

Penentuan Kadar Tembaga (Cu) dalam Sampel Batuan Mineral

M.Anugrah Rizky Pambudi, Suprpto, S.Si., M.Sc., Ph.D

Departemen Kimia, Fakultas Ilmu Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

e-mail: suprpto@chem.its.ac.id

Abstrak—Telah dilakukan penentuan kadar tembaga (Cu) dalam batuan mineral. Batuan mineral ini dianalisis kandungan tembaga (Cu didalamnya menggunakan instrumen *Flame Atomic Absorption Spectrophotometry* (FAAS). Sampel dilakukan preparasi dengan metode destruksi basah menggunakan larutan HNO_3 pekat. Dalam analisis kadar tembaga (Cu), dibuat kurva standar untuk mengetahui hubungan antara konsentrasi larutan dengan nilai absorbansi sehingga konsentrasi sampel dapat ditentukan. Larutan standar 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm dibuat dengan metode pengenceran bertingkat larutan stock yang dibuat dari padatan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Regresi kurva kalibrasi yang didapat sebesar 0,9995. Berdasarkan hasil perhitungan, diperoleh kadar Cu dalam sampel batuan sebesar 2,189 ppm atau 21,66%.

Kata Kunci—Konsentrasi, logam Cu, Absorbansi, Spektrofotometer AAS.

I. PENDAHULUAN

BATU merupakan suatu zat yang padat, keras, dan tahan lama. Karakteristik dari beberapa jenis batu bervariasi bergantung kepada kondisi dan cara pembentukannya. Batuan tersusun atas mineral-mineral. Mineral dibagi dalam kelompok-kelompok menurut unsur-unsur yang menyusunnya. Mineral-mineral yang tersusun dari satu unsur saja disebut unsur-unsur asli [1]. Mineral yang terbentuk akan ditentukan oleh elemen-elemen yang tersedia dan melalui berbagai jenis temperatur dan tekanan yang berbeda yang merata selama waktu kristal terjadi. Misalnya, jika logam seperti Cu, Zn, Pb, dan Fe terdapat bersama sulfur, sulfida-sulfida dari elemen ini akan terbentuk seperti FeS_2 , CuFeS_2 , PbS , dan ZnS . Di sisi lain, jika metal seperti Cu, Pb, Zn, dan Fe terdapat bersama dengan karbon dan oksigen, kemudian karbonat kemungkinan akan terbentuk seperti FeCO_3 , PbCO_3 , ZnCO_3 , dan $\text{Cu}_2(\text{OH})_2\text{CO}_3$ [2].

Tembaga (Cu) merupakan salah satu jenis logam berat yang dapat kita temui di alam. Umumnya logam Cu berwarna kuning kemerahan (orange). Logam Cu memiliki titik didih yang tinggi, sekitar 2595°C dan titik leleh 1083°C (MSDS, 2013). Logam Cu merupakan salah satu logam dari golongan transisi IB, dengan nomor atom 29. Di dalam larutan, logam Cu dapat membentuk ion Cu^{2+} dengan jari-jari ion $0,96 \text{ \AA}$. Logam ini dalam kadar yang melebihi ambang batas normal, dapat menyebabkan keracunan [3].

Salah satu metode yang dapat digunakan untuk menguji kandungan logam berat di dalam batuan adalah metode *Atomic Absorption Spectrophotometry* atau yang biasa dikenal dengan istilah AAS. Prinsip kerja alat ini adalah mendeteksi radiasi elektromagnetik dengan panjang

gelombang tertentu yang dapat diserap oleh atom-atom unsur dalam nyala dan juga mendeteksi radiasi yang diteruskan. Rasio energi yang diserap dan diteruskan tersebut disebut sebagai absorbansi [4].

Sebelum suatu sampel batuan diuji dengan alat AAS, terlebih dahulu batuan harus didestruksi. Sampel batuan didekomposisi dengan penambahan asam oksidator, diantaranya H_2SO_4 dan HNO_3 . Destruksi merupakan tahap yang penting, karena dengan adanya proses ini dapat mengurangi kandungan-kandungan ion pengganggu yang mungkin ditemukan di dalam batuan. Terdapat dua macam metode destruksi, yaitu destruksi basah dan destruksi kering [5].

