



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 WOLFRAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI
DENGAN PENGOMPLEK TIOSIANA DAN UNSUR UTAMA SECARA
SSA DALAM BATUAN BUKIT BATU KABUPATEN TANAH DATAR**

TESIS



**USNI
06207053**

**PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG 2008**

**PENENTUAN WOLFRAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI
DENGAN PENGOMPLEK TIOSIANAT DAN UNSUR UTAMA
SECARA SSA DALAM BATUAN BUKIT BATU
KABUPATEN TANAH DATAR**

OLEH : USNI

(Di bawah bimbingan Hamzar Suyani, dan Safni)

UNIVERSITAS ANDALAS
RINGKASAN

Wolfram adalah salah satu logam langka yang terdapat dalam batuan yang mempunyai nilai ekonomis tinggi. Kegunaan wolfram diantaranya adalah sebagai kawat filamen pada bola lampu pijar dan bahan baku industri alloy.

Beberapa metoda penentuan wolfram dalam sampel diantaranya adalah metoda kinetik, metoda aktivasi foton, metoda radiokimia, metoda kinetik, dan metoda stripping voltametri. Akan tetapi teknik ini sangat mahal dan penggunaannya membutuhkan proses yang sulit dan rumit, dan memerlukan pemakai yang benar-benar ahli.

Penentuan wolfram dengan spektrofotometri yang simpel menggunakan kalium tiosinat sebagai pengompleks. Dari reaksi ini akan terbentuk kompleks wolfram(V) yang berwarna kuning.

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan metoda spektrofotometri dalam penentuan unsur wolfram yang ada pada batuan. Selain itu ditentukan juga kadar unsur-unsur utama yaitu Fe, Cu, Mn, Pb, Zn.

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Analisa Terapan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang sejak bulan Maret 2007. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi

Spektrofotometer UV/Vis (S 1000 Secomen, French), Thermo Spektronic Genesys 20 (USA), satu unit Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) (UKE), neraca, kuvet dan alat gelas lainnya. Bahan kimia yang digunakan adalah asam sulfat, asam klorida, asam nitrat, kalium tiosianat, timah klorida, natrium tungstat, natrium hidroksida tembaga sulfat, seng sulfat, feri amonium sulfat, logam mangan, logam timbal dan akuabides.

Variabel yang ditentukan pada kondisi ini adalah penentuan kondisi optimum, kurva kalibrasi standar, aplikasi pada sampel batuan dan pengaruh ion pengganggu. Penentuan kondisi optimum dilakukan dengan cara memasukkan 2,5 mL larutan wolfram 100 mg/L, 2,5 mL asam sulfat pekat, 5 mL asam klorida pekat dan 2,5 mL larutan timah klorida 2M ke dalam labu 25 mL. Selanjutnya *disteam bath* selama 5 menit. Labu diangkat dari *steam bath* dan ditutup lalu didinginkan dengan air es pada suhu lebih kurang 10°C sampai suhu kamar. Ke dalam labu segera ditambahkan 2,5 mL kalium tiosianat 2M, dan diencerkan sampai tanda batas. Kemudian larutan diaduk hingga rata dan didinginkan pada suhu lebih kurang 10°C selama 3 menit, lalu didiamkan pada suhu kamar selama 10 menit, selanjutnya absorban larutan diukur dengan spektrofotometer UV/Vis pada panjang gelombang 300-600 nm. Dengan cara yang sama diukur absorban larutan standar dan sampel pada panjang gelombang yang telah diperoleh sebelumnya.

Dari penelitian yang telah dilakukan dihasilkan serapan maksimum pada panjang gelombang 402 nm. Aplikasi metoda dilakukan pada sampel batuan dan didapatkan kandungan wolfram terbesar sebanyak 0,1%.

Nilai standar deviasi relatif (SDR) didapatkan dari 11 kali pengukuran pada konsentrasi 10 mg/L adalah 0,21%. Limit Deteksi (LoD) yang dapat terdeteksi

Nilai standar deviasi relatif (SDR) didapatkan dari 11 kali pengukuran pada konsentrasi 10 mg/L adalah 0,21%. Limit Deteksi (LoD) yang dapat terdeteksi pada metoda ini adalah 0,625, Limit kuantitasi (LoQ) 2,083 mg/L. Sedangkan nilai rekoveri yang diperoleh cukup baik yaitu 101,078%.

Pengaruh ion pengganggu dicobakan pada ion Fe^{+3} dan didapatkan gangguan gangguan Fe^{+3} pada konsentrasi 10 mg/L.



Segenap puji syukur kehadiran Allah SWT

Dengan izinnya karya kecil ini ada

Teriring salam pada junjungan tercinta

Nabi Muhammad SAW yang mulia

Kupersembahkan karya kecil ini untuk:

Yang tercinta ibunda Rofiana Chan

Teristimewa pada tambatan hati Supono, ST

Atas dukungan dan pengorbanannya

Dan untuk buah hati kami Farhan Nashif Faruq

Doa Ayah Bunda semoga jadi anak yang sholeh

Kepada teman-teman seperjuangan

Kebersamaan kita di program Pascasarjana ini

Takkan pernah terlupakan

Duka dan duka yang kita salut bersama

Telah memberi arti tersendiri dalam hidup ini

Desamat berjuang saudareka dan teruslah berjuang

Demoga hidup kita diberkahi oleh Allah SWT

Amin.....

PERNYATAAN KEASLIAN TESIS

Saya menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa pernyataan dalam tesis saya yang berjudul :

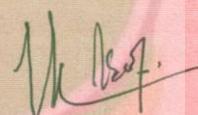
**“PENENTUAN WOLFRAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI
DENGAN PENGOMPLEK TIOSIANAT DAN UNSUR UTAMA SECARA SSA
DALAM BATUAN BUKIT BATU KABUPATEN TANAH DATAR”.**

Adalah hasil kerja saya sendiri dan bukan merupakan jiplakan dari hasil kerja/ karya orang lain, kecuali kutipan yang sumbernya dicantumkan.

Jika dikemudian hari pernyataan ini tidak benar, maka status kelulusan dan gelar yang saya peroleh menjadi batal dengan Sendirinya.

Padang, Juli 2008

Yang Membuat Pernyataan



Usni

UNTUK KEDAJAAN BANGSA

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan pada tanggal 1 Januari 1973 di Batusangkar, sebagai anak ke-3 dari tiga bersaudara dari ayah Sidin Malin Marajo (Alm) dan ibu Rohana Chan. Penulis menamatkan SD pada tahun 1986, SMP tahun 1989 dan SMA tahun 1992 di Batusangkar. Penulis memperoleh gelar Sarjana Pendidikan pada Jurusan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam IKIP Padang.

Sejak tahun 2003 sampai sekarang, penulis ditugaskan sebagai guru kimia pada SMAN 2 Payakumbuh. Pada tahun 2006 memperoleh Beasiswa dari Diknas Propinsi Sumatera Barat untuk meneruskan pendidikan di program pascasarjana Universitas Andalas Padang pada jurusan kimia.

KATA PENGANTAR

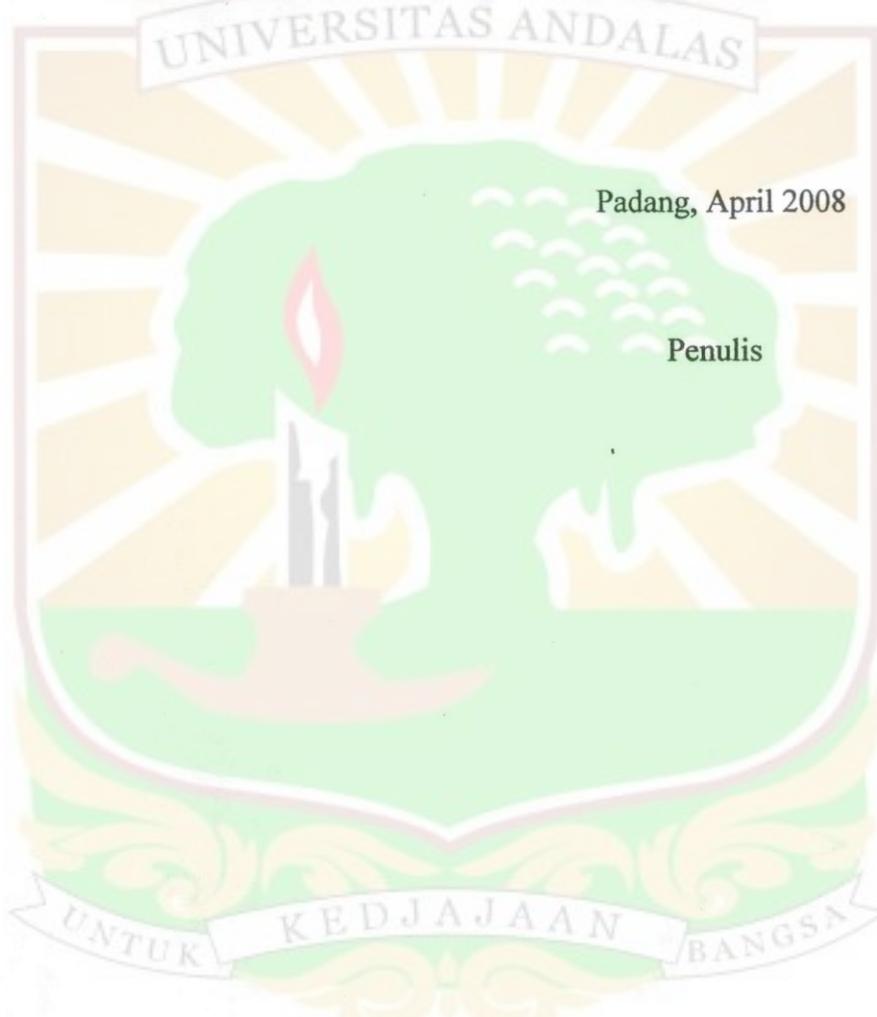
Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT, karena berkat dan rahmatNya tesl penelitian yang berjudul : “Penentuan Wolfram secara Spektrofotometri dengan Pengomplek Tiosianat dan Unsur Utama secara SSA dalam Batuan Bukit Batu Kabupaten Tanah Datar dapat disusun. Tesis ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains Program Pasca Sarjana Universitas Andalas Padang.

Ucapan terima kasih penulis tujukan kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Hamzar Suyani, M.Sc selaku ketua komisi pembimbing dan Ibu Dr.Hj. Safni, M.Eng selaku anggota komisi pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan, petunjuk dan nasehat dalam penyusunan tesis ini
2. Bapak Kepala Dinas Pendidikan Propinsi Sumatera Barat yang telah memberikan beasiswa kepada penulis untuk mengikuti pendidikan S2 guru
3. Bapak Walikota Payakumbuh yang telah ikut memberi izin dan membantu biaya transportasi selama pendidikan di program Pasca sarjana Universitas Andalas
4. Bapak Kepala Sekolah SMAN 2 Payakumbuh yang telah memberi izin penulis untuk mengikuti pendidikan ini
5. Bapak Ketua jurusan kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan alam (FMIPA) Universitas Andalas Padang yang telah banyak membantu sehingga penulis berhasil menyelesaikan studi pada program Pascasarjana ini

6. Semua analis laboratorium kimia yang telah banyak membantu penulis selama melakukan penelitian
7. Semua pihak yang telah banyak membantu penulis baik langsung ataupun tidak langsung dalam penyusunan tesis ini

Akhirnya sebagai harapan penulis semoga hasil penelitian yang telah di tuangkan dalam tesis ini dapat bermanfaat dalam pengembangan ilmu pengetahuan.



