

STUDI ANALISIS LOGAM RUNUT NIKEL DAN KOBALT DALAM BATUAN SAPROLIT DENGAN METODA EKSTRAKSI DAN PENGENDAPAN

Gunawan, Mudji Triatmo MA
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro

ABSTRAK

Logam nikel dan kobalt dalam batuan saprolit berada dalam jumlah runut. Studi analisis logam runut nikel dan kobalt dalam batuan tersebut telah dilakukan dengan metoda ekstraksi dan pengendapan. Juga dipelajari pengaruh logam besi dalam jumlah mayor terhadap analisis kedua logam tersebut. Analisis dilakukan dengan SSA. Ekstraksi Ni dan Co menggunakan DMG dengan pelarut PE memberikan hasil lebih sedikit dibandingkan dengan pelarut kloroform, sedangkan metoda pengendapan dengan pengujian SSA memberikan hasil yang jauh lebih baik daripada dengan ekstraksi pelarut kloroform. Analisis Ni dengan cara gravimetri sebanyak 10,426%. Hasil tersebut lebih besar karena efek kopresipitasi. Data K_D menunjukkan bahwa analisis runut Ni akan lebih baik kalau sampel saprolit tersebut diekstraks dalam pelarut kloroform, karena besi tidak banyak terekstraks dibandingkan dengan pelarut PE. Untuk analisis runut Co akan lebih baik kalau diekstraks dalam pelarut PE dan yang dianalisis sisa ekstraksnya, karena kobalt sebagian besar berada pada sisa ekstraks dan jumlah besi sangat sedikit, sehingga gangguan besi dapat dihilangkan.

Kata kunci: ekstraksi pelarut, DMG, safrolit.

ABSTRACT

Trace amounts of Nickel and Cobalt are contained in saffrolite minerals. The study of trace amount analyses two of which in the rocks had been done using the methods of solvent extraction and precipitation as well as the effect of iron as mayor component against the anaysis. The metals were analyzed using atomic absorption spectrophotometer. Extractions of nickel and cobalt using DMG gave less result with petroleum ether than chloroform solvent, mean-while precipitation method determined with AAS gave a better result than the extraction using chloroform solvent. Nickel analysis using method of gravimetry gave result of 10.426%. The result was much higher due to coprecipitation effect. From the K_D values showed that the analysis of nickel would be better if the saffrolite sampel was extracted in the chloroform solvent, since iron was less extracted in cloroform than petroleum ether solvent. On the contrary, analysis of cobalt would be better if the sampel was extracted in the petroleum ether than chloroform solvent. Since the concentration of iron was low but higher for cobalt in the filtrate, so the filtrate was analyzed in order to reduce iron interference.

Keyword: Solvent extraction, dimethylglioxime (DMG), saffrolite.

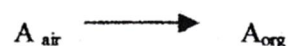
PENDAHULUAN

Latar belakang masalah

Batuan saprolit (Saffrolite) banyak mengandung logam besi sebagai unsur mayor dan terasosiasi logam nikel, kobalt, arsen dan perak sebagai logam runut¹⁾. Analisis logam runut dengan adanya besi sebagai unsur mayor memerlukan teknik pemisahan agar besi tidak mengganggu. Untuk analisis nikel dan kobalt dalam jumlah runut dilakukan ekstraksi dan pengendapan sebelum analisis dilakukan. Dengan melihat hasil analisis dapat dipelajari pengaruh ekstraksi dan pengendapan terhadap hasil analisis runut tersebut.

Metoda ekstraksi

Distribusi suatu solut antara dua fasa yang saling tidak melarut adalah suatu proses kesetimbangan yang meng-ikuti hukum aksi massa. Jika dimisalkan solut spesies A terdistribusi antara fasa air dan fasa organik, hasil kesetimbangannya dapat ditulis:



Idealnya perbandingan aktivitas A dalam dua fasa konstan dan tidak tergantung pada banyaknya total A. Sehingga pada temperatur tertentu diberikan:

$$K_D = [A_{\text{org}}]/[A_{\text{air}}]$$

K_D adalah koefisien distribusi.

