dari Bukit Paronggang Kabupaten Solok.

Rekoveri dilakukan dengan cara mengambil 3 mL sampel yang sudah dilarutkan sesuai prosedur pelarutan sampel dan diketahui konsentrasinya yaitu sebanyak 0,203 mg/L, kemudian ditambahkan larutan standar molibdenum 0,25, 0,5 dan 0,75 mg/L dan diperlakukan sama dengan sampel, hasilnya dapat dilihat pada Tabel 8 (hasil percobaan pada Lampiran 8).

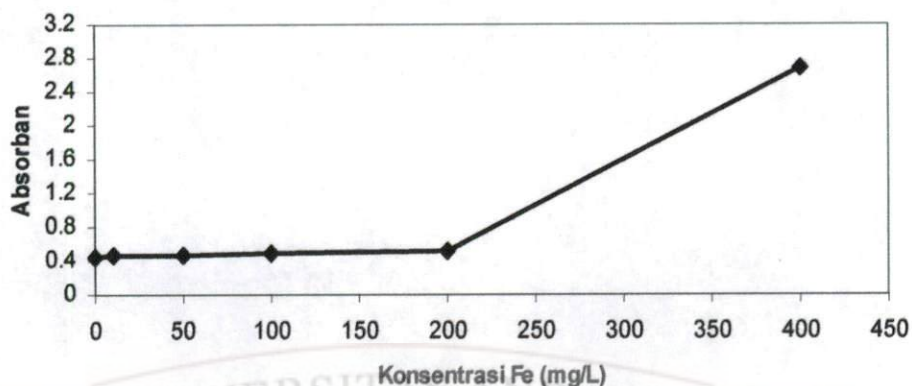
Dari Tabel 8 dapat dilihat nilai rekoverti yang diperoleh pada penelitian ini adalah 97,45 % berarti hanya 2,55 % analit yang berkurang pada penetapan ini. Berdasarkan literatur (Harmita,2004) jika konsentrasi standar yang ditambahkan 0,1-1 mg/L maka rentangan konsentrasi rekoverti dari 80-110 %. Didapatkan oleh Mihaljev *et al.* (2007) menggunakan pengomplek yang sama dengan metode ini nilai rekoverti 95,9 %. Rekoverti yang terbaik adalah 100 %. Dari sini dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan ini sangat bagus.

Tabel 8. Tabel Data Hasil Rekoverti Molibdenum pada Konsentrasi 0,203 mg/L

No	Konsentrasi standar yang ditambahkan (mg/L)	Konsentrasi sampel sebelum <i>spike</i> (mg/L)	Konsentrasi seharusnya setelah <i>spike</i> (mg/L)	Konsentrasi setelah <i>spike</i> (mg/L)	Rekoverti (%)
1	0,25	0,203	0,453	0,445	96,8
2	0,5	0,203	0,703	0,711	101,6
3	0,75	0,203	0,953	0,895	93,94
Rata-rata					97,45

4.7. Pengaruh Ion Pengganggu

Pengaruh penambahan ion logam besi pada larutan molibdenum dilakukan untuk melihat sejauh mana ion logam Fe^{+3} mempengaruhi sinyal serapan molibdenum pada metode yang dikembangkan ini. Dapat dilihat dari Gambar 4 bahwa ion logam Fe^{+3} dapat mengganggu sinyal serapan.



Gambar 4. Pengaruh Konsentrasi Ion Fe^{+3} Terhadap Sinyal Serapan Komplek Molibdenum.
Keterangan : $[\text{Mo}^{5+}] = 6 \text{ mg/L}$

Dari Gambar 4 dapat dilihat bahwa penambahan konsentrasi ion besi sampai 200 mg/L tidak terjadi perubahan sinyal, artinya belum mengganggu. Sedangkan pada penambahan ion besi sebesar 400 mg/L terjadi kenaikan sinyal yang sangat signifikan yaitu sebesar 504,054 %, berarti sudah mengganggu (data dapat dilihat pada Lampiran 9).

Menurut Abbaspour dan Baramakeh (2002) meskipun Hg^{2+} , W^{6+} dan Fe^{3+} memberikan beberapa permasalahan, tetapi dapat ditoleransi pada konsentrasi 100 kali lebih besar dibandingkan dengan konsentrasi molibdenum. Ion besi dapat dilindungi dengan natrium tiosianat. Dinyatakan oleh Barakat dan Mahmoud (2003) dengan penambahan asam askorbat ion besi tidak berpengaruh karena besi(III) direduksi menjadi besi(II) yang tidak berwarna. Dikemukakan juga oleh Ahmed dan Haque (2002) untuk menghilangkan pengaruh vanadium(V), Cu^{2+} dan Fe^{3+} dapat dilakukan dengan penambahan asam tartrat, EDTA, asam sitrat atau asam klorida.

4.8. Kandungan Unsur Utama

Sampel yang digunakan untuk menentukan unsur molibdenum adalah yang terdapat dalam bijih besi. Di dalam bijih besi umumnya terdapat berbagai mineral logam. Untuk mengetahui kadar unsur lain dilakukan analisis beberapa unsur yaitu besi, mangan, seng, tembaga dan timbal. Untuk menentukan unsur-unsur tersebut digunakan metode spektroskopi serapan atom (SSA). Unsur ini tidak bersifat *refraktori* (sulit mengatom), sehingga dalam penentuan unsur-unsur tersebut hasilnya didapatkan lebih cepat. Prosentase kandungan unsur utama dapat dilihat dalam Tabel 9.

Tabel 9. Tabel Prosentase Kandungan Unsur Utama

No	kode sampel	% Unsur				
		Besi	Mangan	Seng	Tembaga	Timbal
1	S1	49,010	0,583	0,130	0,006	0,002
2	S2	57,485	0,372	0,142	0,035	0,002
3	S3	55,013	0,271	0,100	0,039	0,002
4	S4	59,281	0,325	0,543	0,013	0,002
5	S5	60,472	0,295	0,710	0,008	0,002

4.8.1. Logam Besi

Untuk penentuan kandungan logam besi, dilakukan terlebih dahulu pengenceran terhadap larutan sampel batuan. Dimana pada sampel bijih besi dilakukan pengenceran 50.000 kali. Hal ini dilakukan karena waktu diukur serapan besi

dalam larutan sampel didapatkan hasil serapan yang cukup besar dan berada di luar daerah pengukuran serapan larutan besi standar.

Pada Tabel 9 dapat dilihat kandungan terbesar terdapat pada sampel S5, yaitu 60,472 %. Berdasarkan data dari PEMDA Kabupaten Solok (Anonim, 2004) kandungan besi didapatkan ± 66 %. Terjadi perbedaan yang disebabkan oleh sampel yang diambil tidak sama, walaupun lokasi sama dan alat yang digunakan juga berbeda (data dan gambar kurva standar logam besi dapat dilihat pada Lampiran 10).

4.8.2. Logam Mangan

Pada penentuan unsur mangan terlebih dahulu dilakukan pengenceran sampai 10.000 kali, karena dalam bijih besi, mangan juga banyak terkandung di dalamnya. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 9.

Pada Tabel 9 didapatkan konsentrasi mangan terbesar pada sampel S1 yaitu 0,583 %. Dari kelima sampel semuanya mengandung mangan dengan kandungan yang berbeda. (data dan gambar kurva standar logam mangan dapat dilihat pada Lampiran 11).

4.8.3 Logam seng

Untuk penentuan logam seng dilakukan terlebih dahulu pengenceran sampel sampai 10.000 kali karena biasanya dalam sampel bijih besi juga banyak terdapat seng. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 9.

Pada Tabel 9 konsentrasi seng terbesar terdapat pada sampel S5 yaitu 0,710 %. Berarti dari semua sampel ternyata mengandung logam seng dengan

konsentrasi yang berbeda-beda (data dan gambar kurva standar logam seng dapat dilihat pada Lampiran 12).

