

Penentuan Kadar Perak (Ag) dalam Batuan Termineralisasi Menggunakan Metode Ekstraksi Pelarut Kelat Ditizon dengan Variasi pH dan Waktu di Wilayah Tambang Galian Rakyat Bukit Gunjo Jorong Tanjung Bungo Kec. Bonjol Kab. Pasaman

Taufik Hidayat, Fadhilah, S.Pd, M.Si, Edi Nasra, S.Si, M.Si
Teknik Pertambangan
FT Universitas Negeri Padang
Email : Taufik.Hidayat49455@gmail.com, Fadhilah_Sipilunp@Yahoo.Co.Id,
Hardi_rais@yahoo.com

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang penentuan kadar perak (Ag) dalam batuan termineralisasi menggunakan metode ekstraksi pelarut kelat ditizon dengan variasi pH dan waktu di wilayah tambang galian rakyat Bukit Gunjo Jorong Tanjung Bungo Kecamatan Bonjol Kabupaten Pasaman.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan pH dan waktu optimum dalam pengekraksian logam perak serta dapat menentukan kadar perak pada batuan percontoh terpilih di daerah itu. Penelitian ini menggunakan metoda ekstraksi pelarut menggunakan HCL-HNO₃ pekat (3:1).

Hasil penelitian menunjukkan pH optimum berada pada pH 3, dan waktu optimum berada pada waktu 10 menit dan di dapat kadar recovery logam perak dengan metoda ekstraksi sebesar ,2573; 0,2119; 0,2270; 0,1846 ppm, dan 0,1029; 0,1059; 0,1090; 0.0636 ppm untuk hasil dengan metoda langsung, logam Ag (± 2,3x peningkatan jika dibandingkan dengan hasil pengukuran langsung) dengan 4 kali pengukuran sampel.

Keywords : Perak (Ag), pH optimum, waktu optimum, kadar

Pendahuluan

A. Latar Belakang

Bumi terdiri dari beberapa lapisan, salah satu diantaranya adalah kerak bumi yang merupakan bagian paling penting dari bumi. Kerak bumi tersusun dari zat padat yang biasanya disebut batuan. Batuan yang terdapat di kerak bumi mengandung berbagai macam mineral yang berguna bagi manusia seperti emas, tembaga, perak dan lainnya. Untuk mendapatkan bahan mineral tersebut, manusia perlu melakukan penambangan baik secara tradisional maupun cara modern.

Berdasarkan hasil penelitian Abidin dan Harahap pada tahun 2005 mengenai mineralisasi logam di Bonjol, ditemukan bahwa bijih didominasi oleh pirit (FeS₂) dan sedikit magnetit (Fe₃O₄), sfalerit (ZnS), kalkopirit (CuFeS₂), manganit (MnO(OH)), emas (Au), perak (Ag) dan kovelit (CuS) sekunder. Hasil analisis kandungan mineral sulfida (Cu, Pb dan Zn) sangat rendah < 100 ppm.

Bahan-bahan galian logam pada umumnya didapat di alam dalam keadaan terikat bersama berbagai logam dan unsur (mineral ikutan) lain secara

fisik, bahkan bersenyawa secara kimiawi. Bijih logam biasanya terperangkap dalam sebuah batuan dan dalam bijih logam itu juga terdapat lagi berbagai macam mineral. Salah satunya bijih perak yang terdapat di daerah Bukit Gunjo Jorong Tanjung Bungo Kec. Bonjol Kab. Pasaman.

Untuk memisahkan dan memproduksi suatu logam dalam keadaan murni diperlukan proses pengolahan yang membutuhkan biaya mahal, tahapan yang panjang dengan menggunakan teknologi tinggi. Salah satu cara untuk menganalisa kandungan logam-logam pada sampel batuan metamorf tersebut adalah dengan menggunakan *atomic absorption spectrophotometry* (AAS). Metoda ini merupakan suatu teknik untuk menganalisa atom dari unsur-unsur logam. Kelebihan metoda ini adalah memiliki kepekatan dan ketelitian yang tinggi karena dapat mengukur kandungan logam dalam satuan ppm, memerlukan sampel yang sedikit dan dapat digunakan untuk menentukan kadar logam tanpa dipisahkan terlebih dahulu. Namun jika konsentrasi logam dalam sampel sangat kecil, maka perlu dilakukan pretreatment dengan cara pemekatan (prakonsentrasi).

