

KONDISI TEMPERATUR, WAKTU, DAN ph REAKSI
UNTUK MENGOPTIMASI PROSEDUR STANDAR ANALISA PLATINUM DENGAN
EKSTRAKSI *ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY*
TEMPERATURE, TIME, AND ph REACTION CONDITION
TO OPTIMIZE STANDARD OPERATION PROCEDURE ON PLATINUM ANALYSIS
BY EXTRACTION ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY

Oleh :

Ronaldo Irzon dan Kurnia

Pusat Survei Geologi, Badan Geologi, Bandung
e-mail: ronaldo_irzon@yahoo.com

Abstrak

Atomic Absorption Spectrometry (AAS) merupakan salah satu perangkat yang familiar dalam pengujian kadar kimia karena memiliki kapabilitas tinggi dengan konsumsi waktu, biaya, dan tenaga yang tidak besar untuk mendapat presisi uji yang cukup baik. Penelitian mengenai optimasi perangkat ini telah banyak dilakukan. Pusat Survei Geologi turut melakukan studi terhadap perangkat ini untuk pengujian logam mulia, salah satunya adalah Platinum (Pt) terhadap contoh geologi. Percobaan ekstraksi Pt menggunakan kelat Amonium Piroolidin Carbamat dan pelarut Metil Isobutil Keton sesuai skema literatur memberikan *recovery* 14 - 20% yang berarti proses belum baik secara kuantitatif. Tulisan ini menguraikan standar prosedur yang sudah ada dan meneliti pengaruh variabel temperatur, waktu, dan pH ekstraksi Pt pada beberapa konsentrasi standar sebelum diperiksa kandungannya menggunakan AAS. Hasil percobaan menasibkan bahwa temperatur ekstraksi terbaik adalah pada keadaan kamar, dengan lama reaksi 60 menit antara ion Pt dan APDC. Disimpulkan bahwa kondisi pH 2,0 merupakan tingkat keasaman terbaik. Proses ekstraksi hasil penelitian ini cocok pada Pt dalam matrik yang tidak banyak mengandung logam lainnya seperti dalam air atau pada katalis. Pengukuran dalam matrik berkondisi sebaliknya, seperti pada Saprolit masih memerlukan penelitian lebih lanjut terkait selektifitas APDC terhadap logam berat lain. Prosedur standar ini dapat dikembangkan agar lebih tangguh untuk diterapkan pada laboratorium manapun dan diajukan sebagai standar pengujian Pt di Indonesia

Kata Kunci: Platinum, AAS, standar, ekstraksi, kondisi reaksi.

Abstract

Atomic Absorption Spectrometry (AAS) has become a familiar technique to analyse many chemical elements composition because of low time consumption and cost effectiveness to reach good precision. There are many studies to optimize this method. The Center of Geology Survey of Indonesia started the study about noble metals, including Platinum in geological samples using AAS. Pt extraction experiments using Amonium Piroolidin Carbamat and Metil Isobutil Keton based on literature provides recovery 14-20%, means that the process was not well quantitatively. This paper describes literature's procedure and investigated the influence of temperature, time, and pH of Pt extraction on some standards' concentrations using AAS. The experiment showed that the best extraction was in room temperature, with reaction time between Pt ions and APDC for 60 minutes. It was concluded that pH 2.5 was the best acidity level. This extraction process fits on Pt in a matrix which did not contain high level of metal as in catalysts or water. Measurement on contrary matrix, as in Saprolite require further research related to APDC selectivity against other heavy metals. Our standard procedures could be developed to become more robust to be applied to any laboratories and submitted as Pt measurement standard in Indonesia

Keywords: Platinum, AAS, standard, extraction, reaction condition.

Pendahuluan

Ruthenium, Rhodium, Palladium, Osmium, Iridium dan Platinum merupakan unsur kimia yang

merupakan anggota *platinum group elements* (PGM) pada tata elemen kimia. Seluruhnya merupakan logam transisi yang berada pada blok-d pada tabel kimia. Logam tersebut memiliki sifat kimia dan fisika yang mirip dan sering dijumpai pada deposit mineral yang sama.

PGM ini kemudian dibagi lebih lanjut mengacu pada kelakuannya pada sistem geologi, yakni: IPGE (*Iridium-group Platinum Group Elements*: Os, Ir, dan Ru) dan PPGE (*Palladium-group Platinum Group Elements*: Rh, Pt, Pd) (Wikipedia, 2013). Elemen kimia tersebut memiliki kelebihan luar biasa terhadap sifat katalisnya, resistensi tinggi terhadap bahan kimia maupun temperatur, dan stabil secara elektrik. Lebih khusus, Platinum cocok dan sering dijadikan perhiasan.