4.8.4. Logam Tembaga

Untuk penentuan unsur tembaga dilakukan pengenceran sampel 100 kali karena dalam bijih besi kandungan tembaga tidak terlalu tinggi. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 9.

Pada tabel 9 didapatkan konsentrasi tembaga terbesar pada sampel S3 yaitu 0,040 %. Dari kelima sampel ternyata semuanya mengandung tembaga walaupun dengan konsentrasi kecil (data dan gambar kurva standar logam tembaga dapat dilihat pada Lampiran 13).

4.8.5. Logam Timbal

Pada penentuan logam timbal dilakukan pengenceran 100 kali. Hal ini dilakukan karena logam timbal hanya sedikit terdapat dalam sampel bijih besi. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 9.

Dari data Tabel 9 ternyata didapatkan konsentrasi timbal sama besar pada seluruh sampel yaitu 0,002 % (data dan gambar kurva standar logam timbal dapat dilihat pada Lampiran 14).

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, metode spektrofotometri yang sudah dikembangkan memakai tiosianat sebagai pengomplek mempunyai kemampuan yang baik untuk menentukan kandungan molibdenum dalam batuan. Serapan maksimum terjadi pada panjang gelombang 456 nm. Pada rentangan konsentrasi 2-10 mg/L diperoleh persamaan regresi $y = 0,078X + 0,0172$, koefisien determinasi (R^2) adalah 0,996, gradien 0,078 dan absorpsivitas molar $7,760 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ serta sensitivitas Sandell $12 \mu\text{g cm}^{-2}$.

Nilai standar deviasi (SD) didapatkan dari 11 kali pengukuran pada konsentrasi molibdenum 6 mg/L yaitu 0,002. Standar deviasi relatif 0,433 %. Limit deteksi (LoD) yang dapat terdeteksi pada metode ini 0,027 mg/L. Sedangkan limit kuantitasi (LoQ) adalah 0,089 mg/L. Nilai rekoverti yang diperoleh sangat bagus yaitu 97,45 %. Pada metode ini didapatkan kadar molibdenum paling banyak dalam sampel S3 yaitu 0,549 mg/L atau 0,090 %.

Analisa unsur utama dengan SSA didapatkan kandungan besi dan seng terbesar dalam sampel S5 dengan konsentrasi 1,211 mg/L atau 60,472 % dan 0,710 mg/L atau 0,710 %, mangan terbesar terdapat pada sampel S1 yaitu 0,590 mg/L atau 0,583 %. Tembaga dan timbal kandungan terbanyak didapatkan dalam sampel S3 sebesar 3,896 mg/L atau 0,039 % dan 0,196 mg/L atau 0,002 %.

Aplikasi metode dilakukan pada batuan dan didapatkan kandungan molibdenum dalam sampel dengan kode S1, S2, S3, S4 dan S5 berturut-turut adalah 0,054, 0,074, 0,090, 0,087 dan 0,068 %.

Pengaruh ion pengganggu yang dicobakan yaitu dengan ion Fe^{3+} pada larutan standar molibdenum 6 mg/L. Pada penambahan ion Fe^{3+} sampai dengan 200 mg/L belum mengganggu. Sedangkan pada penambahan ion Fe^{3+} dengan konsentrasi 400 mg/L terjadi kenaikan sinyal gangguan yang sangat signifikan yaitu sebesar 504,054 %.

5.2. Saran

Metode spektrofotometri yang sudah dikembangkan sangat baik digunakan untuk menentukan kandungan molibdenum dalam batuan. Untuk aplikasi metode disarankan melakukan penelitian lanjutan dengan mempelajari cara mengatasi gangguan ion besi serta gangguan ion-ion lain yang akan banyak terdapat dalam sampel, terutama pengganggu dari ion-ion logam. Perlu juga dilakukan penelitian terhadap sampel selain bijih besi, sehingga metode ini dapat digunakan untuk berbagai sampel dengan mudah, cepat dan biaya yang murah. Disarankan pada eksportir (pengusaha pertambangan) untuk menganalisa lebih dahulu unsur-unsur lain selain dari unsur utama. Untuk meningkatkan harga jual bahan tambang, Pemerintah khususnya Dinas Pertambangan, mendirikan pabrik-pabrik untuk memisahkan logam-logam dari bijihnya. Diharapkan metode ini merupakan metode yang handal untuk masa mendatang. Kepada pemerintah disarankan untuk melakukan langkah lebih lanjut tentang pemanfaatan unsur-unsur logam yang ada dalam batuan Bukit Paronggang Kabupaten Solok.