DAFTAR ISI

	Hal
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
I. PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	3
1.2. Perumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Manfaat Penelitian	4
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Batuan	5
2.2. Logam Wolfram	5
2.3. Metoda Penemuan Wolfram	7
III. BAHAN DAN METODE	
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian	11
3.2. Teknik Pengambilan Sampel	11
3.3. Persiapan sampel	12
3.4. Bahan dan Alat	13
3.4.1. Bahan Kimia	13
3.4.2. Alat	13
3.5. Prosedur Penelitian	13
3.5.1. Pembuatan Reagen	13
3.5.2. Pembuatan Larutan Induk Wolfram 100mg/L	15
3.5.3. Pembuatan Larutan Sampel	15
3.5.4. Penentuan Spektrum Serapan Maksimum	15
3.5.5. Pembuatan Larutan Blanko	16

3.5.6. Pembuatan Larutan standar	16
3.5.7. Pengujian Sampel	16
3.5.7.1. Pengujian Kadar Wolfram dalam Sampel secara Spektrofotometer	16
3.5.7.2. Analisa Logam Utama dalam Sampel secara SSA	17
3.5.7.3. Pengujian Ion Pengganggu	17
3.6. Uji Presisi	17
3.7. Uji Akurasi	17
3.8. Limit Deteksi dan Limit Kuantitas	18
 IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1. Kondisi Optimum Metoda Spektrofotometri.....	19
4.2. Kurva Kalibrasi Estándar Wolfram	20
4.3. Standar Deviasi Relatif	21
4.4. Batas Deteksi dan Batas Kuantitas	22
4.5. Aplikasi pada Sampel	23
4.6. Rekoveri	25
4.7. Ion Pangganggu	26
4.8. Kandungan Unsur Utama.....	28
 V. KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1. Kesimpulan.....	31
5.2. Saran	32
 DAFTAR PUSTAKA	
 LAMPIRAN	33
	35

DAFTAR TABEL

Nomor	Halaman
1. Data Hasil Presisi Standar Wolfram pada konsentrasi 10 mg/L	22
2. Massa jenis sampel	23
2. Persentase Wolfram dalam sampel	24
3. Data Uji Rekoveri Wolfram pada Konsentrasi 1,007 mg/L	25
4. Persentase Kandungan Unsur Utama dalam Sampel	28



DAFTAR GAMBAR

Nomor	Halaman
1. Teknik Pengambilan Sampel	11
2. Spektrum Absorbsi Wolfram yang Membentuk Komplek dengan Kalium Tiosianat	20
3. Kurva Kalibrasi Standar dengan Pengomplek Kalium Tiosianat	21
4. Pengaruh konsentrasi Ion Fe^{3+} Terhadap Sinyal Serapan Wolfram	27



DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Halaman
1. Data Pengukuran Absorsi pada Panjang Gelombang 300-600 nm	35
2. Data Pengukuran wolfram	38
3. Data Standar Deviasi Blanko	40
4. Analisa gangguan Ion Fe ³⁺	41
5. Data dan Gambar Standar Unsur Utama	42



I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Batuan adalah zat padat yang menyusun kerak bumi yang merupakan lapisan terluar dari bumi. Umumnya batuan merupakan gabungan dari beberapa jenis mineral (Graha, 1987).

Batuan yang terdapat di kerak bumi mengandung berbagai mineral yang sangat berguna bagi kehidupan manusia seperti emas, tembaga, perak, besi, wolfram dan lain sebagainya. Untuk mendapatkan bahan mineral tersebut, perlu dilakukan penambangan. Sebelum dilakukan penambangan perlu dilakukan analisa terhadap unsur yang akan ditambang.

Indonesia merupakan Negara yang kaya akan barang tambang baik yang terdapat di darat maupun di laut. Di Sumatera Barat khususnya terdapat banyak sekali daerah yang memiliki hasil tambang yang umumnya terdapat pada hutan dan perbukitan. Di beberapa daerah sudah dilakukan eksplorasi dan eksplorasi.

Potensi sumber daya alam khususnya bahan galian tambang di Kabupaten Tanah Datar cukup besar. Namun kebanyakan potensi ini belum digali bahkan belum dianalisis. Padahal potensi tambang ini merupakan salah satu modal dasar penting yang dimiliki oleh daerah ini untuk mendukung pembangunan (Anonim, 2005).

Para investor banyak berdatangan untuk membeli hasil tambang Indonesia dan dibawa ke negaranya. Biasanya para investor tersebut membeli unsur-unsur utama yang ada pada mineral hasil tambang tersebut, sedangkan unsur-unsur langka yang ada pada mineral tersebut tidak pernah diperhitungkan keberadaannya padahal tidak jarang unsur langka tersebut yang punya nilai ekonomi yang sangat tinggi.

Dari hasil penelitian peneliti di Laboratorium Kimia Pemisahan Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Maju Badan Tenaga Nuklir Nasional, di dalam pasir laut yang diekspor dari Riau ke Singapura, terdapat banyak logam langka seperti titanium, vanadium, paladium, yttrium dan wolfram. Selain itu juga kemungkinan terdapat logam lain seperti Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Ru. Semua logam ini punya nilai strategis bagi industri dan harganya sangat mahal. Oleh karena itu diusulkan perlunya ditindaklanjuti penelitian dan pengembangan yang terpadu untuk pemisahan kimia bahan baku industri dari sumber daya alam terutama pasir laut Indonesia (Arif, 2007).

Wolfram adalah salah satu unsur langka yang mungkin ada dalam mineral hasil tambang Indonesia yang punya nilai ekonomi yang cukup tinggi, tapi belum mendapat perhatian dari para peneliti. Padahal diperkirakan unsur ini hampir selalu ada menyertai unsur-unsur utama khususnya besi.

Metoda yang umum digunakan dalam penentuan unsur-unsur adalah metoda Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Akan tetapi metoda ini tidak bisa digunakan dalam penentuan wolfram dengan menggunakan SSA yang ada dilaboratorium kimia analisa terapan. Alat SSA yang dapat digunakan adalah SSA yang menggunakan tungku grafit atau nyala, karena unsur ini bersifat refraktori. Maka penulis mencoba mencari suatu metoda yang sederhana dan biayanya murah pada penentuan wolfram. Dari literatur diketahui bahwa wolfram dapat membentuk komplek dengan kalium tiosianat yang bewarna kuning.

Metoda spektroskopi UV/Vis merupakan salah satu metoda yang baik dalam analisa logam karena kepekaan dan keselektifannya yang tinggi. Selain itu pelaksanaan analisisnya relatif sederhana dan pada umumnya dalam analisis tidak perlu dilakukan pemisahan terlebih dahulu. Akan tetapi metoda ini punya kelemahan karena kemungkinan adanya interferensi atau gangguan. Gangguan ini

dapat berupa gangguan kimia yaitu terbentuknya senyawa yang stabil secara termal dengan analit yang akan mempengaruhi serapan saat pengukuran.

Berdasarkan hal tersebut diatas, penulis tertarik melakukan penelitian penentuan wolfram secara spektrofotometri dengan Pengomplek Tiosianat dan Unsur Utama secara SSA dalam Batuan Bukit Batu Kabupaten Tanah Datar.

1.2. Metoda yang akan diteliti

Metoda Penentuan Unsur Wolfram (W) yang akan digunakan adalah metoda tiosianat secara spektrofotometri dimana pengomplek yang digunakan adalah potassium tiosianat. Dengan adanya tiosianat dan SnCl_2 dalam larutan asam sulfat dan asam klorida, larutan wolfram akan membentuk kompleks wolfram(V) berwarna kuning yang terbentuk secara lambat. Pada metoda ini akan terdapat interferensi dari unsur-unsur As, Mo, V, Fe, Ni, Co, Cr yang memberikan ion berwarna. Dalam metoda ini sampel batuan terlebih dahulu dilarutkan dengan asam klorida dan asam nitrat.

1.2. Perumusan Masalah

Pada Penelitian ini masalah yang akan diteliti adalah :

1. Apakah metoda spektrofotometri dengan tiosianat dapat digunakan untuk menentukan kadar wolfram dalam batuan?
2. Berapa kadar unsur besi (Fe), tembaga (Cu), Mangan (Mn), timbal (Pb) dan seng (Zn) dalam batuan dari bukit Batu Kabupaten Tanah Datar

1.3. Tujuan penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mendapatkan metoda spektrofotometri untuk penentuan unsur wolfram dalam batuan
2. Menentukan kadar unsur-unsur utama (Fe, Cu, Mn, Pb, Zn) dalam batuan

1.4. Manfaat penelitian

Penelitian ini diharapkan bermanfaat untuk :

1. memberikan informasi tentang kadar wolfram yang terdapat pada batuan bukit Batu Kabupaten Tanah Datar
2. memberikan informasi tentang kadar logam utama (Fe, Cu, Mn, Pb, Zn) yang ada dalam batuan
3. memberikan informasi tentang adanya ion pengganggu dalam penentuan kadar wolfram dengan metoda spektrofotometri
4. sebagai bahan kajian bagi peneliti lain yang ingin menganalisis logam wolfram pada sampel di daerah lain
5. Sebagai bahan bacaan bagi peneliti lain yang ingin mengembangkan metoda lain untuk penentuan kadar wolfram pada sampel batuan

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Batuan

Batuan merupakan penyusun utama bumi. Kebanyakan batuan merupakan campuran mineral yang bergabung secara fisik satu sama lain. Pengertian batuan dalam ilmu geologi berbeda sekali dengan pengertian batuan kita sehari-hari. Dalam ilmu geologi batuan tidak selalu merupakan massa yang padat, tapi pasir yang lepas, batu bara yang ringan ataupun lempung yang gembur termasuk ke dalam istilah batuan (Graha, 1987).

Batuan terbentuk akibat adanya peristiwa tektonik seperti pertumbuhan busur kepulauan, kegiatan magmatik atau gunung api dan pembentukan cekungan. Kejadian ini menghasilkan batuan sedimen. Terobosan batuan berkomposisi asam serta patahan yang masih aktif mengintruksi batuan yang lebih tua, peristiwa ini menjadi penyebab terbentuknya mineralisasi (Graha, 1987).

2.1. Logam Wolfram (W)

Logam wolfram atau sering juga disebut logam tungsten merupakan logam transisi yang terdapat dalam golongan VIB dalam sistem berkala. Kata wolfram berasal dari bahasa latin wolframium. Logam wolfram bersifat keras berwarna kelabu sampai putih. Logam wolfram merupakan unsur langka yang kelimpahannya di alam $1,2 \text{ ppm}$ dengan kerapatan sangat tinggi yaitu $19,3 \text{ g/cm}^3$ sehingga mempunyai titik leleh yang tinggi yaitu 5500°C (Klein dan Hurlbut, 1988).

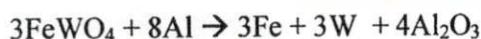
Oksida wolfram seperti WO_3 dan WO_2 tidak bereaksi dengan asam tapi larut dalam basa membentuk larutan wolfromat. WO_3 mengadopsi struktur geometri yang dikenal dengan struktur renumtrioksida (ReO_3). Struktur ini dapat

dipandang sebagai kubus yang setiap sudutnya ditempati W dan pada pertengahan tiap sisinya ditempati oleh O. Skelit mengandung senyawa-senyawa dari ion-ion besar seperti Ca^{2+} dan Pb^{2+} dalam bilangan koordinasi 8 dengan ion $(\text{WO}_4)^{2-}$ (Klein dan Hurlbut, 1988).

