

**PENENTUAN VANADIUM SECARA SPEKTROFOTOMETRI  
FOSFOWOLFROVANADAT DAN ANALISIS UNSUR UTAMA  
SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM DALAM  
BATUAN BUKIT PIANGGU KABUPATEN SOLOK**

**T E S I S**

**Oleh :**

**ROSWITA**  
**06 207 031**



**PROGRAM PASCASARJANA  
UNIVERSITAS ANDALAS  
2008**

**PENENTUAN VANADIUM SECARA SPEKTROFOTOMETRI  
FOSFOTUNGSTOVANADAT DAN ANALISIS UNSUR UTAMA  
SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM DALAM  
BATUAN BUKIT PIANGGU KABUPATEN SOLOK**

**OLEH : ROSWITA**

**(Di bawah bimbingan : Hamzar Suyani, dan Safni)**

**RINGKASAN**

Vanadium merupakan unsur-unsur yang mungkin ada dalam mineral hasil tambang bijih besi yang punya nilai ekonomis cukup tinggi tetapi belum mendapat perhatian dari para peneliti. Pada hal diperkirakan unsur ini hampir selalu ada menyertai unsur makro khususnya besi.

Beberapa metode penentuan vanadium dalam berbagai sampel yang telah digunakan diantaranya : Metode Spektrofotometri dengan variamine blue (Kumar dan Revanasiddappa, 2005), metode Spektrofotometri dengan pemisahan secara radio analitik (Repinc dan Benedik, 2004), metode ICP-MS dengan penguapan elektro termal (Hastings dan Emerson, 1996), metode resolusi tinggi ICP-MS (Yang *et al.*, 2002), metode Spektrofotometri dengan menggunakan hidrogen peroksida sebagai pengoksidasi (Telep dan Boltz, 1951), metode AAS menggunakan tungku grafit yang dilapisi tungsten (Nakamoto *et al.*, 2004), metode Spektrofotometri dengan pengomplek 6 kloro-3 hidroksi-7 metil-2 (2-thienyl)-4 H-Chromen-4 one (Agnihotri *et al.*, 1999), metode Spektrofotometri dengan pengomplek 3,5-Dinitrocatechol dan Rhodamine B (Lobinski dan

Marczenko, 1988) metode FIA dengan pendeteksi Kolorimeter (Shiller *et al.*, 1988).

Teknik yang telah digunakan itu belum ada untuk pengembangan metode Spektrofotometri untuk penentuan vanadium dalam batuan dengan menggunakan larutan standar amoniummetavanadat dengan pengomplek natriumwolframat. Umumnya metode yang telah digunakan belum ada yang biayanya murah dan sederhana. Penggunaanya harus benar-benar ahli karena membutuhkan tahapan proses yang rumit.

Penentuan vanadium dalam batuan bijih besi dengan Spektrofotometri yang simpel, dengan menggunakan larutan natriumwolframat sebagai pengomplek dengan alat spektrofotometer yang sangat sensitif dan selektif. Beberapa unsur utama yang banyak terdapat dalam bijih besi seperti besi, tembaga, mangan, seng dan timbal digunakan metode spektroskopi serapan atom.

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

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Analisis Terapan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam UNAND Padang, sejak bulan April sampai Februari 2008. Alat-alat yang digunakan meliputi spektrofotometer UV/Vis S1000 SECOMAM, France, spektronik Genesis 20 (USA), neraca analitik Ohaus merk Adventurer USA, hotplate dan peralatan gelas lainnya. Sedangkan bahan kimia yang digunakan adalah amoniummetavanadat, asam sulfat, asam nitrat, asam pospat, natriumwolframat, amonium ferisulfat, tembaga (II) sulfat, seng sulfat, timbal, mangan (Merk), akuabides.

Variabel-variabel yang ditentukan pada kondisi ini adalah penentuan panjang gelombang maksimum, kurva kalibrasi standar, aplikasi pada sampel batuan bijih besi, rekoverti, pengaruh ion pengganggu. Penelitian dilakukan dengan cara mengambil 8 mg/L amoniummetavanadat ditambahkan 2 mL asam sulfat (1:2). Selanjutnya ditambahkan Akuabides 10 mL, Larutan natriumwolframat 1,25 mL dan 1 mL asam pospat (3:2). Kemudian volumenya dijadikan 25 mL dengan menambahkan akuabides, larutan ini kocok sampai warnanya stabil. Seterusnya biarkan selama 10 menit. Setelah itu dimasukkan ke dalam kuvet untuk diukur dengan spektrofotometer UV/Vis pada panjang gelombang 403 nm. Penentuan untuk unsur utama digunakan spektrometer serapan atom (SSA).

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa metode spektrofotometri fosfowolfrovanadat yang dikembangkan mempunyai kemampuan yang baik untuk penentuan vanadium dengan spektrofotometer. Serapan maksimum diperoleh pada panjang gelombang 403 nm.

