



**PENENTUAN KADAR NIKEL DALAM MINERAL  
LATERIT MELALUI PEMEKATAN DENGAN  
METODE KOPRESIPITASI MENGGUNAKAN Cu-  
PIROLIDIN DITHIOKARBAMAT**

**skripsi**

**disajikan sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
Program Studi Kimia**

**oleh**

**Yulinda Ambar Sari**

**4350408047**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

**2013**

## **PERSETUJUAN PEMBIMBING**

Skripsi dengan judul “Penentuan Kadar Nikel Dalam Mineral Laterit Melalui Pemekatan Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Cu-Pirolidin Ditiokarbamat” telah disetujui oleh dosen pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang, 26 Februari 2013

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. Subiyanto HS, M.Si

195104211975011002

Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si

196904041994021001

## PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul:

Penentuan Kadar Nikel Dalam Mineral Laterit Melalui Pemekatan Dengan  
Metode Kopresipitasi Menggunakan Cu-Pirolidin Ditiokarbamat

disusun oleh:

Nama : Yulinda Ambar Sari

NIM : 4350408047

Telah dipertahankan di hadapan sidang Panitia Ujian Skripsi Fakultas Matematika  
dan Ilmu Pengetahuan Alam pada tanggal 5 Maret 2013.

Panitia:

Ketua

Sekretaris

Prof. Dr. Wiyanto, M.Si

NIP. 19631012 198803 1 001

Dra. Woro Sumarni, M.Si

NIP.19650723 199303 2 001

Ketua Penguji

Dra. Woro Sumarni, M.Si

196507231993032001

Anggota Penguji/

Pembimbing Utama

Anggota Penguji/

Pembimbing Pendamping

Drs. Subiyanto HS, M.Si

195104211975011002

Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si

196904041994021001

## **PERNYATAAN**

Saya menyatakan bahwa yang tertulis di dalam skripsi ini benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan jiplakan dari karya tulis orang lain, baik sebagian atau seluruhnya. Pendapat atau temuan orang lain yang terdapat di dalam skripsi ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah. Apabila di kemudian hari terbukti skripsi ini adalah hasil jiplakan dari karya tulis orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Semarang, 5 Maret 2013

Yulinda Ambar Sari

4350408047

## MOTTO DAN PERSEMBAHAN

### *MOTTO:*

*Orang optimis bukan berarti menjalani hidup tanpa kesulitan.*

*Mereka menghadapi masalah, tantangan, hambatan.*

*Namun, itu tidak menghalangi langkahnya justru itu sebagai kesempatan.*

### *PERSEMBAHAN:*

- ❑ Allah SWT atas segala karunia yang telah diberikan.
- ❑ Kedua orang tua dan adik yang saya sayangi.
- ❑ Saudara- saudara yang selalu mensupport saya.
- ❑ Sahabat dan BFOC 2008 yang membantu saya.
- ❑ Almamaterku.

## **KATA PENGANTAR**

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayahNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan judul ”Penentuan Kadar Nikel Dalam Mineral Laterit Melalui Pemekatan Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Cu-Pirolidin Ditiokarbamat”

Skripsi ini disusun sebagai syarat untuk mencapai gelar sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak, skripsi ini tidak dapat tersusun. Oleh karena itu penulis sampaikan rasa terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Rektor Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan kesempatan untuk menyelesaikan studi di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan ijin penelitian untuk menyelesaikan skripsi.
3. Ketua Jurusan Kimia, Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan ijin penelitian.
4. Drs. Subiyanto HS, M.Si, Dosen Pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, saran serta masukan dalam penyusunan skripsi ini.
5. Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si, Dosen Pembimbing II yang telah memberikan bimbingan, saran serta masukan dalam penyusunan skripsi ini.

6. Dra. Woro Sumarni, M.Si, Dosen Penguji yang telah memberikan bimbingan, saran dan masukan dalam penyusunan skripsi ini.
7. Seluruh Staf dan Dosen Pengajar Jurusan Kimia yang telah memberikan banyak ilmu selama mengikuti perkuliahan.
8. Teknisi dan Laboran Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
9. Bapak, Ibu dan adik tercinta yang telah memberikan doa sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
10. Sahabat-sahabatku tercinta yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini.
11. Untuk teman-teman seperjuangan dan seangkatan (BFOC) 2008, Semangat!!
12. Semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini.

Harapan penulis, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi diri penulis khususnya maupun pembaca pada umumnya.

Semarang, Maret 2013

Penulis

## ABSTRAK

Sari, Y. A. 2013. “*Penentuan Kadar Nikel (II) Dalam Mineral Laterit Melalui Pemekatan Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Cu-Pirolidin Dithiocarbamat*”. Skripsi. Jurusan Kimia, Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing: I. Drs. Subiyanto HS, M.Si. Pembimbing II: Agung Tri Prasetya, S. Si, M. Si,

**Kata kunci : Nikel, Kopresipitasi, APDC**

Telah dilakukan penelitian tentang penentuan kadar nikel dalam mineral laterit dengan metode kopresipitasi menggunakan ligan Ammonium Pirolidin Dithiocarbamat melalui pemekatan untuk menentukan kadar nikel. Variabel yang diteliti meliputi pH larutan dari 2-6, volume ligan APDC dari 2-7 mL, waktu pengadukan dengan variasi 10, 15, 20, dan 25 menit, serta dipelajari pengaruh adanya ion logam Fe(III) sebagai interferensi untuk analisis Ni(II) dengan konsentrasi 10-50 ppm. Adapun hasil optimasi yang diperoleh yaitu pH optimum pada pH 4, volume ligan APDC dicapai sebanyak 6 ml sedangkan waktu pengadukan 15 menit. Sebagai interferensi, ion Fe(III) meski konsentrasi kecil sudah sangat mengganggu analisis nikel. Temubalik konsentrasi Ni(II) pada kondisi optimum sebesar 96,19%. Pada kondisi optimum diaplikasikan dalam mineral laterit dan diperoleh sebesar 0,7904 mg. Metode analisis Ni(II) menggunakan metode kopresipitasi cocok untuk kadar Fe(III) yang lebih rendah dari kadar Ni(II) atau harus dilakukan pemisahan terlebih dahulu.



## ABSTRACT

Sari, Y. A. 2013. *"Determination of Content Nickel (II) In Mineral Concentration With laterite With Coprecipitation Method Using Cu pyrrolidine Dithiocarbamat"*. Thesis. Department of Chemistry, Chemistry Study Program, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, State University of Semarang. 1<sup>st</sup> Advisor: Drs. Subiyanto HS, M.Sc. 2<sup>nd</sup> Advisor: Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si.

**Keywords: Nickel, Coprecipitation, APDC**

A study concerning the determination of nickel in laterite minerals with coprecipitation method using ammonium pyrrolidine Dithiocarbamat ligands for concentration. The variables studied include pH of 2-6, volume of APDC ligand is 2-7 mL, while stirring with a variation of 10, 15, 20, and 25 minutes, and studied the influence of the metal ions Fe (III) as an interference for the analysis of Ni (II) with a concentration of 10-50 ppm. The optimization results obtained by the pH optimum at pH 4, the volume reached APDC ligand as 6 ml while stirring time of 15 minutes. As interference, although the concentrations of ion Fe (III) small is very disturbing analysis of nickel. Recovery concentration of Ni (II) at the optimum conditions of 96,19%. The optimum condition was applied in mineral laterite and obtained by 3303 ppm. Analysis of Ni (II) coprecipitation method is suitable only for levels of Fe (III) were lower than the levels of Ni (II) or earlier to be separated.

## DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR .....	vi
ABSTRAK .....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiv
<b>BAB</b>	
1. PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Permasalahan .....	4
1.3 Tujuan .....	4
1.4 Manfaat .....	5
2. TINJAUAN PUSTAKA .....	6
2.1 Logam Nikel .....	6
2.1.1 Sifat-sifat Nikel .....	7
2.1.2 Kegunaan Nikel .....	7
2.2 Mineral Laterit .....	8
2.3 Metode Kopresipitasi .....	9
2.4 Ligan APDC .....	11
2.5 Interaksi Logam Nikel dengan Ligan APDC .....	11
2.6 Kajian Interferensi .....	12
2.7 Analisis Unsur Nikel yang Pernah Dilakukan .....	13
2.8 Spektrofotometer Serapan Atom .....	14
3. METODE PENELITIAN .....	17
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian .....	17
3.2 Populasi dan Sampel .....	17
3.3 Variabel Penelitian .....	17
3.3.1 Variabel Bebas .....	17

3.3.2 Variabel Terikat .....	17
3.3.3 Variabel Terkendali .....	18
3.4 Prosedur Penelitian .....	18
3.4.1 Alat dan Bahan .....	18
3.4.2 Cara Kerja .....	19
3.4.2.1 Cara Penyiapan Reaksi .....	19
3.4.2.2 Optimasi pH Larutan .....	20
3.4.2.3 Optimasi Volume APDC .....	20
3.4.2.4 Optimasi Waktu Pengadukan.....	21
3.4.2.5 Kajian Interferensi Fe(III) .....	21
3.4.2.6 Pengaruh Variasi Konsentrasi Ni(II) .....	21
3.4.2.7 Penentuan kadar Nikel dalam Mineral Laterit .....	22
3.4.2.6.1 Pelarutan Sampel Mineral Laterit .....	22
3.4.2.6.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	23
3.4.2.6.3 Penentuan kadar Ni(II) dalam Mineral Laterit .....	23
4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....	24
4.1 Optimasi pH Larutan .....	24
4.2 Optimasi Volume APDC .....	26
4.3 Optimasi Waktu Pengadukan .....	27
4.4 Kajian interferensi Fe(III) terhadap Ni(II) .....	28
4.5 Pengaruh Variasi Konsentrasi Ni(II).....	30
4.6 Kadar Nikel dalam Sampel Mineral Laterit .....	31
5. PENUTUP	
5.1 Simpulan .....	34
5.2 Saran .....	34
DAFTAR PUSTAKA .....	35
LAMPIRAN.....	37
DOKUMENTASI .....	53

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Data Pengamatan Pengaruh Variasi Konsentrasi Ni(II) .....	32
2. Data Pengamatan Kadar Nikel dalam Mineral Laterit.....	34

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Logam Nikel .....	6
2. Mineral Laterit .....	9
3. Struktur Ligan APDC .....	11
4. Struktur Kompleks [Ni(PDC) <sub>2</sub> ] .....	12
5. Skema Spektrofotometer Serapan Atom .....	16
6. Kurva Hubungan antara Absorbansi terhadap pH Larutan .....	25
7. Kurva Hubungan antara Absorbansi terhadap Volume APDC.....	26
8. Kurva Hubungan antara Absorbansi terhadap Waktu Pengadukan ....	27
9. Kurva Hubungan antara Absorbansi terhadap Jumlah Fe(III) .....	29
10. Kurva Kalibrasi Larutan Standart Nikel Variasi Konsentrasi Ni(II) ..	31
11. Kurva Kalibrasi Standart Nikel untuk Menentukan Kadar Nikel .....	33

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Diagram Kerja Optimasi pH Larutan.....	38
2. Diagram kerja Optimasi Volume APDC.....	39
3. Diagram kerja Optimasi Waktu Pengadukan.....	40
4. Diagram kerja Kajian Interferensi Fe(III) .....	41
5. Diagram Kerja Pengaruh Variasi Jumlah Ni(II) .....	42
6. Diagram Kerja Penentuan Kadar Ni(II) dalam Mineral Laterit .....	43
7. Tabel Data Pengamatan.....	45
8. Perhitungan Larutan Standart.....	48
9. Perhitungan Uji Temubalik Konsentrasi Ni(II) .....	50
10. Perhitungan Kadar Nikel dalam Mineral Laterit.....	52
11. Dokumentasi .....	53

# **BAB 1**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Di Indonesia, pembentukan berbagai macam mineral di alam akan menghasilkan berbagai jenis batuan tertentu. Berbagai macam batuan tersebut antara lain batuan beku, batuan metamorf, batuan bauksit, batuan sedimen, batuan piroklastik dan mineral laterit.