Pada tahun 1781 Scheele dan T. Bergmann mengisolasi oksida baru dari mineral yang disebut skelit, CaW_4 , hasilnya disebut wolfram yang artinya batu berat. Dua tahun kemudian dua bersaudara, J.J dan F d'Elhuyar dari Spanyol menunjukkan bahwa oksida yang sama merupakan konstituen dari mineral Wolframit dan pemanasan oksida ini dengan batu bara menghasilkan logam yang kemudian diberi nama Wolfram dengan simbol W (Sugiarto, 2003).

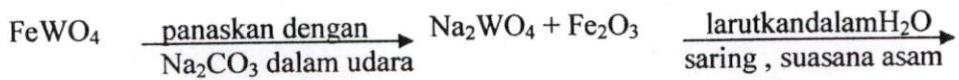
Wolfram diproduksi didunia sekitar 90% (15 ton) dan digunakan dalam industri alloy dan bahan utama dalam pembuatan baja. Selain itu senyawa wolfram juga digunakan untuk membuat tabung sinar X. Wolfram murni digunakan sebagai perangkat elektronik. Wolfram, kromium dan molybdenum merupakan bahan paduan baja yang menjadikan baja bersifat keras dan kuat. Wolfram juga dimanfaatkan sebagai kawat filamen dalam bola lampu listrik (bohlam) (Heslop dan Robinson, 1960).

Wolfram terdapat sebagai tungstat skelit, CaWO_4 , Wolframit, $(\text{Fe},\text{Mn})\text{WO}_4$, tungstenit (WS_2), ferberit (FeWO_4), hubnerit dan cuproskelit (CaCuWO_4 pada kerak bumi. Wolfram dapat dibuat dengan reduksi tingkat tinggi dari ferberit, mangan rendah dan bubuk aluminium dalam suatu reaksi termal :



Sebagai alternatif, wolframit atau skelit dapat direduksi dengan antrasit dengan atau tanpa katalis seperti CaF_2 (Heslop dan robinson, 1960).

Logam wolfram dapat diperoleh dengan pemanasan langsung hingga meleleh bijihnya, tungstat skelit dan wolframat dengan alkali kemudian diendapkan dalam air sebagai WO_3 dengan penambahan asam. Reduksi oksida ini dengan H_2 pada $850^\circ C$ akan menghasilkan serbuk logam wolfram yang bewarna abu-abu



Reduksi oksida ini dengan H_2 pada $850^\circ C$ akan menghasilkan serbuk logam wolfram yang bewarna abu-abu (Heslop dan Robinson, 1960).

Dalam asam sulfat dan asam klorida, Wolfram (VI) akan direduksi oleh stanum klorida menjadi wolfram (V). Jika ke dalam larutan ini ditambahkan kalium tiosianat, maka akan terbentuk komplek $[(K_2WO(SCN)_5)]$ (Hall, 1961).

2.3. Metoda Penentuan Wolfram

Wolfram merupakan salah satu unsur yang keberadaannya sangat sedikit di dalam kerak bumi, sehingga metoda untuk penentuan unsur ini agak sedikit rumit. Beberapa metoda yang telah digunakan dalam penentuan unsur wolfram dalam sampel adalah metoda gravimetri, metoda aktivasi foton, metoda radiokimia, metoda kinetik, metoda stripping voltametri, metoda spektrofotometri dengan tiosianat dan metoda kolorimetri.

Metoda gravimetri yang digunakan adalah reaksi pembentukan endapan, yang kemudian bisa digunakan untuk menentukan kadar wolfram dalam suatu sampel. Dalam metoda ini sampel terlebih dulu dilarutkan dengan asam dan kemudian ditambahkan larutan sinkonin yang dibuat dengan cara melarutkan sinkonin dengan asam klorida 1 : 1, yang kemudian akan membentuk endapan. Endapan

terlebih dahulu dicuci untuk kemudian dilakukan analisis (Day dan Underwood, 1994).

Metoda aktivasi foton menggambarkan penentuan wolfram dan timah secara simultan dengan analisa aktivasi foton menggunakan unsur zirkonium dan seng sebagai standar internal. Pada metoda ini digunakan foton beam 15-MeV. Keunggulan metoda ini adalah interferensi dapat dihilangkan. Metoda ini sangat simpel dan akurat sehingga dapat digunakan untuk analisa rutin wolfram dalam sampel kasiterit (Van Do, 1986).

Pada metoda radiokimia menggunakan larutan radioaktif dari perak nitrat dimana akan diperoleh suatu kurva standar yang merupakan fungsi dari jumlah logam yang ada. Pada metoda ini digunakan larutan standar dari garam perak (Huaringa, 1956).

Metoda kinetik merupakan metoda yang sangat sensitif untuk penentuan wolfram dalam sampel protein. Dalam metoda ini wolfram berperan dalam mengkatalis oksidasi dari asam rubeanic dengan hidrogen peroksida (Nosikov et al. , 2001).

Pada jumlah yang sangat kecil, wolfram dapat ditentukan dengan metoda stripping voltametri dengan menggunakan elektroda grafit. Wolfram akan dikonsentrasi pada permukaan elektroda grafit setelah direduksi menjadi W sebagai kompleks yang tak larut dengan adanya ion rodanid dan anti pirin (ANT) atau 4-dimetil-aminoantipirin atau 4-dimetil antipirin (pyramidon, PYR). Kondisi optimum metoda ini adalah konsentrasi H_2SO_4 1M, NH_4SCN 0,075 M, 0,04 M ANT atau 0,02 M PYR (piramidon, PYR) dengan potensial -0,5 V. Dari penelitian ini didapatkan limit deteksi (LoD) sebesar 1×10^{-9} M (0,2 mg/L) dan nilai standar deviasi relatifnya adalah 15% (Natalia *et al.* , 1995).

Penentuan wolfram secara spektrofotometri dengan tiosianat menggunakan 0,2 – 0,8 M kalium tiosianat, 4-5M asam klorida, dan merkuri. Campuran ini diekstrak dengan larutan 2% tribenzilamin dalam kloroforom. Absorban diukur pada panjang gelombang 410 nm. Pada metoda ini tidak ada gangguan dari U, Ti, V, Cr, Fe, Co, Ni, Mn, Al, Pb, Sn, Bi, Pd, Sb dan Cu. Sensitifitas Sandell untuk metoda ini adalah $0,013 \text{ mg/cm}^2$ dan molar absorbsi $6,453 \cdot 10^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ (Yatirajam dan Dhamija, 1975).

Penentuan wolfram dengan metoda kolorimetri adalah dengan pembentukan larutan bewarna antara sampel dengan suatu reagen dalam kondisi tertentu sehingga absorban dapat diukur pada panjang gelombang tertentu untuk masing-masing unsur dengan menggunakan spektrofotometer. Absorban sampel yang terukur dibandingkan dengan absorban yang terukur dari larutan standar, sehingga dapat diketahui kadar wolfram dalam sampel. Ada dua metoda yang telah dikembangkan untuk kolorimetri ini yaitu metoda tiosianat dan metoda ditiol.

Prinsip dari metoda kolorimetri dengan pengompleks tiosianat adalah pembentukan kompleks wolfram(V)sianat yang bewarna kuning secara perlahan-lahan apabila tiosianat dan besi klorida dalam aqua regia ditambahkan ke dalam larutan tungstat. Dalam metoda ini akan ada interferensi dari ion-ion logam lain seperti As, Mo, V, Fe, Ni, Co, dan Cr yang akan membentuk ion bewarna. Interferensi ini dapat dihilangkan dengan cara menambahkan suatu reagen yang dapat mengendapkan ion-ion tersebut (Young, 1971).

Pada metoda kolorimetri dengan pengompleks ditiol, kehadiran larutan timah klorida dalam larutan asam panas, toluen -3,4-ditiol akan bereaksi dengan wolfram yang akan memberikan warna biru-hijau. Kompleks wolfram ditiol dapat diekstrak dengan isoamil asetat dan dapat diukur serapannya secara

spektrofotometri. Adanya gangguan dari molibdenum dan tembaga dapat dihilangkan dengan hidrogen sulfida dalam larutan asam encer (Young, 1971).



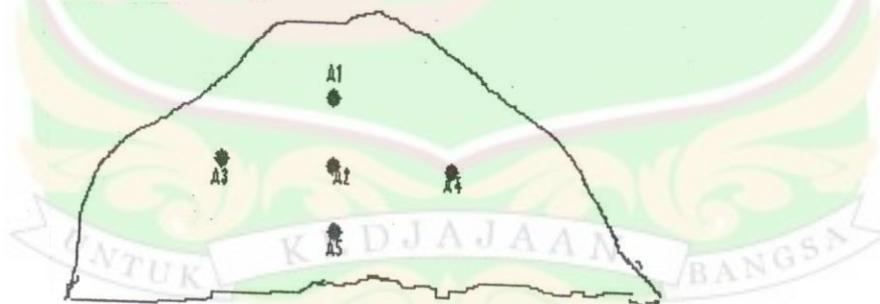
III. BAHAN DAN METODE

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada laboratorium Kimia Analisis Terapan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Universitas Andalas Padang, yang dimulai sejak bulan Maret 2007 sampai Februari 2008.

3.2. Teknik Pengambilan Sampel

Sampel yang akan dianalisis dalam penelitian ini diambil dari bukit Batu Jorong Taratak VIII kanagarian Atar Kecamatan Tanah Datar. Teknik pengambilan sampel yang dilakukan menggunakan metoda acak (random) yaitu sampel diambil pada jarak 5 m ke kiri dan ke kanan pada ketinggian tiap 5 m dari puncak. Kalau memungkinkan juga diambil pada kedalaman tertentu. Kemudian pada tiap titik pengambilan sampel diberi label tertentu, A1, A2, A3, A4 dan A5 (seperti terlihat pada gambar 1) sehingga sampel tersebut mewakili objek yang diteliti (Vogel, 1995).



Gambar 1. Teknik Pengambilan sampel

Keterangan :

- A1 : Sampel pada ketinggian 5 m dari puncak
- A2 : Sampel pada ketinggian 10 m dari puncak
- A3 : Sampel pada 5 m ke kiri pada ketinggian 10 m dari puncak
- A4 : Sampel pada 5 m ke kanan pada ketinggian 10 m dari puncak
- A5 : Sampel pada ketinggian 15 m dari puncak

Selanjutnya untuk mengetahui karakteristik cuplikan, dilakukan penentuan massa jenis (*density*) dari kelima sampel yang diambil dengan cara menimbang cuplikan. Setelah itu cuplikan dimasukkan ke dalam gelas ukur yang berisi air dengan volume tertentu.

3.3. Persiapan Sampel

Sebelum sampel dianalisis, dilakukan beberapa pengerjaan pendahuluan yaitu : pemecahan batuan, pengeringan, Penghalusan dan pengayakan. Proses pemecahan dilakukan pada lokasi pengambilan sampel dengan menggunakan martil dan pahat besar. Pemecahan batuan dimaksudkan untuk pengambilan sampel dan memudahkan proses pengeringan. Sampel yang sudah diperoleh dari lokasi dikeluarkan dari kantongnya dan dikeringkan. 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, kelembaban dan lain-lain (Fritz dan Schenk, 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 sudah dihaluskan kemudian diayak dengan ukuran 200 mesh). Sampel yang telah halus kemudian dionggok sehingga membentuk bukit. Bukit tersebut dibagi menjadi empat bagian dan diambil satu bagian. Bagian yang diambil kemudian dionggok lagi seperti semula dan dibagi menjadi empat lagi, dan diambil lagi satu bagian. Perlakuan ini terus dilakukan sampai kita dapatkan jumlah yang kita butuhkan untuk penelitian. Setelah sampel kita dapatkan dalam jumlah yang dibutuhkan, selanjutnya sampel dilarutkan

dalam larutan aqua regia sehingga didapatkan larutan sampel (Day dan Underwood, 1994).