Salah satu metoda prakonsentrasi adalah metoda ekstraksi pelarut. Ekstraksi merupakan proses pemisahan, penarikan atau pengeluaran suatu komponen cairan dari campurannya. Biasanya menggunakan pelarut yang sesuai dengan komponen yang diinginkan. Cairan dipisahkan dan kemudian diuapkan sampai pada kepekatan tertentu. Ekstraksi memanfaatkan pembagian suatu zat terlarut antar dua pelarut yang tidak saling tercampur untuk mengambil zat

terlarut tersebut dari satu pelarut ke pelarut lain.

Berdasarkan hal yang dijelaskan di atas, maka dilakukan penelitian tentang penentuan konsentrasi/kadar perak (Ag) dalam batuan termineralisasi menggunakan kelat ditizon secara ekstraksi pelarut dengan variasi pH dan waktu di wilayah tambang galian rakyat Bukit Gunjo Jorong Tanjung Bungo Kec. Bonjol Kab. Pasaman.

B. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah :

1. Menentukan pH optimum ekstraksi perak (Ag) dengan ditizon dalam pelarut kloroform.
2. Menentukan waktu ekstraksi optimum pada ekstraksi perak dengan ditizon dalam pelarut kloroform.
3. Memberikan informasi tentang kandungan perak (Ag) pada tambang galian rakyat di daerah bukit Gunjo jorong Batang Babungo Kecamatan Bonjol Kabupaten Pasaman.
4. Pengukuran kadar dilakukan menggunakan metoda AAS.

C. Manfaat Penelitian

Dengan mengetahui kondisi optimum pengomplekkan logam perak (Ag) dalam larutan menggunakan ligan kelat dithizon sebagai ekstraktan, maka kondisi yang diperoleh dapat diterapkan sebagai salah satu alternatif metode dalam penentuan kadar logam perak (Ag) dalam suatu sampel mineral dan diharapkan penelitian ini dapat memberikan informasi tentang kandungan perak (Ag) pada tambang galian rakyat di daerah bukit Gunjo jorong Batang Babungo Kecamatan Bonjol Kabupaten Pasaman.

Perak adalah logam yang putih, liat dan dapat ditempa, secara komersial

merupakan logam berharga. Lambang unsurnya Ag, yang berasal dari bahasa Latin *Argentum*. Perak termasuk golongan 1B dalam sistem periodik dengan nomor atom 47 dan nomor massa 107,8682 (Vogel, 1990:217, dalam Otri, M.S. 2007). Logam ini mempunyai titik lebur 1235 K dan titik didih 2485 K serta kerapatan yang sangat tinggi yaitu 10,5 gr/mL. Secara kimia perak termasuk logam mulia.

1. Sifat-sifat perak

Secara kimia perak termasuk logam dan logam mulia. Logam perak tidak larut dalam HCl ataupun H_2SO_4 (1M atau 2M), tetapi dapat larut dalam HNO_3 pekat (8M) dan asam sulfat panas.

Logam perak tidak teroksidasi bila dipanaskan, tetapi dapat dioksidasi secara kimia untuk membentuk oksida perak yang merupakan suatu oksidator. Kegunaan Perak

Perak pada umumnya banyak digunakan dalam bentuk campuran dengan logam lain. Logam Cu dan Ag digunakan sebagai bahan membuat koin. Perak juga dalam industri elektronik karena dikenal sebagai pengantar arus yang baik. Senyawa-senyawa perak banyak digunakan sebagai anti infeksi, senyawa tersebut adalah perak nitrat ($AgNO_3$) merupakan garam yang mudah larut dalam air, yang digunakan sebagai antiseptic pada luka bakar.

2. Genesa perak

Keterjadian perak biasanya bersamaan dengan emas. Emas dan perak terbentuk dari proses magmatisme atau pengkonsentrasian di permukaan. Beberapa endapan terbentuk karena proses metasomatisme kontak dan larutan

hidrotermal, sedangkan pengkonsentrasian secara mekanis menghasilkan endapan letakan (*placer*). Genesa emas dan perak dikategorikan menjadi dua yaitu endapan primer dan endapan plaser.