Latar Belakang

Bond (2000) mengulas lebih jauh terhadap fenomena PGM dan menyebutnya sebagai 'efek relatifitas' secara kimia. Hal ini dikarenakan unsur pada platinum group elements memiliki koordinasi dan *chemisorption* yang berbeda dengan unsur lain terhadap karbon monoksida dan hidrokarbon tak tersaturasi. Dua isu tadi menjadi menarik karena dapat diarahkan kepada industrialisasi maupun pemeliharaan lingkungan. Oksidasi Pt(IV) juga didapati lebih stabil dari Pd(IV) walaupun merupakan sesama PGM yang bersifat elektrik stabil. Dalam penelitian ilmu kesehatan pun PGM terbukti berdaya guna bahkan terhadap penanganan kanker (seperti: Dubiella-Jackowska dkk., 2007; Abu-Surrah dan Kettunen, 2006). Sifat-sifat dan keunggulan demikian yang membuat elemen-elemen ini mahal harganya.

Pusat Survei Geologi (PSG) telah menginisiasi pemanfaatan dan pengujian platinum group elements sejak tahun 2007 melalui penelitian geologi ke daerah Lombok, Nusa Tenggara Barat. Penelitian tersebut didukung dengan fasilitas dan ahli geologi pada kegiatan lapangan hingga uji laboratorium. Laboratorium Geologi yang berada dalam koordinasi PSG memiliki beberapa instrumen untuk mendukung pengujian geokimia, termasuk pengukuran Pt, seperti: Gravimetri, XRF, ICP-MS, dan AAS. Tulisan ini lebih meningkatkan peran AAS dalam standarisasi pengujian Platinum dengan optimasi parameter suhu, waktu dan pH ekstraksi terhadap contoh standar. Hal ini lebih jauh bermanfaat dalam standarisasi Laboratorium Geologi dan pelayanan pengujian geokimia terhadap konsumen.

Tujuan

Perangkat AAS yang dimiliki oleh Pusat Survei Geologi ini sebelumnya telah berhasil melakukan optimasi pengukuran standar elemen Mg dalam pasir besi (Irzon, 2012) maupun adaptasi SNI 13-3608-1994 pada pengukuran contoh dengan kadar Fe

tinggi (Irzon, 2013). Tujuan studi ini adalah untuk mendapatkan rangkaian pengujian kandungan Pt menggunakan kelat Amonium Pirolidin Carbamat (APDC) dan pelarut Metil Isobutil Keton (MIBK) terhadap contoh geologi. Skema awal berpijak kepada skema Cantel (1982) dengan optimasi temperatur, pH, dan waktu reaksi. Hasil pengukuran menggunakan metoda literatur kemudian diperbandingkan dengan tujuan optimasi. Lebih jauh, penulis ingin menghasilkan skema robust yang dapat diterapkan pula di laboratorium uji lainnya. Fokus penelitian ini diharapkan dapat mempercepat terciptanya alur analisa Pt dengan AAS yang dapat distandarkan di tingkat nasional.

Tinjauan Pustaka

Atomic Absorbance Spectrometry

Laboratorium Geologi bervisi menjadi mitra utama peneliti geologi dalam pengembangan ilmu kebumih dan sumber daya alam Indonesia. Untuk mendukung hal tersebut, lembaga ini dilengkapi dengan beragam perangkat uji yang terus ditingkatkan kemampuannya pada sisi geokimia maupun geofisika. Perangkat uji geokimia mutakhir yang telah berjalan antara lain: gravimetri, XRF, AAS, ICP-MS; sedangkan XRD, mikroskop, Uji radiasi, SEM, Paleomagnet turut mendukung dari sisi geofisika. Sisi sumber daya manusia turut diperhatikan, dimana laboratorium ini memiliki ahli kimia dan fisika yang terampil di bidangnya.

Atomic Absorbance Spectrometry (AAS) dipilih karena memang lazim dimanfaatkan terhadap pengujian kadar elemen secara umum (Lajunen dan Permaki, 2004). PSG memiliki dua buah AAS, yang sangat sering dipakai bertipe 120 FS dari Variant, dan satu tipe lagi yang lebih tua dan jarang dimanfaatkan kecuali pada uji elemen tertentu. Pada tulisan ini kami hanya menggunakan AAS tipe pertama dalam pengujian seluruh standar maupun contoh. Perangkat yang dimiliki oleh PSG ini dilengkapi processing computer untuk memonitor maupun mengatur skema pengukuran dengan mengadaptasi konsep dan teknis Beaty dan Kerber (1993). ICP-MS memang merupakan peralatan yang paling canggih dan mampu mengujikan puluhan elemen dalam satu kali analisa, kemudian biaya pengoperasiannya masih tinggi serta membutuhkan rangkaian kondisi tertentu agar dapat menghasilkan hasil uji berkualitas (Yoon dr., 2004). Oleh karena itu, AAS dimajukan pada untuk pengujian untuk elemen-elemen terpilih.

