



METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS UNTUK PENGUJIAN KADAR SILIKA DALAM NATRIUM ZIRKONAT

Purwanto A. dan Farida Ernawati

Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN, Yogyakarta

Email : ptapb@batan.go.id

ABSTRAK

METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS UNTUK PENGUJIAN SILIKA DALAM NATRIUM ZIRKONAT. Telah dipelajari pengujian silika dalam Na_2ZrO_3 dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Larutan mengandung Si dalam suasana asam direaksikan dengan amonium heptamolibdat terbentuk senyawa kompleks asam molibdosilikat, $\text{H}_4[\text{SiMo}_{12}\text{O}_{40}]$ yang berwarna kuning. Larutan ini kemudian direduksi menggunakan reduktor SnCl_2 dan asam askorbat sehingga terbentuk heteropoli biru menyerap sinar pada panjang gelombang (λ) 812 nm. Uji unjuk kerja dilakukan dengan mengoptimasi panjang gelombang (λ) maksimum, waktu kestabilan kompleks, pH/keasaman, konsentrasi pengompleks dan konsentrasi pereduksi. Dipelajari pengaruh matriks zirkonium, penentuan batas deteksi, uji presisi dan recovery. Optimasi terhadap Si 1,0 ppm diperoleh kondisi optimum adalah λ maksimum 812 nm, waktu kestabilan kompleks 30-60 menit, pH 0,8 ; pengompleks amonium molibdat 10 % 0,2 mL (1,6 mM), asam oksalat 10% 0,2 mL ($1,6 \cdot 10^{-2} \text{M}$), reduktor asam askorbat 1,3% 0,2 mL (1,5 mM). Kurva standar linier pada kisaran konsentrasi 0,2 – 1,0 ppm, batas deteksi 0,108 ppm. Zirkonium dengan konsentrasi 100 kalinya mengganggu, dicoba dipisahkan dengan cara pencucian atau pelindihan Na_2ZrO_3 menggunakan air panas. Natrium zirkonat 0,500 g dilindi dengan 25 mL air panas $\pm 70^\circ\text{C}$ diaduk sambil dipanaskan ± 6 jam, didiamkan semalam kemudian disaring, filtrat ditepatkan volume 25 mL dalam labu takar. Pencucian dilakukan 7 kali pengulangan, filtrat F1 s/d F7 dianalisis diperoleh kadar Si dalam Na_2ZrO_3 2,33%. Validitas metoda ditentukan dengan menguji presisi, akurasi, batas deteksi, selektivitas dan rentang konsentrasi yang memenuhi hukum Lambert-Beer. Hasil uji presisi diperoleh 1,88 % dan recovery diperoleh $97,65 \pm 4,18$ %.

Kata kunci : silika, molibdosilikat, natrium zirkonat

ABSTRACT

UV-VIS SPECTROPHOTOMETRY METHOD FOR THE DETERMINATION OF SILICA IN SODIUM ZIRCONATE. UV-Vis spectrophotometry method for the determination of silica in Na_2ZrO_3 has been studied. The acidic solution containing Si reacted with ammonium heptamolibdat to form complex compounds molibdosilikat, $\text{H}_4[\text{SiMo}_{12}\text{O}_{40}]$ are colored yellow. This solution was then reduced using SnCl_2 and ascorbic acid to form the heteropoly blue and absorbs light at a wavelength (λ) 812 nm. Performance testing is done by optimizing the maximum wavelength (λ), the complex stability, pH/acidity, concentration of complexing and reducing agent. Studied the influence of zirconium matrix, the determination of detection limits, precision and recovery test. The optimization of 1.0 ppm Si was obtained under optimum conditions the maximum wavelength 812 nm, the stability of complexes 30-60 minutes, pH 0.8, complexing agent 10% ammonium molybdate is 0.2 mL (1.6 mM), 10 % oxalic acid is 0.2 mL ($1.6 \cdot 10^{-2} \text{M}$), reducing agent 1.3% ascorbic acid is 0.2 mL (1.5 mM). Standard curve was linear in the range of concentrations from 0.2 to 1.0 ppm, detection limit is 0.108 ppm. Zirconium with 100 times concentration of silica is interference. To reduce the interference of zirconium separation attempted by way of washing or leaching Na_2ZrO_3 using hot water was repeated several times, the precipitate separated by a filter. Sodium zirconate weight 0.500 g leached with 25 mL of hot water mixed with a heated 70°C 6 hours, allowed to stand overnight and then filtered, the filtrate



**PROSIDING SEMINAR
PENELITIAN DAN PENGELOLAAN PERANGKAT NUKLIR
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Yogyakarta, 26 September 2012**