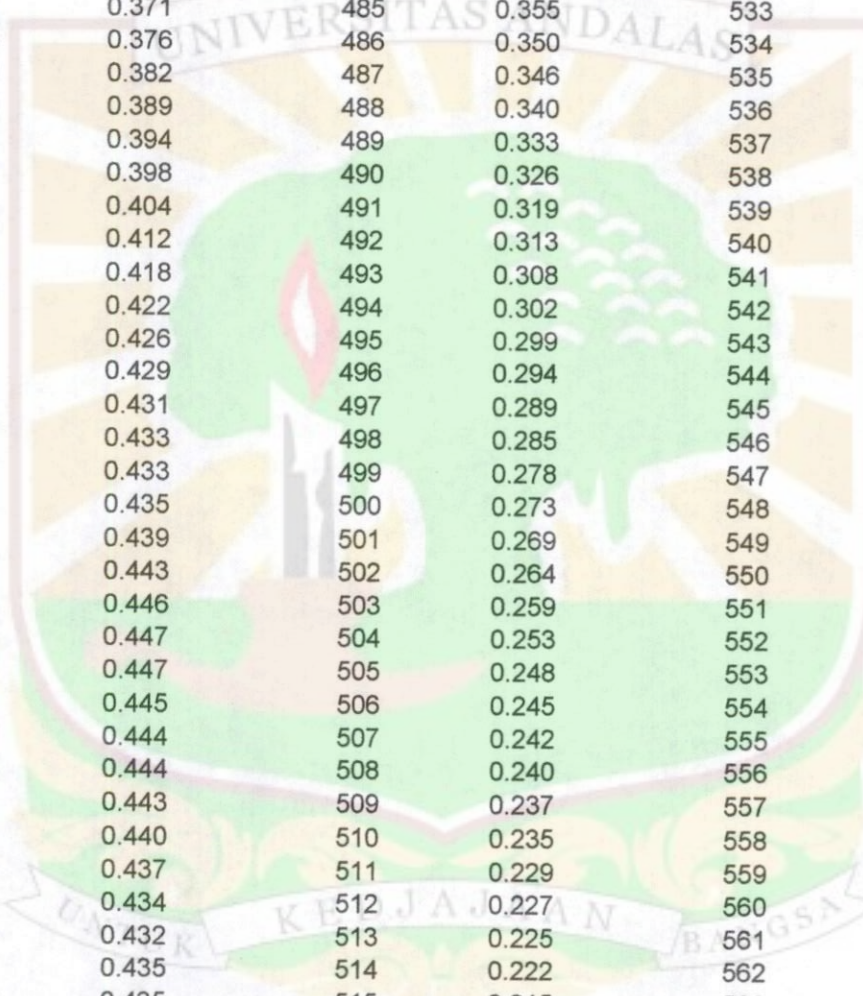
DAFTAR PUSTAKA

- Abbaspour, A. and L. Baramakeh. 2002, Simultaneous Determination of Zirconium and Molybdenum by first-Derivative Spectrophotometry. *Anal. Sci.* 18 : 1127 - 1130.
- Ahmed, M. J. and M. E. Haque. 2002. A Rapid Spectrophotometric Method for the Determination of Molybdenum in Industrial, Environmental, Biological and Soil Samples Using, 5,7-Dibromo-8-hydroxyquinoline. *Anal. Sci.* 18 : 433-439.
- Anonim. 2004. *Sebaran Deposit Bahan Tambang Kecamatan Lembah Gumanti Kabupaten Solok Propinsi Sumatera Barat*, Dinas Pertambangan Pemda Kabupaten Solok, Solok.
- Arif, A. 2007. *Ancaman untuk Indonesia*. Kompas 2 Juli.
- Barakat, S. A. and T. Y. Mahmoud. 2003. Determination of Molybdenum by Flow - Injection Analysis, *Acta. Chim.* 50 : 799 - 806.
- Barrera, P. B. C. P. Calvo. A. B. Barrera. and F. B. Martinez. 1991. Chemical modifiers in the Determination of Molybdenum in Human Serum by Electrothermal AAS, *Anal. Chem.* 340 (4) : 265-268.
- Bishnoi, A.K. R. Dass. and R.G. Sharma. 2004. 6-Chloro-3-Hydroxy-2-(5'-methylfuryl)-4H-Chromene-4-one as an Analytical Reagent for Micro Determination of Molybdenum(VI). *Anal. Sci.* 20 : 941 - 943.
- Day, R. A. and A. L. Underwood. 1999. *Analisa Kimia Kuantitatif*, terjemahan A. H Pudjaatmaka. 5. Erlangga. Jakarta, : 4.
- Elvers, B. S. Hawkins and G. Schulz. 1996. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Vch Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 16 : 655-699.
- Ferreira, S. L. C. H. C. Santos. D. S. Jesús. 2001. Molybdenum Determination in Iron Matrices by ICP - AES After Separation and Preconcentration Using Polyurethane Foam, *Anal. Chem.* 369 (2) : 187-190.
- Hajian, R. and E. Shams. 2006. Trace Determination of Molybdenum by Adsorptive Cathodic Stripping Voltammetry, *Iran. Chem.* 3 (1) : 32 - 37.
- Harmita, 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metoda dan Cara Perhitungannya, *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1 : (3): 117-135.
- Heslop, R. B. and P. L. Robinson. 1960. *Inorganic Chemistry*, Elsevier Publishing Company, Amsterdam : 440-449.

- Kim, Y.S. and H. Zeitlin. 1968. *Limonologi and Oceanography*, Vol. (13) : no. 3
- Kismojohadi, R. 1962. *Ilmu Bumi Alam*, 2, Eleonora, Jakarta.
- Kononova, O. N. S. V. Kachin. A. E. Chaikovskaya. A. G. Kholmogorov. and O. P. Kalyakina. 2004. Sorption Preconcentration and Determination of Molybdenum (VI) by Diffuse Reflection Spektroskopy, *Turk. J. Chem.* 28 : 193 - 202.
- Mihaljev, Z. Z. Cupic Z. B. Milica. and I. Anica. 2007. Possibility of Spectrophotometric Determination of Molybdenum in Feed Proceedings of the 7th International Symposium on Metal Elements in Enviroment, Medicine and Biology, Timosoara. : 247 – 250.
- Miller, J.C. and J.N. Miller. 1984. *Statistic for Analytical Chemistry*. Ellis Horwood Limited Chichester, New York.
- Petisleam, T. E. Chirila. I. C. Popovici. and Z. Caradima. 2006. ICP-MS Utilization for Molybdenum Determination in Marine Samples, Ovidius University *Anal. Chem.* 17 (1) : 43-45.
- Schenk, G. H. and D. D. Ebbing. 1924. *Qualitative Analysis and Ionic Equilibrium*, Houghton Mifflin Company, Boston : 212-215 .
- Sugiyarto, K. H. 2003. *Dasar-dasar Kimia Anorganik Logam*, Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta : 5.23-5.30
- Treadwell, F. P. 1961. *Analytical Chemistry*, Translated and Revised W. T. Hall. John Wiley & Sons, Inc, 2, New York, Vol. (I) : 505-508.
- Vogel, A.I. 1994. *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, terjemahan A. Hadyana P. dan L. Setiono. Buku Kedokteran EGC. 4 : 155-157
- Williams, C. H, 2006. A Colorimetric Method for the Determination of Molybdenum in Soils, *Inter. Sci.* 6 : 104-110.
- Young, R. S , 1971. *Chemical Analysis in Extractive Metallurgy*, Griffin, London : 220-228.

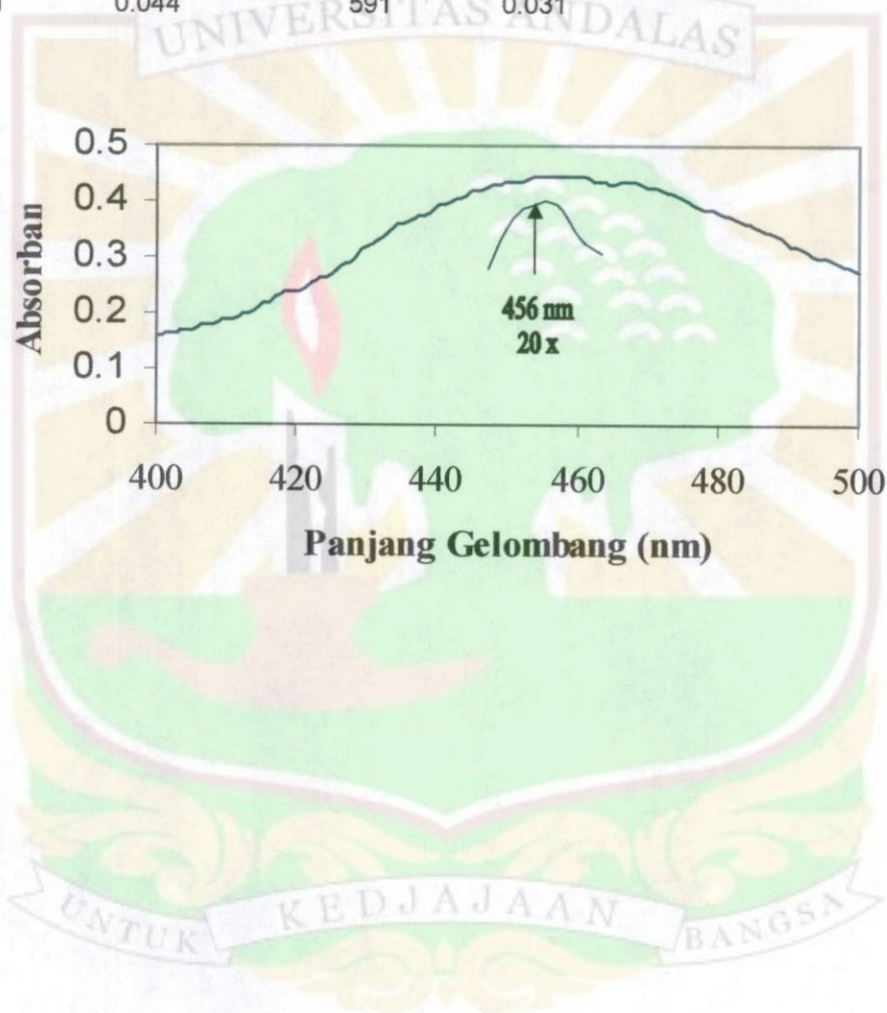
Lampiran 2. Spektrum Absorpsi Molibdenum Pada Panjang Gelombang 300-600 nm