Menurut Sudrajat A. (1999) Nikel terbentuk dari batuan yang berkomposisi kimia basa atau dikenal juga sebagai batuan peridotit. Berdasarkan teori tektonik lempeng, daerah yang banyak batuan peridotit terutama di zona tumbukan lempeng benua dan samudera. Melalui proses pelapukan, batuan ultrabasa mengurai dalam bentuk mineral yang terlarut (koloid) seperti (magnesium, besi, nikel, kobalt, silikat dan magnesium oksida) dan tidak terlarut (residu) seperti (besi, aluminium, mangan, sebagian nikel, sebagian kobalt, berbagai oksida dan senyawa nikel-kobalt).

Jenis sifat dan komposisi mineral laterit sangat tergantung dari batuan asalnya misalnya lateritic bauksit sebagai bahan dasar pembuatan aluminium berasal dari pelapukan batuan granit, sedangkan lateritic nikel berasal dari hasil pelapukan batuan ultrabasa, peridotit, yang secara umum terbentuk di dalam jalur tektonik di kawasan benua (Sudrajat A, 1999).

Dewasa ini bahan galian golongan A sangat dicari oleh investor – investor yang bergerak dibidang industri pertambangan dan usaha lainnya. Nikel

merupakan salah satu bahan galian golongan A, nikel termasuk bahan galian yang tergolong strategis. Nikel merupakan bahan galian yang mempunyai nilai ekonomis yang tinggi karena pada masa sekarang dan masa yang akan datang kebutuhan nikel semakin meningkat disamping dari kebutuhan lainnya yang persediaannya semakin terbatas. Kegunaannya sebagai campuran alloy, pemurnian minyak, pelapisan logamlain, dan bahan industry peralatan rumah tangga.

Dalam penelitian ini memilih logam nikel dalam mineral laterit karena nikel merupakan sumber utama dalam mineral laterit. Nama lain dari laterit yaitu nikel laterit.

Analisis kimia selalu melibatkan pelarutan sampel padatan, penyaringan, pra pemisahan, dan pemekatan kadar. Fungsi proses pemekatan kadar yaitu untuk meningkatkan ketelitian sehingga hasil yang diperoleh mendekati harga yang sesungguhnya. Proses pemekatan kadar suatu larutan kompleks seringkali dilakukan dengan cara kopresipitasi, ekstraksi, kromatografi dan pengendapan. Dalam proses kopresipitasi, ion logam dengan konsentrasi yang rendah diubah menjadi senyawa-senyawa kompleks organik yang mempunyai kelarutan kecil dalam air dengan suatu ligan. Ligan-ligan yang sering digunakan dalam proses kopresipitasi antara lain seperti ammonium pirolidinditiokarbamat, dialkilditiokarbamat, pirolidin ditiokarbamat, ditizon dan masih banyak lagi lainnya (Snell danEffrey : 1976). Ligan-ligan tersebut dapat membentuk senyawa kompleks dengan logam transisi seperti Cr(VI), Cd(II), Cu(II), Pb(II), Ni(II), Co(II), dan Fe(III).



Menurut Leyva, D, et, al (2011) salah satu ligan pengompleks yang dapat bereaksi dengan ion logam adalah APDC. Digunakan ligan APDC karena ligan tersebut lebih fleksibel dapat bekerja pada pH rendah dan dapat menganalisis dengan baik logam-logam transisi. APDC jika direaksikan dengan logam Ni(II) akan membentuk kompleks  $Ni(PDC)_2$ , sedangkan direaksikan dengan Cu(II) akan membentuk kompleks  $Cu(PDC)_2$ . Memilih logam Cu disebabkan logam tersebut paling banyak mengendap dengan ligan APDC dibandingkan logam-logam yang lainnya

Analisis Nikel yang pernah dilakukan oleh Riska (2008) dan Irwannudin, dkk (2004) yaitu metode gravimetri dan metode Teknik Laser Induced Plasma (LIP) , metode tersebut tidak digunakan dalam penelitian ini karena tidak tersedianya alat juga membutuhkan biaya analisis yang tinggi serta tidak ekonomis. Metode yang belum banyak dikembangkan yaitu metode kopresipitasi dan diaplikasikan ke dalam mineral laterit.

Beberapa faktor yang mempengaruhi proses kopresipitasi adalah pengaruh variasi pH, volume ligan, waktu pengadukan, dan keberadaan logam Fe(III) sebagai kajian interferensi. Variasi pH berpengaruh dalam proses kopresipitasi menurut referensi antara Ni(II) dengan  $Cu(PDC)_2$  terbentuk pada pH asam, selain itu untuk mengetahui pada pH berapa kompleks  $[Ni(PDC)_2]$  yang terbentuk maksimal. Volume optimal untuk mengetahui pada volume berapa  $Cu(PDC)_2$  dengan Ni(II) mengendap dan mencapai volume optimal. Waktu pengadukan juga berpengaruh dalam proses kopresipitasi, untuk mengetahui pada waktu pengadukan berapa Ni(II) dan Cu(II) dengan ligan APDC membentuk kompleks.

Keberadaan logam Fe(III) sebagai kajian interferensi karena menurut referensi di dalam mineral laterit mengandung nikel sebesar 25% dan kandungan besi dibawah 10% sehingga Fe(III) digunakan untuk kajian interferensi selain itu untuk mengetahui seberapa besar Fe(III) mengganggu dalam analisis Ni(II).

Keberadaan bersama unsur lain dalam jumlah relatif besar dan memungkinkan terjadinya interferensi bila dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Keberadaan unsur Fe(III) yang cukup besar dalam mineral laterit pada konsentrasi tertentu akan menyebabkan interferensi sehingga absorbansi dari analit yang ditentukan menjadi lebih besar atau lebih kecil dari absorbansi yang seharusnya. Selain itu dipilih logam Fe(III) disebabkan konsentrasi Fe(III) besar sedangkan logam lain konsentrasinya kecil sehingga interferensi kecil. Untuk itu dilakukan analisis interferensi Fe(III) untuk mengetahui pengaruhnya terhadap absorbansi Ni(II).

Hal ini yang menjadi dasar peneliti untuk mengadakan penelitian dengan judul " Penentuan Kadar Nikel Melalui Pemekatan Dengan Metode Kopersipitasi Menggunakan Cu-Pirolidin Dithiokarbamat".

## **1.2 Permasalahan**

Berdasarkan hal-hal yang diungkapkan diatas, dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopersipitasi, volume APDC, dan waktu pengadukan terhadap hasil analisis nikel?
2. Bagaimana pengaruh keberadaan ion logam Fe(III) terhadap hasil analisis nikel?

3. Berapa % temubalik konsentrasi Ni(II) pada kondisi optimum?
4. Berapa besar kadar Nikel dalam mineral laterit?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan yang ingin dicapai pada penelitian ini antara lain :

1. Mengetahui pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, volume APDC, dan waktu pengadukan terhadap hasil analisis nikel.
2. Mengetahui pengaruh keberadaan ion logam Fe(III) terhadap hasil analisis nikel.
3. Mengetahui % temubalik konsentrasi Ni(II) pada kondisi optimum.
4. Mengetahui besar kadar Ni(II) dalam mineral laterit.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat yang ingin dicapai pada penelitian ini adalah :

1. Manfaat yang diharapkan dari segi ilmu pendidikan adalah memahami bagaimana pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, volume APDC, dan waktu pengadukan kopresipitasi.
2. Memahami pengaruh keberadaan ion logam Fe<sup>3+</sup> terhadap hasil analisis Ni<sup>2+</sup>.
3. Hasil penelitian ini dapat digunakan sebagai metode alternatif analisis nikel dalam mineral laterit, bagi para peneliti terutama dibidang kimia analisis.

## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Logam Nikel (Ni)

Nikel adalah logam putih seperti perak yang bersifat keras dan anti karat. Logam ini membantu dalam proses pengubahan beberapa logam olahan dalam bentuk larutan yang menghasilkan energi panas. Selain itu Ni juga berperan penting dalam beberapa proses pengendapan logam keras dalam bentuk paduan logam (*alloy*) seperti *Stainlestel* yang mengandung 18% Ni dan 8% Cr dan *Nikhrome* yang mengandung 80% Ni dan 20% Cr disarankan oleh Roberts (Rusmini: 2010).

Nikel terletak dalam tabel periodik yang memiliki symbol Ni dengan nomor atom 28 merupakan unsur logam transisi dengan nomor massa 58,71 yang terletak dalam golongan VIII periode 4 dengan konfigurasi elektron  $[Ar] 3d^8 4s^2$ . Pada umumnya tingkat oksidasi dari Ni adalah +2. Ni pada tingkat oksidasi +3 hanya sedikit dikenal. Hidrat ion  $Ni^{2+}$  berwarna hijau dan garam-garam  $Ni^{2+}$  umumnya berwarna hijau dan biru (Heslop dan Robinson, 1960). Logam nikel dapat di lihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Logam nikel

### **2.1.1 Sifat-sifat Nikel**

Nikel bersifat liat dapat ditempa dan sangat kukuh. Logam ini melebur pada  $1455^{\circ}\text{C}$ . Selain itu, nikel mempunyai sifat tahan karat. Dalam keadaan murni, nikel bersifat lembek, tetapi jika dipadukan dengan besi, krom dan logam lainnya, dapat membentuk baja tahan karat yang keras, mudah ditempa, sedikit ferromagnetis, dan merupakan konduktor yang agak baik terhadap panas dan listrik. Nikel tergolong dalam grup logam besi-kobal, yang dapat menghasilkan alloy yang sangat berharga.

### **2.1.2 Kegunaan Nikel**

Kegunaan logam Nikel antara lain:

1. Pembuatan stainless steel, sering disebut baja putih yaitu: suatu paduan nikel dan besi dengan unsur kimia lainnya.
2. Pembuatan logam campuran (alloy) untuk mendapatkan sifat tertentu.
3. Untuk pelapisan logam lain (nikel Plating)
4. Bahan untuk industri kimia (sebagai katalis) untuk pemurnian minyak.
5. Elektrik heating unit, dipakai pada unit pemanas listrik.
6. Bahan untuk industri peralatan rumah tangga.

Karena sifatnya yang fleksibel dan mempunyai karakteristik-karakteristik yang unik seperti tidak berubah sifatnya bila terkena udara, ketahanannya terhadap oksidasi dan kemampuannya untuk mempertahankan sifat-sifat aslinya di bawah suhu yang ekstrim, nikel lazim digunakan dalam berbagai aplikasi komersial dan industri. Nikel terutama sangat berharga untuk fungsinya dalam

pembentukan logam campuran (*alloy* dan *superalloy*), terutama baja tidak berkarat (*stainless steel*).

Beberapa penggunaan Nikel:

1. Nikrom : 60% Ni, 25% Fe, dan 15% Cr : pembuatan alat-alat laboratorium (tahan asam), kawat pada alat pemanas.
2. Alnico (Al, Ni, Fe dan Co) : sebagai bahan pembuat magnet yang kuat.
3. Elektroplating (pelapisan besi, tembaga :  $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_2$ ,  $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]\text{SO}_4$ )

## **2.2 Mineral Laterit**

Laterit adalah nama umum mineral yang berupa tanah merah sebagai akibat dari pelapukan batuan asal (induk) di daerah tropis atau sub tropis. Laterit kaya akan kaonilit, goethite, dan kwarsa, sehingga komposisi dari laterit sangat kompleks. Secara kimia, laterit dicirikan oleh adanya besi, nikel, dan silica sebagai sisa-sisa proses pelapukan batuan induk (Firdiyono dkk: 1983)

Evans (1989) pernah menyatakan bahwa kebanyakan laterit terbentuk dari batuan yang kaya akan besi seperti hematite dan geothit yang berwarna merah, kuning atau coklat. Tanah laterit mempunyai ciri-ciri sebagai berikut:

1. Reaksi tanah masam,
2. Kadar lempung meningkat,
3. Kejenuhan basa dan kapasitas pertukaran kation rendah,
4. Mineral dapat lapuk rendah,
5. Kadar bahan organik tanah sangat rendah.

Laterit terutama terdapat di wilayah beriklim tropis dan subtropis yang memiliki suhu tinggi dan curah hujan yang cukup. Akibatnya laterit banyak

ditemukan di Brasil, Filipina, India, Afrika Selatan, Amerika Serikat dan Indonesia (daerah Sulawesi Tenggara) serta beberapa wilayah lain yang memiliki iklim tropis dan subtropis.