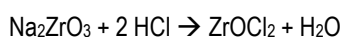
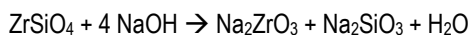
matched volume of 25 mL flask. Performed seven times repeated washing, the filtrate from F1 to F7 analyzed Si levels obtained in Na₂ZrO₃ is 2.33%. The validity of the method are precision, accuracy, detection limit, selectivity and range of concentrations that meet the Lambert-Beer law. The results of precision is 1.88% and recovery is 97.65 ± 4.18%

Key words : *silica, molibdosilicate, sodium zirconate*

PENDAHULUAN

Senyawa natrium zirkonat (Na₂ZrO₃) merupakan produk antara (*intermediate product*) pada pembuatan zirkonium oksida (ZrO₂) dari pasir zirkon. Natrium zirkonat merupakan bahan yang bisa dibuat menjadi zirkonia (ZrO₂) dengan cara pelarutan dalam asam klorida. Natrium zirkonat larut dalam asam membentuk zirkonil klorida yang disertai kristal air, bila dikalsinasi sampai suhu sekitar 900 °C akan menjadi zirkonia (ZrO₂). Zirkonia merupakan salah satu bahan industri yang mempunyai potensi cukup baik untuk dikembangkan. Mineral zirkon banyak dijumpai sebagai hasil samping pabrik timah Bangka dan Kalimantan.^(1,3) Pada saat ini di PTAPB-BATAN sedang dilakukan proses pembuatan zirkonium oksida (ZrO₂) dari bahan baku pasir zirkon. Zirkonium mempunyai sifat tahan terhadap suhu tinggi, tahan korosi, mempunyai tampang lintang serapan neutron termal yang kecil, yaitu 0,18-0,2 barn, dan menaikkan sifat fisis terhadap logam paduannya. Berdasarkan sifat-sifat tersebut, zirkonium sering digunakan dalam berbagai bidang industri. Dalam bidang industri nuklir, digunakan sebagai bahan struktur reaktor nuklir maupun kelongsong bahan bakar nuklir, dan sebagai bahan bakar reaktor suhu tinggi dalam bentuk zirkon karbida (ZrC).

Pada proses pembuatan zirkonium oksida, melalui tahapan peleburan pasir zirkon menggunakan NaOH menghasilkan natrium zirkonat sebagai produk antara yang selanjutnya diproses dengan pelindihan menggunakan air dan dilanjutkan proses pelarutan menggunakan HCl menghasilkan ZrOCl₂, dengan persamaan reaksi berikut :



Tahapan berikutnya adalah kalsinasi terhadap ZrOCl₂ akan diperoleh ZrO₂. Dari reaksi tersebut natrium zirkonat tercampur dengan natrium silikat. Untuk uji kualitas tingkat kemurnian hasil proses pasir zirkon menjadi natrium zirkonat perlu dilakukan uji pengotor silika. Sehingga dalam penelitian ini akan dilakukan analisis kadar Si dalam produk natrium zirkonat dengan metode

spektrofotometri. Metode ini mempunyai keuntungan sensitif, batas deteksinya rendah, mudah, akan tetapi kelemahannya adalah perlu perlakuan awal untuk menghilangkan unsur-unsur pengganggu, dan menggunakan beberapa macam bahan kimia sebagai pereaksi. Untuk mendapatkan data pengujian yang valid, diperlukan validasi metode analisis dengan parameter adalah akurasi, presisi, batas deteksi, selektivitas, linieritas kisaran konsentrasi. Sehingga tujuan penelitian ini adalah mendapatkan validitas metode spektrofotometri untuk analisis Si dalam natrium zirkonat.

Metode spektrofotometri ultra violet-tampak (*UV-Vis*) secara umum berdasarkan pembentukan warna antara analit dengan pereaksi yang digunakan. Dengan menggunakan pereaksi warna menjadi lebih peka, menaikkan sensitivitas sehingga batas deteksinya menjadi rendah. Prinsip analisis dengan metode asam askorbat adalah Si dalam media asam bereaksi dengan ammonium molibdat membentuk heteropoli-asam silikomolibdat, kemudian direduksi dengan asam askorbat membentuk warna tajam molibdenum biru. Pemilihan metode berdasarkan pertimbangan besarnya konsentrasi Si dalam contoh uji⁽⁴⁾.