Setiap perangkat memiliki beberapa kelemahan. Seperti diungkapkan oleh Siregar dr. (2012), Gangguan analisis dalam AAS dapat dikelompokkan pada beberapa kategori yakni: spektral, emisi, kimia, matriks, pancaran (scatter) yang tidak spesifik, dan ionisasi. Kesulitan terbanyak berasal dari gangguan kimia, matriks, pemancaran sinar dan ionisasi. Gangguan disebabkan emisi dari unsur pada panjang gelombang yang sama dimana absorpsi terjadi (diukur). Permasalahan berikutnya disebut sebagai gangguan kimia berupa sesuatu yang mencegah atau menekan pembentukan atom pada tingkat dasar (ground state) dalam nyala.

Platinum

Elemen kimia ini mempunyai formula kimia Pt. Sebagai unsur yang merupakan anggota platinum group element, nilai jual mineral platinum memang tinggi karena memiliki sifat-sifat khusus. Formula *weight platinum* adalah 195.08 dan densitas 21,0920. *Melting point* dan *boiling point* Pt secara berurutan pada 1.769oC dan 3.824oC. Lang (1999) menuliskan bahwa elemen ini sendiri dapat larut dalam aqua regia maupun fused alkali. Beberapa campuran kimia Pt yang lazim dikenal antara lain: Platinum(II) klorida (PtCl₂), Platinum(IV) klorida (PtCl₄), Platinum(VI) florida (PtF₆), Platinum(II) oksida (PtO), Platinum(IV) oksida (PtO₂), dan Platinum(IV) sulfide (PtS₄).

Pada bab IV dalam bukunya, Dean (1999) terus mengulas secara rinci mengenai sifat-sifat elektris elemen kimia. Hasil pengujian menunjukkan bahwa unsur platinum dengan nomor atom 78 ini memiliki konfigurasi elektronik [Xe] 4f¹⁴ 5d⁹ 6s. Konduktifitas termal Pt pada 25oC sebesar 71,6 W/mK dengan resistivitas elektrik 10,6 μ² (20oC). Pada kondisi temperatur kamar, elemen ini memiliki besaran koefisien terhadap ekspansi termal linear yaitu 8,8 m.m⁻¹(x10⁶). 205,3(2) kJ/mol adalah afinitas elektron Pt yang merupakan perbedaan energi antara keadaan terendah (ground state) fasa netral dan keadaan terendah ion negatif pada fasa gas.

Definisi satuan kilo gram yang dipakai dalam dunia ilmiah pun berasal dari massa campuran Platinum-Iridium yang disimpan di Paris. Jumlah isotop Platinum adalah enam buah dengan rincian nomor massa berikut persentasinya di alam (dalam kurung) adalah: 190 (0,01%), 192 (0,79%), 194 (32,9%), 195 (33,8%), 196 (25,3%), dan 198 (7,2%).

Secara prinsip sederhana pelarutan Pt dengan penggunaan 40 ml aqua regia terhadap 1 gr Pt untuk kemudian dievaporasi dan dikeringkan, sebelum ditambahkan 10 ml HCl untuk kembali dievaporasi dan akhirnya disimpan setelah ditambahkan kembali HCl 10 ml sebagai larutan stok. Namun demikian, aplikasi ini tidaklah semudah itu, yang kemudian membuat studi tata cara penanganan Pt banyak dikerjakan (seperti: Bashour dan Sayegh, 2007; Balcerzak, 2002; Sracek dr., 2004; Yoon dr., 2004)

Metoda Penelitian

Platinum Group Metals biasanya dianalisa menggunakan perangkat XRF, ICP-AES atau pun ICP-MS (Yoon dr. 2004). Pada limit deteksi rendah, beberapa elemen bernilai tinggi tersebut dapat dianalisa dengan akurasi tinggi menggunakan ICP-MS setelah terlebih dahulu diisolasi melalui fire assaying. Pada tingkat konsentrasi lebih besar Pt maupun Pd dapat diukur menggunakan ICP-OES maupun AAS graphit setelah *fire assaying* atau langsung dari hasil pelarutan contoh dengan asam kuat. Hasil pelarutan selanjutnya diekstraksi untuk memisahkan PGM dari matriks yang mengganggu. Oleh karena itu, studi ini diinisiasi untuk mencari prosedur yang baik mengenai uji PT menggunakan AAS graphit melalui pemisahan matriks pengganggu. *Kelat Amonium Pirolidin Ditio Carbamat* (APDC) dan pelarut organik *Metil Isobutil Keton* (MIBK) berfungsi sebagai pemisah matriks tersebut.