Mineral yang dimaksud kebanyakan berada dalam kerak bumi yang keras dan memiliki ketebalan mulai 6 meter hingga 20 meter dari permukaan tanah. Laterit jenis tersebut memungkinkan untuk digunakan sebagai sumber besi dan nikel. Dengan komposisi nikel sebesar 25 % dan kandungan besi dibawah 10 %.



Gambar 2. Mineral laterit

### **2.3 Metode Kopresipitasi**

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari substansi secara bersamaan ketika melewati titik jenuhnya. Kopresipitasi merupakan metode yang prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat (Benny R, 2011).

Proses pemekatan kadar seringkali dilakukan dengan tujuan untuk meningkatkan ketelitian sehingga hasil yang diperoleh mendekati harga yang

sesungguhnya. Proses pemekatan kadar seringkali dilakukan dengan cara ekstraksi ataupun kopresipitasi. Dalam proses kopresipitasi, ion logam dengan konsentrasi yang rendah diubah menjadi senyawa kompleks organik yang mempunyai kelarutan yang kecil dalam air dengan suatu ligan. Ligan-ligan yang sering digunakan dalam proses kopresipitasi antara lain seperti dialkil dithiokarbamat, pirolidin dithiokarbamat, ditizon dan lainnya. Ligan-ligan tersebut dapat membentuk senyawa kompleks dengan ion logam transisi seperti Cd(II), Cu(II), Pb(II), Fe(III), Ni(II), dan Co(II).

Salah satu masalah yang paling sulit dihadapi para analis adalah menggunakan pengendapan sebagai cara pemisahan dan penentuan gravimetric untuk memperoleh endapan dengan kemurnian yang tinggi. Zat-zat yang normalnya mudah larut dapat diturunkan selama pengendapan zat yang diinginkan dengan suatu proses yang disebut kopresipitasi (Underwood and Day : 1989).

Kopresipitasi adalah pengendapan ikutan. Proses di mana suatu zat yang biasanya larut, ikut tersangkut mengendap selama pengendapan zat yang diinginkan (Underwood dan Day : 1989).

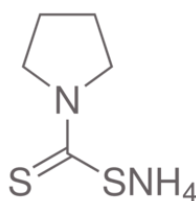
Beberapa hal yang perlu diperhatikan agar diperoleh endapan yang baik antara lain:

1. Pengendapan dilakukan dalam larutan encer
2. Pereaksi pengendap ditambahkan perlahan-lahan sambil diaduk
3. Pengendapan dilakukan pada daerah pH yang akan membentuk endapan secara kuantitatif (Hermawanti : 2009)



## 2.4 Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC)

Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dengan nama dagang 1-Pyrrolidine –Dithiocarboxylic Acid Ammonium Salt merupakan kristal putih yang dapat larut dalam air. Mempunyai berat molekul 164,29 g/mol dengan rumus struktur  $C_5H_{12}N_2S_2$  (Ariani, F, 2004).



Gambar 3. Struktur APDC

Ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat digunakan sebagai pengompleks dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah antara lain besi, kobalt, nikel, vanadium, tembaga, arsen, timbal, dan krom. Selain itu APDC juga dapat digunakan untuk menentukan bismuth dalam baja dengan EDTA dan KCN sebagai zat penopang (Stary dan Irving, 1964).

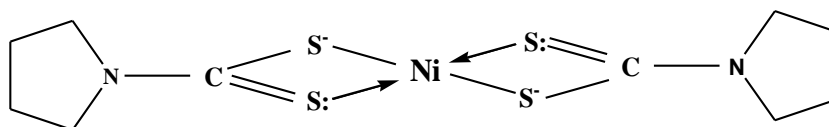
## 2.5 Interaksi Logam Ni dengan Ligan APDC

Logam Nikel merupakan unsur golongan transisi dimana salah satu sifat unsur golongan transisi dapat membentuk senyawa kompleks yang berwarna spesifik. Digunakan pengompleks APDC karena mampu membentuk kompleks yang dapat mengendap pada kisaran pH optimum dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah.

Selain itu digunakan variabel waktu pengadukan karena logam Nikel dicampurkan dengan APDC membentuk kompleks kadang waktunya tidak stabil,

dan apabila waktu pengadukannya semakin lama maka dikhawatirkan kompleksnya akan terurai kembali.

Untuk variasi konsentrasi, interaksi antara logam Nikel dengan APDC apabila konsentrasi semakin tinggi maka konsentrasi Nikel juga semakin optimum. Dalam larutan air, APDC akan terdisosiasi dengan melepaskan  $\text{NH}_4^+$ . Ligan ini akan berikatan dengan ion  $\text{Ni}^{2+}$  membentuk senyawa kompleks  $[\text{Ni}(\text{PDC})_2]$  yang tidak bermuatan dengan ikatan kovalen koordinasi yang dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur kompleks  $[\text{Ni}(\text{PDC})_2]$

Selain itu ligan APDC direaksikan dengan logam Cu sehingga membentuk endapan menjadi  $[\text{Cu}(\text{PDC})_2]_{(s)}$ , dengan adanya  $[\text{Cu}(\text{PDC})_2]$  akan menarik  $\text{Ni}^{2+}$  yang awalnya membentuk kompleks dengan APDC akan ikut tertarik oleh logam Cu sehingga ikut mengendap.

## 2.6 Kajian Interferensi

Dalam analisis, keberadaan unsur-unsur lain bersama dengan analit di dalam sampel dapat menyebabkan interferensi. Di dalam mineral laterit mengandung Ni, Fe, Mn, dan Cu. Tetapi di dalam penelitian ini hanya dilakukan uji interferensi Fe(III) terhadap Ni(II). Fe(III) dipilih karena Fe(III) yang paling banyak terkandung di dalam mineral laterit sehingga mengganggu dalam analisis Ni(II). Interferensi dalam metode kopresipitasi yaitu Ligan APDC bereaksi dengan logam Cu(II) akan mengendap dan menarik logam Ni(II) untuk ikut mengendap.

Dengan adanya logam lain yaitu Fe(III) kemungkinan akan bereaksi dengan ligan APDC membentuk kompleks seluruhnya sehingga logam Ni(II) tidak membentuk kompleks. Untuk itu, antara Fe(III), Ni(II), dan Cu(II) berebut untuk bereaksi dengan ligan APDC. Sehingga menyebabkan logam Ni(II) dengan [Cu(PDC)<sub>2</sub>] kemungkinan mengendap hanya sedikit tidak sesuai dengan yang diharapkan.

## **2.7 Analisis Unsur Ni yang Pernah Dilakukan**

Beberapa metode analisis logam telah banyak dilakukan dan dikembangkan oleh para peneliti, antara lain menggunakan teknik dasar spektrometri, ekstraksi, elektrokimia dan kromatografi. Beberapa penelitian tentang penentuan unsur nikel dan unsur-unsur lain dalam berbagai sampel termasuk mineral laterit. Pada umumnya para peneliti hanya dipusatkan pada penentuan kandungan unsur-unsur atau analit dalam sampel.

Menurut Riska (2008), telah melakukan analisis nikel dengan metode uji noda menggunakan gravimetri. Penelitian dilakukan untuk mengetahui kandungan nikel dalam sampel dan mengetahui interaksi antara silika gel dengan dimetilglioksim. Sebelum dilakukan uji noda, untuk analisis ion nikel dalam sampel terlebih dahulu dianalisis dengan metode gravimetri. Uji noda dilakukan pada silika gel dan kertas saring menggunakan pengompleks dimetilglioksim membentuk kompleks berwarna merah. Hasil penelitian disimpulkan bahwa konsentrasi ion nikel dalam sampel menggunakan metode gravimetric sekitar 40 ppm demikian juga menurut hasil uji coba.

Irwanuddin, K.Sofjan, dkk (2004), melakukan penelitian tentang identifikasi unsur nikel dengan Teknik Laser Induced Plasma (LIP). Dari hasil

penelitian diperoleh spectrum garis untuk identifikasi unsur Nikel kadar tinggi dan rendah dalam batuan tambang menggunakan metode Laser Induced Plasma (LIP). Plasma dibangkitkan dengan memfokuskan berkas laser daya tinggi pada sampel batuan tambang tanpa perlakuan awal. Dari hasil penelitian diperoleh spectrum garis unsure Nikel dengan limit deteksi terendah sebesar 76,61 ppm pada emisi Ni(II) 279,7 nm.

## **2.8 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)**

Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang berdasarkan pada penyerapan absorpsi radiasi oleh atom bebas. Spektrofotometri merupakan teknik analisis kuantitatif dari unsur-unsur yang pemakaiannya sangat luas di berbagai bidang karena prosedurnya selektif, spesifik, biaya analisisnya relatif murah, sensitifitasnya tinggi, waktu analisisnya cepat dan mudah dilaksanakan (U, Hakim: 2011).

Prinsip kerja SSA adalah penyerapan sinar dari sumbernya oleh atom-atom yang di bebaskan oleh nyala dengan panjang gelombang tertentu. Sampel analisis berupa liquid dihembuskan ke dalam nyala api burner dengan bantuan gas bakar yang digabungkan bersama oksidan (bertujuan untuk menaikkan temperatur) sehingga dihasilkan kabut halus. Atom-atom keadaan dasar yang berbentuk dalam kabut dilewatkan pada sinar dan panjang gelombang yang khas. Sinar sebagian diserap, yang disebut absorpsi dan sinar yang diteruskan emisi. Penyerapan yang terjadi berbanding lurus dengan banyaknya atom keadaan dasar yang berada

dalam nyala. Pada kurva absorpsi, terukur besarnya sinar yang diserap, sedangkan kurva emisi, terukur intensitas sinar yang dipancarkan.

Menurut Jamaludin Al Anshori (2005) Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada dalam sel. Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari:

1. Hukum Lambert : Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi.
2. Hukum Beer : Intensitas sinar yang diteruskan secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

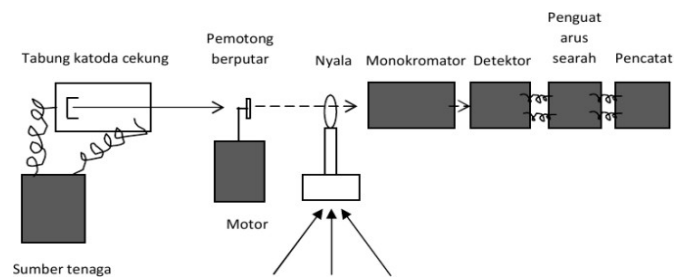
Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan:

$$A = -\text{Log } I_t/I_o = \epsilon bC \text{ atau } abc$$

Dimana :  $I_o$  = Intensitas sumber cahaya,  
 $I_t$  = Intensitas sinar yang diteruskan,  
 $\epsilon$  = Absortivitas molar,  
 $b$  = Panjang medium,  
 $C$  = Konsentrasi atom yang menyerap sinar (M),  
 $A$  = Absorbansi,  
 $a$  = absortivitas,  
 $c$  = Konsentrasi larutan (ppm).

Dari persamaan di atas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day & Underwood, 1989).

Pada alat SSA terdapat 2 bagian utama yaitu sel atom yang menghasilkan atom gas bebas dalam keadaan dasarnya dan suatu system optik untuk pengukuran sinyal. Suatu skema umum dari alat SSA dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Skema spektrofotometer serapan atom

## **BAB 3**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Lokasi Dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Kimia Analitik dan Kimia Fisik, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Untuk preparasi sampel dilakukan di laboratorium kimia analitik sedangkan untuk uji kondisi optimum dilakukan di laboratorium kimia fisik. Penelitian dilakukan pada bulan Oktober 2012 hingga Januari 2013.

#### **3.2 Populasi dan Sampel**

Populasi dalam penelitian ini adalah laterit di Sulawesi Tenggara. Sedangkan sampelnya adalah mineral laterit.

#### **3.3 Variabel Penelitian**

##### **3.3.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas yaitu variabel yang di selidiki pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, konsentrasi APDC, dan waktu pengadukan terhadap hasil analisis nikel, serta interferensi dari  $\text{Fe}^{3+}$ .

