



DESAIN POMPA *MULTISYRINGE* UNTUK ANALISA SISTEM ALIR

SKRIPSI

Oleh:

Umarul Faruq

Nim. 071810301003

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2012



DESAIN POMPA MULTISYRINGE UNTUK ANALISA SISTEM ALIR

SKRIPSI

Oleh:

Umarul Faruq

NIM 071810301003

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2012



DESAIN POMPA MULTISYRINGE UNTUK ANALISA SISTEM ALIR

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan program studi kimia (S1)
dan mencapai gelar sarjana sains

Oleh:

Umarul Faruq

NIM 071810301003

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2012

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Moh. Saleh dan Ibunda Sumiati tercinta, yang telah mendoakan dan memberi kasih sayang serta pengorbanan selama ini;
2. Syaihuna KH. Moh Ali Iqbal Ridlwan dan Inni Arifah, yang telah memberikan kasih sayang dan perhatian selama menuntut ilmu di kota Jember;
3. keluarga besar H. Moh. Toha dan Ach. Nasir Jiwo Sastro, terima kasih atas dorongan semangat, kasih sayang dan perhatian yang diberikan selama ini;
4. guru-guruku sejak SD sampai Perguruan Tinggi terhormat, yang telah memberikan ilmu dan membimbing dengan penuh kesabaran;
5. Almamater Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTTO

Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman diantara kamu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat.

(Terjemahan Q.S. Al-Mujadalah: 11)*

Tiang ilmu ada tiga macam yang pertama guru kedua guru dan yang ketiga adalah guru. (Syaikhuna KH. MA Ali Iqbal Ridlwan) **

Dan Allah tidak menjadikan pemberian bala bantuan itu melainkan sebagai kabar gembira bagi kemenanganmu, dan agar tentram hatimu karenanya. Dan kemenanganmu itu hanyalah dari Allah. (al-isro' ayat 36) ***

*) Al - Qur'an Terjemahan Q.S. Al-Mujadalah ayat 11

**) Syaikhuna KH. Iqbal Ridlwan. 2012. Pengasuh PP. Nurut thohir. Majelis Dzikir Khoul Habib Agil. Jember.

***) Al-qur'an dan Terjemahan Surah Al-Isro' Ayat 36

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Umarul Faruq

NIM : 071810301003

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Desain Pompa Multisyringe untuk Analisa Sistem Alir” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 27 Juni 2012

Yang menyatakan,

Umarul Faruq

NIM 0718180301003

SKRIPSI

DESAIN POMPA *MULTISYRINGE* UNTUK ANALISA SISTEM ALIR



Oleh
Umarul Faruq
NIM 071810301003

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Tri Mulyono, SSi.,MSi

Dosen Pembimbing Anggota : Asnawati, SSi.,MSi

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Desain Pompa Multisyringe untuk Analisa Sistem Alir” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

Hari, Tanggal :

Tempat: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

Tim Penguji

Ketua,

Sekretaris,

Tri Mulyono, S.Si., M.Si.

Asnawati, S.Si., M.Si.

NIP 196810201998021002

NIP 196808141999032001

Anggota I,

Anggota II,

Drs. Siswoyo, M.Sc, Ph.D.

Dwi Indarti, S.Si., M.Si.

NIP 196605291993031003

NIP 197409012000032004

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Jember,

Prof.Drs.Kusno, DEA, Ph.D

NIP 196101081986021001

RINGKASAN

Desain Pompa Multisyringe Untuk Analisa Sistem Alir; Umarul Faruq, 071810301003; 2012: 59 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Flow Injection Analysis (FIA) merupakan suatu metode analisis kimia dengan cara menyuntikkan sejumlah volume sampel ke dalam suatu aliran *carrier* dan terjadi reaksi tertentu yang kemudian dibawa ke suatu detektor. Pengukuran sampel dengan menggunakan FIA mempunyai beberapa kelebihan yaitu waktu analisis yang relatif cepat, pelarut yang digunakan lebih sedikit, dan meminimalisir kontaminan. Komponen utama analisa sistem alir yaitu unit penggerak, unit injeksi, unit transportasi atau reaktor dan detektor. Unit penggerak yang berupa pompa merupakan komponen vital pada metode analisa sistem alir (FIA). Beberapa macam pompa yang digunakan dalam metode analisa sistem alir antara lain yaitu botol bertekanan, pompa peristaltik dan pompa *syringe*. Unit penggerak yang selama ini digunakan yaitu pompa peristaltik, akan tetapi dalam beberapa faktor pompa ini mempunyai beberapa kelemahan. Salah satu kelemahan pada pompa peristaltik yaitu pipa elastis yang digunakan untuk mengalirkan larutan, akan mudah rusak atau luka karena sering bergesekan dan tertekan oleh *roller pump* serta harga yang relatif mahal. Oleh karena itu dibutuhkan suatu pompa alternatif yaitu dengan membuat sistem pompa yang lebih fungsional serta relatif terjangkau. Pompa yang digunakan yaitu pompa *multisyringe*, dimana pompa *multisyringe* ini merupakan varian dari FIA (analisa sistem alir) yang dikembangkan pada tahun 1999. Sistem FIA ini biasa disebut dengan sistem MSFIA (*multisyringe flow injection analysis*).