Proses dimulai dengan acuan skema Cantel (1982) untuk kemudian diteliti pengaruh variasi kondisi operasinya. Pada tahap awal preparasi, disiapkan dua buah standar Platinum cair dan satu buah blanko dengan volume masing-masing 10 ml. Standar Pt yang disiapkan tersebut berkonsentrasi 0,1 dan 10 ppm. Analisa blanko berguna untuk mengamati bagaimana kondisi larutan tanpa Pt setelah dianalisa dengan AAS, sedangkan pemilihan dua tingkat konsentrasi tadi dipilih untuk melihat tingkat absorbansi alat terhadap dua level Pt yang dinilai cukup jauh. Kedalam ketiga larutan ditambahkan dengan aquades 20 ml dalam labu reaksi 100 ml. NaOH dan HCl dimanfaatkan untuk mengatur pH larutan, yaitu pada level keasaman 4. Setelah tingkat pH tercapai, maka ditambahkan 4 ml APDC 1% segar pada masing-masing labu reaksi. Waktu reaksi antara Pt dan APDC yang diterapkan adalah 5 menit.

Hasil dan Pembahasan

Lima tingkat konsentrasi standar ditambahkan MIBK sebanyak 5 ml sebagai pelarut organik untuk kemudian melalui tahap ekstraksi. Reaksi ekstraksi memerlukan waktu 2 menit antara larutan dengan MIBK dalam corong pemisah, hal ini juga diterapkan pada skema pertama penelitian ini. Setelah ekstraksi selesai maka akan terbentuk dua fasa, yakni fasa organik (bersama MIBK) dan fasa air. Kedua fasa tersebut kemudian diperiksa absorbansi dan konsentrasi Pt-nya menggunakan AAS. Awalnya, penulis menggunakan AAS flame dengan lima level standar alat, yakni: 0 (blank), 2,5, 5, 10, dan 20 dala, satuan ppm dimana hasilnya terangkum pada Tabel 1. (C= konsentrasi pembacaan alat). Pada tabel tersebut terlihat kepekaan metode flame untuk Pt sangat rendah. Hasil pembacaan konsentrasi 20 ppm, absorbansi hanya 0,0083, sehingga hasil analisis meragukan. Konsentrasi terukur dari Pt yang tidak terekstrak untuk yang asalnya 0,1 ppm pada pembacaan alat sangat tinggi yaitu sekitar 6 ppm. Sedangkan contoh yang asalnya 10 ppm memiliki hasil analisa sisa tinggi, yakni 5 ppm. Karena hasil yang meragukan akibat kepekaan yang tidak memadai, pengujian contoh diulang menggunakan *Grafit Furnace*- AAS dan menggunakan enam buah level standar alat, yaitu: 0, 100, 200, 400, 600 dan 800 dalam satuan ppb.

Hasil analisis Pt dalam fasa air yang tidak terekstrak pada Tabel 2, menunjukkan presisi rendah. Larutan yang mulanya 0,1 ppm yang tertinggal antara 0,72 s.d. 0,12 ppm, sedangkan yang asalnya 10 ppm

yang tertinggal antara 0 s.d. 0,05 ppm. Hasil ini memperlihatkan larutan masih mengandung matrik yang mengganggu, diperkirakan berasal dari APDC. Hasil pengukuran pada fasa air tidak meyakinkan karena ada hasil yang tersisa jauh lebih besar dari yang asalnya. Hasil analisis Pt dalam yang terekstrak ke fasa MIBK menunjukkan bahwa pada contoh berkonsentrasi awal 0,1 ppm yang terekstrak antara 20%, sedangkan yang asalnya 10 ppm hanya mendapat nilai antara 14 – 15 % dari keadaan awal. Ini menunjukkan proses ekstraksi menggunakan skema dari literatur tidak berlangsung baik dalam studi ini, maka perlu dilakukan percobaan untuk mendapatkan parameter proses ekstraksi yang optimum. Langkah optimasi selanjutnya diambil dengan memvariasikan waktu dan temperatur reaksi.

Setelah mendapatkan hasil pembacaan yang terdapat pada Tabel 2., studi ini bermaksud mengoptimalkan ekstraksi dengan variasi temperatur reaksi dan waktu reaksi. Dapat dilihat dari hasil pembacaan alat bahwa skema awal dengan lama reaksi 5 menit tidak menunjukkan hasil analisa yang baik, sehingga skema berikutnya menggunakan waktu reaksi selama setengah jam. Penulis pada tahap ini juga beranggapan bahwa hasil yang jauh dari angka yang diharapkan ini disebabkan oleh temperatur reaksi. Oleh karena itu, menggunakan waktu reaksi 30 menit, temperaturnya juga divariasikan menjadi temperatur ruangan dan 85oC. Sebagaimana skema pertama, pada variasi dua parameter ini, kedua fasa organik dan air diukur dengan AAS Graphit sesuai skema pertama. Keluaran alat pada skema kedua dapat diamati pada Tabel 3.