Nilai standar deviasi relatif (SRD) didapatkan dari 11 kali pengukuran pada konsentrasi 8,0 mg/L, SRD = 0,24 %. Limit deteksi (LOD) yang dapat terdeteksi dari metode ini adalah 0,056 mg/L, limit kuantitasi (LOQ) adalah 0,20 mg/L. Sedangkan nilai absorpsivitas molar ( $\epsilon$ ) =  $2,026 \times 10^3 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ , dan nilai sensitivitas Sandell (SS) =  $25 \mu\text{g cm}^{-2}$ , dan nilai rekoverti yang diperoleh cukup baik yaitu 99,47 %.

Pengaruh ion-ion pengganggu yang telah diuji cobakan pada ion besi (III) dari konsentrasi 10 mg/L-400 mg/L, terjadi penurunan sinyal yang ganggunya

dibawah 5 %. Hal ini didapatkan setelah penambahan masing-masing konsentrasi ion besi (III) pada larutan vanadium konsentrasi 10 mg/L-400 mg/L.

Dari kelima sampel yang diuji ternyata semuanya mengandung vanadium dengan prosentase yang berbeda. Kandungan tertinggi terdapat pada sampel S5m yaitu 0,18 %. Kandungan unsur utama yang terbesar dari unsur besi terdapat pada sampel S3m (36,20 %). Unsur seng tertinggi terdapat pada sampel S3m (0,89 %). Mangan pada sampel S3m (2,70 %). Tembaga pada sampel S2m (0,095 %). Timbal pada sampel S4m (0,013 %).

## 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. Untuk mengoptimalkan pemanfaatan bahan galian dibutuhkan data deposit bahan tambang yang terperinci dari hasil kegiatan penelitian dan pemetaan. Berbagai penelitian dan pemetaan yang dilakukan selama ini telah menunjukkan bahwa Kabupaten Solok mempunyai peluang sangat potensial untuk pengembangan usaha pertambangan. Bahan galian di wilayah Kabupaten Solok mempunyai potensi deposit bahan tambang yang beragam dari segi jenis, kuantitas maupun kualitas. Sampai saat ini sebagian besar masih dikelola oleh 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).

Paradigma pembangunan yang mengandalkan pendapatan negara dari eksploitasi sumber daya alam nyatanya sudah ditinggalkan. Banyak negara telah berpegang pada konsep pembangunan berbasis ilmu 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 bahan mentah di ekspor tanpa memperhatikan oksida-oksida logam yang terkandung di dalamnya (Arif, 2007).

Dinas pertambangan Pemda Kabupaten Solok (Anonim, 2004) hanya menentukan kadar besi dalam bijihnya. Menurut hasil penelitian kadar besi yang didapatkan  $\pm 66\%$ . Unsur utama dan mikro lain yang ada dalam bijih diabaikan.

Bertitik tolak dari kenyataan di atas maka dilakukanlah penelitian untuk menentukan unsur utama (Fe Mn, Pb, Cu, dan Zn) dan unsur mikro terutama vanadium yang terdapat dalam batuan mineral dari Bukit Pianggu Nagari Sungai Lasi Kecamatan IX Koto Sungai Lasi Kabupaten Solok. Analisis utama dan mikro belum dilakukan, karena investor hanya membeli berdasarkan kadar besi pada mineral bijih besi. Sedangkan unsur mikro yang ada pada bijih tersebut tidak pernah diperhitungkan keberadaannya, padahal banyak yang mempunyai nilai jual sangat tinggi (Anonim, 2004).

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

Beberapa metode penentuan vanadium dalam sampel alam yang telah digunakan Diantaranya : Metode spektrofotometri dengan variamine blue (Kumar dan Revanasiddappa, 2005), metode spektrofotometri dengan pemisahan secara radio analitik, (Repinc dan Benedik, 2004), metode ICP-MS dengan penguapan elektro termal (Hastings dan Emerson, 1996), metode resolusi tinggi ICP-MS (Yang *et al.*, 2002), metode spektrofotometri dengan menggunakan hidrogen peroksida (Telep dan Boltz, 1951), metode AAS menggunakan tungku grafit yang dilapisi tungsten (Nakamoto *et al.*, 2004), metode spektrofotometri dengan pengomplek 6 kloro-3 hidroksi -7metil-2 (2-thienyl)-4H-Chromen-4one

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan yaitu penentuan vanadium secara spektrofotometri fosfowolfrovanadat dan analisis unsur utama batuan dari Bukit Piangu Nagari Sungai Lasi Kecamatan IX Koto Sungai Lasi Kabupaten Solok dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

Metode fosfowolfrovanadat yang dikembangkan baik untuk penentuan vanadium dengan spektrofotometer dengan serapan maksimum pada panjang gelombang 403 nm. Dengan menggunakan reagen 2 mL asam sulfat (1:4), dan 1 mL asam fosfat (3:2) dan 1,25 mL larutan natriumwolframat.

Untuk aplikasi metode dilakukan terhadap batuan bijih besi yang diuji dengan spektrofotometer UV/Vis, ternyata tiap titik sampel yang diambil semuanya mengandung vanadium, sedangkan beberapa unsur utama dengan spektroskopi serapan atom (SSA).