Penelitian dilaksanakan dalam empat tahap percobaan. Percobaan tahap pertama yaitu uji konsistensi volume larutan yang terinjeksi terhadap variasi waktu dan kecepatan pompa. Percobaan pertama yaitu terhadap variasi waktu. Kecepatan pompa dua dibuat konstan yaitu 50% PWM dan variasi waktu yang digunakan 10, 20, 30, 40 dan 50 sekon (pengukuran terhadap variasi waktu). Percobaan kedua yaitu

variasi terhadap kecepatan pompa. Waktu pergerakan pompa dibuat konstan yaitu 25 sekon dan variasi kecepatan pompa yang digunakan 40, 50, 60, 70, 80, 90 dan 100% PWM (pengukuran terhadap variasi kecepatan pompa). Uji konsistensi volume sampel yang terinjeksi terhadap variasi waktu dilakukan dengan menimbang masa sampel yang terinjeksi selama waktu tertentu, kemudian dihitung volume sampel dengan menggunakan masa jenis. Uji konsistensi volume sampel yang terinjeksi terhadap variasi kecepatan rotasi pompa dua dilakukan dengan menimbang masa sampel yang terinjeksi selama waktu konstan dengan kecepatan pompa yang bervariasi, kemudian dihitung volume sampel dengan menggunakan masa jenis.

Percobaan tahap kedua yaitu pembuatan sistem injeksi otomatis dan terkomputerisasi. Percobaan ini dilakukan setelah diketahui volume larutan yang terinjeksi konsisten terhadap variasi waktu pompa dan kecepatan pompa. Pembuatan sistem injeksi otomatis dapat dilakukan dengan memasukkan persamaan regresi linear dan volume sampel yang akan divariasikan ke dalam program injeksi otomatis.

Tahap ketiga yang dilakukan adalah mengetahui respon elektroda terhadap perubahan laju alir. Sampel yang digunakan adalah timbal 100 ppm. Laju alir optimum diperoleh pada potensial yang terbesar. Hasil penelitian menunjukkan bahwa laju alir optimum pada kecepatan 0,0308 mL/s (80 % pwm). Percobaan tahap ke empat membuat kurva kalibrasi dengan perolehan laju alir optimum dan konsentrasi timbal yang digunakan adalah 0,1 ppm, 0,1 ppm, 1 ppm, 10 ppm, 100 ppm dan 1000 ppm. Diperoleh nilai regresi 0,985 dan limit deteksi sebesar $2,2 \times 10^{-6}$ ppm dan reproduktibilitas sebesar 0,05% sampai 1,6%. Serta aplikasi analisa sampel alam diperoleh nilai uji perolehan kembali sebesar 90,3 %.

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Desain Pompa Multisyringe untuk Analisa Sistem Alir”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