##### **3.3.2 Variabel Terikat**

Variabel terikat adalah variabel yang menjadi titik pusat penelitian. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kadar  $\text{Ni}^{2+}$  yang terukur melalui proses kopresipitasi.

### 3.3.3 Variabel Terkendali

Variabel terkontrol adalah faktor-faktor yang dikendalikan agar tidak mempengaruhi hasil analisis  $\text{Ni}^{2+}$  seperti suhu, cara kerja, alat, kondisi analisis, dan kecepatan pengadukan.

## 3.4 Prosedur Penelitian

### 3.4.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi:

1. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) model Analyst 100 buatan Perkin Elmer,
2. Neraca analitik (merck AND HR-200 dengan ketelitian 0,1 mg),
3. pH meter Cyberscan pH 110,
4. Alat-alat gelas,
5. Waterbath memmert, dan
6. Stirrer model 1262-1.

Bahan - bahan yang di gunakan meliputi:

1. Nikel nitrat  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  99% buatan E Merck,
2. Besi nitrat  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  99% buatan E Merck,
3. Tembaga nitrat  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  99% buatan E Merck,
4. APDC buatan E Merck (kadar:98%,  $M_r = 164,29 \text{ g/mol}$ ),
5. Asam nitrat  $\text{HNO}_3$  65% buatan E Merck (kadar: 65%,  $\rho: 1,41 \text{ kg/ L}$ ,  $M = 14,54$ ),
6. NaOH 99% buatan E Merck ( $M = 40,00$ ),



7. Asam klorida (HCl) buatan E Merck (kadar: 37%, densitas: 1,19 kg/L, M = 12,06),
8. HF 50%,
9. Sampel mineral laterit,
10. Aquaregia (HNO<sub>3</sub> : HCl = 3:1), dan
11. Aqua demin.

### **3.4.2 Cara Kerja**

#### ***3.4.2.1 Cara penyiapan pereaksi***

Bahan pereaksi yang relatif pekat disiapkan sebagai larutan induk, sedang bahan pereaksi yang encer disiapkan dengan mengencerkan larutan induk tersebut. Bahan- bahan pereaksi tersebut antara lain:

1. Larutan Ni(II) 1000 ppm, dibuat dengan melarutkan 1,2387 gram Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, Mr = 290,81 gr/mol ditambah HNO<sub>3</sub> 65% sampai jernih dimasukkan dalam labu takar 250 mL diencerkan dengan aqua demin sampai tanda batas.
2. Larutan Fe(III) 1000 ppm, dibuat dengan melarutkan 1,8036 gram Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O, Mr = 404,00 gr/mol ditambah HNO<sub>3</sub> 65% sampai jernih dimasukkan dalam labu takar 250 mL diencerkan dengan aqua demin sampai tanda batas.
3. Larutan induk APDC 2%, dibuat dengan menimbang 5,102 gram APDC dan dilarutkan dengan aqua demin hingga volumenya 250 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat dilakukan dengan mengencerkan sesuai kebutuhan.
4. Larutan induk Cu(II) 1000 ppm, dibuat dengan melarutkan 0,9504 gram Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.3H<sub>2</sub>O dalam larutan HNO<sub>3</sub> 65 % sampai jernih dan diencerkan

dengan aqua demin hingga volumenya 250 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat diencerkan sesuai kebutuhan.

#### ***3.4.2.2 Optimasi pH larutan dalam proses kopresipitasi***

Diambil 50 mL  $\text{Ni}^{2+}$  2 ppm, 5 mL  $\text{Cu}^{2+}$  100 ppm dan 1 mL APDC 2% pHnya diatur menjadi 2. Kemudian larutan diaduk sampai terjadi endapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aqua demin. Endapan ditambah dengan  $\text{HNO}_3$  pekat, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aqua demin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA. Ulangi cara kerja diatas dengan mengatur pH menjadi 3, 4, 5 dan 6.

#### ***3.4.2.3 Optimasi volume APDC***

Diambil 50 mL  $\text{Ni}^{2+}$  2 ppm, 5 mL  $\text{Cu}^{2+}$  100 ppm, 1 mL APDC 2%, pH optimal dari percobaan sebelumnya, kemudian larutan diaduk selama 5 menit sampai terjadi endapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aqua demin. Endapan ditambahkan dengan  $\text{HNO}_3$  pekat, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aqua demin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya menggunakan SSA. Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi volume APDC sebanyak 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 mL.

#### ***3.4.2.4 Optimasi waktu pengadukan***

Diambil 50 mL  $\text{Ni}^{2+}$  2 ppm, 5 mL  $\text{Cu}^{2+}$  100 ppm, APDC 2% optimal dan pH optimal dari percobaan sebelumnya, kemudian larutan diaduk selama 10 menit sampai terjadi endapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aqua

demin. Endapan ditambahkan dengan 1 mL HNO<sub>3</sub> pekat, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aqua demin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya menggunakan SSA. Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi waktu sebanyak 15, 20, dan 25 menit.

#### **3.4.2.5 Kajian interferensi Fe (III)**

Diambil 50 mL Ni<sup>2+</sup> 2 ppm, 5 mL Cu<sup>2+</sup> 100 ppm, APDC 2% optimal, pH optimal dari percobaan sebelumnya ditambah 1 mL Fe(III) 10 ppm, kemudian larutan diaduk pada waktu optimal sampai terjadi endapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aqua demin. Endapan ditambah dengan HNO<sub>3</sub> pekat, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aqua demin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya menggunakan SSA. Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi konsentrasi Fe(III) 1 mL sebanyak 20, 30, 40, dan 50 ppm.

#### **3.4.2.6 Pengaruh variasi konsentrasi Ni(II)**

Pengaruh Variasi Konsentrasi Ni(II) dilakukan pada kondisi optimum dengan menambahkan 50 mL Ni<sup>2+</sup> 2 ppm, 5 mL Cu<sup>2+</sup> 100 ppm, APDC 2% optimal dan pH optimal, waktu pengadukan optimal sampai terjadi endapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aqua demin. Endapan ditambah dengan HNO<sub>3</sub> pekat, sehingga endapan larut dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aqua demin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya. Absorbansi yang diperoleh diplotkan ke dalam persamaan

regresi dari kurva kalibrasi. Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi konsentrasi Ni(II) menjadi 4 dan 6 ppm.

### ***3.4.2.7 Penentuan kadar nikel dalam mineral laterit secara kopresipitasi***

#### **3.4.2.7.1 Pelarutan sampel mineral laterit**

Teknik pelarutan sampel dilakukan menurut cara yang disarankan oleh Labrecque dkk dalam (Prasetya: 2004). Mineral laterit digerus sampai halus dengan penggerus agat, kemudian diayak hingga melewati ayakan ukuran 250 mesh. Mineral laterit yang telah halus kemudian ditimbang sebanyak 0,1 gram dan dimasukkan ke dalam tempat balsem plastik. Selanjutnya ke dalam tempat balsem ditambahkan aquaregia ( $\text{HNO}_3 : \text{HCl} = 3 : 1$ ) dan diaduk sampai semua sampel basah, dan dilanjutkan dengan menambahkan 6 mL HF 50% dan diaduk kembali. Secara hati-hati tempat balsem ditutup rapat dan dipanaskan di atas penangas air (suhu  $90^{\circ}\text{C}$ - $100^{\circ}\text{C}$ ) selama sekitar 2-3 jam sampai semua mineral larut dan membentuk larutan yang jernih, kemudian didinginkan. Setelah dingin ditambahkan 5,6 gram asam borat dan diaduk dengan pengaduk plastik, kemudian dipanaskan lagi sekitar 15 menit agar kelebihan asam dapat hilang dan membentuk larutan yang jernih. Dalam keadaan dingin larutan tersebut diencerkan dengan air bebas mineral dalam labu takar 50 mL hingga tepat tanda batas.

#### **3.4.2.7.2 Pembuatan kurva kalibrasi**

Sebelum dilakukan penentuan kadar Ni(II) dalam mineral laterit terlebih dahulu dibuat kurva kalibrasi standar Ni(II) yaitu dengan membuat larutan seri standar dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10 ppm. Selanjutnya membuat grafik

hubungan antara konsentrasi standar dengan absorbansi. Larutan sampel dapat dicari setelah absorbansi larutan sampel diukur dan diinterpolasi ke persamaan regresi linier yang diperoleh pada kurva kalibrasi.

#### 3.4.2.7.3 Penentuan kadar nikel dalam mineral laterit dengan SSA

Penentuan kadar Nikel dilakukan dengan cara ke dalam beerglass dimasukkan 25 mL sampel laterit hasil destruksi; konsentrasi  $\text{Ni}^{2+}$  dengan variasi 0, 2, dan 4 mL; konsentrasi APDC 2% optimal dan pH optimal, kemudian masing-masing larutan diaduk pada waktu optimal sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aqua demin. Endapan ditambah dengan  $\text{HNO}_3$  untuk menyempurnakan pelarutan endapan dan larutan berwarna jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aqua demin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA. Selanjutnya ditentukan kadar nikel sampel laterit dengan cara absorbansi yang diperoleh diinterpolasikan pada persamaan regresi linier kurva kalibrasi standar Ni(II).

## **BAB 4**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

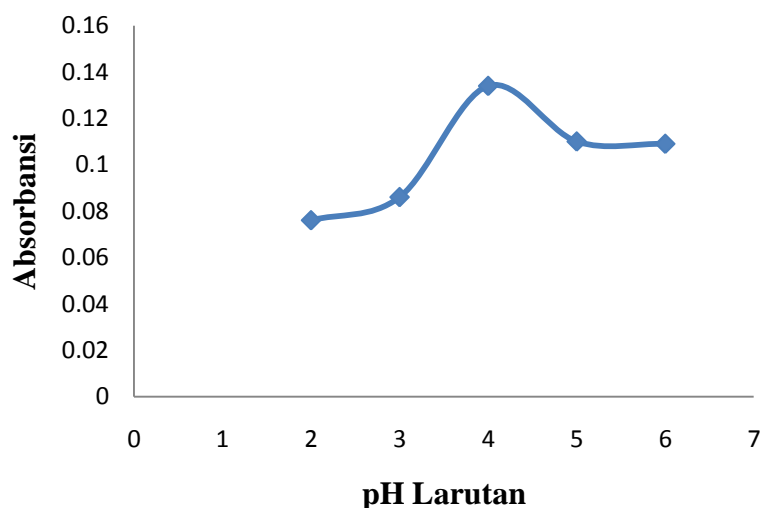
Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Kimia Fisik Universitas Negeri Semarang yang dimulai pada bulan Oktober 2012. Untuk persiapan bahan dan sampel dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik sedangkan untuk penentuan kondisi optimum dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik. Pada bab ini akan dibahas data hasil penelitian meliputi penentuan kondisi optimum (pH larutan, volume APDC, dan waktu pengadukan terhadap analisis Nikel); pengaruh keberadaan ion logam Fe(III) terhadap analisis nikel; besar kadar nikel yang terendapkan dalam metode uji temu balik pada kondisi optimum yang kemudian digunakan untuk penentuan kadar nikel dalam mineral laterit.

Langkah awal yang dilakukan adalah menentukan pH optimum Ni(II) dengan ligan APDC. Setelah pH optimum didapat akan digunakan untuk menentukan optimum berikutnya. Dalam bab ini disajikan hasil penelitian serta pembahasannya.

#### **4.1 Optimasi pH Larutan dalam Proses Kopresipitasi**

Tujuan menentukan pH optimasi adalah untuk mengetahui pada pH berapa kompleks Ni(II) dengan  $\text{Cu(PDC)}_2$  terbentuk maksimal dan berada dalam keadaan stabil. Langkah awal yang dilakukan dalam penelitian ini adalah menentukan pH optimum antara logam Ni(II) dengan ligan APDC dengan variasi pH 2 sampai 6.