Koefisien distribusi memungkinkan untuk menetapkan kondisi eksperimen yang diperlukan untuk mengambil suatu solut dari satu pelarut ke pelarut yang lain. Untuk n kali ekstraksi akan diperoleh persamaan²⁾

$$[A_{\text{air}}] = \left(\frac{V_{\text{air}}}{V_{\text{org}} K_D + V_{\text{air}}} \right)^n [A_{\text{air}}]_{\text{org}}$$

V_{air} adalah volume fasa air dan V_{org} adalah volume fasa organik yang digunakan.

Penerapan ekstraksi sering lebih menarik daripada pengendapan untuk pemisahan spesies anorganik dan

prosedur ekstraksi sesuai untuk pemisahan spesies anorganik dalam jumlah runut.

Ekstraksi senyawa anorganik banyak menggunakan pengompleks organik membentuk senyawa khelat. Khelat tersebut dapat larut dalam pelarut organik tertentu seperti kloroform, karbonditetraklorida, benzena dan eter. Sehingga memungkinkan pemisahan secara kuantitatif ion logam pada fasa organik. Dalam penelitian digunakan dimetilgliksim sebagai pengompleks dengan pelarut kloroform dan petroleum eter.

Metoda pengendapan

Metoda pengendapan merupakan salah satu metoda gravimetri yang didasarkan pengukuran massa. Prinsipnya analit (solut) diubah menjadi endapan yang sukar larut, endapan itu kemudian disaring, dicuci bebas dari pengotor dan diubah menjadi hasil yang diketahui komposisinya oleh pemanasan yang sesuai. Hasilnya selanjutnya ditimbang. Idealnya zat pengendap dalam metoda pengendapan harus bereaksi secara spesifik atau jika tidak secara selektif dengan analit. Reagen pengendap spesifik jarang diperoleh, hanya bereaksi dengan spesies kimia tunggal. Reagen pengendap selektif sering dijumpai di lab, hanya bereaksi dengan sejumlah spesies yang terbatas. Salah satu contoh reagen pengendap selektif adalah dimetilgliksim.

BAHAN-ALAT

Bahan: dimetil gliksim, asam sulfat 96%, asam fluorida 48%, asam nitrat 63%, akuades, nikel klorida, ferri klorida, ammonium hidroksida, ammonium sitrat, asam boraks, petroleum eter, kloroform.

Alat: piala teflon, corong pisah, neraca analitik listrik, SSA PE 3110.

METODA

Preparasi sampel

Sampel saprolit yang sudah dihaluskan sebanyak 1,000 gram dimasukkan ke dalam piala teflon, dibasahi dengan sedikit akuades, ditambah 10 mL HF sedikit demi sedikit, kemudian ditambah asam sulfat pekat 3mL. Piala teflon ditutup dan dipanaskan dalam penangas air pada suhu 70°C selama 3 jam. Selanjutnya tutup teflon dibuka, diuapkan sampai volume 3mL kemudian ditambahkan 1 mL asam nitrat pekat. Pemanasan diteruskan sampai timbul endapan putih. Setelah

didinginkan ditambahkan 10 mL asam boraks 10%. Selanjutnya isi piala teflon dipindahkan ke dalam gelas piala 250 mL dan ditambah 100 mL akuades. Larutan tersebut lalu dididihkan sampai nampak jernih, setelah dingin isi gelas piala dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 250 mL dan ditambahkan akuades sampai batas.

Preparasi larutan dimetil gliksim

Sebanyak 1,000 gram dimetilgliksim dilarutkan dalam 500 mL ammonium hidroksida dan selanjutnya diencerkan sampai 1 liter.