Larutan amonium heptamolibdat pada pH ± 1,2 bereaksi dengan silika dan fosfat membentuk asam heteropoli. Asam oksalat ditambahkan untuk memecah asam molibdofosfat tetapi tidak untuk asam molibdosilikat⁽⁴⁾. Prinsip metode ini adalah larutan mengandung Si konsentrasi kecil ditentukan secara spektro-fotometri dengan mereaksikannya dengan amonium hepta molibdat dalam suasana asam pH 0,8. akan terbentuk kompleks asam molibdo silikat H₄[SiMo₁₂O₄₀] yang berwarna kuning menyerap sinar pada panjang gelombang 400 nm. Larutan ini kemudian direduksi sehingga terbentuk heteropoli biru, menggunakan reduktor SnCl₂, asam askorbat atau 1-amino-2-naphthol-4-sulphonic acid dan natrium hidrogen sulfid. Warna biru lebih nyata dari pada warna kuning dan menaikkan sensitifitas^(4,5). Dalam penelitian ini sampel yang akan dianalisis adalah natrium zirkonat Na₂ZrO₃, hasil proses peleburan pasir zirkon, sehingga diperkirakan masih mengandung Si dari Na₂SiO₃. Silikat mempunyai sifat reaksi yang identik dengan fosfat membentuk asam



silikomolibdat dengan reaksi serupa, sehingga diperlukan pemilihan metode yang dapat mengeliminasi gangguan tersebut.

TATA KERJA

Bahan kimia

Larutan standar Si 1000 ± 5 mg/L, ammonium heptamolibdat, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, asam oksalat, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, asam askobat, $\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_6$, stano klorida, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, asam klorida, HCl, asam nitrat, HNO_3 , ammonia, NH_4OH , zirkonil klorida, $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, natrium zirkonat, Na_2ZrO_3 , Semua bahan buatan Merck berkualitas p.a. akuabides dan cuplikan natrium zirkonat buatan lokal.

Peralatan

Seperangkat alat spektrofotometer Genesys 20, kuvet, pH meter, neraca analitik digital "Mettler", kompor pemanas dengan pengaduk magnet, beker teflon, mikro pipet kapasitas 100–1000 μL , alat-alat gelas dan peralatan laboratorium lainnya (labu takar 10 mL, dan pipet ukur).

Cara kerja

Penentuan panjang gelombang (λ) optimum

Larutan standar Si 10 ppm dipipet 1,0 mL dimasukkan ke dalam beker polietilen, ditambah berturut-turut 100 μL larutan HCl (1:1), 200 μL amonium heptamolibdat 10 % tunggu 5-10 menit, 200 μL asam oksalat 10 % tunggu 5-10 menit, 200 μL larutan pereduksi asam askorbat. Larutan ditambah akuabides, pH ditepatkan 0,8 dengan penambahan HNO_3 atau NH_4OH . Larutan dipindah ke dalam labu takar 10 mL, volume ditepatkan dengan akuabides pH 0,8, reaksi ditunggu 40 menit. Larutan di *scan* dari panjang gelombang (λ) 190 - 800 nm, dan dikoreksi terhadap larutan blangko. Dari kurva serapan terhadap panjang gelombang, ditentukan (λ) pada serapan maksimum.

Penentuan waktu kestabilan kompleks

Disiapkan 2 buah beker polietilen 25 mL, untuk larutan blangko dan larutan uji. Larutan standar Si 10 ppm dipipet 1,0 mL dimasukkan ke dalam wadah polietilen, ditambah berturut-turut : 100 μL larutan HCl (1:1), pereaksi 200 μL amonium heptamolibdat 10 % ditunggu 5-10 menit, 200 μL asam oksalat 10 % ditunggu 5-10 menit, 200 μL larutan pereduksi asam askorbat. Larutan ditambah akuades, pH ditepatkan 0,8 dengan HNO_3 atau NH_4OH . Larutan dipindah ke dalam labu takar 10 mL, volume ditepatkan dengan akuabides pH 0,8, reaksi ditunggu 40 menit. Diukur serapannya pada λ 812 nm untuk selang waktu : 10, 20 dan 30

menit, dievaluasi kestabilan serapan terhadap waktu.

Dilakukan optimasi kondisi analisis dengan parameter : pH / keasaman, optimasi konsentrasi pengompleks amonium heptamolibdat, dan optimasi asam oksalat.

Pengaruh zirkonium / uji selektivitas

Dibuat 3 buah larutan Si 1,0 ppm dalam labu takat 10 mL, dibuat beberapa larutan Si 1,0 ppm ditambah matriks zirkonium 1,0 ppm, 2,0 ppm s/d 10 ppm, 10 ppm s/d 50 ppm, 50 ppm s/d 200 ppm. Perbandingan konsentrasi Si dengan Zr 1:1 s/d 1:200. Dibuat seri larutan standar Si 1,0 ppm 1,5 ppm s/d 3,0 ppm. Masing-masing larutan diukur serapannya pada panjang gelombang 812 nm. Konsentrasi Si 1,0 ppm murni dibandingkan dengan adanya pengaruh unsur matriks zirkonium.