3.4. Bahan dan Alat

3.4.1. Bahan Kimia

Bahan-bahan kimia yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah keluaran Merck yaitu : H_2SO_4 pa, HCl pa, KSCN 2 M, NaOH , HNO_3 pa, SnCl_2 2M, $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NH}_4)\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, logam mangan, logam timbal.

3.4.2. Alat

Peralatan yang dipakai dalam penelitian ini adalah satu unit spektrofotom UV visibel (S 1000 Secoman, French), satu unit spektroskopi serapan atom (SSA) (UKE), thermo spektronic Genesys 20 (USA), neraca Ohaus (Adventure, USA), kuvet, dan peralatan gelas lainnya.

3.5. Prosedur Penelitian

3.5.1. Pembuatan Reagen

1. SnCl_2 2 M

Ditimbang 45,2 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan dilarutkan dalam 50 mL HCl pekat.

2. KSCN 2 M

Ditimbang 9,7 g KSCN dan dilarutkan dalam 25 mL air panas. Larutan diaduk dan diencerkan sampai volume 50 mL.

3. Larutan Aquareqia

Diambil 100 mL asam nitrat p.a dan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Selanjutnya ditambahkan 300 mL asam klorida p.a. larutan dimasukkan ke dalam botol/wadah tertutup.

4. Larutan besi 1000 mg/L

Ditimbang 7,02 g kristal $\text{Fe}(\text{NH}_4)\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan dilarutkan dengan asam nitrat 1%. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 1 L dan diencerkan sampai tanda batas.

5. Larutan Tembaga 1000 mg/L

Ditimbang 1,9647 g kristal $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan dilarutkan dengan asam nitrat 0,15N. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

6. Larutan seng 1000 mg/L

Ditimbang 2,1994 g kristal $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan dilarutkan dengan asam nitrat 1:1. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

7. Larutan mangan 1000 mg/L

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

8. Larutan Timbal 1000 mg/L

Ditimbang 1 g timbal dan dilarutkan dengan asam nitrat 1:1. Larutan dimasukkan ke dalam labu 1000 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

3.5.2. Pembuatan Larutan Standar Induk Wolfram 100 mg/L

Ditimbang 0,897 g natrium tungstat ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), kemudian ditambahkan 1 butir NaOH. Natrium tungstat yang sudah diberi NaOH dilarutkan dengan air

dalam labu 500 mL dan diencerkan sampai tanda batas. 1 mL larutan ini dipindahkan ke dalam labu 100 mL, dan diencerkan sampai tanda batas.

3.5.3 Pembuatan larutan Sampel

Dilarutkan 1 g sampel dalam 20 mL larutan aqua regia (15 mL HCl dan 5 mL HNO₃). larutan sampel yang terbentuk dipanaskan dengan api sedang sampai larutan tinggal \pm 1 mL. Ke dalam larutan sampel tadi ditambahkan lagi 20 mL aqua regia dan dipanaskan lagi sampai larutan tinggal \pm 1 mL. Kemudian ke dalam larutan ditambahkan 25 mL air dan diaduk hingga rata. Kemudian larutan sampel disaring ke dalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya larutan diencerkan sampai tanda batas. Setelah itu Larutan sampel dipipet 1 mL dan diencerkan sampai 100 mL (Vogel, 1995).

3.5.4. Penentuan Spektrum Absorbsi Serapan Maksimum

Di pipet 2,5 mL dari larutan induk 100 mg/L, dan diperlakukan sama dengan blanko. Spektrum absorbsi ditentukan pada rentangan panjang gelombang 300-600 nm dengan spektrofotometer.

3.5.5. Pembuatan Larutan Blanko

Dipipet 2 mL air dan dimasukkan ke dalam labu 25 mL. Ke dalam labu tadi ditambahkan 2,5 mL H₂SO₄ pekat, 5 mL HCl Pekat dan 2,5 mL larutan SnCl₂ 2 M. Kemudian larutan disteam bath selama 5 menit. Labu diangkat dari steam bath dan segera ditutup dan didinginkan pada air es pada suhu $\leq 10^{\circ}\text{C}$ sampai suhu labu mencapai suhu kamar. Ke dalam labu segera ditambahkan 2,5 mL larutan KSCN 2M dan diencerkan sampai tanda batas. Larutan diaduk hingga rata dan

didinginkan pada suhu $\leq 10^{\circ}\text{C}$ selama 3 menit. Setelah dingin, larutan didiamkan pada suhu kamar selama 10 menit, kemudian absorban diukur dengan spektrofotom pada panjang gelombang yang menghasilkan serapan maksimum yang telah ditentukan sebelumnya.

3.5.6. Pembuatan larutan standar 8, 16, 24 dan 32 mg/L

Dipipet dari larutan induk 100 mg/L 2 mL, 4 mL, 6 mL dan 8 mL dan masing-masing dimasukkan ke dalam labu 25 mL. Masing-masing larutan standar diperlakukan sama dengan larutan blanko.

3.5.7. Pengujian Sampel

3.5.7.1. Pengujian Kadar Wolfram dalam Sampel secara spektrofotometer

Dipipet 2 mL larutan sampel dan dimasukkan ke dalam labu 25 mL. Larutan sampel diperlakukan sama dengan larutan blanko.

3.5.7.2. Analisis Logam Utama dalam Sampel dengan SSA

Larutan sampel yang sudah diencerkan 100 kali di analisis dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

3.5.7.3. Pengujian Ion Pengganggu

Ke dalam enam buah labu 25 mL masing-masing dimasukkan 2,5 mL larutan wolfram 100 mg/L kemudian berturut-turut ke dalam masing-masing labu ditambahkan 10, 50, 100, 200 dan 500 mg/L larutan Fe^{3+} kecuali satu buah labu yang digunakan sebagai blanko. Selanjutnya diperlakukan sama dengan larutan blanko

3.6. Uji Presisi

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

Uji presisi penentuan logam wolfram dengan ,metoda spektrofotometri dengan tiosianat dilakukan dengan prosedur sebelumnya. Serapan diukur sebanyak sebelas kali pada panjang gelombang yang sudah ditentukan sebelumnya. Kosentrasi wolfram dihitung berdasarkan kurva kalibrasi standar, selanjutnya dihitung SD dan persentase standar deviasi relatifnya (Miller dan Miller, 1984).

3.7. Uji Akurasi

Uji ini adalah untuk membuktikan kedekatan antara hasil analisis dengan nilai seharusnya, biasanya menggunakan standard reference material (SRM), tapi karena SRM tidak tersedia, maka akurasi ditentukan berdasarkan hasil recovery dari sampel. Sampel yang telah diperlakukan sesuai kondisi optimum, ditambahkan larutan standar. Pengerajan dilakukan sebanyak 6 kali pengulangan, dan absorbansi diukur dengan spektrofotometri pada panjang gelombang maksimum. Rekoveri pada penentuan wolfram dapat dihitung dengan rumus :

$$\% \text{ recovery} = \frac{A - B}{C} \times 100\%$$

Dimana A adalah kosentrasi setelah penambahan standar, B adalah kosentrasi sebelum penambahan standar dan C adalah kosentrasi yang ditambahkan (Harmita, 2005).

3.8. Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantitas (LoQ)

LoD adalah kosentrasi terendah analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi oleh alat spektrofotom UV/Vis. LoD dihitung dengan rumus $LoD = \frac{3SD}{b}$, dimana b adalah respon analit blanko yang diplotkan ke persamaan linier kurva standar ($Y = a + bx$) dan SD adalah standar deviasi blanko.

LoQ adalah batas kosentrasi terendah yang dapat dihasilkan oleh metoda analisis menggunakan spektrofotom UV/Vis dengan simpangan baku yang dapat diterima. LoQ dihitung dengan rumusan $LoQ = \frac{10SD}{b}$

LoD dan LoQ dapat diketahui dengan menyiapkan 11 buah larutan blanko dan dianalisis sesuai prosedur analisis. Dari kesebelas data tersebut diperoleh nilai rata-rata blanko dan standar deviasi.

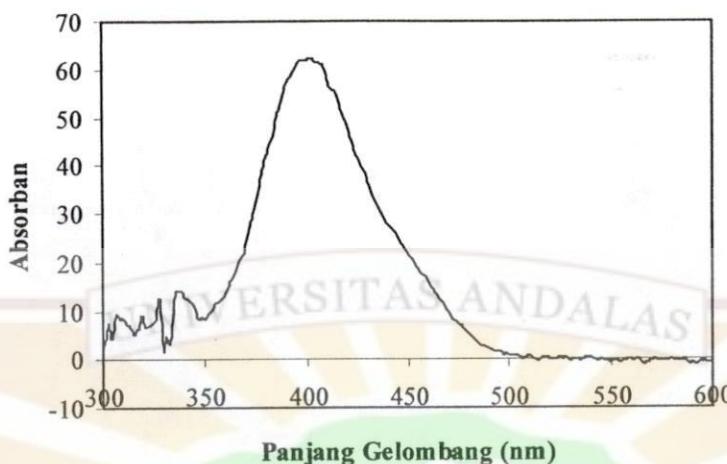
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Kondisi Optimum Metoda Spektrofotometri

Dalam penentuan wolfram pada batuan dengan menggunakan kalium tiosianat sebagai peng kompleks dengan pendeksi spektrofotometer diperlukan kondisi optimum. Penentuan spektrum absorpsi dari serapan maksimum wolfram terhadap panjang gelombang merupakan faktor utama yang harus dipelajari dalam analisis kimia untuk tujuan kuantitatif maupun kualitatif dengan menggunakan spektrofotometer (Day dan Underwood, 1985). Penentuan serapan maksimum wolfram terhadap panjang gelombang dilakukan dengan cara penambahan asam sulfat, asam klorida, timah klorida dan kalium tiosianat pada larutan wolfram untuk membentuk kompleks wolfram(V)sianat yang bewarna kuning. Pengukuran absorban dilakukan pada panjang gelombang 300-600 nm dengan konsentrasi wolfram 10 mg/L. Hasil pengukuran spektrum absobsi dapat dilihat pada Gambar 1 (data percobaan pada Lampiran 1).

Pada Gambar 1 terlihat bahwa serapan maksimum wolfram terdapat pada panjang gelombang 402 nm. Terjadi sedikit perbedaan dengan literatur sebelumnya dimana serapan maksimum wolfram yang membentuk kompleks dengan kalium tiosianat adalah pada panjang gelombang 400 nm dan 410 nm (Young, 1971). Perbedaan ini disebabkan oleh alat spektrofotometer yang berbeda pula, yaitu alat spektrofotometer diset 10 nm, jadi untuk menentukan panjang gelombang pada 402 nm tidak bisa dilakukan, tetapi angka serapan berada diantara 400-410 nm. Sedangkan serapan maksimum wolfram yang membentuk kompleks tungsten-tiosianat-diantipirilmelan oleh ekstraksi kloroform yang diselidiki oleh Donaldson adalah 404 nm (Donaldson, 1975). Angka ini sedikit berbeda dengan yang didapatkan pada penelitian ini disebabkan oleh

perbedaan alat yang digunakan dan juga perbedaan kondisi lingkungan tempat melakukan penelitian.