Panjang Gelombang	Absorban	Panjang Gelombang	Absorban	Panjang Gelombang	Absorban
300	0.588	343	0.718	386	0.192
301	0.705	344	0.715	387	0.188
302	0.730	345	0.690	388	0.185
303	0.787	346	0.675	389	0.181
304	0.833	347	0.651	390	0.175
305	0.869	348	0.632	391	0.170
306	0.898	349	0.624	392	0.171
307	0.923	350	0.610	393	0.172
308	0.951	351	0.590	394	0.167
309	0.968	352	0.573	395	0.164
310	0.982	353	0.560	396	0.161
311	0.998	354	0.551	397	0.160
312	1.026	355	0.542	398	0.159
313	1.043	356	0.535	399	0.158
314	1.060	357	0.519	400	0.159
315	1.071	358	0.495	401	0.161
316	1.075	359	0.478	402	0.163
317	1.089	360	0.461	403	0.166
318	1.084	361	0.443	404	0.168
319	1.080	362	0.426	405	0.172
320	1.080	363	0.414	406	0.176
321	1.083	364	0.404	407	0.178
322	1.084	365	0.392	408	0.181
323	1.090	366	0.378	409	0.185
324	1.091	367	0.363	410	0.188
325	1.081	368	0.351	411	0.191
326	1.060	369	0.340	412	0.195
327	1.053	370	0.328	413	0.199
328	1.044	371	0.316	414	0.206
329	0.885	372	0.303	415	0.213
330	0.683	373	0.288	416	0.221
331	0.677	374	0.280	417	0.229
332	0.668	375	0.273	418	0.235
333	0.680	376	0.265	419	0.238
334	0.702	377	0.259	420	0.241
335	0.719	378	0.252	421	0.247
336	0.712	379	0.242	422	0.253
337	0.745	380	0.229	423	0.259
338	0.760	381	0.210	424	0.266
339	0.747	382	0.203	425	0.272
340	0.711	383	0.199	426	0.281
341	0.734	384	0.196	427	0.289
342	0.724	385	0.193		



428	0.296	476	0.398	524	0.191
429	0.309	477	0.392	525	0.188
430	0.319	478	0.386	526	0.183
431	0.327	479	0.383	527	0.181
432	0.334	480	0.379	528	0.176
433	0.345	481	0.374	529	0.174
434	0.353	482	0.368	530	0.173
435	0.360	483	0.363	531	0.173
436	0.366	484	0.359	532	0.168
437	0.371	485	0.355	533	0.163
438	0.376	486	0.350	534	0.159
439	0.382	487	0.346	535	0.158
440	0.389	488	0.340	536	0.158
441	0.394	489	0.333	537	0.156
442	0.398	490	0.326	538	0.152
443	0.404	491	0.319	539	0.150
444	0.412	492	0.313	540	0.147
445	0.418	493	0.308	541	0.143
446	0.422	494	0.302	542	0.140
447	0.426	495	0.299	543	0.142
448	0.429	496	0.294	544	0.137
449	0.431	497	0.289	545	0.132
450	0.433	498	0.285	546	0.129
451	0.433	499	0.278	547	0.126
452	0.435	500	0.273	548	0.123
453	0.439	501	0.269	549	0.121
454	0.443	502	0.264	550	0.119
455	0.446	503	0.259	551	0.118
456	0.447	504	0.253	552	0.113
457	0.447	505	0.248	553	0.108
458	0.445	506	0.245	554	0.103
459	0.444	507	0.242	555	0.100
460	0.444	508	0.240	556	0.096
461	0.443	509	0.237	557	0.095
462	0.440	510	0.235	558	0.093
463	0.437	511	0.229	559	0.090
464	0.434	512	0.227	560	0.094
465	0.432	513	0.225	561	0.096
466	0.435	514	0.222	562	0.094
467	0.435	515	0.215	563	0.090
468	0.434	516	0.211	564	0.084
469	0.431	517	0.208	565	0.079
470	0.427	518	0.204	566	0.075
471	0.424	519	0.201	567	0.072
472	0.418	520	0.199	568	0.069
473	0.413	521	0.197	569	0.067
474	0.409	522	0.195	570	0.064
475	0.403	523	0.193	571	0.058

572	0.059	582	0.046	592	0.032
573	0.061	583	0.052	593	0.035
574	0.062	584	0.050	594	0.036
575	0.060	585	0.046	595	0.032
576	0.058	586	0.042	596	0.029
577	0.056	587	0.040	597	0.030
578	0.053	588	0.041	598	0.033
579	0.047	589	0.038	599	0.034
580	0.045	590	0.033	600	0.029
581	0.044	591	0.031		

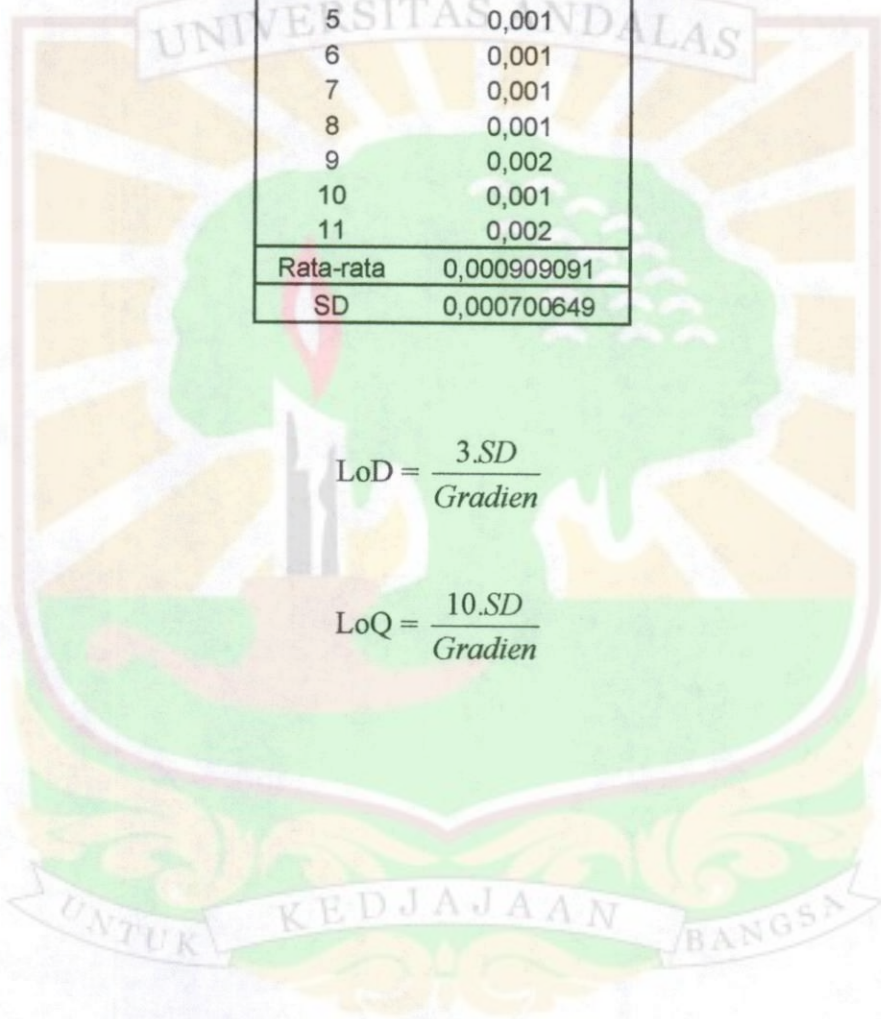


Lampiran 3. Data Hasil Pengukuran Serapan 11 Kali Blanko

No	Absorban Blanko
1	0
2	0,001
3	0
4	0
5	0,001
6	0,001
7	0,001
8	0,001
9	0,002
10	0,001
11	0,002
Rata-rata	0,000909091
SD	0,000700649

$$LoD = \frac{3.SD}{Gradien}$$

$$LoQ = \frac{10.SD}{Gradien}$$

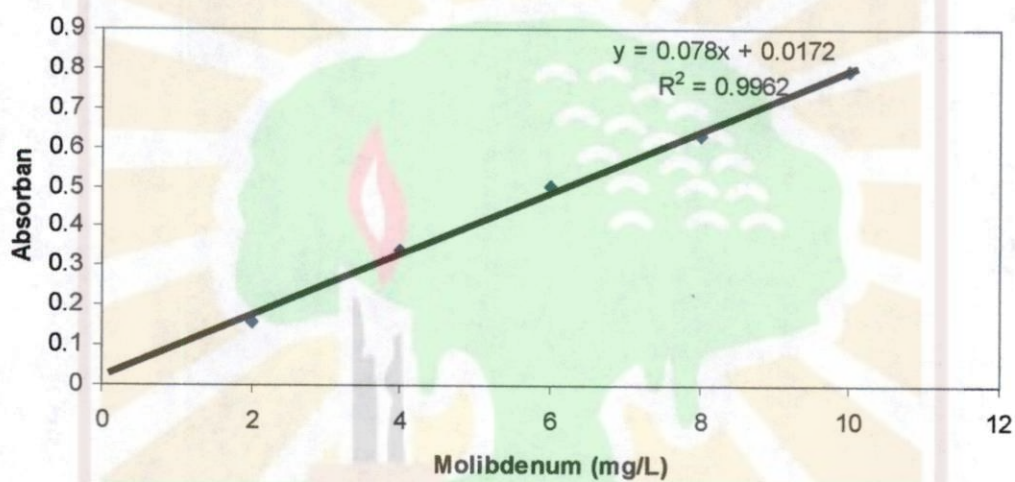


Lampiran 4. Data Hasil Pengukuran Serapan 11 Kali Larutan Standar

Nomor	Absorban 6 mg/L
1	0,479
2	0,485
3	0,486
4	0,485
5	0,486
6	0,485
7	0,485
8	0,486
9	0,487
10	0,487
11	0,487
Rata-rata	0,485
SD	0,002
RSD	0,433%