Emas dan perak terdapat di alam dalam dua tipe deposit, pertama sebagai urat (*vein*) dalam batuan beku, kaya besi dan berasosiasi dengan urat kuarsa. Lainnya yaitu endapan atau placer deposit, dimana emas dari batuan asal yang tererosi terangkut oleh aliran sungai dan terendapkan karena berat jenis yang tinggi. Perak native terbentuk karena adanya kegiatan vulkanisma, bergerak berdasarkan adanya thermal atau adanya panas di dalam bumi, tempat pembentukan emas dan perak primer. Ada 3 jenis utama endapan perak (Ag) primer tersebut, meliputi:

- a) Endapan Ag yang berasosiasi dengan sulfida, zeolit, kalsit, barit, fluorit dan kuarsa, seperti yang ditemukan di Kongsberg, Norwegia;
- b) Endapan Ag berasosiasi dengan arsenides dan sulfida dari kobalt, nikel dan bismuth, contohnya di Freiberg dan Schneeberg di Jerman; dan
- c) Endapan Ag berasosiasi dengan uraninit (UO_2) dan mineral kobalt-nikel, seperti di Great Bear Lake, Kanada.



Gambar 1. Urat Kuarsa

Sedangkan sekundernya merupakan hasil transportasi dari endapan primer umum disebut dengan perak endapan plaser, sedangkan asosiasi emas atau emas dan perak bersamaan hadir dengan mineral silikat, platina, pirit dan lainnya

Kenampakan fisik bijih emas dan perak hampir mirip dengan pirit, markasit, dan kalkopirit dilihat dari warnanya, namun dapat dibedakan dari sifatnya yang lunak, berat jenis tinggi, dan ceratnya.

3. Ketersediaan Perak Di Alam

Di alam perak bisa terdapat sebagai perak murni, senyawa atau campuran dengan logam lain. Sebagai senyawa ditemukan dalam bentuk sulfida dan campuran bersama Cu, Au, Pb, dan Zn. Pembentukan mineral logam perak melalui dua proses yaitu : jebakan metasomatis kontak dan jebakan hydrothermal (Sudrajat, 1982: 163-164,dalam Otri, M.S. 2007).

Jebakan metasomatis kontak adalah proses pembentukan batuan

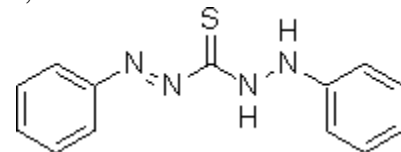
yang terjadi pada saat instruksi magma batuan lebur kemudian bercampur dengan magma membentuk mineral-mineral baru yang sifatnya berbeda dengan batuan induk.

Jebakan hydrothermal adalah proses pembentukan batuan yang terjadi karena pengaruh air panas baik yang berasal dari magma maupun dari tanah yang menghasilkan perubahan komposisi kimia mineral tersebut.

A. Metoda Ekstraksi Pelarut

1. Ligan Kelat Ditionon

Diphenylthiocarbazon atau Dithizone merupakan salah satu ligand organik dalam analisis secara spektrofotometer serta dalam proses ekstraksi logam-logam. Dithizone cukup sensitif untuk penentuan logam-logam seperti Pb, Zn, Cd, Ag, Hg, Cu, dll.



Dithizone memiliki 2 bentuk tautomeri (isomer yang beda satu sama lain hanya pada posisi ikatan rangkap dan sebuah H yang berdekatan (Fessenden, 37). Secara kimia dithizone adalah suatu asam lemah. Baik dithizone dan senyawa kompleksnya tidak larut dalam air tetapi dapat larut dalam pelarut organik seperti carbon tetrachloride dan khloroform.

2. Metoda Destruksi

Destruksi adalah suatu metoda pendahuluan pada uji laboratorium yang sangat penting dalam analisis batuan secara kimia yaitu untuk menghilangkan material pengganggu sehingga diperoleh hasil destruksi

yang siap dianalisis. Pengerjaan ini bertujuan untuk melarutkan sampel-sampel yang berupa padatan dan untuk menghilangkan material pengganggu. Sebelum sampel didestruksi, dilakukan tahapan-tahapan sebagai berikut :

- a) Pencucian, bahan lain yang menempel pada batuan harus dihilangkan terlebih dahulu.
- b) Pengeringan, tahap ini penting karena sampel yang lembab tidak dapat diayak dengan baik.
- c) Penggerusan dan penggilingan, bertujuan untuk memperkecil ukuran sampel sampai menjadi tepung dengan ukuran butir yang halus.
- d) Pengayakan, tahap ini digunakan untuk mendapatkan ukuran butir yang akan dianalisis.