Gambar 1. Spektrum absorpsi wolfram yang membentuk kompleks dengan kalium tiosianat

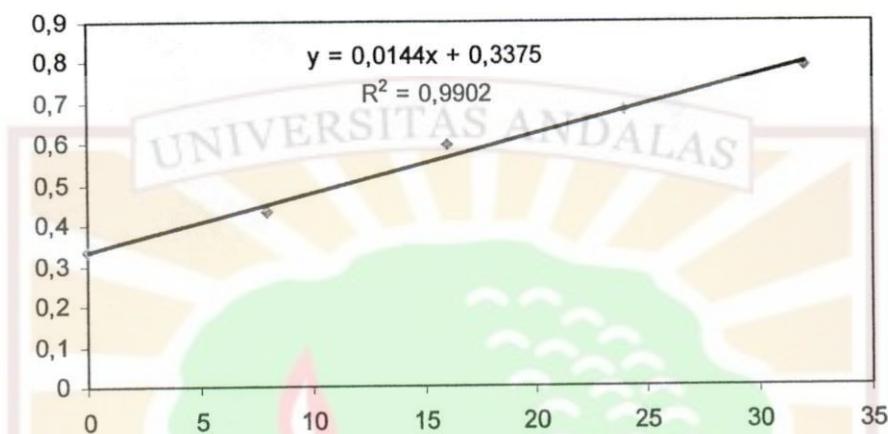
Keterangan : $[\text{wolfram}]^{5+} = 10 \text{ mg/L}$.

4.2. Kurva Kalibrasi Standar Wolfram

Kurva kalibrasi standar wolfram dibuat terhadap larutan standar wolfram dengan peng kompleks kalium tiosianat dengan variasi konsentrasi 8-32 mg/L yaitu 8, 16, 24, 32 mg/L dengan menggunakan panjang gelombang 402 nm yang telah diperoleh pada Gambar 1. Kurva kalibrasi standar wolfram dengan peng kompleks kalium tiosianat dapat dilihat pada Gambar 2 (Data percobaan pada Lampiran 2).

Dari perhitungan statistik diperoleh suatu persamaan regresi $Y = 0,0144x + 0,3375$ dengan nilai koefisien determinasi (R^2) = 0,9806 dimana nilai gradien 0,0144 dan absorbivitas molar $9,747 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Penelitian Yatirjam dan Dhamija (1975), mendapatkan nilai absorbivitas molar $6,453 \times 10^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Selanjutnya ditentukan besarnya sensitifitas Sandell yaitu berat terkecil zat yang masih dapat ditentukan dalam suatu kolom larutan dengan penampang lintang

tertentu (Khopkar,2003). Sensitifitas Sandell yang diperoleh dalam penelitian ini adalah $0,0189 \text{ mgcm}^{-2}$. angka ini sedikit berbeda dengan yang diperoleh oleh Yatirjam dan Dhamija (1975) yaitu $0,013 \text{ mg/cm}^{-2}$ (cara menghitung absorbsivitas molar dan Sensitifitas Sandell dapat dilihat pada Lampiran 6).



Gambar 2. Kurva kalibrasi wolfram dengan pengompleks kalium tiosianat

4.3. Standar Deviasi Relatif (SDR)

Standar deviasi relatif (SDR) digunakan untuk melihat tingkat ketelitian metoda. Penentuan standar deviasi relatif dilakukan pada konsentrasi wolfram 10 mg/L dengan melakukan 11 kali ulangan ($n = 11$). Data absorban dapat dilihat pada Tabel 1.

Dari data Tabel 1 didapatkan absorban rata-rata $0,530$ yang dikonversikan ke kurva kalibrasi standar sehingga didapatkan pada konsentrasi 10 mg/L . Standar deviasi relatif (SDR) dari data didapatkan $0,21\%$. Pada metoda stripping voltametri standar deviasi relatif (SDR) yang diperoleh 15% . Berdasarkan literatur, jika konsentrasi analit 10 mg/L maka nilai standar deviasi relatif (SDR)

paling tinggi adalah 7,3% (Harmita, 2004). artinya makin kecil nilai SDR maka metoda yang digunakan semakin bagus (Harmita, 2004).

Tabel 1. data hasil Presisi Standar Wolfram pada konsentrasi 10 mg/L

Nomor	Absorban
1	0,529
2	0,528
3	0,53
4	0,532
5	0,531
6	0,531
7	0,529
8	0,531
9	0,53
10	0,53
11	0,531
Rata-rata	0,530
SD	0,001
SDR (%)	0,210

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. Batas kuantitas atau limit kuantitas (LoQ) menunjukkan batas konsentrasi terendah yang dapat dihasilkan oleh metoda spektrofotometer dengan pengoplek kalium tiosianat.

Batas deteksi (LoD) didefinisikan sebagai konsentrasi yang memberikan sinyal 3 kali standar deviasi blanko. Dari data didapatkan standar deviasi blanko adalah 0,003 mg/L (data dapat dilihat pada Lampiran 3). Nilai LoD metoda ini

adalah 0,625 mg/L. Angka ini sedikit lebih besar dibandingkan dengan yang didapatkan dengan metoda stripping voltametri yaitu 0,2 mg/L. Sedangkan batas kuantitas (LoQ) adalah yang memberikan sinyal 10 kali standar deviasi blanko. Untuk metoda ini didapatkan nilai LoQ 2,083 mg/L.

4.5. Aplikasi Pada Sampel

Sampel yang akan ditentukan kandungan wolframnya terlebih dahulu ditentukan massa jenisnya. Dari hasil pengukuran didapatkan massa jenis untuk masing-masing sampel yang dapat dilihat pada tabel 2 (data hasil pengukuran massa jenis dapat dilihat pada lampiran 2).

Tabel 2. Massa jenis sampel

No	Kode sampel	Massa jenis (g/mL)
1	A1	1,37
2	A2	1,13
3	A3	1,22
4	A4	1,20
5	A5	1,20

Dari tabel 2 dapat dilihat massa jenis masing-masing sampel. Ternyata massa jenis sampel tidak terlalu besar, yaitu paling tinggi pada sampel satu yaitu 1,37 mg/mL. Hal ini sesuai dengan keadaan batu yang ringan dibandingkan dengan batu air yang biasa kita lihat.

Setelah massa jenis sampel ditentukan, selanjutnya dilakukan analisis terhadap sampel. Metoda ini diaplikasikan terhadap lima (5) sampel batuan dari Bukit Batu Nagari Kecamatan Padang Ganting Kabupaten Tanah datar. Dari kondisi optimum yang sudah didapatkan, diaplikasikan untuk mengukur wolfram dalam sampel batuan. Persentase wolfram dalam sampel dapat dilihat pada Tabel 3 (Data hasil pengukuran wolfram dalam sampel dapat dilihat pada Lampiran 2).

Tabel 3. Persentase wolfram dalam sampel.

No	Kode Sampel	%
1	A1	0
2	A2	0
3	A3	0, 01
4	A4	0, 07
5	A5	0, 10

Dari Tabel 3 di atas dapat dilihat kandungan wolfram dalam tiap-tiap sampel.

Pada sampel 1 dan 2 tidak ditemukan adanya wolfram, tapi pada sampel 3, 4, dan 5 ditemukan adanya wolfram. Pada sampel A3 ditemukan adanya wolfram sebanyak 0,01%, pada sampel A4 sebanyak 0,07%. Bahkan pada sampel 5 ditemukan wolfram dengan persentase yang cukup tinggi yaitu 0,1%.

Sebagaimana yang telah ditulis oleh Kris Tri Basuki (Arif, 2007) bahwa keberadaan unsur ini tidak pernah dilaporkan oleh para investor yang ingin membeli hasil tambang Indonesia. Untuk lokasi Bukit Batu di Jorong Taratak VIII Kanagarian Atar Kecamatan Padang Ganting Kabupaten Tanah Datar ini memang belum ada dilakukan penambangan, tapi baru-baru ini ada sebuah perusahaan yang sudah mensurvei bukit tersebut, tapi karena beberapa alasan perusahaan tersebut mengundurkan diri. Mungkin saja diwaktu mendatang akan datang lagi investor yang lain yang akan mengeksplorasi bukit tersebut. Oleh karena itu perlu rasanya pihak pemerintah setempat meminta hasil analisis kandungan logam termasuk logam langka yang ada pada bukit tersebut sebelum eksplorasi dilakukan. Begitu juga dengan daerah lain yang sudah melakukan penambangan, bukan tidak mungkin di daerah tersebut juga terdapat logam wolfram atau logam langka yang yang lainnya. Semoga peristiwa eksplorasi pasir laut di Riau tidak terjadi lagi pada daerah-daerah lain di Indonesia.

4.6. Rekoveri

Uji rekoveri digunakan untuk melihat tingkat ketepatan metoda dengan menggunakan sampel yang ditambahkan larutan standar (*dispike*). Rekoveri diperoleh dari perbandingan konsentrasi sampel yang ditambah larutan standar dengan sejumlah konsentrasi standar dan sampel yang telah dikali dengan faktor pengenceran.

Rekoveri dilakukan dengan cara mengambil 2,5 mL sampel yang sudah dilarutkan sesuai prosedur pelarutan sampel dan telah diketahui konsentrasi dispike dengan standar 0,5, 1,0, dan 1,5 mg/L. Selanjutnya diperlakukan sama dengan sampel. Data hasil rekoveri dapat dilihat pada tabel 4 (data percobaan pada Lampiran 2).

Tabel 4. Data uji rekoveri wolfram pada konsentrasi 1,007 mg/L

Nomor	Konsentrasi Standar yang ditambahkan (mg/L)	Konsentrasi Seharusnya setelah Spike mg/L	Absorban	Konsentrasi setelah Spike (mg/L)	Rekoveri (%)
	0	1,005	0,351	1,005	
1	0,5	1,507	0,359	1,467	92,400
2	1	2,005	0,368	2,124	111,900
3	1,5	2,505	0,373	2,489	98,933
Rata-rata					101,078

Dari Tabel 4 dapat dilihat nilai rekoveri yang diperoleh dari penelitian ini adalah 101,078%, artinya hanya 1,078% analit yang berkurang pada penetapan ini. Berdasarkan literatur, jika konsentrasi standar yang ditambahkan 10 mg/L, maka rentangan persentase rekoveri dari 90 – 107. Rekoveri yang terbaik adalah 100%, sedangkan dari metoda yang digunakan ini didapatkan nilai rekoverinya adalah 101,078%. Dari sini dapat disimpulkan bahwa metoda yang digunakan baik.