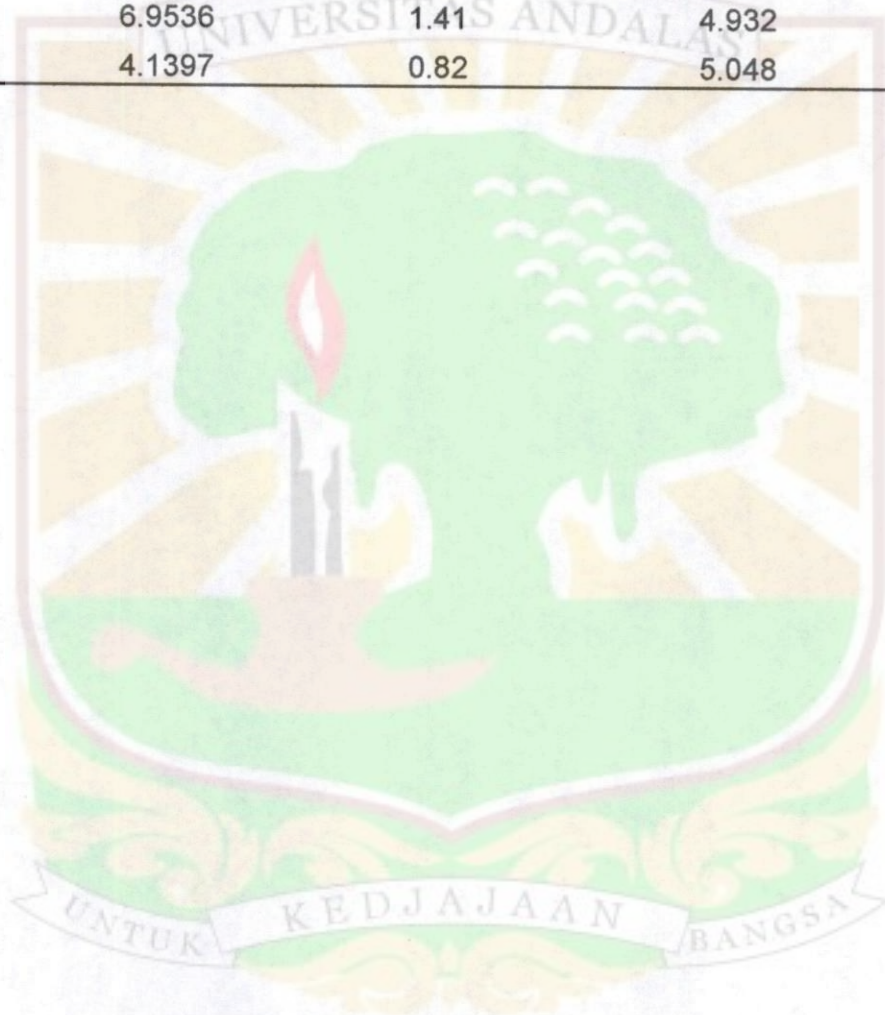
Lampiran 5. Data Absorban Kurva Kalibrasi Standar

Konsentrasi Mo	Absorban
0	0
2	0.157
4	0.342
6	0.504
8	0.63
10	0.793



Lampiran 6. Data Penentuan Massa Jenis Sampel

Sampel	Massa Batu (g)	Volume Batu (mL)	Massa Jenis (g/mL)
S1	6.6244	2.40	2.760
S2	4.0346	0.85	4.747
S3	7.5025	1.60	4.689
S4	6.9536	1.41	4.932
S5	4.1397	0.82	5.048



Lampiran 7. Data Absorban dan Prosentase Kandungan Molibdenum Dalam Sampel

Sampel	Absorban	x (mg/L)	Berat sampel (mg)	%
S1	0,043	0,331	1012,8	0,054
S2	0,052	0,446	1010,9	0,074
S3	0,060	0,549	1012,3	0,090
S4	0,058	0,523	1000,7	0,087
S5	0,049	0,408	1001,0	0,068



Lampiran 8. Data Perhitungan Rekoverti

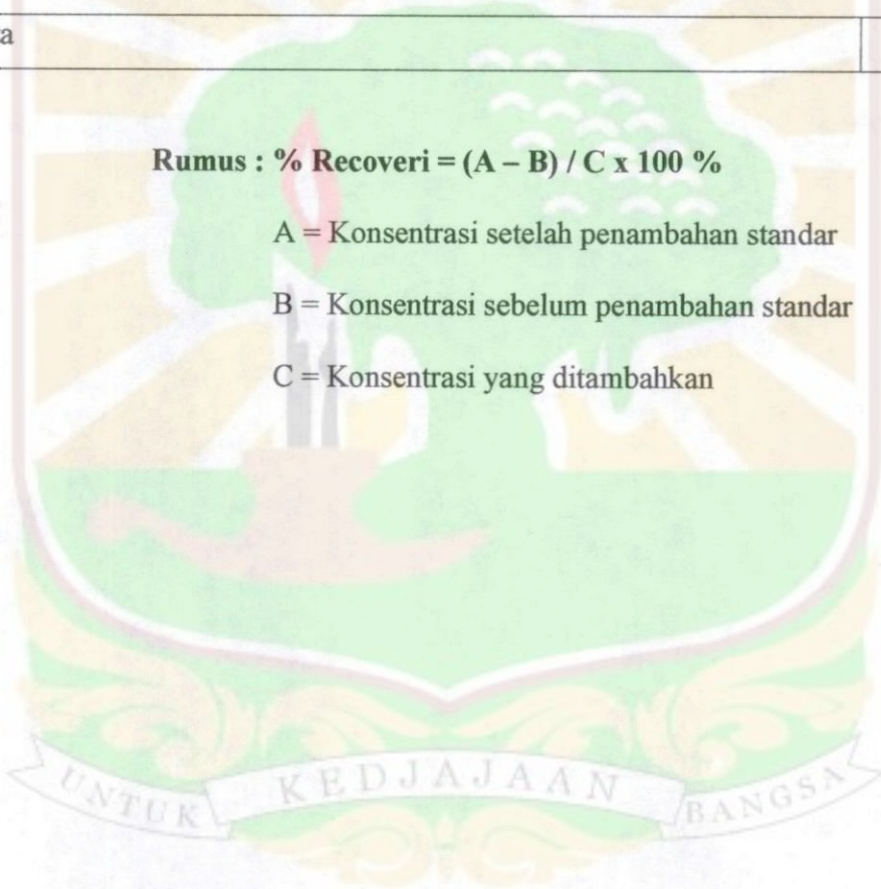
No	Konsentrasi standar yang ditambahkan (mg/L)	Absorban sampel sebelum spike	Konsentrasi sampel sebelum spike (mg/L)	Absorban sampel setelah spike	Konsentrasi sampel setelah spike (mg/L)	Rekoverti (%)
1	0,25	0,033	0,203	0,052	0,445	96,8
2	0,50	0,033	0,203	0,052	0,711	101,6
3	0,75	0,033	0,203	0,052	0,895	93,94
Rata-rata						97,45