Metoda ini bila ditinjau dari cara dan pereaksi yang digunakan terbagi atas dua macam yaitu : destruksi kering dan destruksi basah.

a) Destruksi kering

Metoda destruksi kering adalah suatu metoda untuk menentukan suatu unsur dalam cuplikan dimana dilakukan pemanasan/penggabungan dengan memerlukan suhu pemanasan dan waktu tertentu. Metoda destruksi kering ini secara sederhana tidak membutuhkan pelarut, tetapi metoda ini digunakan untuk penentuan logam-logam yang mudah menguap (Brink, 1984:208-211, dalam Widya Pasema, 2008).

b) Destruksi basah

Metoda destruksi basah ini mempunyai rangkaian-rangkaian yang sederhana untuk analisis logam. Destruksi basah merupakan perombakan sampel

dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran. Kesempurnaanya ditandai dengan dihasilkan larutan jernih atau dapat sedikit kekuningan yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna. Metoda ini digunakan untuk penentuan logam-logam yang mudah menguap karena dengan metoda ini suhu pemanasan tidak terlalu tinggi.

3. Destruksi Dengan Asam-asam Organik

Destruksi adalah suatu tahapan yang penting dalam prosedur analisis kimia. Untuk menganalisis batuan tahap pertama adalah penggerusan dan pengayakan kemudian dilanjutkan dengan tahap destruksi menggunakan asam-asam kuat untuk melepaskan unsur-unsur runtu ke dalam larutan kemudian diukur dengan AAS. Dalam menganalisa logam pada batuan, maka terlebih dahulu sampel harus dijadikan dalam bentuk larutan.

Penggunaan metoda destruksi tergantung kepada ukuran cuplikan serta unsur-unsur yang akan ditentukan. Walaupun tidak ada ketentuan umum mengenai cara destruksi yang menguntungkan tetapi dapat dikemukakan beberapa syarat yang harus dipenuhi yaitu :

- a) Dapat menghasilkan destruksi yang efektif.
- b) Tidak memerlukan bahan kimia dalam jumlah yang besar yang dapat mengganggu langkah selanjutnya.
- c) Tidak mengakibatkan hilangnya unsur atau analit yang akan ditentukan karena terbentuk senyawa volatil.

4. Ekstraksi Pelarut

Ekstraksi pelarut adalah suatu metode isolasi, pemisahan dan pemekatan yang didasarkan pada distribusi kelarutan analit diantara dua fase cair yang tidak saling campur, yaitu fase air di satu pihak dan fase organik di pihak lain. Metode ini dapat digunakan untuk memisahkan matriks pengganggu dan untuk pemekatan (*preconcentration*) pada proses analisis sampel alam (Zolotov, 1990 dalam Abidin dan Harahap 2005).

Pemisahan berbagai ion logam dapat dilakukan melalui metoda ekstraksi pelarut dengan terlebih dahulu membentuk spesi netral dari logam bersangkutan. Salah satu cara yang umum dilakukan dalam hal ini adalah melalui pembentukan senyawa kompleks atau senyawa kelat logam dengan pereaksi organik yang bertindak sebagai ligan.

5. Atomic Absorbsion Spektrofotometri (AAS)

Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang berdasarkan pada penyerapan absorpsi radiasi oleh atom bebas.

Spektrofotometer serapan atom (AAS) merupakan teknik analisis kuantitatif dari unsur-unsur yang pemakaiannya sangat luas di berbagai bidang karena prosedurnya selektif, spesifik, biaya analisisnya relatif murah, sensitivitasnya tinggi (ppm-ppb), dapat dengan mudah membuat matriks yang sesuai dengan standar, waktu analisis sangat cepat dan mudah dilakukan. AAS pada umumnya digunakan untuk analisa unsur, spektrofotometer absorpsi atom juga dikenal sistem single

beam dan double beam layaknya Spektrofotometer UV-VIS. Sebelumnya dikenal fotometer nyala yang hanya dapat menganalisis unsur yang dapat memancarkan sinar terutama unsur golongan IA dan IIA. Umumnya lampu yang digunakan adalah lampu katoda cekung yang mana penggunaannya hanya untuk analisis satu unsur saja.

Metode AAS berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Metode serapan atom hanya tergantung pada perbandingan dan tidak bergantung pada temperatur. Setiap alat AAS terdiri atas tiga komponen yaitu unit teratomisasi, sumber radiasi, sistem pengukur fotometerik.