Nilai standar deviasi relatif (SRD) didapat dari 11 kali pengukuran pada konsentrasi 8 mg/L adalah 0,24 %. Limit deteksi yang dapat terdeteksi pada metode ini adalah 0,056 mg/L dan limit kuantitasi (LOQ) adalah 0,20 mg/L. Pada rentangan konsentrasi 4-20 mg/L didapatkan koefisien korelasi ( $R^2$ ) = 0,9915, persamaan regresi  $Y = 0,032X + 0,0621$ . Absorsitivitas Molar adalah  $2,026 \times 10^3$  L mol<sup>-1</sup> cm<sup>-1</sup> dan sensitivitas Sandell adalah 25 µg cm<sup>-2</sup>. Sedangkan nilai rekoverti yang diperoleh cukup baik yaitu 99,47 %.

Pengaruh ion-ion pengganggu yang telah dicobakan pada ion besi (III) yang merupakan unsur logam utama terbanyak dalam sampel. Ion besi (III) yang



ditambahkan sampai pada konsentrasi 400 mg/L, ternyata gangguan yang terjadi tidak sampai 5 %. Berarti keberadaan ion besi (III) tidak mempengaruhi pada penentuan vanadium dengan metode fosfowolfrovanadat yang dikembangkan.

Dari kelima sampel yang diuji ternyata semuanya mengandung vanadium dengan prosentase yang berbeda. Kandungan tertinggi terdapat pada sampel S5m yaitu 0,18%. Kandungan unsur utama yang terbesar dari unsur besi terdapat pada sampel S3m (36,20 %). Unsur seng tertinggi terdapat pada sampel S3m (0,89 %). Mangan pada sampel S3m (2,70 %). Tembaga pada sampel S2m (0,095 %). Timbal pada sampel S4m (0,013 %).

## 5.2. SARAN

Metode ini cukup baik digunakan untuk menentukan kandungan vanadium dalam sampel batuan bijih besi, maka untuk para peneliti berikutnya disarankan :

Melakukan penelitian lanjutan dengan mempelajari ion-ion pengganggu lain yang banyak terdapat dalam sampel terutama pengganggu dari ion-ion unsur utama lainnya. Perlu juga dilakukan penelitian terhadap sampel selain bijih besi, sehingga metode ini dapat digunakan untuk berbagai sampel dengan mudah, cepat dan biaya murah dan merupakan metode yang handal untuk masa yang akan datang. Pada pengusaha pertambangan untuk menganalisis unsur selain unsur utama sehingga dapat meningkatkan nilai jual batuan. Disarankan juga pada pemerintah untuk melakukan langkah lebih lanjut pemanfaatan unsur utama dan mikro yang ada dalam batuan

## DAFTAR PUSTAKA

- Acnihotri, N. R. Dass. and R. Mehta. 1999. A Highly Sensitive and Selective Spectrophotometric Determination of Vanadium(V) Using 6-Chloro-3-Hydroxy-7-methyl-2-(2-thienyl)-4H-Chromen-4-One. *Anal. Sci.* 15: 1261-1264.
- Anonim. 2004. *Sebaran Deposit Bahan Tambang pada kecamatan IX Koto Sungai Lasi, Gunung Talang, Pantai Cermin, dan Lembah Gumanti Kabupaten Solok*, Dinas Pertambangan dan Lingkungan Hidup. Solok.
- Arif, A. 2007. *Ancaman untuk Indonesia*, Kompas 2 Juli.
- Catherine, E. Housecroft and A. G. Sharpe. 2005. *Inorganic Chemistry*, Pearson Education Limited. England: 602 – 605.
- Day, R. A. and A. L. Underwood. 1999. *Analisa Kimia Kuantitatif*, terjemahan A. H Pudjaatmaka. Erlangga 5. Jakarta.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya, *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1(3): 117-135.
- Hastings, D. W. And S. R. Emerson. 1996. Determination of Picogram Quantities of Vanadium In Calcite and Seawater by Isotope Dilution Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry With Electrothermal Vaporization, *Anal. Chem*, 68: 371-377.
- Heslop, R. B. and P. L. Robison. 1960. *Inorganic Chemistry*, Elsevier Publishing Company, Amsterdam. : 440-449 .
- Kismojohadi, R. 1962 . *Ilmu Bumi Alam*, 2, Eleonora, Jakarta .
- Kumar, T. N. and H. D. Revanasiddappa. 2005. Spectrophotometric Determination of Vanadium Using Variamine Blue and its Application to Syntetic, Environmental and Biological samples, *Iran.Chem.* 2 : 161-167 .
- Lobinski, R. and Z. Marczenko. 1988. Flotation-Spectrophotometric of Vanadium with 3,5-Dinitrocatechol and Rhodamine B. *Anal.Sci.* 4: 629-635.
- Miller, J. C. and J.N. Miller. 1984. *Statistics For Analytical Chemistry*. Ellis Horwood Limited. Chichester. New York.