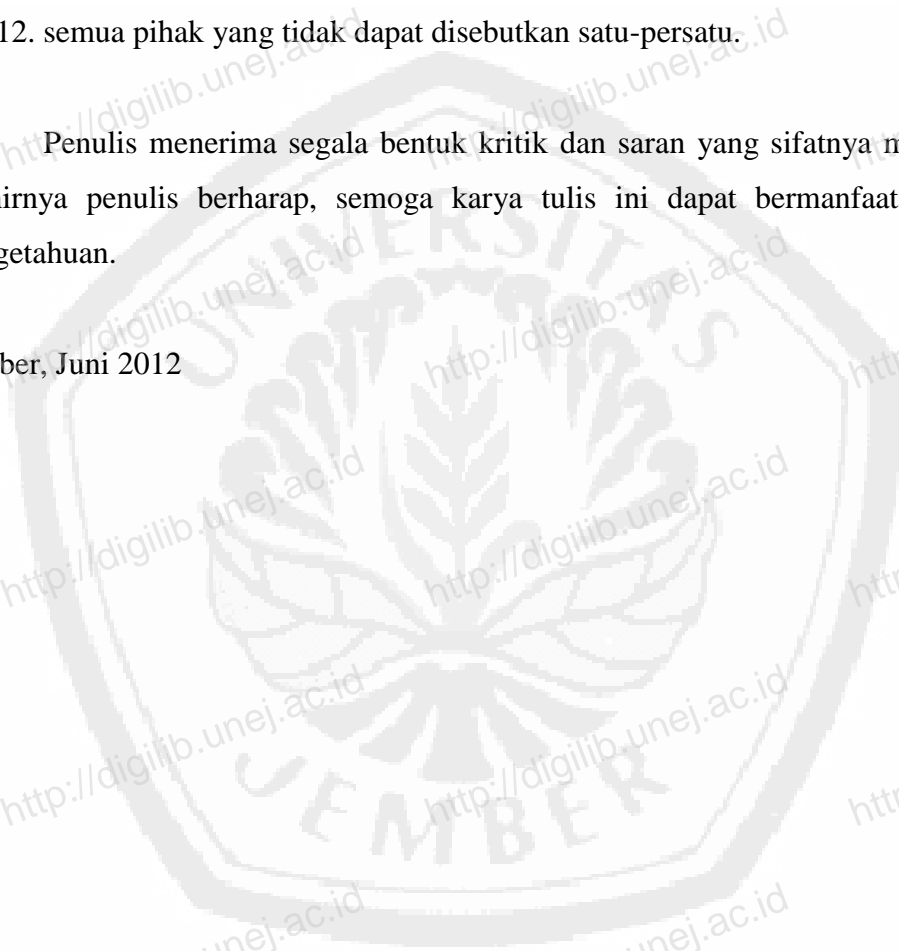
1. Prof. Drs. Kusno, DEA, Ph.D selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember;
2. Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc, Ph.D selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember;
3. Tri Mulyono SSi., MSi. selaku Dosen Pembimbing Utama, Asnawati SSi., MSi. selaku Dosen Pembimbing Anggota, yang telah meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran serta perhatiannya untuk memberikan dukungan, dan pengarahan demi terselesaikannya penulisan skripsi ini;
4. Drs.Siswoyo, M.Sc, Ph.D selaku Dosen Penguji I dan Dwi Indarti, SSi., Msi. selaku Dosen Penguji II, yang telah meluangkan waktunya guna menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. dosen-dosen FMIPA umumnya, dan dosen-dosen Jurusan Kimia khususnya yang telah banyak memberikan ilmu dan pengetahuan;
6. teman-teman angkatan 2007, terima kasih untuk semua kekompakan, segala bantuan, semangat, dan kenangan yang telah diberikan;
7. teman-teman laboratorium kimia fisik Elis, Vendy, Yekti, Ayu dan Eka terima kasih atas kerjasama dan kekompakannya;
8. Evi Novalia MS, Hendra, Didik, Anwar, Najib, Deni, Silvi, Yuris, Ulfa, Ajeng, Vici dan teman-teman lain atas dukungan dan semangat;

9. teman-teman pondok Nurut Thohir Ridho, Gofur, Faqih, Imam, Lubis, Yek Fahmi, Qornain, Hamid, Romi, Udin, Oki dan Zuhdi terima kasih atas dukungan dan do'a;
10. kakak-kakak angkatan 2005 dan 2006;
11. adik-adik angkatan 2008, 2009, 2010, dan 2011;
12. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Penulis menerima segala bentuk kritik dan saran yang sifatnya membangun. Akhirnya penulis berharap, semoga karya tulis ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan.