Kurva standar

Disiapkan 6 buah beker polietilen kapasitas 25 mL, masing-masing diisi larutan standar Si 10 ppm dengan volume : 0 , 200, 400, 600, 800 dan 1000 μL . Ditambah 100 μL larutan HCl (1:1), 200 μL amonium hepta molibdat 10 %, reaksi dibiarkan 5-10 menit. Ditambah 200 μL asam oksalat 10 %, reaksi dibiarkan 5-10 menit, ditambah 200 μL larutan reduktor asam askorbat. Larutan ditepatkan pH 0,8 menggunakan pH meter, dengan menambahkan HNO_3 atau NH_4OH . Larutan dipindah ke dalam labu takar 10 mL, volume ditepatkan hingga tanda tera dengan akuades pH 0,8, dan segera dipindah ke dalam wadah polietilen, reaksi ditunggu 30-60 menit. Diukur serapannya pada λ 812 nm, dan larutan blangko sebagai pembanding.

Preparasi cuplikan (Pelindihan dengan air)

Cuplikan natrium zirkonat, Na_2ZrO_3 ditimbang tepat 0,500 gram, dimasukkan ke dalam beker teflon kapasitas 100 mL, dilindi dengan 25 mL air panas ($\pm 70^\circ\text{C}$) diaduk sambil dipanaskan $\pm 70^\circ\text{C}$ dalam water bath, selama 7-8 jam kemudian dibiarkan semalam. Disaring dengan kertas saring, filtrat (1) ditampung dalam labu takar 25 mL, filtrat keruh berwarna putih dilarutkan dengan 0,5 mL HF pekat. Filtrat saringan ke 1 ditambah akuades dan ditepatkan sampai tanda tera, larutan ini sebagai cuplikan untuk ditentukan kadar Si-nya.

Endapan dalam kertas saring dimasukkan ke dalam beker teflon, dilindi untuk ke-2 dengan 25 mL air panas ($\pm 70^\circ\text{C}$) diaduk sambil dipanaskan dalam water bath selama 7-8 jam dan dibiarkan semalam. Disaring dengan kertas saring, filtrat (2) ditampung dalam labu takar 25 mL, filtrat keruh berwarna putih dilarutkan dengan 0,5 mL HF pekat. Filtrat saringan ke 2 ditambah akuades dan



**PROSIDING SEMINAR
PENELITIAN DAN PENGELOLAAN PERANGKAT NUKLIR
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Yogyakarta, 26 September 2012**

ditepatkan sampai tanda tera, larutan ini sebagai cuplikan untuk ditentukan kadar Si-nya.

Endapan dalam kertas saring dimasukkan ke dalam beker teflon, dilindi untuk ke 3 dan seterusnya. Pekerjaan ini diulangi beberapa kali hingga diperoleh filtrat dengan kadar Si yang sangat rendah, atau hampir sama dengan larutan blanko. Kadar Si dalam cuplikan adalah jumlah konsentrasi Si dari Filtrat (1), Filtrat (2), dan seterusnya. Dihitung konsentrasi Si dalam cuplikan menggunakan persamaan regresi linier dari kurva standar.

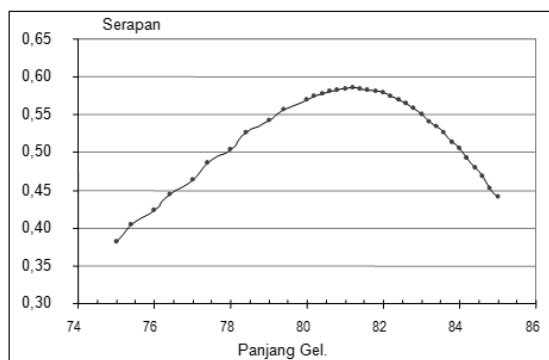
Penentuan akurasi (uji *recovery*) dan presisi

Untuk menentukan uji *recovery* dibuat kurva kalibrasi standar Si konsentrasi 0,2 s/d 1,0 ppm, persamaan garis regresi dari kurva kalibrasi ini digunakan untuk menentukan kadar Si dalam filtrat mengandung Si. Selanjutnya ke dalam larutan contoh tersebut di *spike* dengan larutan standar Si konsentrasi tertentu dan dihitung harga konsentrasi Si. Selisih antara konsentrasi Si hasil uji (sampel ditambah standar Si) dengan harga sesungguhnya dikalikan 100 merupakan persen *recovery*. Sedangkan presisi ditentukan dari koefisien variasi dengan menghitung simpangan baku (σ) pengulangan pengujian larutan contoh uji (minimal 7 kali pengulangan), dengan rumus : $\% CV = \frac{\sigma}{\bar{X}} \times 100$.