Data percobaan pengujian dengan variasi waktu dan temperatur menunjukkan bahwa Pt yang tidak terekstrak pada perlakuan temperatur kamar dan waktu 30 menit memberikan hasil yang meragukan, satu wadah tidak ada yang tertinggal sedangkan yang lainnya lebih besar dari yang ditambahkan. Pernyataan ini dapat dicermati terhadap nilai minus pada contoh pertama dengan kondisi temperatur kamar, dan nilai positif pada analisa duplo-nya. Hal yang tidak jauh berbeda terjadi pada perlakuan suhu 85o C dengan waktu 30 menit, dimana analisis dalam fasa air terganggu oleh matrik yang ada dalam larutan, yang seperti pada skema sebelumnya diperkirakan berasal dari APDC. Sehingga, untuk melihat keberhasilan ekstraksi hanya akan dilihat dari Pt yang yang terekstrak ke fasa MIBK.

Tabel 1. Hasil analisa Pt: fasa air, standar berkonsentrasi tinggi (AAS Pt-flame).

Identitas	C (ppm)	Absorban	% RSD
Blank		0	
std 2,5 ppm		0.009	0.9
std 5 ppm		0.021	2.9
std 10 ppm		0.0038	3.3
std 20 ppm		0.0083	1.2
Contoh blank (1)	-0.58	-0.003	33
Contoh blank (2)	-0.62	-0.003	31
Contoh std 0,1 ppm (1)	5	0.022	6
Contoh std 0,1 ppm (2)	6.5	0.027	5
Contoh std 10 ppm (1)	5.2	0.023	5
Contoh std 10 ppm (2)	5.3	0.023	6
HCl 10%	-0.8	-0.003	32

Tabel 2. Hasil Analisis Pt: AAS Pt-grafit. waktu reaksi 5 menit,

Identitas	Fasa air		Fasa MIBK		
	C (ppb)	Absorban	C (ppb)	Absorban	% Recovery
<i>Blank</i>		0.0037		-0.0003	
std 100 ppb		0.2201		0.2454	
std 200 ppb		0.4093		0.4453	
std 400 ppb		0.7208		0.7475	
std 600 ppb		0.9915		10261	
std 800 ppb		11793		12294	
<i>Contoh blank (1)</i>	-7.1	-0.0159	-10.5	-0.0264	
<i>Contoh blank (2)</i>	-10.4	-0.0232	-9.5	-0.0238	
<i>Contoh std 0,1 ppm (1)</i>	72.1	0.1566	38.2	0.0937	19.1
<i>Contoh std 0,1 ppm (2)</i>	12.1	0.0289	43	0.1051	21.5
<i>Contoh std 10 ppm (1)</i>	4.8	0.0107	273.3	0.5748	13.66
<i>Contoh std 10 ppm (2)</i>	-6.2	-0.0139	298.6	0.6176	14.93
HCl 10%	-2	-0.0045	-8	-0.02	

Tabel 3. Hasil Analisis Pt 100 ppb: AAS Pt-grafit, waktu reaksi 30 menit

Identitas	Fasa air		Fasa MIBK		
	C (ppb)	Absorban	C (ppb)	Absorban	% Recovery
<i>Blank</i>		0.0037			
std 100 ppb		0.2201			
std 200 ppb		0.4093			
std 400 ppb		0.7208			
std 600 ppb		0.9915			
std 800 ppb		11793			
HCl 10%	-2	-0.0045	5.6	0.0136	
T kamar (1)	-11.7	-0.0262	298.7	0.5979	149.35
T kamar (2)	10.3	0.0229	241.9	0.5043	120.95
T = 85 ^o C (1)	174.4	0.3613	140	0.3132	70
T = 85 ^o C (2)	105.6	0.2259	105.8	0.242	52.9

Platinum yang terekstrak ke dalam MIBK untuk perlakuan suhu kamar dan waktu reaksi APDC dengan Pt selama 30 menit memperlihatkan jumlah sedikit lebih besar dibandingkan dengan yang ditambahkan, sehingga recovery menjadi 130%. Pada sisi lain, dengan penerapan temperatur 85^o C dan waktu 30 menit memperlihatkan yang terekstrak sekitar 60%. Ragam pembacaan alat ini menunjukkan bahwa temperatur kamar merupakan keadaan operasi

optimal, dimana waktu reaksi yang terbaik adalah selama 60 menit lebih baik pada 30 menit. Pada tahap ini penulis tidak terlalu menitik beratkan masalah terhadap rentang recovery, namun lebih kepada keberhasilan proses ekstraksi dengan nilai mendekati 100%. Beberapa peneliti terdahulu mengungkapkan bahwa terdapat masalah yang harus diselesaikan ketika analisa PGM menggunakan AAS maupun ICP-AES (Yoon dr., 2003; dan Borisov dr., 1997).