Ekstraksi dengan dimetilgliksim (DMG) dalam pelarut petroleum eter

Kedalam corong pisah dimasukkan sampel sebanyak 100 mL, selanjutnya ditambahkan 20 mL dimetilgliksim, 5 gram asam sitrat dan 20 mL petroleum eter. Corong pisah tersebut lalu digojok kuat-kuat, dikeluarkan gasnya, didiamkan beberapa saat, fasa organiknya diambil dan dilucuti dengan 10 mL HCl 4 M, kemudian volumenya dijadikan 100 mL. Fasa air dan fasa organik yang sudah dilucuti ditetapkan kandungan nikel, kobalt dan besi dengan SSA.

Ekstraksi dengan dimetilgliksim (DMG) dalam pelarut kloroform

Prosedurnya sama dengan ekstraksi dengan DMG di atas hanya saja pelarutnya menggunakan kloroform.

Pengendapan dengan DMG

Ke dalam gelas piala yang terdapat 12,5 mL sampel ditambahkan 10 mL DMG, setelah terjadi pengendapan disaring, dioven dan ditimbang. Kemudian endapan tersebut dilarutkan kembali dalam HCl 4N sampai larut semua. Selanjutnya ditetapkan kandungan nikel, kobalt dan besi dengan SSA.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Konsentrasi logam sebelum perlakuan dan setelah perlakuan dan harga K_D ekstraksi Ni-DMG dengan pelarut PE dan kloroform masing-masing disajikan pada tabel 1 dan 2.

Hasil pengendapan (dari penimbangan) = 0,5132 g. Dengan mengalikan faktor gravimeternya untuk Ni-DMG diperoleh kadar Ni = 10,426%.

Tabel 1. Konsentrasi logam sebelum perlakuan dan setelah perlakuan

No.	Sampel	Konsentrasi (mg/L)		
		Ni	Fe	Co
1.	Sampel awal	93,290	727,4	1,21
2.	Ekstraks PE	47,610	558,8	0,11
3.	Sisa Ekstraks PE	28,119	3,715	1,01
4.	Ekstraks Kloroform	57,600	528,0	0,96
5.	Sisa Ekstraks kloroform	28,400	248,0	1,72
6.	Hasil pengendapan(AAS)	63,139	484,0	0,86
No.	Sampel	Konsentrasi (%)		
		Ni	Fe	Co
10.	Sampel awal	2,330	18,185	0,030
2.	Ekstraks PE	1,190	13,970	0,003
3.	Sisa Ekstraks PE	0,703	0,0930	0,025
4.	Ekstraks Kloroform	1,440	13,200	0,021
5.	Sisa Ekstraks kloroform	0,710	6,200	0,018
6.	Hasil pengendapan(AAS)	1,578	12,100	0,240

Tabel 2. Harga K_D ekstraksi Ni-DMG dengan pelarut PE dan kloroform

Jenis pelarut	K_D (Koefisien distribusi)		
	Ni	Fe	Co
PE	1,69	150,22	0,12
Kloroform	2,03	2,13	1,17

Komposisi Ni dengan ekstraksi menggunakan pelarut PE memberikan hasil yang lebih banyak pada sisa ekstraks, artinya bahwa sampel tersebut tidak terekstraks dengan baik menggunakan PE. Hal ini terlihat dengan harga K_D sebesar 1,59, sedangkan pada ekstraksi dengan pelarut kloroform memberikan hasil yang lebih baik dengan K_D sebesar 2,03. Tetapi metoda pengendapan yang kemudian dilarutkan lagi dan diuji kada Ni dengan SSA memberikan hasil yang lebih baik daripada jenis perlakuan dengan ekstraksi pelarut kloroform. Hal ini berarti metoda pengendapan sebagai bentuk analisis Ni memberikan hasil yang baik untuk logam runut asal dilarutkan kembali dan diuji larutannya dengan metoda lain yang lebih sensitif. Perolehan Ni dengan cara pengendapan, dengan metoda gravimetri diperoleh sebanyak 10,426%. Terlihat disini bahwa metoda gravimetri dengan cara pengendapan akan memberikan kesalahan kalau endapan Ni-DMG yang didapatkan sangat kecil, karena kesalahan penimbangan akan sangat besar.