6. Keuntungan Metode AAS

Keuntungan metode AAS dibandingkan dengan spektrofotometer biasa yaitu spesifik, batas deteksi yang rendah dari larutan yang sama bisa mengukur unsur-unsur yang berlainan, pengukurannya langsung terhadap contoh, output dapat langsung dibaca, cukup ekonomis, dapat diaplikasikan pada banyak jenis unsur, batas kadar penentuan luas (dari ppm sampai %). Sedangkan kelemahannya yaitu pengaruh kimia dimana AAS tidak mampu menguraikan zat menjadi atom, misalnya pengaruh fosfat terhadap Ca, pengaruh ionisasi yaitu bila atom tereksitasi (tidak hanya disosiasi) sehingga menimbulkan emisi pada panjang gelombang yang sama, serta pengaruh matriks misalnya pelarut.

1. Kesampaian Daerah

Lokasi kegiatan pengambilan percontoh penelitian terletak di Bukit Gunjo Jorong Tanjung Bunga Kecamatan Bonjol Kabupaten Pasaman, dengan koordinat $0^{\circ}0'9''$ BT/ $100^{\circ}14'18''$ LS. Kecamatan Bonjol berjarak sekitar 120 km dari Kota Padang, sedangkan lokasi penelitian berada ± 2 km sebelah timur ibukota kecamatan.

Pengambilan sampel batuan dilakukan di lubang galian tambang rakyat yang masih memproduksi di Bukit Gunjo Jorong Tanjung Bungo Kec. Bonjol Kabupaten Pasaman, merupakan percontoh terpilih yang diambil langsung di urat kuarsa dalam lubang galian tambang rakyat.

1. Pengambilan Percontoh di lapangan

Percontoh terpilih diambil langsung di dalam lubang tambang yang sedang diambil oleh penambang pada urat (*vein*) kuarsa. Percontoh diambil sebanyak ± 20 kg menggunakan karung plastik. Percontoh terpilih selanjutnya dibawa ke laboratorium tambang untuk dilakukan preparasi menjadi persampel, yaitu proses penggilingan menggunakan alat crusher dan milling.



Gambar 8. Percontoh dan sampel

Pada penelitian ini pengambilan percontoh dilakukan dengan cara *Coning and quatering sampling* karena paling cocok dengan tambang dengan metoda *Gophering*. Merupakan cara tertua tapi masih banyak digunakan dalam kegiatan pengambilan percontoh. Cara

pengambilannya contoh yang akan diambil diaduk secara merata didalam wadah dan dituang sehingga berbentuk kerucut. Kerucut tersebut ditekan sehingga bagian atasnya rata membentuk kerucut terpancung kemudian dibagi menjadi empat bagian yang sama besar. Bagian yang saling bersilangan diambil sebagai contoh untuk dianalisis.

A. Analisa Sampel

1. Cairan Ligan

a) Asam Klorida (HCl)

Asam klorida adalah larutan akuatik dari gas hidrogen klorida. Asam klorida adalah asam yang paling sering digunakan untuk melarutkan sampel geologi (batuan), asam ini akan melarutkan karbonat, fosfat, borat dan sulfat. Senyawa ini juga digunakan secara luas dalam industri. Asam klorida harus ditangani dengan sangat hati-hati karena merupakan cairan yang sangat korosif.

b) Asam Nitrat (HNO₃)

Asam nitrat yang pekat dan panas adalah oksidator yang kuat. Asam ini biasanya dipakai untuk dekomposisi sulfida-sulfida, selenida, arsenida dan sulfa arsenida melalui oksidasi degradasi. Asam nitrat paling sering dipakai untuk melarutkan sampel tanah dan endapan sungai dalam analisis geokimia.

c) Aqua regia (HCl + HNO₃ = 3:1)

Aqua regia merupakan pengoksidasi yang kuat dan merupakan larutan yang mudah menguap. Dibuat dengan campuran satu bagian HNO₃ pekat dan tiga bagian HCl pekat. Larutan ini bereaksi dengan

seluruh logam termasuk Ag dan Au. Aqua regia memiliki kemampuan melarutkan yang lebih besar dibanding HNO_3 .

Reaksi pembuatan aqua regia ditandai dengan terbentuknya Nitrosil Klorida (NOCl) yang berwarna merah.