Pembentukan senyawa kompleks sangat dipengaruhi oleh pH. Hasil pengamatan absorbansi pada berbagai variasi pH dapat dilihat pada lampiran. Berdasarkan hasil pengamatan tersebut kurva hubungan antara absorbansi dengan pH dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Kurva hubungan antara Absorbansi terhadap pH

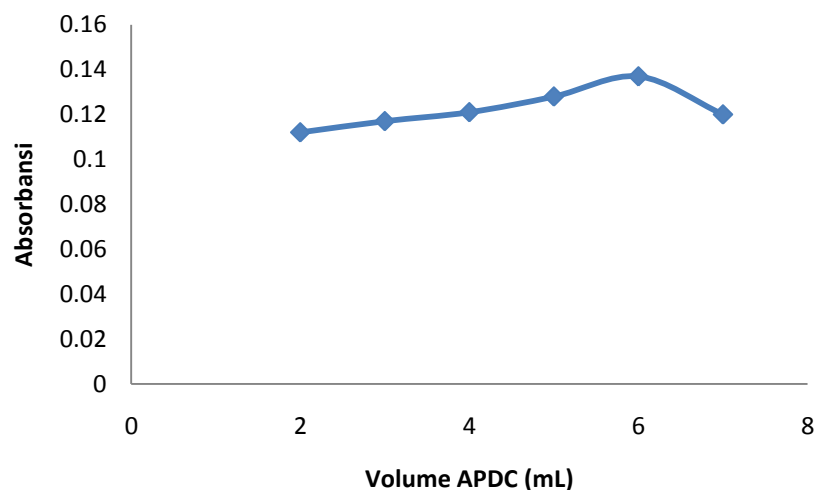
Gambar 6 menunjukkan bahwa pada harga absorbansi optimum terjadi pada pH 4. Hal ini berarti pada pH 4 kompleks Ni(II) dengan ligan  $\text{Cu(PDC)}_2$  dalam keadaan stabil. Untuk pH 2 sampai pH 4 absorbansi semakin naik.

Pada pH lebih dari 4 absorbansi berkurang karena terjadi peningkatan konsentrasi  $\text{OH}^-$  yang menyebabkan ion  $\text{Ni}^{2+}$  dapat berikatan dengan  $\text{OH}^-$  membentuk  $\text{Ni(OH)}_2$  dengan  $K_{sp} = 5.48 \times 10^{-16}$  sehingga kelarutan lebih besar daripada  $\text{Ni(PDC)}_2$  sehingga mengakibatkan terbentuknya kompleks  $\text{Ni(PDC)}_2$  semakin berkurang. Hal ini sesuai dengan pendapat Ritcey dan Ashbook (dalam Widiarti, 2001) yaitu pada pH tingkat tertentu logam akan membentuk hidroksida yang akan mempengaruhi reaksi. Hal ini kemungkinan terjadi kompetisi antar ion

hidroksida ( $\text{OH}^-$ ) dari basa yang ditambahkan dengan ion APDC untuk bereaksi dengan dengan ion  $\text{Ni(II)}$  dan terbentuk senyawa  $\text{Ni(OH)}_2$  sehingga  $\text{Ni}^{2+}$  yang bereaksi dengan APDC berkurang. Sehingga menyebabkan intensitas serapan akan turun. Untuk analisis selanjutnya digunakan pH 4 sebagai pH optimum.

## 4.2 Optimasi Volume APDC

Tujuan optimasi volume ligan APDC adalah agar nikel yang berada dalam suatu larutan dapat mengendap seluruhnya melalui proses kopresipitasi dengan tembaga pirolidin ditiokarbamat. Untuk itu harus dilakukan optimasi volume ligan APDC dari volume 1 mL sampai 7 mL. Dari langkah sebelumnya didapatkan pH optimum yaitu dicapai pada pH 4. Hasil pengamatan optimasi volume APDC tercantum pada lampiran. Sedangkan kurva hubungan antara absorbansi terhadap volume ligan APDC terlihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Kurva hubungan antara absorbansi terhadap volume APDC

Berdasarkan Gambar 7 terlihat bahwa semakin banyak volume ligan APDC 2% yang ditambahkan absorbansinya juga semakin besar. Hal ini disebabkan pada

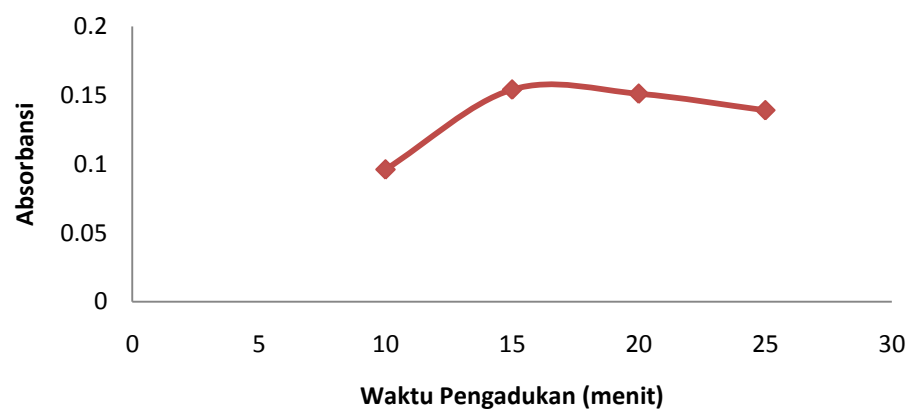


penambahan volume APDC,  $\text{Cu(PDC)}_2$  yang terbentuk semakin besar demikian pula dengan  $\text{Ni(PDC)}_2$ . Absorbansi optimal terbentuk pada volume 6 mL. Terjadinya penurunan kemungkinan disebabkan pembentukan  $\text{Cu(PDC)}_2$  dan  $\text{Ni(PDC)}_2$  mencapai maksimal.

Untuk analisis selanjutnya digunakan volume APDC 6 mL sebagai volume optimum.

### 4.3 Optimasi Waktu Pengadukan

Selain optimasi terhadap pH larutan, dan volume ligan APDC juga dilakukan optimasi terhadap lama waktu pengadukan yang bertujuan untuk memperoleh hasil nikel yang optimal. Variasi waktu pengadukan yang dilakukan yaitu antara 10 menit sampai 25 menit dengan kecepatan pengadukan pada skala 2. Data pengamatan hasil penelitian tercantum dalam lampiran dan kurva hubungan antara absorbansi terhadap waktu pengadukan terlihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Kurva hubungan antara absorbansi dengan waktu pengadukan

Gambar 8 menunjukkan bahwa waktu pengadukan dari 10 menit sampai 15 menit menunjukkan harga absorbansi yang meningkat, namun dengan bertambahnya waktu pengadukan absorbansi mengalami kenaikan. Absorbansi

maksimal terjadi pada waktu pengadukan 15 menit. Hal ini menunjukkan pembentukan kompleks Ni(II) dan Cu(II) maksimal. Setelah mencapai optimum harga absorbansinya menurun, kemungkinan antara Ni(II) dan Cu(II) dengan APDC terurai kembali.

Untuk itu waktu pengadukan 15 menit ini digunakan untuk optimasi analisis selanjutnya.

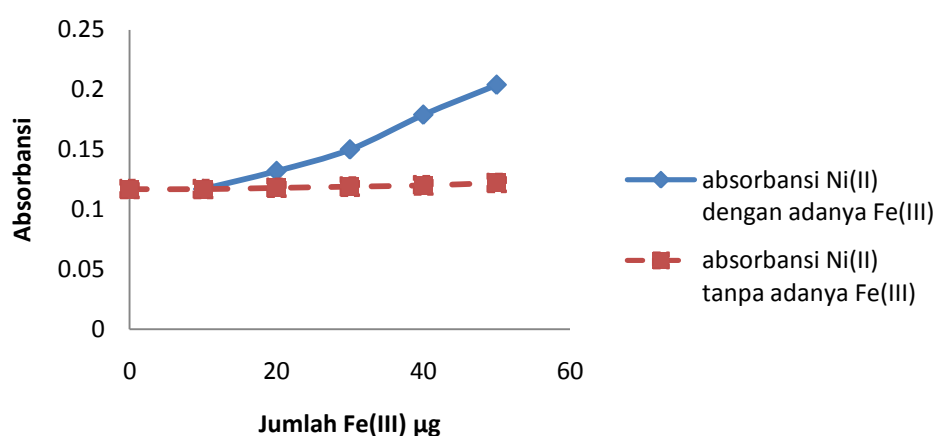
#### **4.4 Kajian Interferensi Fe(III) terhadap Ni(II)**

Interferensi dapat menyebabkan absorbansi dari analit yang ditentukan menjadi lebih besar atau lebih kecil daripada absorbansi seharusnya.

Setelah diperoleh kondisi kopresipitasi optimum yaitu pH larutan 4, volume ligan APDC sebanyak 6 mL, dan waktu pengadukan 15 menit, agar metode tersebut dapat diterapkan dalam sampel yang sesungguhnya, perlu dilakukan pula pengamatan tentang efek keberadaan ion logam lain yang berpotensi memberikan interferensi yaitu  $\text{Fe}^{3+}$ . Menurut Hermawanti (2009), bahwa suatu ion dianggap mengganggu apabila ion tersebut dapat memberikan sumbangan kesalahan pengamatan lebih besar dari  $\pm 10\%$  absorbansi jika dibandingkan dengan data pengamatan yang bebas ion pengganggu.

Dalam sistem periodik unsur besi dan nikel terletak dalam satu periode, sehingga antara besi dan nikel mempunyai sifat yang mirip. Sehingga dengan adanya ion besi akan mengganggu absorbansi dari nikel. Menurut Stry dan Irving (1964) ligan APDC dapat membentuk kompleks dengan beberapa logam diantaranya besi, kobalt, nikel, vanadium, tembaga, arsen, dan timbal. Berdasarkan hal ini maka ligan APDC dapat membentuk kompleks dengan logam besi.

Tujuan uji interferensi Fe(III) terhadap penentuan Ni(II) untuk mengetahui pengaruh adanya ion Fe(III) terhadap analisis Ni(II). Uji interferensi Fe(III) dilakukan dengan menambahkan larutan Fe(III) 1 mL dengan variasi konsentrasi antara 10 – 50 ppm. Data pengamatan interferensi besi terhadap nikel disajikan dalam lampiran, sedangkan kurva hubungan antarkonsentrasi Fe(III) terhadap absorbansi terlihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Kurva hubungan antara absorbansi dengan interferensi Fe(III)

Dari grafik di atas terlihat bahwa absorbansi Ni(II) meningkat karena adanya Fe(III). Dengan adanya penambahan jumlah Fe(III) yang semakin besar maka akan menyebabkan pula bertambahnya harga absorbansi Ni(II). Hal ini menunjukkan bahwa penambahan Fe(III) yang sedikit akan tetap mengganggu analisis Ni(II). Namun, Fe(III) mulai mengganggu banyak pada titik ke- 3 yaitu pada penambahan 1 mL 20 ppm atau 20 µg dengan absorbansi sebesar 0,132. Selisih absorbansi pada titik ke- 3 yaitu titik absorbansi Ni(II) dengan adanya Fe(III) dengan titik absorbansi Ni(II) tanpa Fe(III) adalah sebesar 0,014.

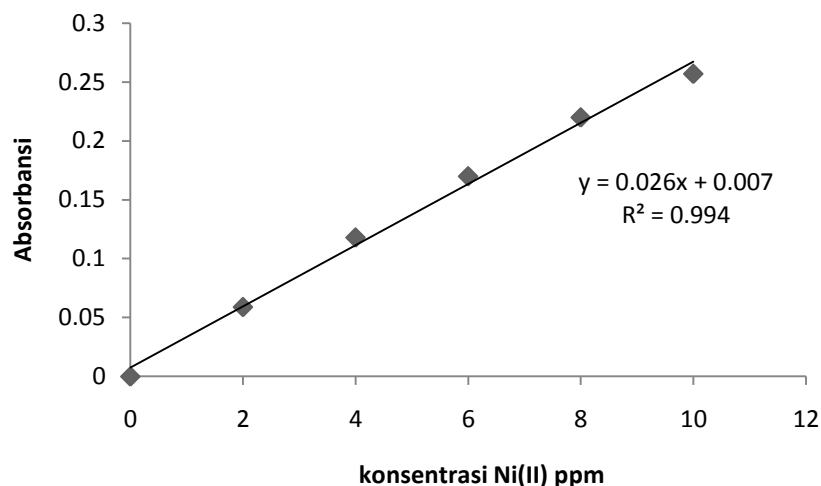
Seharusnya uji interferensi Fe(III) terhadap Ni(II) menunjukkan grafik yang mengalami penurunan karena Fe(III) dengan Ni(II) mengalami perebutan ligan pirolidin ditiokarbamat untuk mengendap sehingga konsentrasi Ni(II) semakin sedikit.