Nampak bahwa dalam endapan tersebut masih banyak mengandung besi, sehingga kalau keberadaan besi dapat mengganggu uji Ni dalam jumlah runut, maka cara gravimetri pengendapan tidak diperkenankan. Dalam sampel mula-mula terlihat besi merupakan unsur mayor dalam batuan saprolit. Ekstraksi besi dengan DMG menggunakan pelarut PE memberikan hasil

yang lebih baik (sisa hasil ekstraksnya sedikit) K_D dengan sebesar 150,22. Sedangkan untuk ekstraksi menggunakan pelarut kloroform ekstraksi besi tidak banyak dengan K_D sebesar 2,13. Pada uji besi dengan cara pengendapan memberikan hasil yang tinggi, meskipun tidak setinggi kadar besi pada sampel mula-mula. Sehingga dengan demikian akan memunculkan efek kopresipitasi. Hal ini pula yang menyebabkan kadar Ni pada cara gravimetri memberikan hasil yang lebih besar dibandingkan analisis Ni hasil pengendapan dengan SSA.

Kadar kobalt dalam saprolit relatif paling kecil hasilnya. Pada ekstraksi Co-DMG menggunakan pelarut PE memberikan hasil sebesar 0,002% dengan $K_D = 0,12$. Hal ini berarti kobalt tidak dapat terekstraks dengan baik pada fasa PE, berbeda dengan fasa kloroform yang terekstraks relatif lebih banyak sekitar 0,021% dengan K_D sebesar 1,17. Sedangkan dengan cara pengendapan perolehan kobalt relatif hampir sama dengan sampel mula-mula.

Dari data K_D untuk masing-masing pelarut terlihat bahwa untuk analisis runut Ni dan Co dengan adanya unsur mayor besi, maka analisis Ni akan baik kalau dalam pelarut kloroform dengan K_D sebesar 2,03 dan besi tidak terlalu banyak terekstraks dibandingkan dengan pelarut PE. Dan analisis runut Co akan baik kalau sampel saprolit tersebut diekstraks dengan PE dan yang diuji untuk analisis kobalt adalah sisa ekstraksnya, karena kobalt sebagian besar berada pada sisa ekstraks PE sedangkan jumlah besi sangat sedikit. Sehingga dengan teknik ekstraksi tersebut diharapkan gangguan besi dapat dihilangkan.

Tabel 3. Perolehan kembali

Jenis sampel	Ni	Fe	Co
Sampel awal	2,330	18,185	0,030
Ekstraks dan sisa ekstraks PE	1,893	14,063	0,028
Ekstraks dan sisa ekstraks kloroform	2,150	19,400	0,039

UCAPAN TERIMA KASIH

Atas penggunaan fasilitas laboratorium Kimia Analitik Fakultas MIPA Universitas Gadjah Mada Yogyakarta hingga terselesaikannya penelitian ini.

PUSTAKA

1. Picot, P. and Johan, Z., 1982, Atlas of ore minerals, Guilloux, J. (translation), Watkinson, D.H. (ed.) Elsevier, Amsterdam.

2. Anonim, 1994, Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy, The Perkin Elmer Corp., USA.
3. Sandell, E., B. dan H Onishi, 1978, Colorimetric Determination of Traces of Metals, 4th edition, Interscience, New York.
4. Skoog, D.A., 1985, Principles of Instrumental Analysis, 3rd edition, Saunders College Publishing, Philadelphia.
5. Pecsock, R.L., et al., Modern Methods of Chemical analysis, 1968, 2nd edition, John Wiley & Sons, New York.