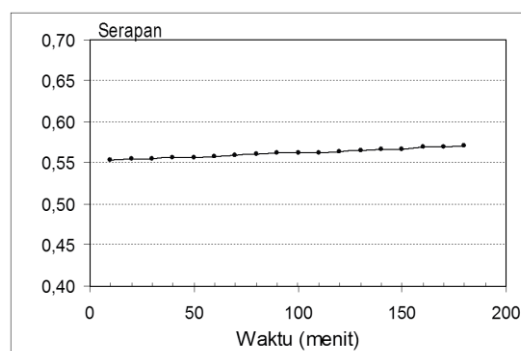
HASIL DAN PEMBAHASAN

Prinsip penentuan Si dengan metode spektrofotometri adalah larutan mengandung Si dalam suasana asam direaksikan dengan amonium heptamolibat terbentuk senyawa kompleks asam molibdosilikat, $H_4[SiMo_{12}O_{40}]$ yang berwarna kuning. Larutan ini kemudian direduksi menggunakan reduktor $SnCl_2$ dan asam askorbat sehingga terbentuk heteropoli biru. Warna biru lebih nyata dari pada warna kuning dan menaikkan sensitifitas. Serapan kompleks antara Si dengan amonium heptamolibat dalam larutan suasana asam pH 0,8 yang diamati serapannya dari panjang gelombang (λ) 750 nm hingga 850 nm. Dari spektra serapan terhadap panjang gelombang pada Gambar 1, diperoleh bahwa serapan maksimum terjadi pada panjang gelombang (λ) 812 nm.

Pengamatan waktu kestabilan kompleks dilakukan terhadap Si 1,0 ppm dalam suasana asam pH 0,8, volume amonium heptamolibat 10% 0,2 mL. Serapan kompleks dicatat pada panjang gelombang (λ) 812 nm untuk setiap selang waktu pengamatan menit ke 10, 20 hingga 180 menit dari saat direaksikan, data percobaan ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 1. Pengaruh panjang gelombang terhadap serapan kompleks Si dengan ammonium heptamolibat



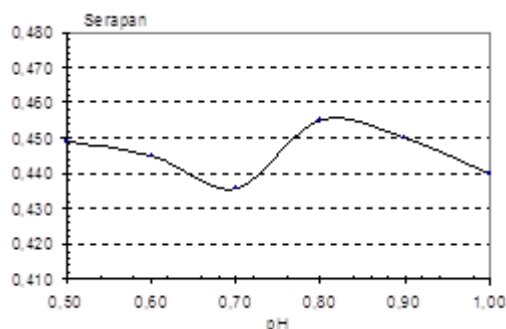
Gambar 2. Pengaruh waktu reaksi terhadap serapan kompleks Si-ammonium molibat yang diamati pada waktu reaksi 10-180 menit

Serapan kompleks asam molibdosilikat dari menit ke 30 hingga menit ke 60 relatif stabil tidak ada beda nyata. Penentuan waktu kestabilan kompleks ini dengan tujuan untuk mengetahui berapa lama waktu kestabilannya. Waktu kestabilan berpengaruh terhadap kepadat-ulangan bila waktu kestabilannya lama maka kepadat-ulangannya makin baik.

Variasi pH/keasaman larutan

Variasi pH dilakukan terhadap larutan Si 1,0 ppm, serapan kompleks diamati pada panjang gelombang 812 nm. Keasaman larutan diukur sebagai pH dioptimasi dengan melakukan variasi penambahan HNO_3 atau NH_4OH sehingga pH larutan divariasasi 0,50 hingga 1,0 hasil percobaan ditunjukkan pada Gambar 3.

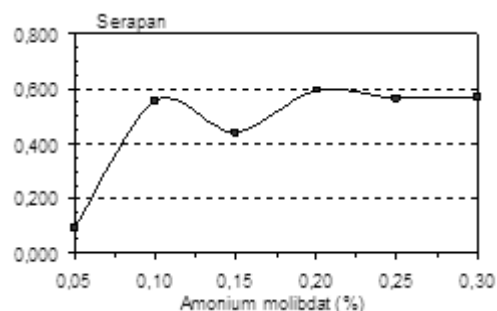
Dari Gambar 3. diperoleh bahwa pada pH 0,5 hingga 0,7 serapannya kecil belum maksimum sedangkan pada pH 0,8 diperoleh serapan yang maksimum, sedangkan pada pH 0,9 dan 1,0 serapannya turun. Sehingga pada percobaan selanjutnya pada pembuatan kurva standar dan cuplikan keasaman /pH larutan ditepatkan menjadi 0,8.



Gambar 3. Pengaruh keasaman (pH) terhadap serapan larutan Si 1,0 ppm.