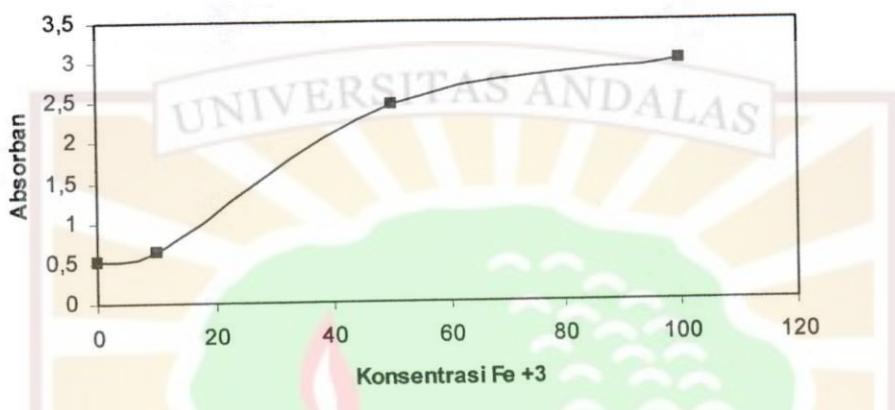
4.7. Ion Pengganggu

Ion pengganggu yang dipelajari pada metoda ini adalah kehadiran ion besi, karena umumnya batuan banyak mengandung ion besi. Dalam penelitian ini akan dilihat sejauh mana ion-ion besi (Fe^{+3}) mempengaruhi sinyal serapan wolfram pada metoda yang dikembangkan ini.

Gangguan ion besi pada penentuan wolfram secara spektrofotometer dilakukan dengan cara menambahkan ion besi pada larutan standar wolfram dengan konsentrasi 10 mg/L. Konsentrasi ion besi yang ditambahkan adalah 10, 50, 100, 200 dan 400 mg/L. Besarnya pengaruh gangguan serapan wolfram dengan adanya ion Fe^{3+} dipelajari dengan melihat besarnya perubahan absorban pada hasil pengukuran. Pengukuran dilakukan dengan cara menyiapkan enam (6) buah labu ukur 25 mL. Ke dalam labu ukur tersebut dimasukkan masing-masing standar wolfram 10 mg/L. Selanjutnya berturut-turut ke dalam tiap labu ukur ditambahkan larutan Fe^{3+} 10, 50, 100, 200, dan 400 mg/L. Kecuali satu labu ukur tidak ditambahkan larutan Fe^{3+} yang digunakan sebagai blanko. Kemudian ke dalam semua labu ukur ditambahkan semua reagen dengan perlakuan yang sama dengan perlakuan larutan standar. Grafik pengaruh ion besi terhadap serapan wolfram pada metoda ini dapat dilihat pada Gambar 3 (data percobaan pada Lampiran 4).

Dari Gambar 3 dapat dilihat bahwa gangguan ion Fe^{+3} terhadap pengukuran wolfram terjadi pada konsentrasi ion Fe^{+3} 10 mg/L. Gangguan ini terutama disebabkan oleh karena ion Fe^{3+} juga membentuk kompleks dengan tiosianat yang memberikan warna merah. Kehadiran stanum klorida dalam metoda ini dapat mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} yang tidak dapat lagi membentuk kompleks dengan tiosianat. Tetapi mungkin jumlah tiosianat yang ditambahkan tidak dapat mereduksi keseluruhan Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} , sehingga pada konsentrasi 10 mg/L

kehadiran ion ini sudah mengganggu serapan wolfram. Tetapi pada penelitian ini gangguan ion Fe^{3+} tidak terlalu signifikan disebabkan keberadaan ion-ion ini dalam sampel terlalu kecil yaitu paling tinggi pada sampel A1 yaitu 0,168 %. Tetapi untuk menganalisis sampel yang mengandung besi cukup banyak, perlu dikaji lebih lanjut tentang cara mengatasi gangguan ion besi.



Gambar 3. Pengaruh Konsentrasi ion Fe^{3+} Terhadap Sinyal Serapan Wolfram.

Keterangan : $[W^{+5}] = 10 \text{ mg/L}$

4.8. Kandungan Unsur Utama

Sampel yang digunakan dalam penentuan wolfram secara spektrofotometer adalah batuan. Di dalam batuan terdapat berbagai mineral logam. Untuk mengetahui kadar unsur lain dalam sampel, maka dilakukan analisis beberapa unsur logam. Dalam penelitian ini logam yang dianalisis adalah besi, mangan, seng, timbal dan tembaga. Metoda yang digunakan dalam menganalisis unsur-unsur tersebut adalah metoda spekrofotometri serapan atom (SSA), karena unsur-unsur ini bersifat refraktori, sehingga dalam penentuan unsur-unsur unsur ini hasilnya didapatkan lebih cepat.

Untuk menentukan kadar unsur utama dengan spektrofotometer serapan atom (SSA), terlebih dahulu dibuat kurva standar untuk masing-masing unsur yang

akan diperiksa. Konsentrasi standar yang dgunakan adalah 2, 4, 6, 8 dan 10 mg/L, kecuali untuk unsur seng yaitu 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, dan 2,5 mg/L. Konsentrasi unsur-unsur utama yang ada dalam sampel dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 5. Persentase kandungan unsur utama dalam sampel

Nomor	Kode Sampel	Persentase Unsur-Unsur Utama				
		Besi	Mangan	Seng	Timbal	Tembaga
1.	A1	0,168	4,965	0,595	0,008	0
2.	A2	0,009	3,722	0,649	0,047	0,004
3.	A3	0,163	5,488	1,014	0,029	0,002
4.	A4	0,151	7,911	0,536	0,010	0,001
5.	A5	0,146	12,244	0,831	0,023	0,01

Analisis unsur besi pada 5 titik sampel yang telah dilarutkan dengan aqua regia dilakukan dengan cara mengukur absorban sampel dan mengalurkannya ke dalam kurva standar yang telah dibuat sebelumnya. Sampel yang diukur adalah sampel yang belum diencerkan dan diberi kode sampel 1. Nilai konsentrasi besi pada masing-masing titik sampel dapat dilihat pada Tabel 5 (data dan gambar kurva standar logam besi dapat dilihat pada Lampiran 5).

Dari lima (5) titik sampel yang dianalisis, kadar unsur besi terbesar didapatkan pada sampel dengan kode A1 yaitu sebesar 0,168%. Hal ini menunjukkan bahwa kadar besi dalam sampel tidak banyak. Hal ini juga dibuktikan dengan fakta bahwa sewaktu melakukan pelarutan sampel, sampel tidak bewarna. Biasanya kalau sampel banyak mengandung besi maka larutan sampel akan bewarna orange sampai merah. Dari data yang didapat dari penelitian

ini dapat disimpulkan bahwa dari segi ekonomis tidak menguntungkan jika diadakan penambangan besi pada bukit Batu tersebut.

Pada penentuan unsur mangan terlebih dahulu dilakukan pengenceran 100 kali, karena daerah serapan mangan berada diluar daerah serapan larutan standar. Data analisis unsur mangan dapat dilihat pada Tabel 4 (data dan gambar kurva standar unsur mangan dapat dilihat pada Lampiran 6).

Pada Tabel 5 dapat dilihat bahwa dalam sampel batuan bukit Batu terdapat mangan dengan jumlah yang cukup tinggi. Konsentrasi mangan terbesar terdapat pada sampel dengan kode A5 yaitu 12,244%. Walaupun mangan adalah unsur paling banyak ditemukan dalam sampel batuan Bukit Batu, namun masih belum layak untuk ditambang.

Sama halnya dengan unsur mangan, dalam analisis unsur seng juga dilakukan pengenceran 100 kali, karena daerah serapan seng berada diluar daerah serapan larutan standar. Data analisis unsur seng dapat dilihat dalam Tabel 5 (data dan gambar kurva standar seng dapat dilihat pada Lampiran 5).

Dari Tabel 5 dapat dilihat bahwa sampel mengandung seng dalam kadar yang tidak terlalu besar, dimana persentase seng paling besar terdapat pada sampel dengan kode A3 yaitu sebesar 1,014%. Dari sini dapat disimpulkan bahwa tidak layak jika dilakukan penambangan seng di bukit Batu Kabupaten Tanah Datar ditinjau dari segi ekonomis.

Penentuan logam timbal dilakukan pada sampel yang belum diencerkan. Data analisis logam timbal dapat dilihat pada Tabel 5 (data dan gambar kurva kalibrasi timbal dapat dilihat pada Lampiran 5)

Dari Tabel 5 dapat dilihat bahwa konsentrasi timbal dalam sampel sangat sedikit walaupun ditemukan dalam semua titik sampel, dan konsentrasi terbesar

terdapat pada sampel dengan kode A2 yaitu sebesar 0,047%, dimana angka ini tidak memberikan nilai ekonomis jika dilakukan penambangan di daerah tersebut.

Dalam penentuan unsur tembaga juga tidak dilakukan pengenceran. Data analisis unsur tembaga dapat dilihat pada Tabel 5 (data dan gambar kurva standar tembaga dapat dilihat pada Lampiran 5).

Dari Tabel 5 dapat dilihat bahwa konsentasi tembaga dalam sampel sangat kecil, apalagi pada sampel A1 tidak ditemukan adanya tembaga. Konsentrasi tembaga terbesar terdapat pada sampel dengan kode A5 yaitu sebesar 0,01%. Dengan persentase yang sekecil ini sangat tidak ekonomis jika dilakukan penambangan tembaga pada bukit Batu Kabupaten Tanah Datar.

Dari analisis unsur utama di atas dapat disimpulkan bahwa tidak ada unsur logam yang dominan dalam sampel yang diambil dari Bukit Batu di Jorong Taratak VIII Kanagarian Atar Kecamatan Padang Ganting Kabupaten Tanah datar. Sewaktu dilakukan pelarutan sampel dengan menggunakan aqua regia, banyak terdapat sampel yang tidak larut dalam aqua regia, berwarna putih yang tertinggal di kertas saring setelah dilakukan penyaringan. Sampel yang tidak larut dalam aqua regia tersebut diduga adalah silika. Dapat disimpulkan bahwa sampel tersebut banyak mengandung silika.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

Metoda penentuan wolfram secara spektrofotometri dengan pengompleks kalium tiosianat cukup baik dengan nilai standar deviasi relatif (SDR) 0,21%. Limit Deteksi (LoD) yang dapat terdeteksi pada metoda ini adalah 0,625 mg/L dan limit kuantitas (LoQ) adalah 2,083 mg/L, sedangkan nilai rekoveri yang diperoleh cukup baik yaitu 101,078%. Pengukuran absorban wolfram dapat dilakukan pada serapan maksimum yang terjadi pada panjang gelombang 402 nm.

Pengaruh ion pengganggu yang dipelajari adalah gangguan ion Fe^{+3} , didapatkan gangguan Fe^{+3} terjadi pada konsentrasi cukup tinggi yaitu pada konsentrasi 10 mg/L.

Aplikasi metoda dilakukan pada batuan dan didapatkan kandungan wolfram pada sampel dengan kode A5 sebanyak 0,01%, sampel A4 sebanyak 007% dan sampel A3 sebanyak 0,001%. Sedangkan pada sampel A1 dan A2 tidak ditemukan adanya wolfram. Persentase Kandungan unsur utama yang diperoleh pada penelitian ini adalah: besi 0,168%, mangan 12,244%, seng 1,014, timbal 0,04% dan tembaga 0,1%.

5.2. Saran

Metoda ini cukup baik digunakan untuk menentukan kandungan wolfram dalam sampel batuan. Disarankan untuk meneliti metoda ini terhadap sampel lain selain batuan. Ion pengganggu yang dipelajari pada metoda ini adalah ion Fe^{+3} dengan satu variasi penambahan volume $SnCl_2$. Disarankan supaya dipelajari gangguan ion ini dengan memvariasikan penambahan volume $SnCl_2$. disarankan juga supaya dilakukan

penelitian untuk mempelajari gangguan ion-ion yang lain terutama ion logam. Kepada pengusaha pertambangan disarankan untuk melakukan analisis unsur lain selain unsur utama sehingga dapat meningkatkan nilai jual batuan. Selanjutnya kepada pemerintah disarankan untuk melakukan langkah lebih lanjut pemanfaatan unsur utama dan langka yang ada pada batuan.