Pada penelitian ini permasalahan yang ditemui pada rangkaian skema sebelumnya dicoba dipecahkan dengan memperlebar variasi waktu reaksi. Hasil pengukuran Pt dengan variasi waktu selanjutnya ini terangkai pada Tabel 4. Penulis hanya memilih rentang reaksi selama 30, 45, dan 60 menit. Lama reaksi yang lebih dari satu jam tidak dicobakan karena dinilai tidak efektif dari sisi kecepatan analisa. Rangkaian variasi waktu ini menggunakan faktor lain dengan nilai yang sama dengan yang sebelumnya. Tiga buah variasi waktu tidak menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi akan menaikkan nilai absorbansi, begitu pula sebaliknya. Namun data tersebut memperlihatkan bahwa waktu reaksi 60 menit adalah optimal mengacu kepada nilai absorbansi yang paling stabil.

Tabel 4. Absorban standar Pt 100 ppb dengan variasi waktu reaksi APDC-MIBK

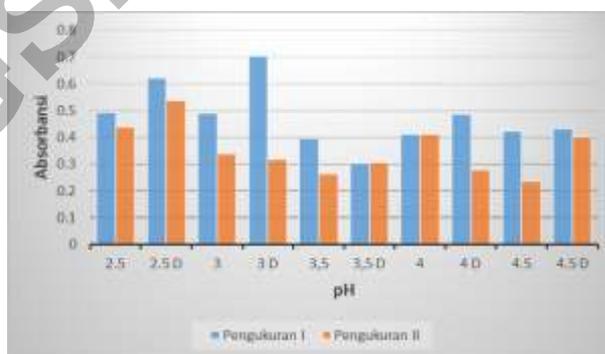
No	Waktu (mnt)	Absorban
1	30 (1)	0.2594
2	30 (2)	0.1784
3	45 (1)	0.1935
4	45 (2)	0.22
5	60 (1)	0.2382
6	60 (2)	0.2304

Tingkat keasaman terbaik menjadi objek penelitian berikutnya. Optimasi pH ini dilakukan dengan menggunakan temperatur dan waktu operasi terbaik yang telah didapat pada skema sebelumnya, yakni keadaan kamar dan lama reaksi 60 menit terhadap standar Pt 300 ppb. Variasi pH dilakukan pada rentang 2,5 - 4,5 dengan interval 0,5. Teknik duplo digunakan untuk melihat kestabilan nilai absorbansi dari setiap varian. Seluruh varian berikut duplo-nya diukur dua kali sehingga nilai absorbansi setiap opsi pH diukur total empat kali. Ringkasan optimasi level keasaman ini dapat terdapat pada Gambar 1. Pengukuran menunjukkan bahwa absorbansi tertinggi berada pada pH 3,0, namun dengan tingkat kestabilan rendah yang secara rata-rata di bawah absorbansi pada pH 2,5. Keadaan ini mendorong dilakukan perbaikan kondisi berikutnya.

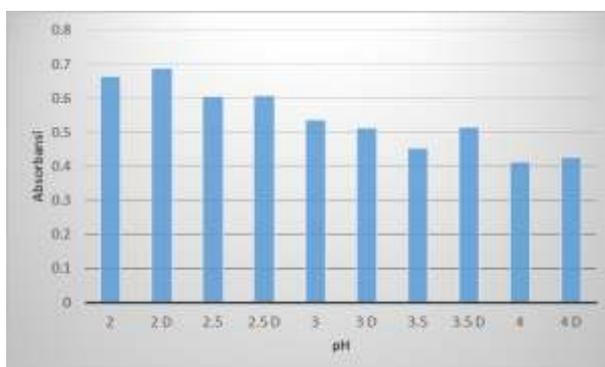
Ketidakpresisian optimasi pH sebelumnya diperkirakan berkaitan dengan ketidaksempurnaan ekstraksi. Diprediksi terjadi kebocoran pada corong pemisah ketika proses ekstraksi berjalan. Pada

proses sebelumnya fasa MIBK diambil langsung setelah ekstraksi berlangsung, dimana pada skema berikutnya ekstraksi dilakukan menggunakan labu ukur dengan penambahan aquadest hingga MIBK berada di leher labu sebelum diambil dengan pipet dan dianalisa dengan AAS graphit. Keadaan temperatur kamar, waktu reaksi 60 menit menggunakan standar Pt 300 ppb tetap dipertahankan dengan interpal pH 0,5. Pada tahap ini penulis mengganti opsi pH 4,5 dengan 2,0 karena tidak terdapat kecenderungan bahwa absorbansi bernilai tinggi pada pH yang rendah. Hasil pengukuran kondisi ini, tertera pada Gambar 2, menyimpulkan bahwa nilai absorbansi terbukti lebih stabil. Skema ini menyimpulkan absorbansi terbaik berada pada pH 2,0.