Namun, kajian interferensi di atas menunjukkan kenaikan grafik disebabkan karena Fe(III) selain mempunyai sifat yang mirip dengan Ni(II) juga mengganggu dalam analisis AAS sehingga dapat menaikkan harga absorbansi dari nikel. Sehingga keberadaan ion Fe(III) selain menyebabkan interferensi terhadap Ni(II) juga mengganggu dalam analisis AAS, yang menyebabkan kenaikan absorbansi.

#### **4.6 Pengaruh Variasi Konsentrasi Ni(II)**

Tujuan dari pengaruh variasi konsentrasi Ni(II) yaitu untuk mengetahui konsentrasi Ni(II) pada kondisi optimum yang telah diperoleh meliputi pH larutan, volume ligan APDC dan waktu pengadukan. Dalam menentukan jumlah Ni(II) yang mengendap, sebelumnya disiapkan kalibrasi larutan standart dengan mengalurkan ordinat (sumbu y) sebagai absorbansi dan absis (sumbu x) sebagai konsentrasi larutan standart. Konsentrasi larutan standart Ni(II) divariasikan yaitu 2, 4, 6, 8, 10 ppm. Hasil absorbansi larutan standart tersebut dibuat kurva kalibrasi dengan tujuan untuk mengetahui apakah hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi larutan standart tersebut linier atau tidak.

Data absorbansi larutan standart Ni(II) dapat dibuat kurva kalibrasi sebagai berikut:



Gambar 10. Kurva kalibrasi larutan standart Ni(II)

Gambar 10 merupakan kurva kalibrasi larutan standart Ni(II) dengan persamaan regresi linier  $y = 0.026x + 0.007$  dengan  $R^2 = 0.994$ . Berdasarkan persamaan regresi linier tersebut maka dapat dihitung kadar Ni(II) dan % temubalik.

Tabel 1. Data pengamatan konsentrasi Ni(II)

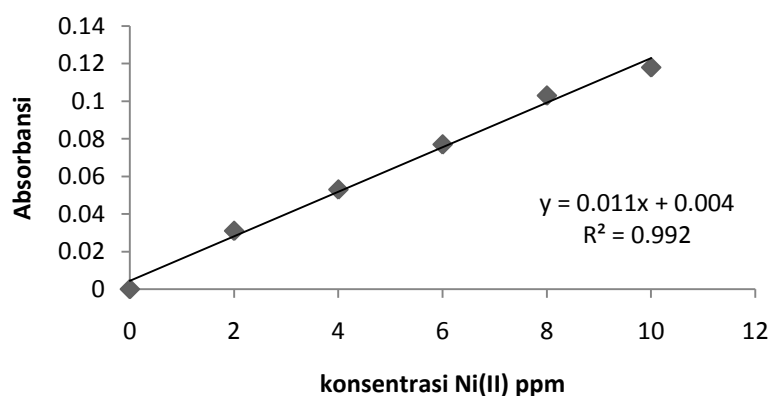
No	Ni(II) ( $\mu\text{g}$ )	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% optimum (mL)	pH optimum	Waktu Pengadukan optimum (menit)	Konsentrasi Ni(II) yang terukur ( $\mu\text{g}$ )	% temubalik
1	100	5	6	4	15	0,019231	96,15
2	200	5	6	4	15	0,040769	95,49
3	300	5	6	4	15	0,0607692	96,93

Rata-rata % temubalik 96,19 %

Dari Tabel 1 telah diperoleh % temubalik konsentrasi Ni(II) rata-rata 96,19%. Hasil perolehan % temubalik rata-rata konsentrasi Ni(II) cukup tinggi. Hal ini berarti analisis Ni(II) dengan metode kopresipitasi menggunakan  $\text{Cu(PDC)}_2$  cukup baik.

#### 4.7 Kadar Nikel dalam Sampel Mineral Laterit

Setelah diperoleh kondisi optimum dari penelitian sebelumnya yaitu pH larutan sebesar 4, volume ligan APDC 2% sebesar 6 mL dan waktu pengadukan selama 15 menit untuk analisis nikel melalui kopresipitasi dengan tembaga ditiokarbamat, maka langkah selanjutnya adalah uji coba aplikasi metode tersebut pada sampel mineral laterit. Penentuan ini digunakan untuk mengetahui kadar nikel dalam sampel mineral laterit pada kondisi optimum kopresipitasi. Sebelum dilakukan analisis kadar Ni(II) terlebih dahulu dibuat kurva kalibrasi larutan standar Ni(II) sebagai pembanding dengan beberapa konsentrasi. Tujuan dibuat kurva kalibrasi untuk mengetahui apakah hubungan absorbansi dengan konsentrasi larutan standar linier atau tidak. Konsentrasi larutan standart Ni(II) divariasikan yaitu 2, 4, 6, 8, 10 ppm. Setelah itu absorbansi larutan diukur dan diinterpolasikan ke dalam persamaan regresi linier pada kurva kalibrasi larutan standar Ni(II). Data absorbansi larutan standart Ni(II) dapat dibuat kurva kalibrasi:



Gambar 11. Kurva kalibrasi Standart Nikel

Berdasarkan persamaan regresi linier tersebut maka dapat dihitung kadar Ni(II) dalam mineral laterit yang dianalisis dengan metode kopresipitasi menggunakan  $\text{Cu}(\text{PDC})_2$  hasil dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Data Pengamatan Kadar Nikel Dalam Mineral Laterit Menggunakan Metode Kopresipitasi

Sampel (mL)	Standart Ni(II) ( $\mu\text{g}$ )	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% optimum (mL)	pH optimum	Waktu Pengadukan optimum (menit)	Kadar Ni(II) yang di dapat (mg/kg)	% Uji Temu balik
25	-	5	6	4	15	7500	-
25	4	5	6	4	15	7726	93,08%
25	8	5	6	4	15	7954	95,83%

Rata-rata % temubalik 94,45 %

Dari hasil yang diperoleh penentuan kadar nikel dalam mineral laterit dengan metode kopresipitasi didapatkan hasil akurasi yang cukup tinggi sebesar 94,45 %. Dan diperoleh kadar Ni(II) yang sebenarnya sebesar 0,7940 mg/kg sampel.

## **BAB 5**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Simpulan**

Dari hasil yang diperoleh dari penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Kondisi optimum yang diperoleh dari penentuan kadar Ni(II) dengan Cu-APDC meliputi pH larutan dicapai pada pH 4, volume ligan APDC sebanyak 6 mL dan waktu pengadukan selama 15 menit.
2. Keberadaan logam Fe(III) dalam Ni(II) menyebabkan kenaikan absorbansi dikarenakan Fe(III) mengganggu analisis di dalam AAS.
3. Besar temubalik konsentrasi Ni(II) sebesar 96,19 %.
4. Kandungan logam Nikel dalam sampel mineral laterit dengan ligan APDC yang terendapkan sebesar 0,7904 mg/ kg sampel.

#### **5.2 Saran**

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan ligan APDC dengan mengganti logam lain misalnya Cr<sup>6+</sup>.
2. Menghitung besar kadar Nikel dalam mineral laterit yang mengendap juga perlu dilakukan untuk penelitian yang selanjutnya.



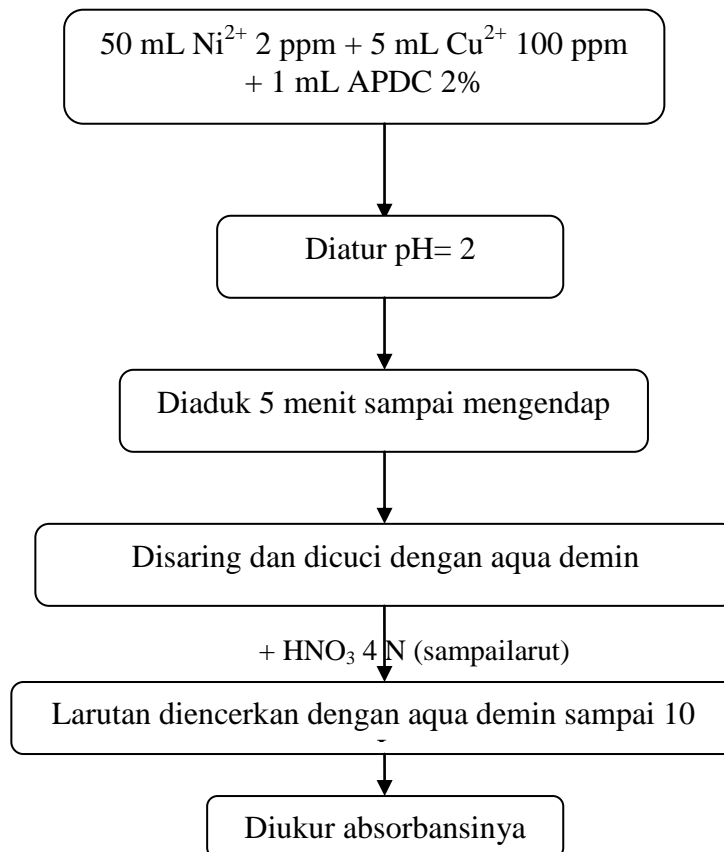
## DAFTAR PUSTAKA

- Ariani, F. 2004. *Ekstraksi Nikel (II) dengan Ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dan Aplikasinya pada Analisis Kandungan Ni dalam Air Sungai Kaligarang Semarang*. Semarang: UNNES
- Benny, R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Padang: Universitas Andalas.
- Day, R. A. dan Underwood, A. L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Kelima*. Jakarta: Erlangga
- Evans, A. M. 1989. *Pengantar Geologi Bijih*. Dewan Bahasa dan Pustaka. Kementerian Pendidikan Malaysia: Kuala Lumpur.
- Firdiyono, F., Ginting, I., dan Mitsutomi, K. 1983. "Pengamatan Mineralogi Laterit Nikel Pomalaa". *Metalurgi*, 3, 3-9
- Hermawanti, Galuh R. 2008. *Analisis Tembaga Melalui Proses Kopresipitasi Menggunakan Nikel Dibutilditiokarbamat secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Tugas Akhir II. Semarang: FMIPA UNNES.
- Irwanuddin H.K., K. Sofjan Firdausi, dan Wahyu Setia Budi. 2004. "Identifikasi Unsur Nikel Dengan Teknik Laser Induced Plasma (LIP)". Dalam *Jurnal Berkala Fisika*, Vol.7, No.1 Hal. 24-27 Semarang: Universitas Diponegoro.
- Jamaludin Al Anshori. 2005. *Spektrometri Serapan Atom*. Bandung: Universitas Padjadjaran.
- Khopkar, S. M. 1984. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Bombay: Institut Teknologi India
- Leyva, D. 2011. *Separation and Determination of Selenium in Water Samples by The Combination of APDC Cpresipitation: X-Ray Fluorescence Spectrometry*. Hungary: Akademia Kiado.
- Prasetya, A. T. Haryani, S., dan Wijayanti, N. 2004. *Optimasi Analisis Nikel dari Inteferensi Kobalt dan Besi dalam Mineral laterit dengan AAS (atomic Absorption Spectrometry)*. *Penelitian Dosen Muda*. Semarang: FMIPA UNNES.
- Riska, S. S. 2008. *Analisis Nikel menggunakan Metode Uji Noda dengan Pengkhelat Dimetilgloksim*. Ringkasan. Tersedia di [http://eprints.undip.ac.id/7505/1/Abstrak\\_RiskaSartikaS.pdf](http://eprints.undip.ac.id/7505/1/Abstrak_RiskaSartikaS.pdf) [diakses 13 April 2011]

- Rusmini. 2010. *Analisis Besi Dalam Mineral Laterit melalui Proses Kopresipitasi Menggunakan Nikel Dibutil ditiokarbamat*. Semarang: UNNES.
- Snell, F.D. and Effrey, C.S. 1976. *Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis* 2<sup>nd</sup> ed. New York: John Willey and Sons.
- Sudrajat, A. 1999. *Teknologi dan Manajemen Sumberdaya Mineral*. Bandung: ITB.
- Sary, J & Irving, H. 1964. *The Solvent Extraction of Metal Chelates*. New York: Pergamon Press.
- Tahid. 2001. *Spektrofotometri UV-Vis dan Aplikasinya*. Bandung: Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.
- U Hakim. 2011. *Penggunaan Daun Pisang Batu (Musa Balbisiana Colla) Sebagai Adsorben Untuk Menyerap Logam Crom (Cr) Dan Nikel (Ni)*. Skripsi. Tersedia di [repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/27430/1/Appendix.pdf](http://repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/27430/1/Appendix.pdf) [diakses 1 Mei 2012].
- Widiarti, N. 2001. *Sintesis dan Karakterisasi Ligan Dibutil ditiokarbamat dan Aplikasinya pada Ekstraksi Ion Logam Tembaga (II)*. Skripsi. Semarang: Kimia, FMIPA, UNNES.
- Yathi, U.H. 2006. *Ekstraksi Ion Fe(III) Dengan Ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) Dalam Pelarut Metil Iso Butil Keton (MIBK)*. Semarang: UNNES.