Variasi pengompleks amonium heptamolibat

Variasi pengompleks terhadap larutan Si 1 ppm., dengan variasi volume larutan amonium heptamolibat 10 % dari 0,05 mL hingga 0,3 mL. Serapan dicatat untuk setiap variasi volume pada panjang gelombang 812 nm. Kurva antara konsentrasi pengompleks (%) terhadap serapan ditunjukkan pada Gambar 4. Pada penambahan amonium heptamolibat 0,05 % serapannya sangat kecil, pada penambahan 0,10 % serapan masih menunjukkan kenaikan. Hal ini disebabkan jumlah ligan yang ditambahkan belum cukup untuk membentuk kompleks, reaksi belum sempurna sehingga serapannya belum maksimal. Dari Gambar 4 diperoleh bahwa dengan volume pengompleks 0,2 mL memberikan serapan yang besar. Sehingga pada percobaan selanjutnya pembuatan kurva standar dan duplikan digunakan volume pengompleks 0,20 mL dalam larutan akhir 10 mL yang setara dengan 0,2% atau $1,6 \times 10^{-3}M$.

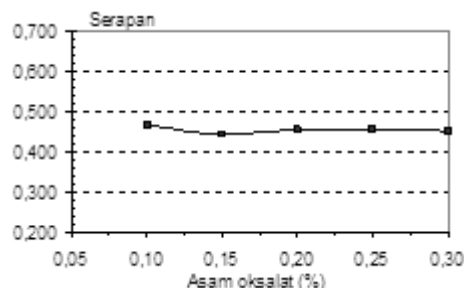


Gambar 4. Pengaruh amonium hepta molibat (%) terhadap serapan Si 1,0 ppm.

Variasi asam oksalat

Asam oksalat ditambahkan untuk memecah asam molibdofosfat tetapi tidak untuk asam molibdosilikat. Variasi asam oksalat 10 % terhadap larutan Si 1,0 ppm dengan variasi volume 0,050 mL hingga 0,30 mL, serapan dicatat setiap variasi volume. Kurva antara konsentrasi asam oksalat (%) terhadap serapan ditunjukkan pada Gambar 5. Diperoleh bahwa pada penambahan kurang dari 0,20 mL serapan belum stabil, dimungkinkan adanya

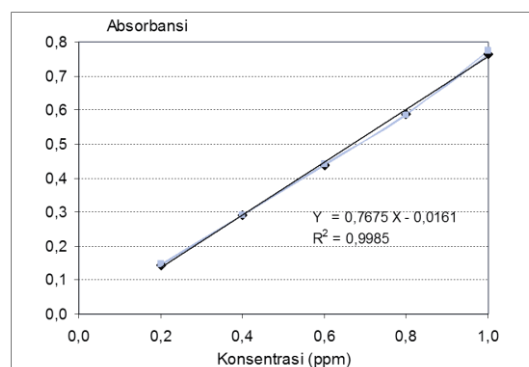
gangguan dari fosfat membentuk asam molibdofosfat. Pada penambahan 0,20–0,30 mL asam oksalat 10% memberikan serapan yang stabil, sejumlah asam oksalat ini telah cukup untuk mengurangi gangguan dari asam molibdofosfat. Sehingga pembuatan kurva standar dan duplikan digunakan 0,20 mL asam oksalat 10% dalam volume akhir 10 mL, setara dengan 0,2% atau $1,6 \times 10^{-4}M$.



Gambar 5. Pengaruh asam oksalat (%) terhadap serapan Si 1,0 ppm

Linieritas konsentrasi terhadap serapan (kurva kalibrasi)

Kurva standar Si dengan kisaran konsentrasi 0,2 – 1,0 ppm, serapan diamati pada panjang gelombang 812 nm untuk setiap variasi konsentrasi. Kurva standar Si ditunjukkan pada Gambar 6. Dari kurva kalibrasi diperoleh hubungan linier antara konsentrasi Si terhadap serapan dengan persamaan regresi linier $Y = 0,7675 X - 0,0161$, koefisien korelasi (r) = 0,9993



Gambar 6. Kurva standar Si konsentrasi 0,2 - 1,0 ppm.

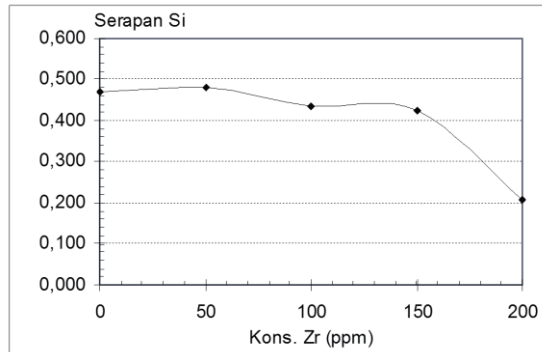
Pengaruh zirkonium/ uji interferensi

Dipelajari pengaruh unsur mayor zirkonium terhadap analisis Si 1,0 ppm, hasil percobaan ditunjukkan pada Gambar 7. Spektra larutan yang hanya mengandung Zr 10 ppm pada panjang gelombang 812 nm tidak ada serapan. Dari Gambar 7 terlihat bahwa larutan Si 1,0 ppm dengan adanya Zr 50 ppm belum ada pengaruh yang berarti, tetapi dengan adanya Zr 100 ppm (1:100) telah mengganggu menyebabkan serapan Si menurun. Hal