$$\text{Rumus : \% Rekoverti} = (A - B) / C \times 100 \%$$

A = Konsentrasi setelah penambahan standar

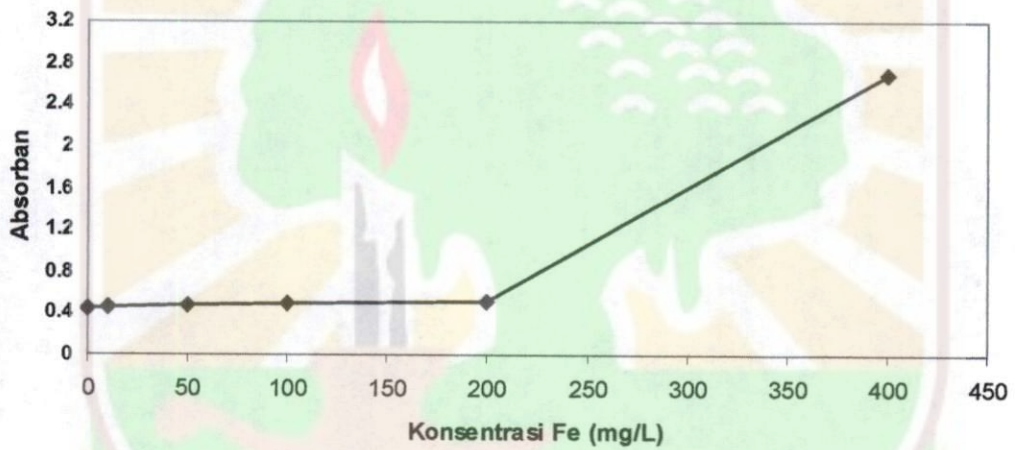
B = Konsentrasi sebelum penambahan standar

C = Konsentrasi yang ditambahkan



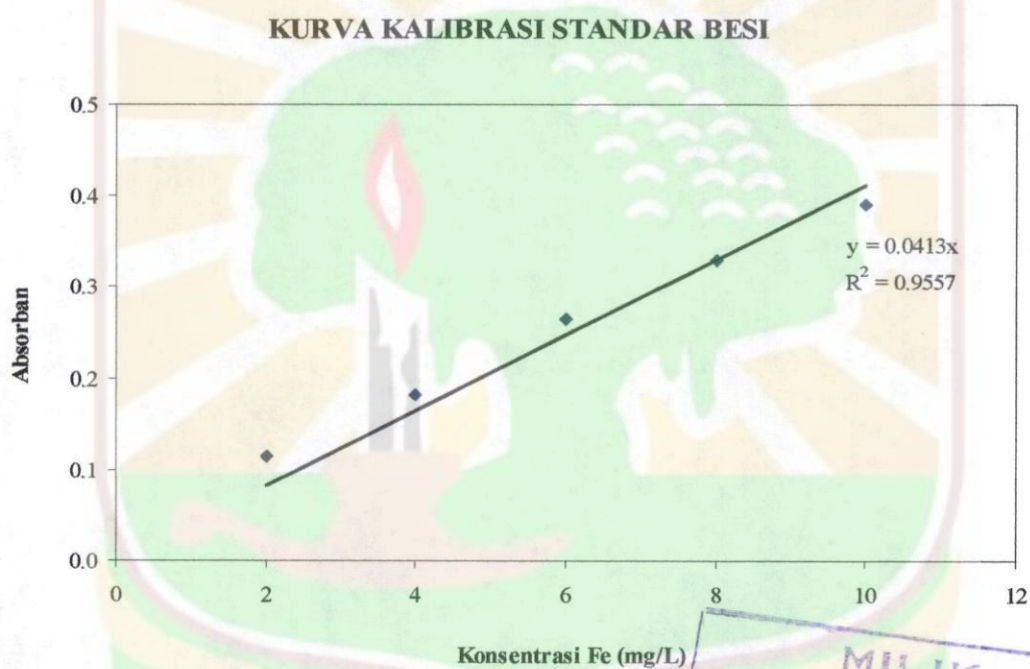
Lampiran 9. Data Absorban Ion Pengganggu

Konsentrasi besi (mg/L)	Absorban	Perubahan Sinyal (%)
0	0,444	0
10	0,462	4,054
50	0,476	7,207
100	0,496	11,712
200	0,508	14,414
400	2,6820	504,054



Lampiran 10. Data Absorban Besi

[Fe] (mg/L)	Absorban
2	0.115
4	0.182
6	0.265
8	0.329
10	0.390



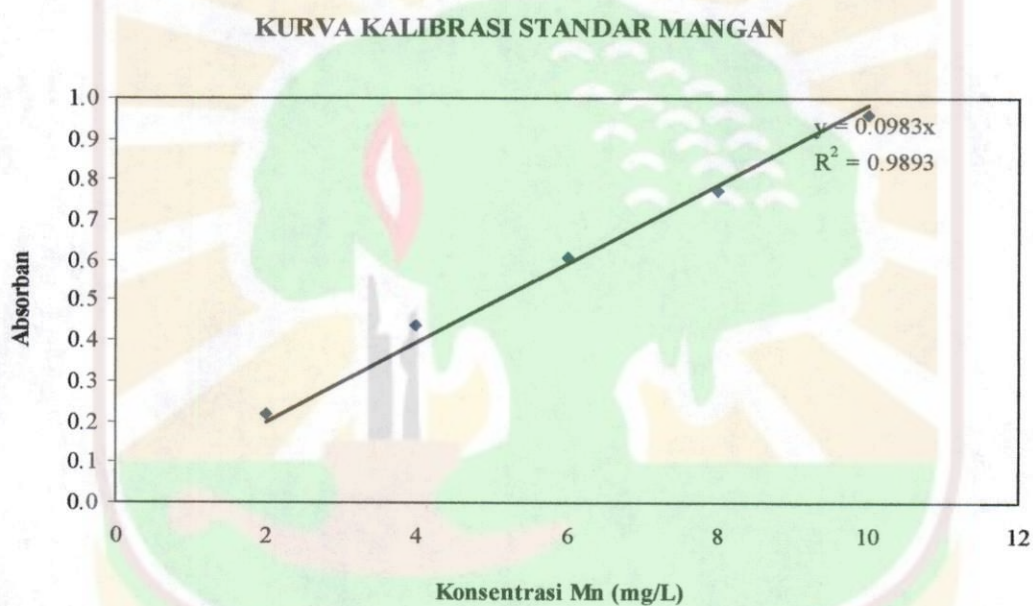
$$y = 0.0413x$$

Sampel 3	Absorban	x (mg/L)	Berat Sampel	%
s1	0.041	0.9927	1.0128	49.0095
s2	0.048	1.1622	1.0109	57.4848
s3	0.046	1.1138	1.0123	55.0134
s4	0.049	1.1864	1.0007	59.2805
s5	0.050	1.2107	1.0010	60.4722