**Lampiran 1**

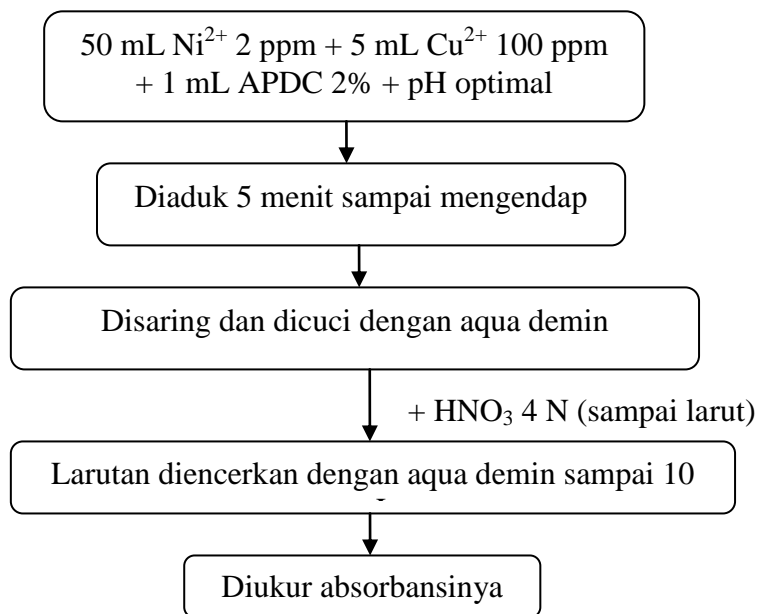
## Diagram kerja optimasi pH larutan



Dilakukan langkah yang sama pada **pH 3, 4, 5 dan 6.**

**Lampiran 2**

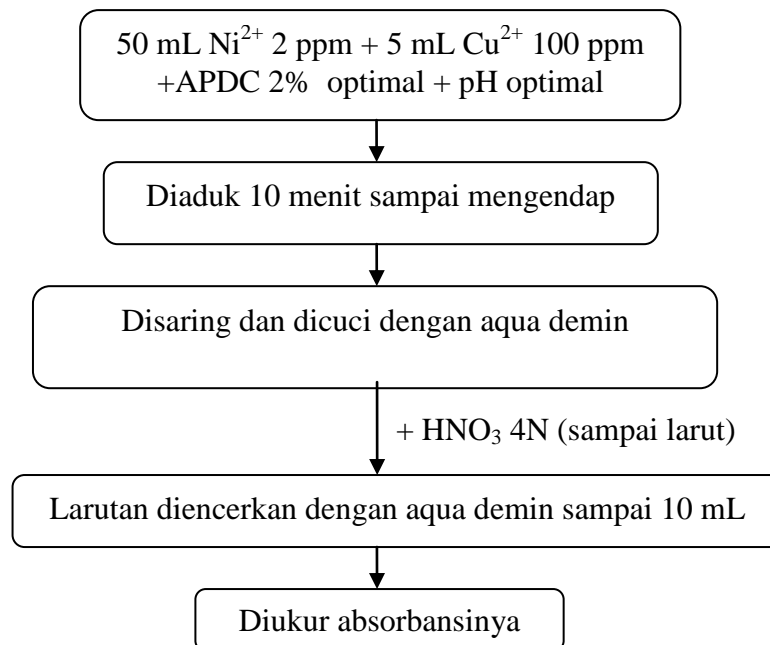
Diagram kerja Optimasi Volume APDC



Di lakukan langkah yang sama pada volume **2, 3, 4, 5, 6, dan 7mL.**

**Lampiran 3**

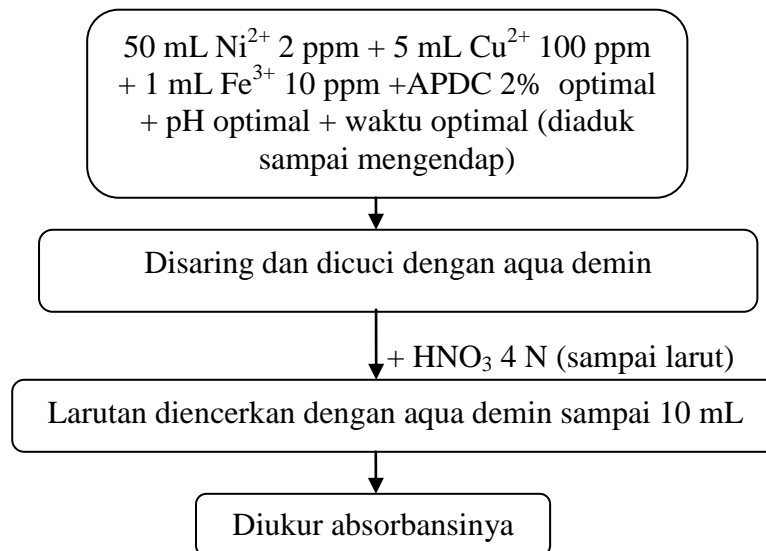
## Diagram kerja Optimasi Waktu Pengadukan



Dilakukan langkah yang sama dengan variasi waktu **15, 20, dan 25 menit**.

**Lampiran 4**

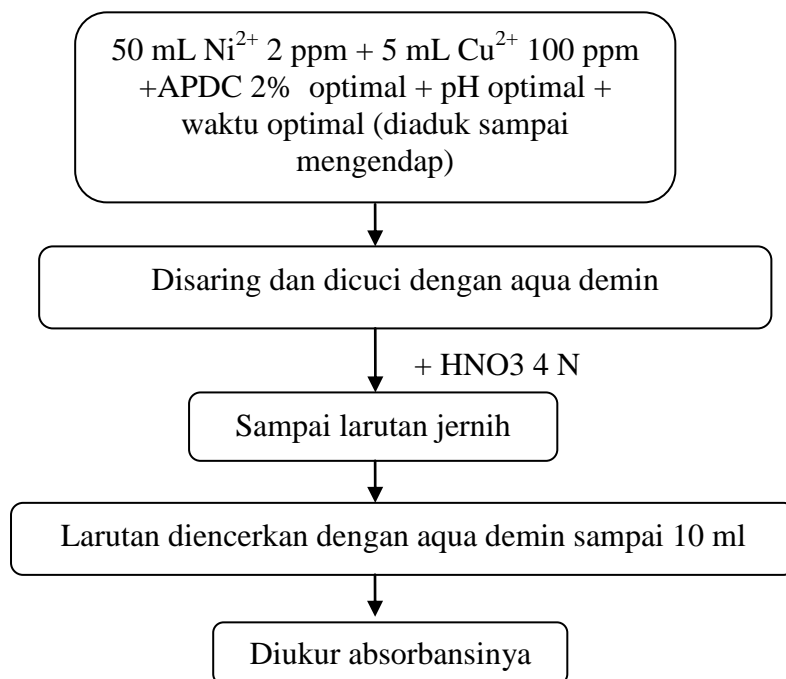
## Diagram kerja Kajian Interferensi Fe(III)



Dilakukan langkah yang sama variasi **20 ppm, 30 ppm, 40 ppm dan 50 ppm.**

**Lampiran 5**

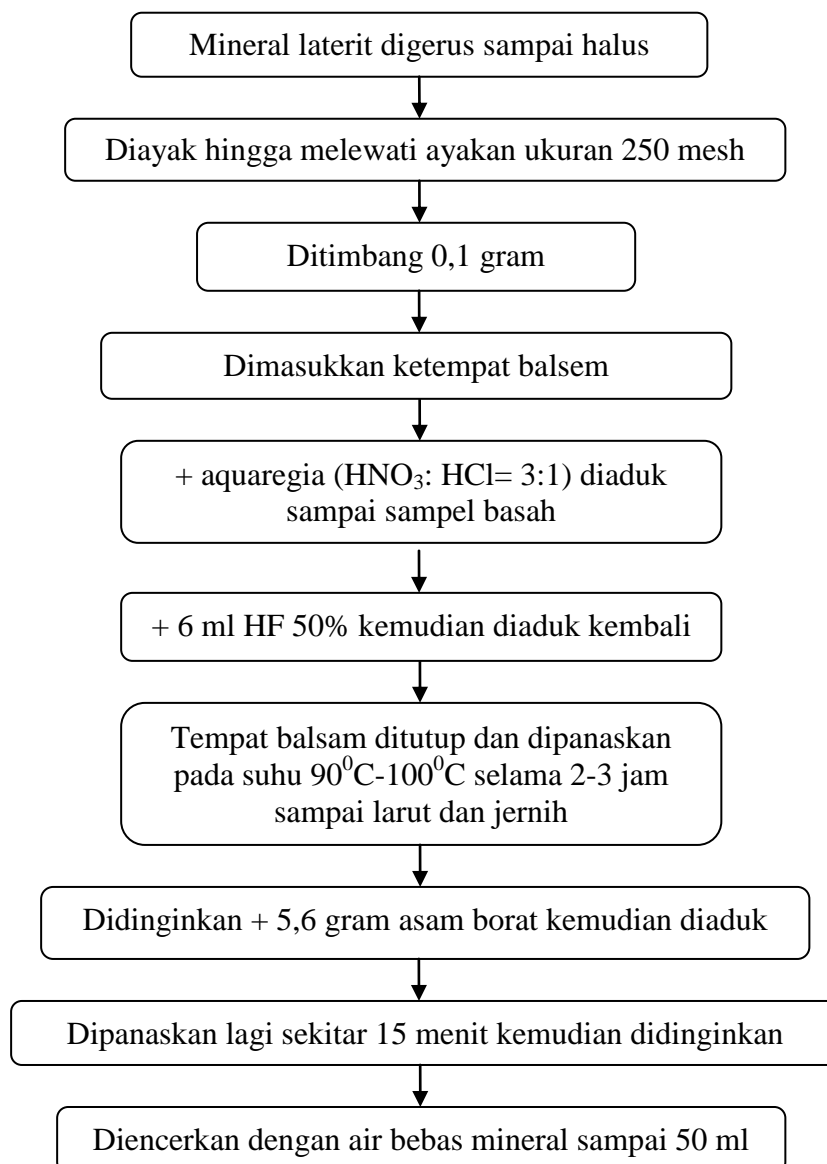
Diagram kerja uji temubalik konsentrasi Ni(II)



Dilakukan langkah yang sama pada konsentrasi Ni(II) 4 ppm dan 6 ppm kemudian absorbansi yang diperoleh diplotkan ke persamaan regresi.