**PROSIDING SEMINAR
PENELITIAN DAN PENGELOLAAN PERANGKAT NUKLIR
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Yogyakarta, 26 September 2012**

ini dimungkinkan bahwa jumlah Si yang bereaksi dengan amonium heptamolibdat membentuk asam molibdosilikat terganggu oleh adanya zirkonium.



Gambar 7. Pengaruh konsentrasi zirkonium terhadap analisis Si 1,0 ppm

Uji akurasi (recovery) dan uji presisi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Pada prinsipnya akurasi diukur dengan membubuhkan sejumlah kuantitatif unsur yang diuji ke dalam matrik *sample*, kemudian dilakukan pengujian untuk menentukan kembali unsur yang diuji. Dalam penelitian ini uji perolehan kembali (*recovery*) dilakukan dengan cara menganalisis Si dalam filtrat (FD-1), dipipet 0,5 mL dibuat 3 buah larutan. Masing-masing diadisi dengan 0,2 ml larutan standar Si 10 ppm (0,2 ppm), dilakukan preparasi seperti pada pembuatan kurva standar. Dihitung konsentrasi Si dalam sampel sebelum dan setelah diadisi menggunakan persamaan regresi dari kurva standar, data percobaan uji perolehan kembali ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Uji perolehan kembali Si dalam sampel diadisi dengan 0,2 ppm

No	Serapan (λ 812 nm)	Si dalam Sampel (ppm)	Hasil uji* Adisi (ppm)	Perolehan Kembali (ppm)	Recovery (%)
Cuplikan 1	0,754	0,6262	0,8152	0,1890	94,49
Cuplikan 2	0,756	0,6262	0,8184	0,1922	96,09
Cuplikan 3	0,764	0,6262	0,8310	0,2048	102,39
Rerata = $97,65 \pm 4,18$ %					

*) Dihitung dengan persamaan $Y = 0,6350 X + 0,363$

Tabel 2. Analisis Si dalam filtrat dari pelindian Na_2ZrO_3 .

Kode	Pengenceran (kali)	Absorbansi λ 812 nm	Kons. Regr *) ($\mu\text{g/L}$)	Kons.x P (mg/L)	Kons. Si dlm 25mL (mg)	Konsentrasi (mg/g)	Kadar Si (%)	
FB-1	a	200,0	0,478	585,018	117,004	2,925	5,850	0,59
	b	200,0	0,520	634,958	126,992	3,175	6,350	0,64
FB-2	a	100,0	0,877	1059,453	105,945	2,649	5,297	0,53
	b	100,0	0,950	1146,254	114,625	2,866	5,731	0,57
FB-3	a	100,0	0,085	117,717	11,772	0,294	0,589	0,06
	b	100,0	0,111	148,633	14,863	0,372	0,743	0,07
FB-4	a	100,0	0,105	141,498	14,150	0,354	0,707	0,07
	b	100,0	0,105	141,498	14,150	0,354	0,707	0,07
FB-5	a	100,0	0,856	1034,483	103,448	2,586	5,172	0,52
	b	100,0	0,852	1029,727	102,973	2,574	5,149	0,51
FB-6	a	100,0	0,723	876,338	87,634	2,191	4,382	0,44
	b	100,0	0,756	915,577	91,558	2,289	4,578	0,46
FB-7	a	100,0	0,087	120,095	12,010	0,300	0,600	0,06
	b	100,0	0,109	146,254	14,625	0,366	0,731	0,07
Kadar Si dalam Filtrat F1s/d F7					11,647	23,2937	2,33	

*) Dihitung dengan persamaan $Y = 0,8410 X - 0,0140$ $r = 0,99989$



Persamaan regresi kurva standar untuk menghitung konsentrasi Si dalam larutan sampel diperoleh rerata 0,6262 ppm. Larutan standar Si yang ditambahkan ke dalam sampel adalah 0,2 ppm. Dari Tabel 1. diperoleh bahwa uji perolehan kembali (*recovery*) terhadap 3 buah larutan standar Si 0,2 ppm yang ditambahkan ke dalam sampel mengandung Si 0,6262 ppm adalah $97,65 \pm 4,18 \%$, nilai ini berada pada rentang 90-110 %.