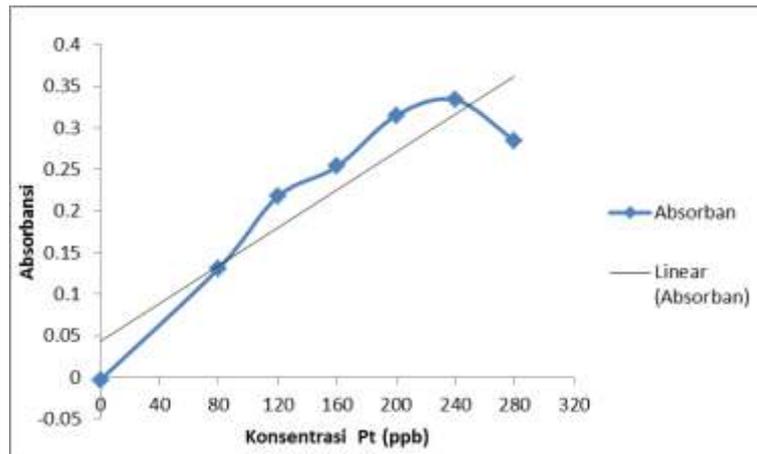
Keberhasilan suatu optimasi metoda dapat diukur menggunakan kalibrasi. Oleh karena itu penulis menerapkan temperatur, waktu reaksi, pH dan teknik ekstraksi yang telah didapat terhadap beragam konsentrasi Pt. Pengukuran dilakukan terhadap delapan tingkat konsentrasi standar. Kalibrasi pengukuran dengan penjagaan pH ini menunjukkan bahwa nilai pengukuran terhadap variasi konsentrasi



Gambar 1. Perubahan nilai absorbansi terhadap variasi pH. Tampak bahwa hasil pengukuran absorbansi belum stabil. D = duplo



Gambar 2. Pengukuran absorbansi terhadap variasi pH lanjutan. Tampak bahwa hasil pengukuran lebih stabil. D = duplo



Gambar 3. Kurva absorbansi ekstraksi Pt pada pH 2,0, temperatur kamar, dan waktu reaksi 60 menit. R2 didapat = 0,9766

Pt cukup stabil, seperti dapat diamati pada Gambar 3, dengan faktor yang mendekati satu ($R^2=0,9749$).

Kesimpulan

Studi ini menyimpulkan bahwa proses ekstraksi pada kondisi yang dinyatakan optimum pada literatur belum dapat memberikan hasil yang diharapkan. Pada kondisi tersebut, Pt memang dapat terekstrak namun dengan recovery kecil, sekitar 15%. Studi ini telah mendapatkan keadaan ekstraksi terbaik proses ekstraksi Pt dengan APDC-MIBK melalui optimasi temperatur, waktu dan pH saat ekstraksi. Temperatur terbaik diperoleh pada keadaan kamar dengan lama reaksi 60 menit. Pencarian pH terbaik bahkan dilakukan dua tahap, dengan pH optimum pada 2,0 yang terus dijaga saat penambahan APDC. Pencegahan kebocoran saat ekstraksi dapat diatasi dengan penggunaan labu ukur. Semua kondisi tersebut telah menunjukkan stabilitas dan tingkat kalibrasi yang sangat baik.

Studi ini dilakukan terhadap contoh yang tidak memiliki kandungan logam tinggi seperti pada matriks air maupun katalis berkadar logam rendah. Pada bidang geologi Pt juga banyak terdapat pada Saprolit atau bijih tembaga yang tentu berkadar logam berat lebih tinggi. Penelitian dapat dilanjutkan kepada selektifitas APDC terhadap logam berat selain Platinum. Akan sangat berharga bila hasil tulisan ini dapat dicobakan ketangguhannya di laboratorium lain hingga dapat ditetapkan sebagai standar pengujian nasional. Karya-karya ini dan berikutnya dapat dimanfaatkan pada eksplorasi, eksploitasi, maupun pemisahan logam mulia khususnya Pt.