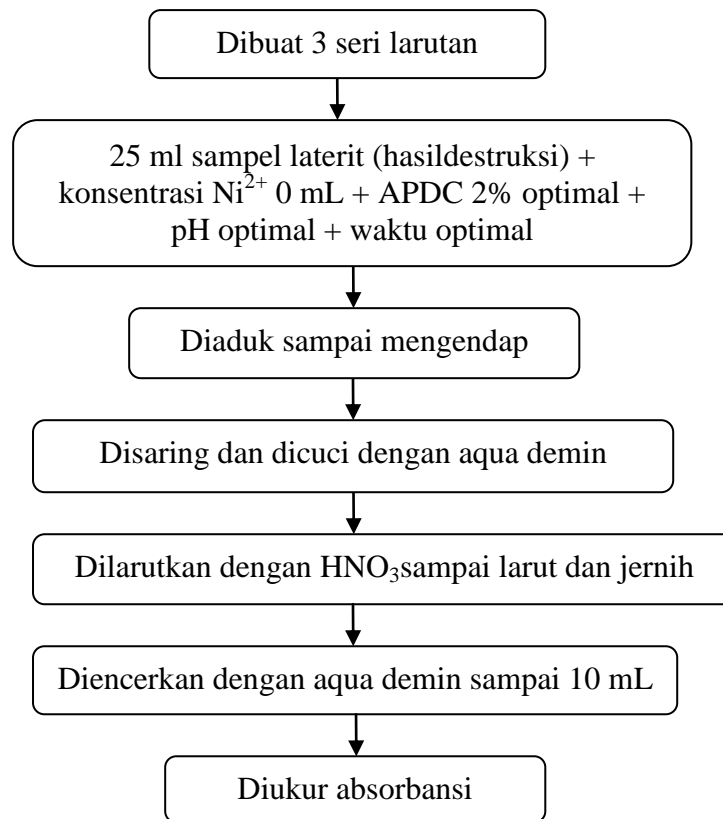
**Lampiran6****Penentuan Kadar Nikel dalam Mineral Laterit secara Kopersipitasi**

a. Diagram kerja pelarutan sampel laterit





## b. Diagram kerja kadar nikel dalam sampel laterit dengan SSA



Dilakukan langkah yang sama dengan variasi **2 mL** dan **4 mL**.

## Lampiran 7

### 1. Data pengamatan **Optimasi pH larutan** dalam Proses Kopresipitasi

No	Ni(II) 2 ppm (mL)	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% (mL)	pH	Abs
1	50	5	1	2	0,076
2	50	5	1	3	0,086
<b>3</b>	<b>50</b>	<b>5</b>	<b>1</b>	<b>4</b>	<b>0,134</b>
4	50	5	1	5	0,110
5	50	5	1	6	0,109

### 2. Data Pengamatan **Optimasi volume APDC 2%**

No	Ni(II) 2 ppm (mL)	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% (mL)	pH	Abs
1	50	5	2	4	0,112
2	50	5	3	4	<b>0,117</b>
3	50	5	4	4	0,121
4	50	5	5	4	0,128
<b>5</b>	<b>50</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>4</b>	<b>0,137</b>
6	50	5	7	4	0,120

### 3. Data pengamatan **Optimasi Waktu Pengadukan**

No	Ni(II) 2 ppm (mL)	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% (mL)	pH Optimum	Waktu Pengadukan (menit)	Abs
1	50	5	2	4	10	0,096
<b>2</b>	<b>50</b>	<b>5</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>15</b>	<b>0,154</b>
3	50	5	4	4	20	0,151
4	50	5	5	4	25	0,139

4. Kajian Interferensi **Fe(III)** terhadap **Ni(II)**

No	Ni(II) 2 ppm (mL)	Cu(II) 100 ppm (mL)	Fe(III) 1 ml (ppm)	APDC 2% Optimum (mL)	pH Optimum	Waktu Pengadukan Optimum (menit)	Abs
1	50	5	10	6	4	15	<b>0,117</b>
2	50	5	20	6	4	15	<b>0,132</b>
3	50	5	30	6	4	15	<b>0,150</b>
4	50	5	40	6	4	15	<b>0,179</b>
5	50	5	50	6	4	15	<b>0,204</b>

## 5. Data Absorbansi Pengaruh Variasi Konsentrasi Ni(II)

No	Ni(II) 50 ml (ppm)	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% Optimum (mL)	pH Optimum	Waktu Pengadukan Optimum (menit)	Abs
1	2	5	6	4	15	<b>0,057</b>
2	4	5	6	4	15	<b>0,113</b>
3	6	5	6	4	15	<b>0,165</b>

## 6. Data Pengamatan Absorbansi Ni(II) dalam Mineral Laterit

## a. Pembuatan Kurva Kalibrasi Ni(II)

No	Konsentrasi Ni(II) (ppm)	Abs
1	2	<b>0,031</b>
2	4	<b>0,053</b>
3	6	<b>0,077</b>
4	8	<b>0,099</b>
5	10	<b>0,118</b>

b. Data Pengamatan Kadar Nikel dalam Mineral laterit Menggunakan Metode Kopresipitasi

Sampel (mL)	Standart Ni(II) ( $\mu\text{g}$ )	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% optimum (mL)	pH optimum	Waktu Pengadukan optimum (menit)	Kadar Ni(II) yang didapat (mg/kg)	% Uji Temubalik
25	-	5	6	4	15	7500	-
25	4	5	6	4	15	7726	93,08
25	8	5	6	4	15	7954	95,83

## Lampiran 8

### Perhitungan larutan standart

- a. Ni(II) 1000 ppm (warna hijau)

$$\frac{Mr Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O}{Ar Ni} \times 250 mg = \frac{290,81}{58,71} = 1238,70 mg = 1,2387 gram \text{ dalam } 250 ml$$

$$\frac{100}{99} \times 1,2387 = 1,2512 gram$$

- b. Fe(III) 1000 ppm

$$1000 mg = 1000 mL$$

$$250 mg = 250 mL$$

$$\frac{Mr Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O}{Ar Fe} \times 250 mg = \frac{404}{56} = 1803,57 mg = 1,8036 gram$$

$$\frac{100}{99} \times 1,8036 = 1,8218 gram$$

- c. Cu(II) 1000 ppm

$$\frac{Mr Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O}{Ar Cu} \times 250 mg = \frac{241,60}{58,71} = 929,30 mg = 0,9293 gram$$

$$\frac{100}{99} \times 0,9293 = 0,9386 gram$$

- d. HCl 1 M

$$\text{Mol HCl } 37\% = \frac{0,37 \times 1,19 \times 1000}{36,5} = 12,06 mol$$

$$\text{M HCl } 37\% \text{ per liter} = 12,06 mol/L = 12,06 M$$

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$100 \cdot 1 = V_2 \cdot 12,06$$

$$V_2 = 8,2919 mL$$

f. NaOH 1 M

$$M = \frac{gr}{Mr} \times \frac{1000}{V}$$

$$1 = \frac{gr}{40} \times \frac{1000}{250}$$

$$gr = 10 \text{ gram}$$

g. APDC 2% dalam 250 mL

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 98\% = 250 \cdot 2\%$$

$$V_1 = 5,102 \text{ gram}$$

**Lampiran 9****Pengaruh Variasi Konsentrasi Ni(II)**

## 1. Menentukan Konsentrasi Terukur

$$y = 0,026x + 0,007$$

$$\text{Slope} = 0,026$$

$$\text{Intersep} = 0,007$$

Sampel 1 dengan  $A = 0,057$

$$0,057 = 0,026x + 0,007$$

$$0,05 = 0,026x$$

$$x = 1,9231 \text{ ppm}$$

$$x = 1,9231 \text{ mg/1000 mL}$$

$$x = 0,019231 \text{ mg}$$

Dengan cara yang sama sampel 2 diperoleh konsentrasi sebesar 4,0769 ppm atau 0,040769 mg.

Dengan cara yang sama sampel 3 diperoleh konsentrasi sebesar 6,07692 ppm atau 0,0607692 mg.

## 2. Konsentrasi Standart

$$y = 0,026x + 0,007$$

$$\text{Slope} = 0,026$$

$$\text{Intersep} = 0,007$$

Standart 1 dengan  $A = 0,059$

$$0,059 = 0,026x + 0,007$$

$$0,052 = 0,026x$$

$$x = 2 \text{ ppm}$$

$$x = 2 \text{ mg/1000 mL}$$

$$x = 0,02 \text{ mg}$$

Dengan cara yang sama standart 2 diperoleh konsentrasi sebesar 4,2692 ppm atau 0,042692 mg.

Dengan cara yang sama standart 3 diperoleh konsentrasi sebesar 6,2692 ppm atau 0,062692 mg.

$$3. \%Temubalik = \frac{\textit{konsentrasi Terukur}}{\textit{konsentrasi standart}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,019231}{0,02} \times 100\%$$

$$= 96,15\%$$

Dengan cara yang sama % temu balik 2 diperoleh sebesar 95,49%

Dengan cara yang sama % temu balik 3 diperoleh sebesar 96,93%

$$\%TemubalikRata - rata = \frac{96,15\% + 95,49\% + 96,93\%}{3}$$

$$= 96,19\%$$



## Lampiran10

### Penentuan Kadar Nikel Dalam Mineral Laterit

#### 1. Untuk Ni(II) 0 mL

$$y = 0,011x + 0,004$$

$$0,037 = 0,011x + 0,004$$

$$0,033 = 0,011x$$

$$x = 3 \text{ ppm (setelah pengenceran 5x)}$$

$$x = 15 \text{ mg/L (sebelum pengenceran)}$$

$$x = 0,375 \text{ mg dalam 25 mL sampel}$$

$$x = 0,75 \text{ mg dalam 50 mL sampel atau 0,1 gram sampel}$$

$$x = 7500 \text{ mg/kg atau 7500 ppm.}$$

#### 2. Untuk Ni(II) 2 mL

$$y = 0,011x + 0,004$$

$$0,038 = 0,011x + 0,004$$

$$0,034 = 0,011x$$

$$x = 3,0909 \text{ ppm (setelah pengenceran 5x)}$$

$$x = 15,4545 \text{ mg/L (sebelum pengenceran)}$$

$$x = 0,3863 \text{ mg dalam 25 mL sampel}$$

$$x = 0,7726 \text{ mg dalam 50 mL sampel atau 0,1 gram sampel}$$

$$x = 7726 \text{ mg/kg}$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{0,7726 \text{ mg}}{(0,75 \text{ mg} + 4 \mu\text{g})} \times 100\% = \frac{0,7726 \text{ mg}}{(0,75 \text{ mg} + 0,04 \text{ mg})} \times 100\% = 93,08\%$$

**3. Untuk Ni(II) 4 mL**

$$y = 0,011x + 0,004$$

$$0,038 = 0,011x + 0,004$$

$$0,035 = 0,011x$$

$$x = 3,1818 \text{ ppm (setelah pengenceran 5x)}$$

$$x = 15,909 \text{ mg/L (sebelum pengenceran)}$$

$$x = 0,3977 \text{ mg dalam 25 mL sampel}$$

$$x = 0,7954 \text{ mg dalam 50 mL sampel atau 0,1 gram sampel}$$

$$x = 7954 \text{ mg/kg.}$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{0,7954 \text{ mg}}{(0,75 \text{ mg} + 8 \mu\text{g})} \times 100\% = \frac{0,7954 \text{ mg}}{(0,75 \text{ mg} + 0,08 \text{ mg})} \times 100\% = 95,83\%$$

**4. Kadar Ni(II) sebenarnya**

$$\frac{100}{94,45} \times 0,75 = 0,7940 \text{ mg / kg sampel}$$

**DOKUMENTASI**

Ni(II) 2 ppm + APDC



Ni(II) 2 ppm + APDC + Cu(II)

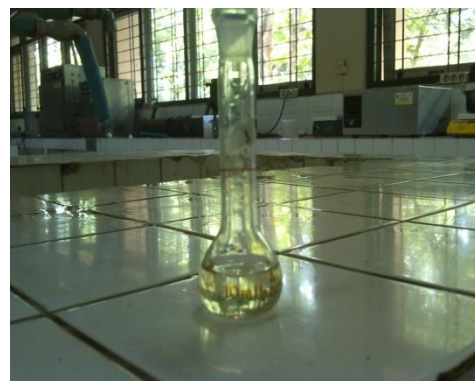


Proses pengukuran pH



Proses

Penyaringan

Proses penambahan HNO<sub>3</sub>

Pengenceran hingga 10 mL



Proses destruksi Mineral laterit



Sampel hasil destruksi + APDC + Cu(II)



Sampel siap diuji dengan AAS