Gambar 9. Larutan HCL, HNO_3

2. Penentuan pH dan waktu optimum

Penentuan pH dan waktu optimum bertujuan untuk mencari pada pH dan waktu berapa perak (Ag) terserap optimal ke dalam cairan ligan, sehingga diharapkan hasil analisa ini akan mendekati akurat.

a) Menentukan pH optimum ekstraksi perak (Ag) dengan ditizon dalam pelarut kloroform.

Cara kerja : Ambil 10 ml Ag 10 mg/L + 2ml KNa tartarat + 1/ml Hidroksilamonium Klorida 10%, set pH sebanyak 6 kali pada pH 1, 3, 5, 7, 9,11 (Pemilihan pH berjarak 2 ini dipilih karena biaya yang mahal untuk tiap satu kali pengukuran), dengan penambahan HNO_3 atau NH_4OH seminimal mungkin. Ekstrak dengan Ditizon 10 ml dalam kloroform $5 \cdot 10^{-4}$ M

selama 5 menit, pisahkan air dan organik. Ambil 5 ml fase organik distriping dengan HNO_3 0,1 M (10 mL) selama 5 menit, pisahkan air dan organik dan ukur air dengan AAS, dapat pH optimum.

b) Menentukan waktu ekstraksi optimum pada ekstraksi perak dengan ditizon dalam pelarut kloroform.

Cara kerja :

- Ambil 10 ml Ag 10 mg/l + 2ml KNa tartarat + 1ml Hidroksilamonium Klorida 10%, set pH pada pH optimum.
- Ekstrak dengan CHCl_3 selama 5 menit, 10 menit, 15 menit, 20 menit, dan 30 menit dengan sampel yang berbeda.
- Pisahkan air dan organik, pisahkan organik sebanyak 5 mL distriping dengan HNO_3 0,1 M 10 mL selama waktu ekstraksi 5, 10, 15, 20, 30 menit (ekstraksi waktu berjarak 5 menit dipilih karena biaya yang mahal untuk tiap satu kali pengukuran).
- Pisahkan air dan organik, ukur air dengan AAS dan di dapat waktu optimum.

3. Aplikasi sampel

Cara kerja :

- Ambil 1 gram sampel dekomposisi dengan HCl dan HNO_3 dengan perbandingan 3 : 1 lalu tutup.
- Selanjutnya liebeg dipanaskan pada plat pemanas dengan media minyak goreng selama 3 jam. Setelah dingin tambah 100 ml aquades dan uapkan untuk mengurangi kelebihan asam.
- Encerkan sampai batas, dan di dapat sampel Ag .



Gambar 10. Liebig dan pemanas dengan media minyak goreng

4. Ekstraksi

Cara kerja :

- Ambil 10 mL sampel + 2 mL KNa tertrat 10 % +1 mL Hidrosil Amonium klorida 10 %, set pada pH optimum, ekstrak dengan pH optimum.
- Pisahkan lapisan air dan organik. Ambil 5 mL fase organik dan distriping dengan HNO₃ 0,1 M 10 mL selama waktu optimum.
- Pisahkan air dan organik, ukur air dengan AAS, didapat kadar Ag.

PEMBAHASAN DAN HASIL

Penentuan konsentrasi logam Ag dilakukan dengan metoda AAS (atomic Absobtion Spectrometry). Sebelum dilakukan pengukuran dengan AAS dilakukan *pretreatment* berupa prakonsentrasi dengan ekstraksi pelarut, karena keberadaan Ag sebagai *trace element* dalam sampel batuan tersebut. Pada prakonsentrasi tersebut, masing-masing logam dikomplekskan dengan ditizon atau Diphenylthiocarbazone dan diekstrak dalam pelarut organik. Ekstrak organik kemudian di *stripping* dengan HNO₃ dan konsentrasi

masing-masing logam langsung ditentukan dengan AAS.

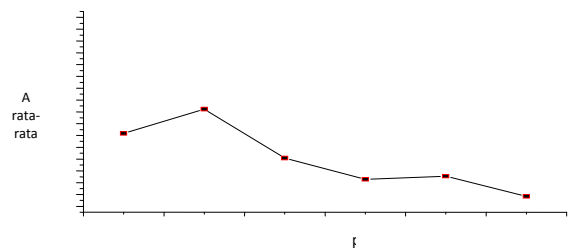
A. Optimasi pH ekstraksi Ag dengan ditizon

Derajat keasaman (pH) merupakan salah satu faktor utama dalam ekstraksi logam. Penentuan pH optimum berguna untuk mencari pada pH berapa logam perak (Ag) terserap optimal, Oleh karena itu, penentuan pH optimum dalam ekstraksi logam sangat diperlukan.