Destruksi merupakan suatu perlakuan untuk melarutkan atau mengubah sampel menjadi bentuk materi yang dapat diukur sehingga kandungan berupa unsur-unsur di dalamnya dapat dianalisis. Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yang dikenal, yaitu destruksi basah dan destruksi kering, yang masing-masing mempunyai keunggulan dan kelemahan.

Destruksi kering merupakan perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam *muffle furnace* dan memerlukan suhu pemanasan tertentu. Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator. Pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat (HNO_3), asam sulfat (H_2SO_4), asam perklorat (HClO_4), dan asam klorida (HCl).

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Beberapa alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat FAAS (*Flame Atomic Absorption Spectrophotometry*) Shimadzu AA 6800, mortar dan alu, ayakan mesh, kaca arloji, neraca analitik, spatula, erlenmeyer, *hot plate*, corong, labu ukur, botol semprot, pipet tetes, botol vial, botol timbang, gelas kimia, penghisap, pipet volume, pipet ukur, buret, statif dan klem, *magnetic stirrer*. Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian adalah sampel batuan, aquademineralisasi, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, HNO_3 pekat.

B. Pembuatan Larutan Standar Cu 1000 ppm

Sebanyak 1,9011 gram $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ditimbang dalam botol timbang menggunakan neraca analitik. Kemudian dilarutkan menggunakan aquademineralisasi dalam gelas kimia, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dengan

bantuan corong. Gelas kimia dan labu ukur dibilas dengan aquademineralisasi secukupnya. Tambahkan 1 mL HNO₃ pekat dan ditambahkan aquademineralisasi sampai tanda batas.

C. Destruksi Sampel Batuan Mineral

Sampel batuan yang telah diayak dan dihaluskan, ditimbang sebanyak 0,5053 gram dalam gelas arloji menggunakan neraca analitik. Sampel batuan yang telah ditimbang, dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL yang telah dicuci dengan HNO₃ pekat. Sebanyak 50 mL HNO₃ pekat ditambahkan sedikit demi sedikit ke dalam erlenmeyer untuk dilakukan destruksi basah.

Campuran tersebut dipanaskan di atas *hot plate* dengan kenaikan suhu secara perlahan-lahan hingga mencapai suhu 200°C dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* hingga warna campuran jernih dan konstan. Setelah warna campuran konstan, erlenmeyer diangkat dari *hot plate* dan didinginkan. Campuran yang telah dingin diencerkan menggunakan aquademineralisasi hingga volume ± 80 mL dan disaring menggunakan kertas saring Whatman dengan filtrat yang ditampung dalam labu ukur 100 mL. Larutan yang didapatkan diencerkan dengan aquademineralisasi sampai tanda batas labu ukur.

D. Pengenceran Larutan Stock Sampel

Dilakukan pengenceran 100 kali larutan stock sampel. Larutan stock sampel dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan menggunakan aquademineralisasi sampai tanda batas labu ukur. Larutan dipindahkan dalam botol vial untuk penyimpanan.

E. Pembuatan Larutan Standar Cu 100 ppm dan 10 ppm

Pembuatan larutan standar Cu 100 ppm dilakukan dengan memipet 10 mL larutan Cu 1000 ppm, dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Diencerkan dengan aquademineralisasi, ditambahkan 1 mL HNO₃ pekat, ditambahkan sampai tanda batas dengan aquademineralisasi.

Pembuatan larutan standar Cu 10 ppm dilakukan dengan memipet 10 mL larutan Cu 100 ppm, dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Diencerkan dengan aquademineralisasi, ditambahkan 1 mL HNO₃ pekat, ditambahkan aquademineralisasi sampai tanda batas.

F. Pembuatan Larutan Standar Cu 8 ppm, 6 ppm, 4 ppm, 2 ppm

Pembuatan larutan standar untuk kurva kalibrasi Cu dilakukan dengan cara memasukkan 20 mL, 15 mL, 10 mL, dan 5 mL larutan Cu 10 ppm ke dalam labu ukur 25 mL menggunakan bantuan buret. Diencerkan dengan aquademineralisasi, ditambahkan 1 mL HNO₃ pekat, dan pada akhirnya larutan ditambahkan aquademineralisasi sampai tanda batas, dikocok hingga larutan homogen.