Sedangkan presisi ditentukan dengan menghitung koefisien variasi dari simpangan baku (σ) pengulangan 7 kali pengujian larutan sampel. Dari percobaan diperoleh konsentrasi Si rerata $0,720 \pm 0,014$ mg/L, sehingga koefisien variasi (CV) = $\frac{0,014}{0,720} \times 100 = 1,88 \%$, syarat acuan $< 2\%$.

Dari perhitungan tersebut masih memenuhi kriteria nilai presisi dan akurasi yang baik^(6,7).

Analisis Si dalam Na₂ZrO₃

Adanya zirkonium 100 kali konsentrasi Si mengganggu, dicoba pemisahan dengan cara pengendapan selektif menggunakan larutan BaCl₂, dicoba dengan NaOH 10%, dan dicoba pula dengan asam mandalat, tetapi tidak berhasil dengan baik. Kemudian dicoba dengan cara pencucian atau pelindihan Na₂ZrO₃ menggunakan air panas. Cuplikan Na₂ZrO₃ 0,500 gram, setelah melalui pencucian/ pelindihan 7 kali, filtrat 1 dipipet 50 □L, filtrat 2 s/d 7 masing-masing dipipet 100 □L untuk dianalisis. Analisis Si dalam cuplikan dilakukan dengan teknik kurva standar, kurva standar dibuat dengan kisaran konsentrasi 0,20 – 1,0 ppm. Konsentrasi Si dalam cuplikan dihitung dengan persamaan regresi dari kurva standar, data pengujian ditunjukkan pada Tabel 2. Dari hasil pengujian diperoleh bahwa kandungan Si dalam cuplikan adalah 2,329 %.

KESIMPULAN

1. Kompleks Si dengan amonium heptamolibdat dalam suasana asam, pH 0,8 yang kemudian direduksi menjadi heteropoli biru, memberikan serapan maksimum pada □ 812 nm. Kompleks stabil antara 30 hingga 60 menit. Kurva standar linier pada kisaran konsentrasi 0,2 – 1,0 ppm, batas deteksi 0,108 ppm.
2. Zirkonium dengan konsentrasi 100 kalinya mengganggu. Untuk mengurangi gangguan zirkonium dilakukan dengan cara pelindihan Na₂ZrO₃ menggunakan air panas diulangi beberapa kali, endapan disaring filtrat dianalisis kadar Si-nya. Pencucian dilakukan 7 kali pengulangan, filtrat F1 s/d F7 dianalisis kadar Si-nya diperoleh kadar Si dalam Na₂ZrO₃ 2,329 %.

3. Hasil uji presisi (koefisien variansi) terhadap larutan sampel dengan 7 kali pengulangan diperoleh 1,88 % dan uji *recovery* diperoleh $97,65 \pm 4,18 \%$. Dari perhitungan tersebut masih memenuhi kriteria nilai presisi dan akurasi yang baik.

DAFTAR PUSTAKA

1. MAIRODI., Proses Pembuatan Bahan Sodium Zirconate Dari Zircon Sebagai Bahan Baku Pembuatan Zirconia. Theses From JBPTITBTF, Program Teknik Fisika ITB, Maret 2007. <http://digilib.tf.itb.ac>
2. JACK W. BLANTON, ARLINGTON, MASS., Process For Producing Sodium Zirconate From Zirconium Containing Ores., National Research Corporation, Cambiridge., United States Patent 3,029,132 Patented Apr.10, 1962. <http://www.freepatentsonline.com>
3. DWI RETNANI SUDJOKO, Pembuatan Zirkonia Kestabilan Parsial Dengan Cara Pengendapan., Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah PDIPTN, PTAPB, BATAN Yogyakarta, 2008
4. ANONIM., “*Method for Determination of Silica in Water, 4500-Si-D Molybdosilicate and Heteropoly Blue Method, 4500-Si-E*”, Standard Methods For The Examination of Water and Wastewater, American Public Health Association, 18th Edition 1992.
5. VOGEL’S “*Textbook of Quantitatif Inorganic Analysis*”, Fourth Edition 1978, ISBN 0-582-40710-9.
6. YOKY EDY SAPUTRA., Verifikasi dan Validasi Metoda di Laboratorium, Juli 2009, http://en.wikipedia.org/wiki/accuracy_and_precision.
7. ANONIM., Validasi Metode Pengujian, <http://iyakuyagaya.wordpress.com> diakses 02/12/2009
8. ANONIM., “GENESYS 20, User Guide”, Thermo Scientific Inc.2008, <http://www.themo.com/spectroscopy>.

TANYA JAWAB

Maskur

- Dalam penentuan Si ini apakah senyawa kimia sama anantara sampel dengan standar sehingga yakin bahwa λ 821 nm benar-benar Si

Purwanto A

- ✧ *Sampel yang dianalisis Na₂ZrO₃ preparasinya diperlakukan sama dengan kurva standar, sehingga yang terukur adalah Si*