Keterangan : Sampel 3 = Sampel dengan pengenceran 50.000 kali

Lampiran 11. Data Absorban Mangan

[Mn] (mg/L)	Absorban
2	0.218
4	0.439
6	0.607
8	0.774
10	0.960



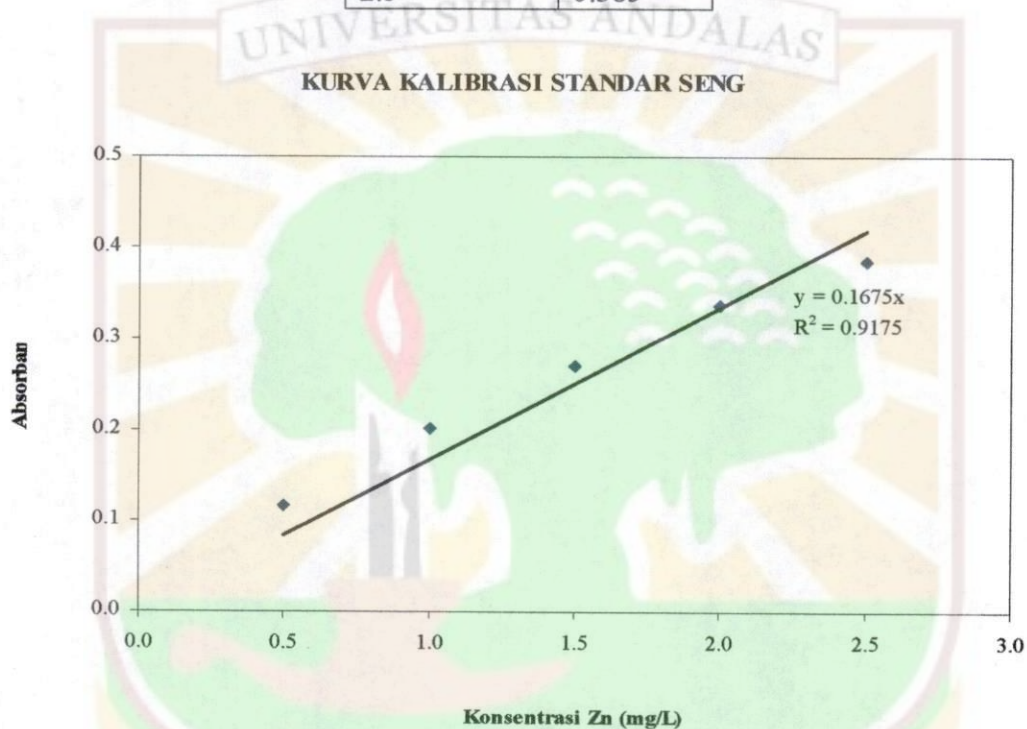
$$y = 0.0983x$$

Sampel 2	Absorban	x (mg/L)	Berat Sampel	%
s1	0.058	0.5900	1.0128	0.5826
s2	0.037	0.3764	1.0109	0.3723
s3	0.027	0.2747	1.0123	0.2713
s4	0.032	0.3255	1.0007	0.3253
s5	0.029	0.2950	1.0010	0.2947

Keterangan : Sampel 2 = Sampel dengan pengenceran 10.000 kali.

Lampiran 12. Data Absorban Seng

[Zn] (mg/L)	Absorban
0.5	0.117
1.0	0.201
1.5	0.271
2.0	0.337
2.5	0.385



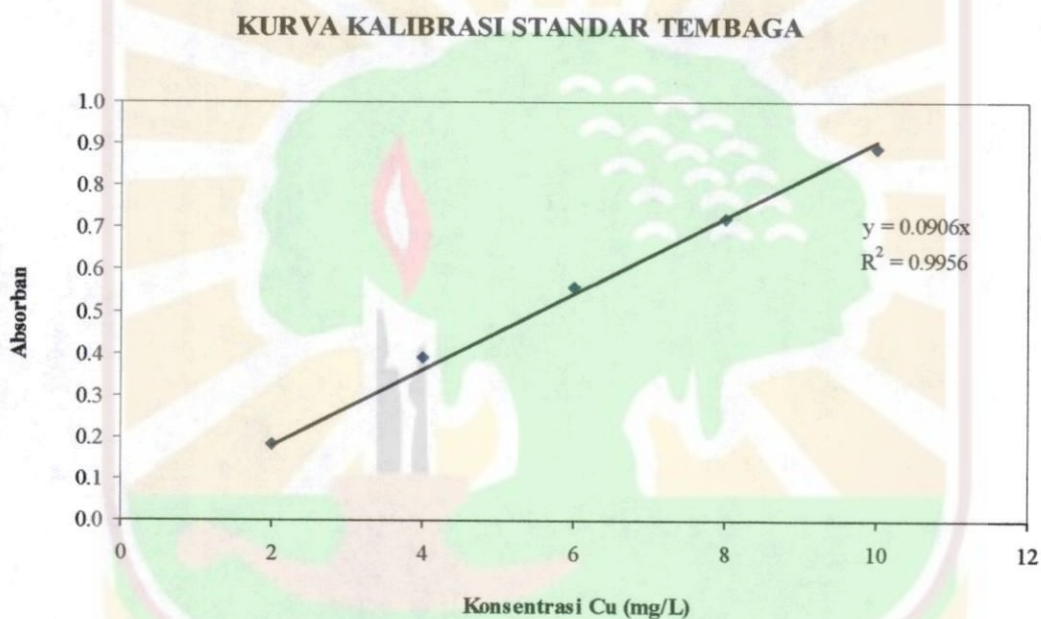
$$y = 0.1675x$$

Sampel 2	Absorban	x (mg/L)	Berat Sampel	%
s1	0.022	0.1313	1.0128	0.1297
s2	0.024	0.1433	1.0109	0.1417
s3	0.017	0.1015	1.0123	0.1003
s4	0.091	0.5433	1.0007	0.5429
s5	0.119	0.7104	1.0010	0.7097

Keterangan : Sampel 2 = Sampel dengan pengenceran 10.000 kali.

Lampiran 13. Data Absorban Tembaga

[Cu] (mg/L)	Absorban
2	0.185
4	0.390
6	0.558
8	0.721
10	0.888



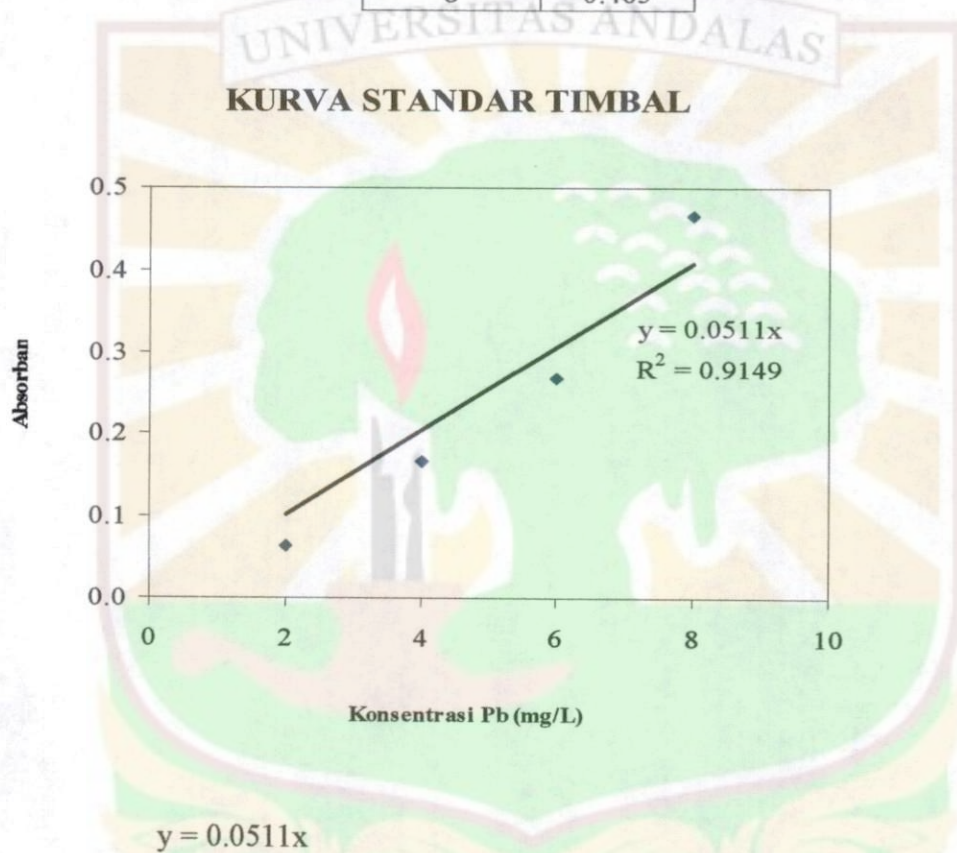
$$y = 0.0906x$$

Sampel 1	Absorban	x (mg/L)	Berat Sampel	%
s1	0.057	0.6291	1.0128	0.0062
s2	0.319	3.5210	1.0109	0.0348
s3	0.353	3.8962	1.0123	0.0385
s4	0.121	1.3355	1.0007	0.0133
s5	0.073	0.8057	1.0010	0.0080

Keterangan : Sampel 1 = Sampel dengan pengenceran 100 kali.