DAFTAR PUSTAKA

- Arif Ahmad. 2007. *Ancaman Untuk Indonesia?*. Kompas Senin 2 Juli 2007.
- Anonim. 2005. *Profil Potensi Bahan Galian/Sumber Daya Mineral*. Dinas Pertambangan dan Energi Kabupaten Tanah datar.
- Day, R.A dan A.L. Under Wood 1994. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Edisi keempat. Erlangga. Jakarta.
- Donaldson, Elsie M. Spectrofotometric Determination of Tungsten in Ores and Steel by Chloroform Extraction of the Tungsten-Thiocianate-Diantipyrylmethane Complex. *Talanta*. 22 : 837-841.
- Fritz J.S dan G. H. Schenk. 1924. *Quantitative Analytical Chemistry*. Allyn and Bacon Ivc. Boston.
- Graha, D.S. 1987. *Batuan dan Mineral*. Nova. Bandung.
- Hall,W.T. 1961. *Analytical Chemistry*. John Wiley Son, Inc, 2, New York.
- Harmita, 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1 (3) : 117-135.
- Heslop, R.B dan Robinson, P.L. 1960. *Inorganic Chemistry. A Guide to Advancad Study*. Elsevier Publishing Company. Amsterdam.
- Huaringa. 1956. Determination of Chromium, Vanadium and Tungsten by Activation Analysis Using Low-Level Neutron Sources. [http :/www.Ingentaconnect.com](http://www.Ingentaconnect.com). Tanggal 4 Juni 2007.
- Klein, C dan Hurlbut, Jr. 1988. *Manual of Mineralogi*. Newyork Chiester Brisbane Toronto. Singapore.
- Khopkar, SM. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Universitas Indonesia (UI-Press).
- Miller, J.C, Miller J.N. 1984. *Statistic For Analytical Chemistry*. Ellis Horwood Limited Chiescher, New York.
- Natalia A, Galina N, Getrud W, Liubov K, Khjena B. 1995. Anodic Stripping Voltammetry of Tungsten at Graphite Electrodes. *Electroanalysis*. 8: 375-380.
- Nosikov A.N, Chichikalo E.V, L'vov. 2001. A Kinetic Method for Tungsten Determuntation in Tungsten-Containing Enzim. *Applied Biochemistry and Microbiology*. 37: 635-637.

- Sugiarto, K.H. 2003. *Dasar-Dasar Kimia Anorganik Logam*. Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta.
- Vogel A.I. 1995. *Textbook of Quantitative Inorganic Analysis Including Elementry Instrumental Analysis*. Politechnic. London.
- Yatirjam.V, Dhamija Sudeshan. 1975. Spectrofotometric determination of Tungsten With Thiocyanate. *Talanta*. 22: 760-762.
- Young R. S. 1971. *Chemical Analysis in Extractive Metallurgy*. Griffin. London.

Van Do Nguyen. 1986. An Internal Standard Method for the Determination of Tin and Tungsten in Cassiterite by Photon Activation Analysis. *Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 107: 39-47.



Lampiran 1

Data Pengukuran spektrum absorbsi pada panjang gelombang 300-600 nm

Tabel 1. Spektrum absorbsi wolfram pada panjang gelombang 300-600 nm

Panjang Gelombang	Absorbsi	Panjang Gelombang	Absorbsi	Panjang Gelombang	Absorbsi
300	0,026	338	0,139	376	0,34
301	0,036	339	0,134	377	0,36
302	0,043	340	0,126	378	0,38
303	0,075	341	0,126	379	0,399
304	0,052	342	0,122	380	0,415
305	0,042	343	0,118	381	0,424
306	0,063	344	0,114	382	0,443
307	0,093	345	0,106	383	0,461
308	0,084	346	0,094	384	0,479
309	0,085	347	0,084	385	0,501
310	0,084	348	0,082	386	0,515
311	0,077	349	0,087	387	0,531
312	0,072	350	0,084	388	0,545
313	0,069	351	0,088	389	0,557
314	0,064	352	0,095	390	0,57
315	0,057	353	0,103	391	0,579
316	0,052	354	0,111	392	0,585
317	0,065	355	0,116	393	0,59
318	0,063	356	0,119	394	0,599
319	0,081	357	0,122	395	0,605
320	0,091	358	0,126	396	0,613
321	0,068	359	0,13	397	0,618
322	0,067	360	0,137	398	0,619
323	0,07	361	0,143	399	0,618
324	0,074	362	0,151	400	0,62
325	0,077	363	0,163	401	0,622
326	0,084	364	0,171	402	0,622
327	0,122	365	0,18	403	0,621
328	0,127	366	0,19	404	0,616
329	0,075	367	0,202	405	0,615
330	0,018	368	0,215	406	0,615
331	0,048	369	0,228	407	0,611
332	0,041	370	0,244	408	0,61
333	0,031	371	0,261	409	0,6
334	0,047	372	0,276	410	0,586
335	0,095	373	0,29	411	0,572
336	0,139	374	0,306	412	0,561
337	0,141	375	0,323	413	0,555

Panjang Gelombang	Absorban	Panjang Gelombang	Absorban	Panjang Gelombang	Absorban
414	0,548	457	0,174	500	0,01
415	0,538	458	0,17	501	0,009
416	0,525	459	0,165	502	0,01
417	0,511	460	0,158	503	0,01
418	0,499	461	0,15	504	0,007
419	0,489	462	0,144	505	0,005
420	0,479	463	0,138	506	0,004
421	0,467	464	0,132	507	0,002
422	0,453	465	0,127	508	0,003
423	0,438	466	0,123	509	0,005
424	0,426	467	0,116	510	0,007
425	0,417	468	0,109	511	0,003
426	0,408	469	0,102	512	0,001
427	0,398	470	0,098	513	0
428	0,387	471	0,091	514	-0,002
429	0,373	472	0,084	515	-0,003
430	0,359	473	0,078	516	0,001
431	0,347	474	0,073	517	0,004
432	0,336	475	0,072	518	0,003
433	0,327	476	0,069	519	0
434	0,319	477	0,065	520	0
435	0,312	478	0,06	521	0,001
436	0,304	479	0,055	522	0,002
437	0,297	480	0,052	523	0,002
438	0,289	481	0,049	524	0,002
439	0,282	482	0,045	525	0,003
440	0,277	483	0,04	526	0,003
441	0,274	484	0,035	527	0,002
442	0,267	485	0,031	528	0,003
443	0,261	486	0,029	529	0,001
444	0,255	487	0,027	530	-0,001
445	0,247	488	0,026	531	-0,002
446	0,239	489	0,025	532	0
447	0,233	490	0,022	533	0
448	0,228	491	0,021	534	-0,001
449	0,223	492	0,018	535	-0,003
450	0,216	493	0,017	536	0,001
451	0,212	494	0,018	537	0,002
452	0,206	495	0,015	538	0,003
453	0,198	496	0,016	539	0,005
454	0,192	497	0,014	540	0,003
455	0,186	498	0,01	541	0,002
456	0,18	499	0,011	542	0

Panjang Gelombang	Absorban	Panjang Gelombang	Absorban	Panjang Gelombang	Absorban
543	-0,002	562	-0,001	582	-0,002
544	-0,004	563	0	583	-0,004
545	-0,002	564	-0,002	584	-0,001
546	0	565	-0,006	585	-0,001
547	-0,003	566	-0,009	586	-0,001
548	-0,003	567	-0,009	587	0,001
549	-0,004	568	-0,008	588	-0,008
550	-0,005	569	-0,006	589	-0,012
551	-0,003	570	-0,004	590	-0,012
552	-0,004	571	-0,002	591	-0,005
553	-0,003	572	0,001	592	-0,009
554	-0,003	573	-0,001	593	-0,007
555	-0,006	574	-0,004	594	-0,004
556	-0,004	575	-0,002	595	-0,005
557	-0,003	576	-0,001	596	-0,003
558	-0,002	577	-0,002	597	-0,005
559	0,001	578	-0,003	598	-0,007
560	0,001	579	0,002	599	-0,007
561	0	580	0	600	-0,005
562	-0,001	581	-0,001		



Lampiran 2

1. Pengukuran Serapan Standar Wolfram

Tabel 1. Data pengukuran serapan standar wolfram

Konsentrasi W (Mg/L)	Absorban
8	0,433
16	0,596
24	0,682
32	0,787

2. Analisis Wolfram dalam Sampel

Tabel 2. Data pengukuran wolfram dalam sampel

No	Kode Sampel	Absorban	Konsentrasi (Mg/L)	Massa sampel (gram)	%
1	A1	0,05	0	1,004	0
2	A2	0,279	0	1,0112	0
3	A3	0,339	0,104	1,0009	0,01
4	A4	0,347	0,660	1,003	0,07
5	A5	0,352	1,007	1,0053	0,10

Contoh perhitungan prosentase unsur wolfram dalam sampel :

Berat Wolfram dalam sampel (mg/L) x 0,1L x 25/2,5 x 100%

$$\%W = \frac{\text{Berat Sampel (mg)}}{1,007 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ mL} \times 10 \times 100\%}$$

$$\%W = \frac{1,007 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ mL} \times 10 \times 100\%}{1,0053 \text{ mg}}$$

$$= 0,1 \%$$

3. Hasil Rekoveri

Tabel 3. Data rekoveri terhadap sampel 1,007 mg/L

Nomor	Konsentrasi Standar yang ditambahkan (mg/L)	Konsentrasi Seharusnya Setelah Spike mg/L	Absorban	Konsentrasi Setelah Spike (mg/L)	Rekoveri (%)
1	0	1,007	0,351	1,007	
2	0,5	1,507	0,359	1,467	92,400
3	1	2,007	0,368	2,124	111,900
	1,5	2,507	0,373	2,489	98,933
Rata-rata					101,078

Rumus

$$\% \text{ Rekoveri} = \frac{(A - B)}{C} \times 100\%$$

A = Konsentrasi setelah spike

B = Konsentrasi sebelum penambahan standar

C = Konsentrasi yang ditambahkan

4. Massa jenis sampel

No	Kode sampel	massa (gram)	Volume (mL)	Massa jenis (gram/mL)
1	A1	2,4588	1,8	1,37
2	A2	2,9302	2,6	1,13
3	A3	0,7296	0,6	1,22
4	A4	3,7237	3,1	1,20
5	A5	1,4352	1,2	1,20

Lampiran 3

Standar Deviasi Blanko

Tabel. Data Absorban Blanko

Nomor pengulangan	Absorban (A)
1	0
2	0,001
3	0,001
4	0
5	0,001
6	0,002
7	0,001
8	0,001
9	0,001
10	0,002
11	0,002
 Jumlah	0,012
 Rata-rata	0,001
 SD	0,003

Lampiran 4

Analisis Gangguan Ion Fe⁺³Tabel 1. Serapan wolfram 10 mg/L dengan adanya ion Fe⁺³