G. Pembuatan Kurva Kalibrasi Cu dan Penentuan Kadar Cu dalam Batuan Mineral

Blanko yang berisi aquademineralisasi, larutan standar Cu yang telah dibuat serta larutan sampel Cu yang telah diencerkan 100 kali diukur absorbansinya pada panjang gelombang 324,7 nm dengan menggunakan instrumen FAAS

(*Flame Atomic Absorption Spectrophotometry*). Kurva dibuat dengan menghubungkan konsentrasi sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y sehingga didapatkan kurva linear sesuai persamaan $y = mx \pm c$

III. HASIL DAN DISKUSI

A. Destruksi Sampel Batuan

Dipreparasi sebanyak 0.5 gram sample batuan yang telah dibuat serbuk dan telah diayak dengan metode destruksi basah. Proses destruksi sampel menghasilkan larutan berwarna biru jernih dengan adanya residu. Residu ini disaring menggunakan kertas saring.

Setelah proses destruksi berakhir, larutan didinginkan hingga tidak terasa panas sama sekali. Lalu, ditambahkan sedikit aquademin. Larutan hasil destruksi yang sudah dingin dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL untuk diencerkan dengan aquademineralisasi hingga tanda batas. Pengenceran 100 kali larutan stock sampel ini dilakukan dengan tujuan agar konsentrasi Cu tidak terlalu besar saat diukur menggunakan FAAS.

B. Pembuatan Larutan Standar Cu 1000 ppm

Dilakukan penimbangan senyawa Cu(NO₃)₂·3H₂O kedalam botol timbang. Hal ini dikarenakan, senyawa tersebut bersifat higroskopis [3]. Fungsi penggunaan aquademineralisasi adalah sebagai media pelarut untuk melarutkan larutan standar Cu 1000 ppm. HNO₃ pekat ditambahkan dalam proses pelarutan agar larutan dapat bertahan lama dan tidak rusak ketika penyimpanan.

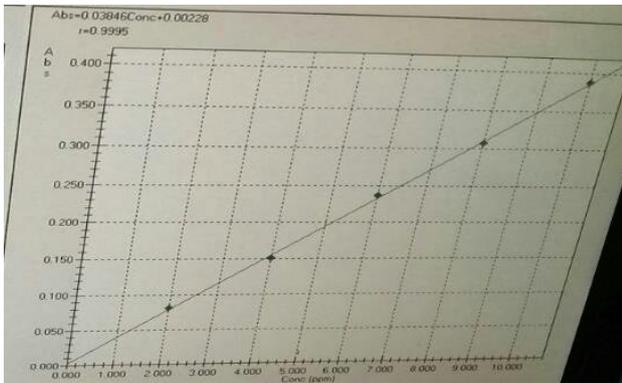
C. Pembuatan Kurva Kalibrasi Cu

Konsentrasi larutan Cu yang digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi adalah 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm. Pembuatan larutan tersebut dilakukan pengenceran dengan aquademineralisasi dalam labu ukur 25 mL hingga tanda batas. Fungsi penggunaan aquademineralisasi ini adalah sebagai media pelarut untuk melarutkan semua larutan standar yang akan diukur absorbansinya. Pengukuran absorbansi larutan standar Cu menggunakan instrumen FAAS (*Flame Atomic Absorption Spectrophotometry*).

Tabel 1.
Hasil Pengukuran Absorbansi Larutan Standar Cu

Konsentrasi Larutan Standar Cu (ppm)	Absorbansi
0	0,0009
2	0,0818
4	0,1512
6	0,2366
8	0,3072
10	0,3884

Berdasarkan data pengukuran absorbansi yang diperoleh maka dapat dilakukan pembuatan kurva kalibrasi dengan memplot konsentrasi Cu sebagai sumbu x terhadap nilai absorbansi sebagai sumbu y, sehingga diperoleh kurva sebagai berikut :