Parameter pH sangat menentukan dalam ekstraksi ion logam dengan pengompleks tertentu. Apalagi untuk ion logam yang terdapat dalam matriks sampel batuan. Selain ion logam yang mau diukur (analit), juga terdapat ion logam lain yang juga dapat membentuk kompleks dengan pengompleks yang sama (ditizon), sehingga mengganggu dalam analisa. Oleh karena itu perlu dilakukan optimasi pH. Data optimasi pH dapat dilihat pada Tabel 1 dan Gambar 11.

Tabel 1. Konsentrasi perak (Ag) dengan variasi pH

pH	Absorban rata-rata
1	0,1635
3	0,2047
5	0,1219
7	0,0857
9	0,0910
11	0,0770



Gambar 11. Grafik konsentrasi kadar perak dengan variasi pH

Dari tabel dan grafik dapat dilihat bahwa hasil ekstraksi logam yang diekstraksi dengan ditizon dalam kloroform menunjukkan kadar tertinggi pada pH 3. Hal ini disebabkan pH 3 memiliki konsentrasi H^+ yang lebih besar dari Ag^+ . Pada pH 3 kadar yang diperoleh lebih besar, hal ini disebabkan karena pada pH 3 terjadi stabilitas kompleks yang besar.

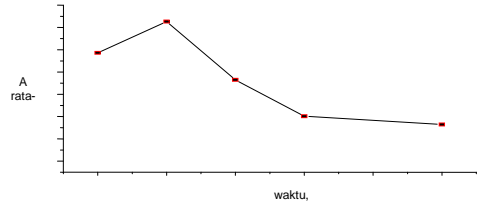
B. Optimasi Waktu ekstraksi Ag dengan ditizon

Waktu ekstraksi merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi absorpsi maksimal. Oleh karena itu, perlu dilakukan variasi waktu ekstraksi untuk menentukan waktu ekstraksi optimal yaitu 5, 10, 15, 20, dan 30 menit.

Pada kurva hasil pengukuran penentuan waktu optimum ekstraksi dapat dilihat bahwa waktu optimum ekstraksi terjadi pada waktu 10 menit. Setelah 10 menit kompleks yang terbentuk terganggu kestabilannya akibat pengadukan yang ditunjukkan oleh serapan kompleks yang relatif menurun.

Tabel 2. Konsentrasi perak (Ag) dengan variasi waktu

Waktu (menit)	Absorban rata-rata
5	0,2026
10	0,2323
15	0,1298
20	0,1075
30	0,1341



Gambar 12. Grafik konsentrasi kadar perak dengan variasi waktu

Dari optimasi pH dan waktu ekstraksi yang dilakukan baik terhadap logam Ag yang telah diprakonsentrasi dengan metoda ekstraksi pelarut menggunakan ditizon sebagai pengompleks, didapat kadar dalam sampel logam Ag seperti yang tertera dalam Tabel 3:

Tabel 3. Data pembacaan AAS logam perak (Ag) dengan metoda ekstraksi

No	Absorban	Conc. (ppm)
1	0,0063	0,2573
2	0,0048	0,2119
3	0,0053	0,2270
4	0,0039	0,1846
Rata - rata		0,2202

Tabel 4. Data pembacaan AAS logam perak (Ag) dengan metoda langsung

No	Absorban	Conc. (ppm)
1	0,0012	0,1029
2	0,0013	0,1059
3	0,0014	0,1090
4	-0,0001	0,0636
Rata - rata		0,09535

Dari hasil pengukuran pengujian yang penulis lakukan, terlihat perbandingan antara hasil dari pengukuran langsung dan ekstraksi. Dimana terjadi peningkatan nilai persentase dari kadar perak (Ag) pada proses ekstraksi. Berarti metoda ekstraksi pelarut menggunakan ligan

pengkelat ditizon dalam pelarut kloroform cukup efektif dalam meningkatkan recovery logam Ag yang terdapat dalam sampel batuan yang terdapat di daerah Bonjol Pasaman Barat sebesar 2,3 kali, dihitung dari rata-rata pengukuran dengan AAS.