Lampiran 14. Data Absorban Timbal

[Pb] (mg/L)	Absorban
2	0.065
4	0.167
6	0.268
8	0.465



Sampel 1	Absorban	x (mg/L)	Berat Sampel	%
s1	0.009	0.1761	1.0128	0.0017
s2	0.008	0.1566	1.0109	0.0015
s3	0.01	0.1957	1.0123	0.0019
s4	0.009	0.1761	1.0007	0.0018
s5	0.008	0.1566	1.0010	0.0016

Keterangan : Sampel 1 = Sampel dengan pengenceran 100 kali.

Lampiran 15. Contoh Perhitungan Sensitivitas Sandell (SS)

$$\text{Sensitivitas Sandell (SS)} = \frac{Ar}{\epsilon}$$

$$\begin{aligned} \epsilon &= \frac{A}{b \cdot c} \cdot Ar \\ &= \frac{0,4853}{1\text{cm} \cdot 6 \cdot 10^{-3}\text{ g/L}} \cdot 95,94\text{ g/mol} \\ &= \frac{0,4853 \times 95,94 \times 10^3}{6} \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1} \\ &= 7,760 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1} \end{aligned}$$

Sensitivitas Sandell (SS) :

$$\begin{aligned} (\text{SS}) &= \frac{Ar}{\epsilon} & \text{atau} & & (\text{SS}) &= \frac{Ar}{\epsilon} \\ &= \frac{95,94\text{ g/mol}}{7,760 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}} & & & = \frac{95,94\text{ mg/mol}}{7,760 \times 10^3 \text{ cm}^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}} \\ &= 0,012 \text{ g L}^{-1} \text{ cm} & & & = 0,012 \text{ mg cm}^{-2} \\ & & & & = 12 \mu\text{g cm}^{-2} \end{aligned}$$

Lampiran 16. Contoh Perhitungan Prosentase Unsur Utama Dalam Sampel

% unsur dalam sampel

$$= (\text{berat unsur dalam sampel} \times \text{faktor pengenceran} / \text{berat sampel}) \times 100\%$$

1. Pengenceran 1 (sampel 1) pada tembaga :

% Cu dalam sampel (S1)

$$= (\text{berat Cu dalam sampel} \times \text{faktor pengenceran} / \text{berat sampel}) \times 100\%$$

$$= (0,630 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} / 1012,8 \text{ mg}) \times 100\%$$

$$= 0,006 \%$$

2. Pengenceran 2 (sampel 2) pada mangan :

% Mn dalam sampel (S1)

$$= (\text{berat Mn dalam sampel} \times \text{faktor pengenceran} / \text{berat sampel}) \times 100\%$$

$$= (0,590 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} \times \frac{100 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} / 1012,8 \text{ mg}) \times 100\%$$

$$= 0,583 \%$$

3. Pengenceran 3 (sampel 3) pada besi :

% Fe dalam sampel (S1)

$$= (\text{berat Fe dalam sampel} \times \text{faktor pengenceran} / \text{berat sampel}) \times 100\%$$

$$= (0,9927 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} \times \frac{100 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} \times \frac{50 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} / 1012,8 \text{ mg}) \times 100\%$$

$$= 49,010 \%$$

Lampiran 17. Contoh Perhitungan Prosentase Unsur Molibdenum Dalam Sampel

% unsur dalam sampel

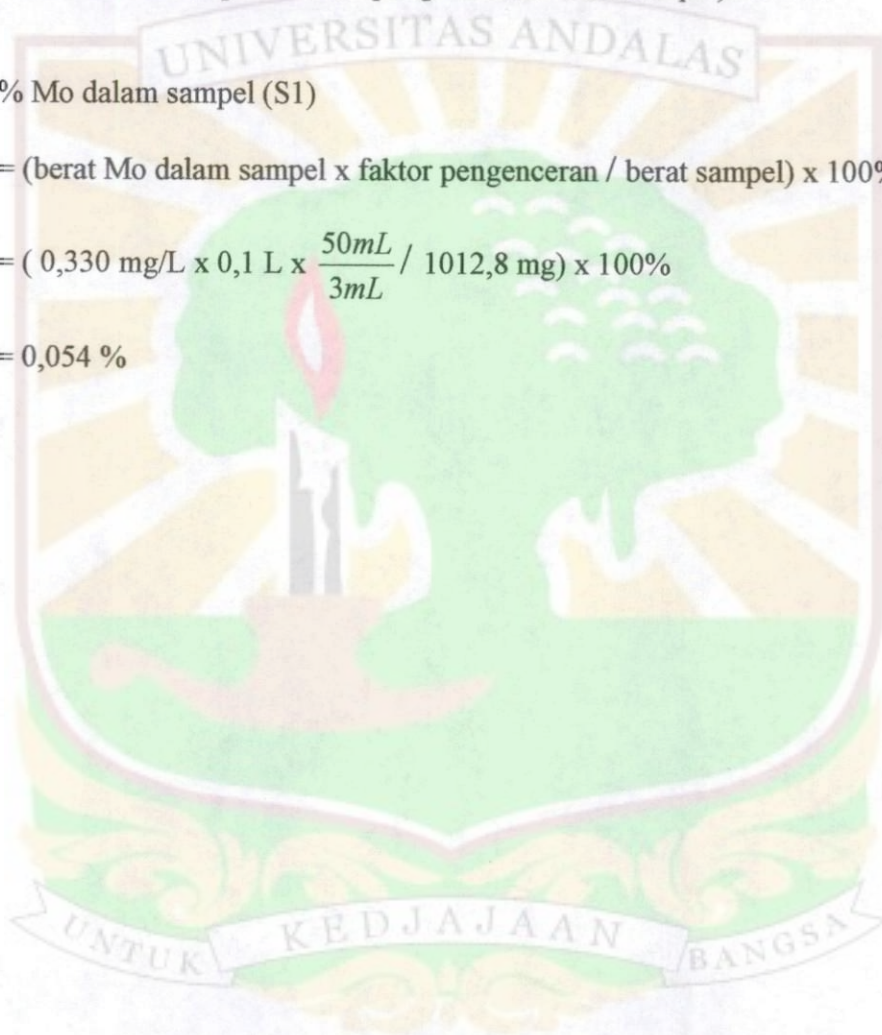
$$= (\text{berat unsur dalam sampel} \times \text{faktor pengenceran} / \text{berat sampel}) \times 100\%$$

% Mo dalam sampel (S1)

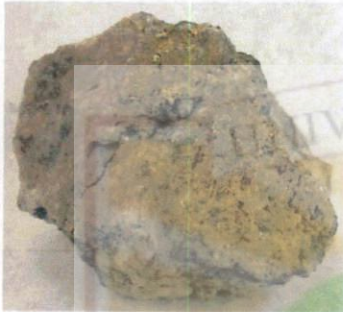
$$= (\text{berat Mo dalam sampel} \times \text{faktor pengenceran} / \text{berat sampel}) \times 100\%$$

$$= (0,330 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} \times \frac{50\text{mL}}{3\text{mL}} / 1012,8 \text{ mg}) \times 100\%$$

$$= 0,054 \%$$



Lampiran 18. Contoh Sampel Yang Dianalisis



S1



S2



S3



S4



S5

Lampiran 19. Deretan Larutan Standar Molibdenum dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L



MILIK
UPT PERPUSTAKAAN
UNIVERSITAS ANDALAS