Gambar 1. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Cu

D. Hasil Perhitungan Kadar Tembaga (Cu)

Larutan destruksi yang telah terbaca absorbansinya pada panjang gelombang 324,7 nm memberikan data absorbansi seperti pada Gambar 1. Nilai absorbansi sampel pengenceran 100 kali yang tertera pada FAAS disubstitusikan pada persamaan $y=0.03846x+0.00228$ maka didapatkan data berikut :

Tabel 1.
Konsentrasi Cu dalam ppm

Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
0.5311	13.7499
0.4171	10.7858
0.4155	10.7441
0.4144	9.8345
0.4267	10.1313
0.4221	10.0203
0.4085	10.9095
0.4194	11.2067
0.4123	11.0131

Untuk menghitung kadar Cu dalam batuan ini, maka konsentrasi yang didapat tersebut harus dikalikan dengan faktor pengenceran yakni 100 kali, dibagi dengan massa sampel batuan mineral yang ditimbang, kemudian dikalikan 100% sehingga dari percobaan ini didapatkan kadar tembaga (Cu) dalam sampel batuan mineral sebagai berikut :

Tabel 2.
Kadar Cu (dalam %) dalam sample

Konsentrasi (ppm)	Kadar(%)
13.7499	27.52
10.7858	21.58
10.7441	21.50
9.8345	19.68
10.1313	20.27
10.0203	20.05
10.9095	21.83
11.2067	22.43
11.0131	22.04

E. Uji ANOVA (Analysis of Variance) Single Factor

Dari data kadar yang dihasilkan 3 kelompok yang berbeda tersebut, dilakukan uji ANOVA One-Way untuk menguji apakah terdapat perbedaan yang signifikan antara data kadar yang dihasilkan oleh 3 kelompok tersebut. Dengan menggunakan Data Analysis Excel didapatkan hasil sebagai berikut :

Tabel 3.
Uji ANOVA One-Way

Anova: Single Factor

SUMMARY

Groups	Count	Sum	Average	Variance
Kelompok 16	3	70.6	23.53333	11.92173
Kelompok 18	3	60	20	0.0889
Kelompok 17	3	66.3	22.1	0.0927

ANOVA

Source of Variatio	n	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Between Groups	9	18.9488	2	9.47444	2.34838	0.1764	5.14325
Within Groups	7	24.2066	6	4.03444			
Total	6	43.1555	8				

Dari uji ANOVA tersebut, terlihat bahwa Fhitung (2.348389) < Fkritis (5.143253) maka data kadar dari ketiga kelompok tersebut tidak terdapat perbedaan yang signifikan.

F. Uji Grubbs

Dari ke-9 data kadar Cu yang didapat dilakukan uji G(Grubbs) karena terdapat 1 data yang berbeda jauh dari data-data yang lain didapatkan data berikut :

Tabel 4.
Uji Grubbs

Standar Deviasi	UJI G hitung	G Tabel	Kadar Rerata(%)
2.320505352	2.43	2.215	21.17

Karena $G_{hitung} > G_{tabel}$, maka data yang berbeda jauh tersebut dapat dihilangkan, maka didapatkan hasil kadar Cu sebesar 21.17%

IV. KESIMPULAN/RINGKASAN

Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan didapatkan persamaan kurva regresi standar $y = 0.03846x + 0.00228$ dengan $R=0.9995$, serta didapatkan bahwa kadar logam Cu yang terkandung dalam sampel batu sebesar 21,17% berat.

DAFTAR PUSTAKA

[1] A. Smith, *Pustaka Sains Material*. London: Osborne Publishing Ltd, 2001.
 [2] B. K. Tambunan, "Penentuan Kadar Ag, Cu, dan Fe di Dalam Batuan Mineral yang Berasal dari Dusun Jambu Dolok Kabupaten Toba Samosir," Universitas Sumatera Utara, 2013.

- [3] "MSDS," 2017. [Online]. Available: www.sciencelab.com.
- [4] S. P. D. Kunti, "Kemampuan Adsorpsi Batu Pasir yang Dilapisi Besi Oksida (Fe_2O_3) untuk Menurunkan Kadar Pb dalam Larutan," *J. Bumi Lestari*, vol. 9, no. 2, pp. 254–262, 2009.
- [5] K. Susila, "Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya," in *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA Yogyakarta*, 2012, p. K-195-K-202.