A. KESIMPULAN

Dari penelitian yang dilakukan dalam penentuan logam Ag dengan menggunakan metoda ekstraksi pelarut dengan ditizon sebagai ekstraktan dalam pelarut kloroform, diperoleh hasil sebagai berikut:

1. Kondisi optimum ekstraksi untuk masing-masing logam adalah: pH ekstraksi untuk logam Ag pada pH = 3.
2. Pada ekstraksi perak dengan ditizon dalam kloroform diperoleh waktu ekstraksi optimum adalah 10 menit
3. Konsentrasi logam yang diperoleh dengan menggunakan metoda ini (tabel 3) didapat $\pm 2,3x$ peningkatan kadar logam perak (Ag) jika dibandingkan dengan hasil pengukuran langsung dengan 4 kali pengukuran sampel.
4. Kadar perak pada sampel rata-rata 0,2202 ppm.

B. SARAN

Meskipun metoda ekstraksi pelarut cukup efektif dalam memekatkan konsentrasi logam Ag dalam sampel batuan menggunakan ligan ditizon dalam kloroform sebagai ekstraktan dengan faktor memekatkan Ag $\pm 2,3$ kali, tapi untuk hasil yang lebih baik penulis menyarankan:

1. Perlu dilakukan optimasi lain seperti optimasi konsentrasi ditizon sebagai

ekstraktan, volume HNO₃ sebagai *agent stripping*, maupun penambahan zat pemasking untuk menghilangkan gangguan dari matriks sampel.

2. Penggunaan pelarut lain selain kloroform (CHCl₃) sebagai pelarut ditizon selain untuk meningkatkan % zat yang terekstrak, juga mengurangi tingkat toksisitas terhadap lingkungan.
3. Menentukan kadar Ag dengan mencoba pelarut asam lainnya.

ACUAN

Asmadi Alsa. 2004, *Pendekatan Kuantitatif Kualitatif dalam Penelitian Psikologi*, (Yogyakarta:Pustaka Pelajar).

Cotton, Albert F . (1989) . *Kimia Anorganik Dasar* .Jakarta : UI Press.

Dhahar, J Rainir. *Eksplorasi endapan bahan galian*. G.S.B Bandung

Fred N. Kerlinger, *Asas-Asas Penelitian Behavioral*, (Yogyakarta:Gajah Mada University Press).

Hamdan Z. Abidin dan Bhakti H. Harahap (2005). "Indikasi mineralisasi epitermal emas bersulfida rendah di Wilayah Kecamatan Bonjol, Kabupaten Pasaman, Sumatera Barat. " *Jurnal Geologi Indonesia* (No.1 tahun 2007).Hlm 55-67

Hartati, R.D. (1995). *Penentuan Kandungan Cu,Pb,Zn,Mg,Ag,Fe,Cd dan Au Dalam Contoh Batuan Sulfida Dengan SSA Dan Beberapa Cara Dekomposisinya Dalam Standarisasi Metoda Analisa Dan Produk Olahan Bijih Sulfida*. LIPI, Bandung.

Khopkar S.M. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI press.

Latipun.2002, *Psikologi Eksperimen*, (Malang:UMM Press).

M. Sodiq Ibnu. *et al* .(2005). *Kimia Analitik I*. Malang : Universitas Negeri Malang.

Otri, M.S. (2007). “ Penentuan Kadar Perak (Ag) Dan Tembaga (Cu) Pada Batuan Dari Daerah Aur Malintang Pariaman Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. ” *Skripsi tidak diterbitkan*. UNP.

Palar (1994). *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.

Pasema, Widya (2008). Analisis Kandungan Mangan(Mn) dan Tembaga (Cu) dalam Bijih Mangan di Daerah Taming Tonga Kecamatan Ranah Batahan Kabupaten Pasaman Barat Secara Spektrofotometri Derapan Atom. ” *Skripsi tidak diterbitkan*. UNP.

Sudrajat, D (1982). *Geologi Ekonomi*. Bandung : ITB.

Sutrisno Hadi. 1985, *Metodologi Research Jilid 4*, (Yogyakarta:Yayasan Penerbit Fakultas Psikologi UGM).

Totok Dariyanto (2000).*Diktat kuliah mineralogi*. Bandung : ITB.

Vogel (1990). *Analisa Anorganik Kualitatif Makro Dan Mikro Bagian II*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.