Ucapan Terima Kasih

Penulis ingin mengucapkan syukur kepada Tuhan Yang Maha Kuasa dengan selsainya paper ini. Terimakasih kepada Pak Usep, Bu Erna, Deni, dan Erik telah banyak membantu pada proses preparasi. Indah dan Citra telah meluangkan waktu dalam administrasi penulisan karya ini. Juga kepada seluruh personal yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Acuan

- Abu-Surrah, A.S., & Kettunen, M. 2006. Platinum Group Antitumor Chemistry: Design and development of New Anticancer Drugs Complementary to Cisplatin. *Current Medicinal Chemistry*, v.13: 1337-1357.
- Bashour, I.I., & Sayegh, A.H. 2007. *Methods of Analysis for Soils of Arid and Semi-arid Regions*. Food and Agriculture Organization of the United Nations. Rome
- Balcerzak, M. 2002. Sample Digestion Methods for the Determination of Traces of Precious Metals by Spectrometric Techniques. *Analytical Sciences*, v.18: 737-750
- Beaty, R.D., & Kerber, J.D. 1993. *Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry*. 2nd ed. The Perkin-Elmer Corporation, Norwalk, CT, Amerika Serikat.

- Bond, G.C. 2000. Relativistic Phenomena in the Chemistry of the Platinum Group Metals. Effects on Coordination and Chemisorption in Homogenous and Heterogeneous Catalys. *Platinum Metals Review*, v.44: 146-155.
- Borisov, O. V., Coleman, D. M., Kristine A., Oudsema, dan Carter III, R. O. 1997. Determination of Platinum, Palladium, Rhodium and Titanium in Automotive Catalytic Converters Using Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry with Liquid nebulization. *Journal of Analytical and Atomic Spectrometry*, v.12: 239-246
- Cantle, J.E. 1982. *Atomic Absorption Spectrometry*. Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam-Oxford-New York. 440.
- Dean, J.A. 1999. *Lange's Handbook of Chemistry*. 15th ed. McGraw-Hill, Inc., Amerika Serikat
- Dubiella-Jackowska, A., Polkowska, Z., & Namie nik, J. 2007. Platinum Group Elements: A Challenge for Environmental Analytcs. *Polish Journal of Environmental Study*, v.16: 329-345.
- Irzon, R., Kurnia, Anggawinata, U.R., Ernawati, & Andriani, S. 2007. Metoda Fire Assay – ICP-MS untuk Identifikasi Unsur Logam Mulia (Au, Pt, dan Pd) di Daerah Lombok Tengah dan Sekitarnya, Nusa Tenggara Barat. Laporan Internal, Pusat Survei Geologi.
- Irzon, R., Kurnia, & Siregar, D.A. 2012. Optimasi Metoda AAS dengan Variasi Pelarut, Gas Oksidator dan Faktor Pengenceran Pada Analisa Mg dalam Matriks Pasir Besi. Proceeding Jaringan Kerjasama Ikatan Kimia Indonesia, Yogyakarta - Desember 2012.
- Irzon, R., & Kurnia. 2013. Adaptasi SNI 13-3608-1994 Terhadap Pengukuran Contoh Berkadar Besi Tinggi. *Proceeding dan Pertemuan Ilmiah Stadarisasi*, Mei 2013
- Lajunen, L.H.J. & Peramaki, P. 2004. *Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emision*. 2nd ed., Finland. 332.
- Siregar, D.A., Kurnia & Irzon, R. 2012. Pengembangan Metode Analisis Zn Terhadap SNI 13-6974-2003 (Analisis Cu,Pb, Zn, Fe, Mn dan Cd Dalam Batuan Sulfida). *Proceeding dan Pertemuan Ilmiah Stadarisasi*, November 2012
- Sracek, O., Choquettea, M., Ge ´linasa, P., Lefebvreb, R., Nicholson, & R.V. 2004. Geochemical Characterization of Acid Mine Drainage from a Waste Rock Pile, Mine Doyon, Que ´bec, Canada. *Journal of Contaminant Hydrology*, v.69: 45– 71.
- Wikipedia. (2013) Platiumum. Retrieved March 10th , 2013 from http://en.wikipedia.org/wiki/Platinum_group
- Yoon, H., Park, C., Yoon, C., Hong, J., Kim, N., & Han, K. (2004). Quantitative Analysis of Platinum Group Metals Using X-Ray Fluorescence Spectrometry. *SME Annual Meeting*, Feb. 23-25, Denver, Colorado.
- Yoon, H., Yoon, C., Park, C.S., Ko, T., Kim, N.S., & Han, K.H. (2003). Quantitative Analysis of PGM using ICP-MS, ICP-AES, AAS, and XRF. *SME Annual Meeting*, Feb. 24-27 Cincinnati, Ohio.