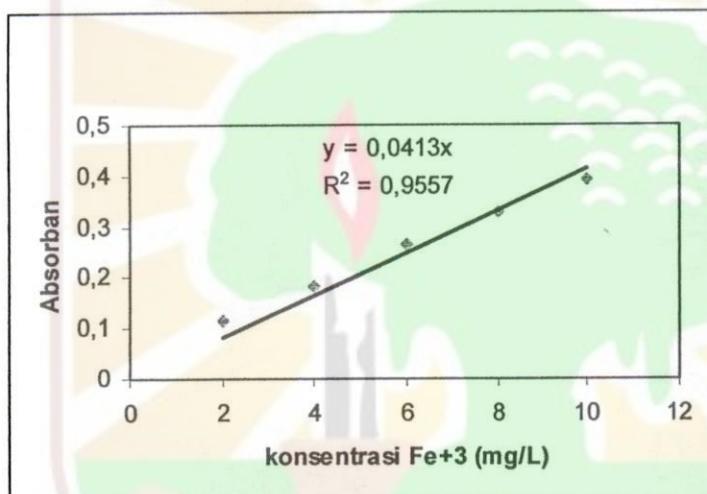
No	Konsentrasi Fe ⁺³ yang ditambahkan (mg/L)	Absorban	% Perubahan Sinyal
1	0	0,53	0
2	10	0,744	17,702
3	50	2,448	78,350
4	100	2,996	82,310
5	200	>3,022	100
6	400	>3,05	100

Lampiran 5

Data dan Gambar Kurva Standar Unsur Utama

1. Kurva Kalibrasi Standar Fe^{+3} Tabel 1. Data absorban Standar Fe^{+3}

Konsentrasi Fe (mg/L)	Absorban
0	0
2	0,115
4	0,182
6	0,265
8	0,329
10	0,39

Gambar 1. Kurva kalibrasi Standar Fe^{+3}

Tabel 2. Data Absorban Besi dalam Sampel

Sampel 1	Absorban	Massa sampel (gram)	x (mg/L)	%
A1	0,697	1,004	16,877	0,168
A2	0,037	1,0112	0,896	0,009
A3	0,672	1,0009	16,271	0,163
A4	0,624	1,003	15,109	0,151
A5	0,606	1,0053	14,673	0,146

Sampel 1 = Sampel yang telah diencerkan 10 kali

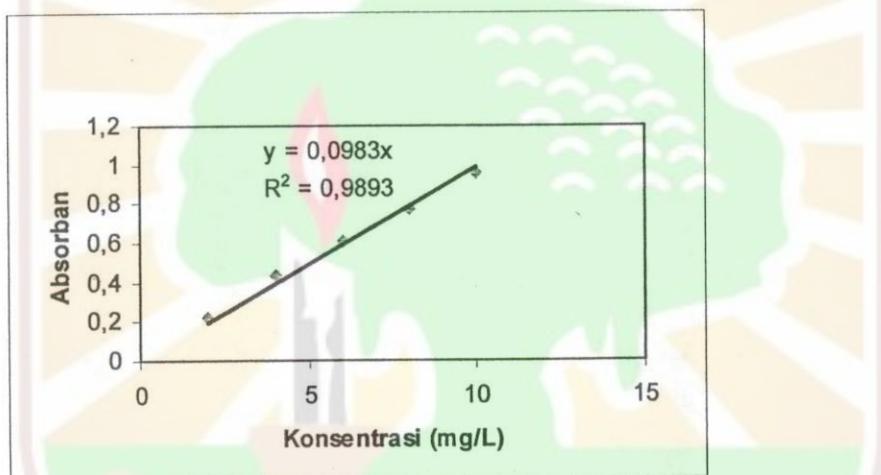
X = Konsentrasi Besi dalam sampel

$$\text{Rumus \% Sampel} = \frac{X \times 0,1L \times 100\%}{\text{Massa} \times 1000}$$

2. Kurva Kalibrasi Standar Mangan

Tabel 3. Data Absorban Standar Mangan

Konsentrasi Mn (mg/L)	Absorban
2	0,218
4	0,439
6	0,607
8	0,774
10	0,96



Gambar 2. Kurva kalibrasi Standar Mangan

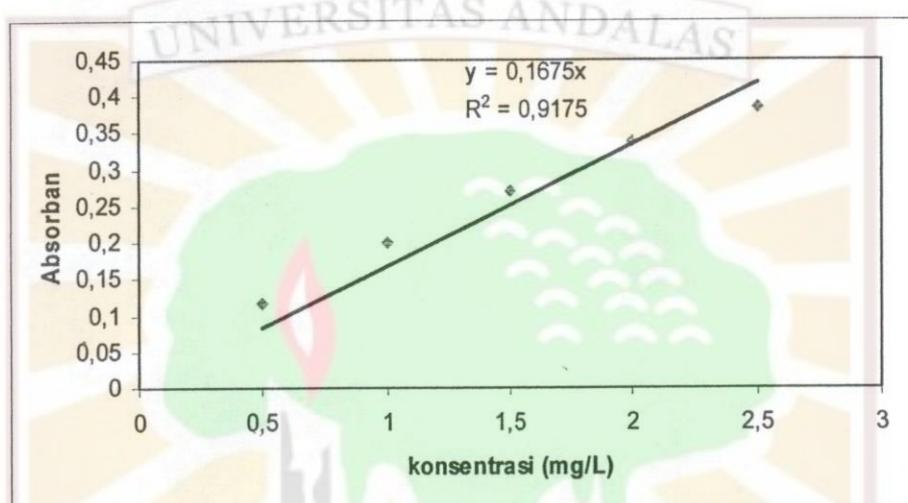
Tabel 4. Data Absorban Mangan dalam Sampel

Sampel 2	Massa sampel (gram)	Absorban	x (mg/L)	%
A1	1,004	0,049	0,498	4,965
A2	1,0112	0,037	0,376	3,722
A3	1,0009	0,054	0,549	5,488
A4	1,003	0,078	0,793	7,911
A5	1,0053	0,121	1,231	12,244

3. Kurva Kalibrasi Standar Seng

Tabel 5. Data Absorban Standar Seng

Konsentrasi Zn (mg/L)	Absorban
0	0
0,5	0,117
1	0,201
1,5	0,271
2	0,337
2,5	0,385



Gambar 3. Kurva Kalibrasi Standar Seng

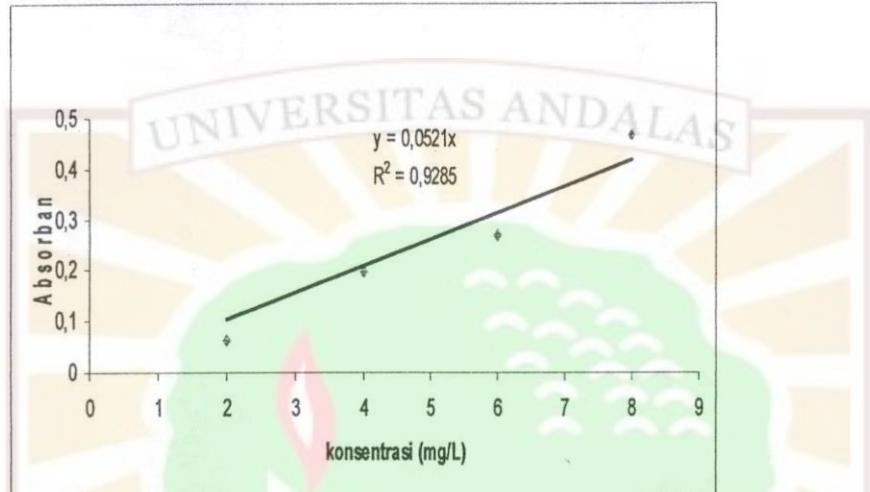
Tabel 6. Data Absorban Seng dalam Sampel

Sampel 2	Massa sampel (gram)	Absorban	x(mg/L)	%
A1	1,004	0,01	0,060	0,059
A2	1,0112	0,011	0,066	0,065
A3	1,0009	0,017	0,101	0,101
A4	1,003	0,009	0,054	0,054
A5	1,0053	0,014	0,084	0,083

4. Kurva Kalibrasi Standar Timbal

Tabel 7. Data Absorban Standar Timbal

Konsentrasi Pb (mg/L)	Absorban
0	0
2	0,065
4	0,197
6	0,268
8	0,465



Gambar 4. Kurva Kalibrasi Standar Timbal

Tabel 8. Absorban Timbal dalam Sampel

Sampel 1	Massa sampel (gram)	Absorban	x (mg/L)	%
A1	1,004	0,004	0,077	0,008
A2	1,0112	0,025	0,480	0,047
A3	1,0009	0,015	0,288	0,029
A4	1,003	0,005	0,096	0,010
A5	1,0053	0,012	0,230	0,023

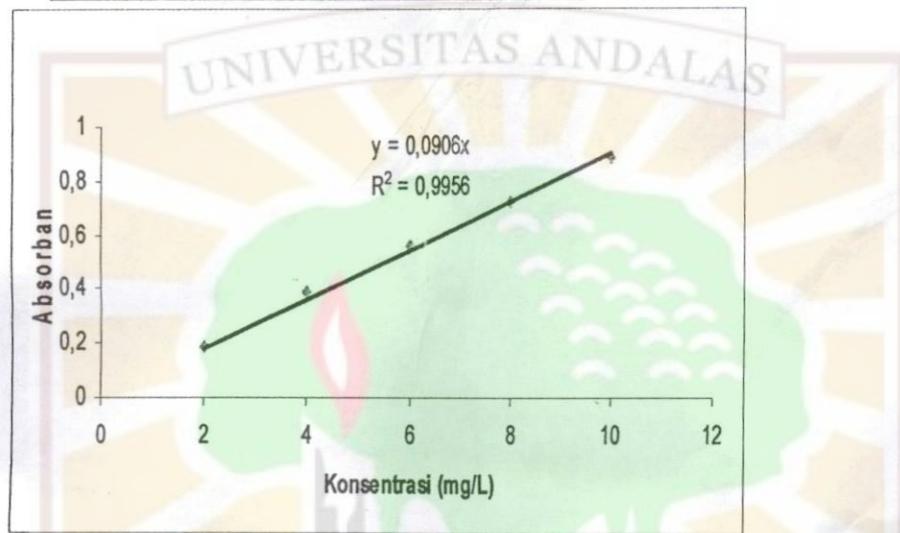
Sampel 1 = Sampel dengan pengenceran 10 kali

$$\text{Rumus \% Sampel} = \frac{X \times 0,1 L \times 100\%}{\text{Massa} \times 1000}$$

5. Kurva Kalibrasi Standar Tembaga

Tabel 9. Data Absorban Standar Tembaga

Konsentrasi Cu (mg/L)	Absorban
0	0
2	0,185
4	0,39
6	0,558
8	0,721
10	0,888



Gambar 5. Kurva Kalibrasi Standar Tembaga

Tabel 10. Absorban Tembaga dalam Sampel

Sampel 1	Massa sampel (gram)	Absorban	x (mg/L)	%
A1	1,004	0	0	0
A2	1,0112	0,004	0,044	0,004
A3	1,0009	0,002	0,022	0,002
A4	1,003	0,001	0,011	0,001
A5	1,0053	0,01	0,110	0,01

Lampiran 6

ABSORBSIVITAS MOLAR (ϵ)

$$\epsilon = A/BC \times AR$$

ϵ = Absorbsivitas molar

A = Absorban = 0,530

B = panjang kolom = 1 cm

C = Konsentrasi = 10 mg/L

AR = Massa atom relativ = 183,9

$$\epsilon = \frac{0,53}{10mg / L \times 1cm} \times 183,9 \text{ gram/mol} = 9,747 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$$

$$\text{SENSITIVITAS SANDEL} = AR / \epsilon = 0,0189 \text{ mg cm}^{-2}$$