Jember, Juni 2012

Penulis



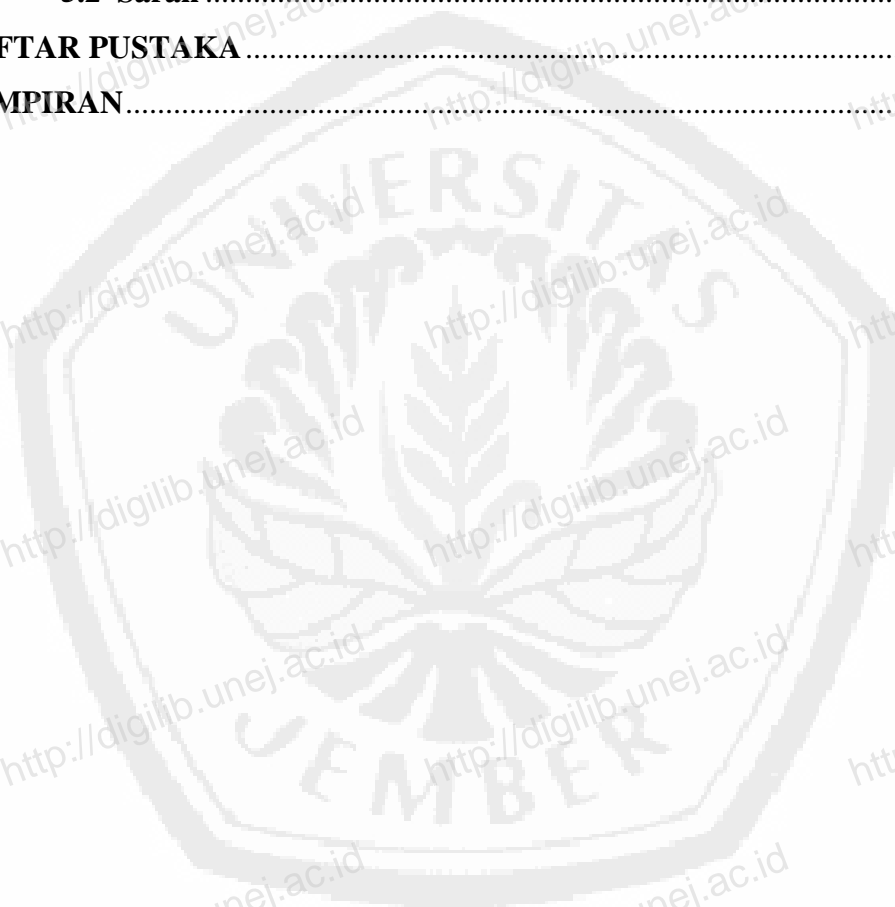
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN MOTTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN PEMBIMBING	vi
HALAMAN PENGESAHAN	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR LAMPIRAN	xix
BAB 1. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan	3
1.5 Manfaat	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Pencemaran Lingkungan	5
2.2 Timbal	5
2.3. Elektrokimia	7
2.4. Elektroda	8
2.4.1. Elektroda Kerja (<i>Indicator Electrode</i>)	9

2.4.1.1 Elektroda Logam.....	9
2.4.1.2 Elektroda Membran	10
2.4.2 Elektroda Pembanding (<i>Reference Elektroda</i>)	12
2.4.3 ISAB (<i>Ion Strength Adjustment Buffer</i>).....	12
2.5. Analisa Sistem Alir (FIA)	14
2.5.1 Instrumentasi FIA	15
2.5.2 Jenis-jenis metode FIA dibagi menjadi dua.....	21
2.5.3 Faktor-faktor yang mempengaruhi Analisis Sistem Alir.....	23
2.5.4 <i>Signal Pada Flow Injection Potentiometry</i>	25
2.6 Software LabVIEW	25
BAB 3. METODOLOGI	
3.1 Tempat Penelitian dan Waktu	27
3.2 Alat dan Bahan	27
3.2.1 Alat.....	27
3.2.2 Bahan	27
3.3 Diagram Penelitian	28
3.4 Prosedur Penelitian	29
3.4.1 Peparasi Bahan	29
3.4.2 Peparasi Mekanik	29
3.4.2.1 Pembuatan Pompa <i>Multisyringe</i>	29
3.4.2.2 Program Untuk Kontrol Motor.....	30
3.4.3 Desain Pompa <i>Multisyringe Flow Injection Analysis Potentiometri</i>	31
3.4.4 Uji Konsistensi Volume ISAB Yang Terinjeksi	32
3.4.4.1 Variasi Waktu Terhadap Penentuan Volume Isab Terinjeksi	32
3.4.4.2 Variasi Waktu Terhadap Penentuan Volume Isab Terinjeksi	33
3.5 Menentukan Laju Alir Carrier Sampel Pada Pompa Satu	33

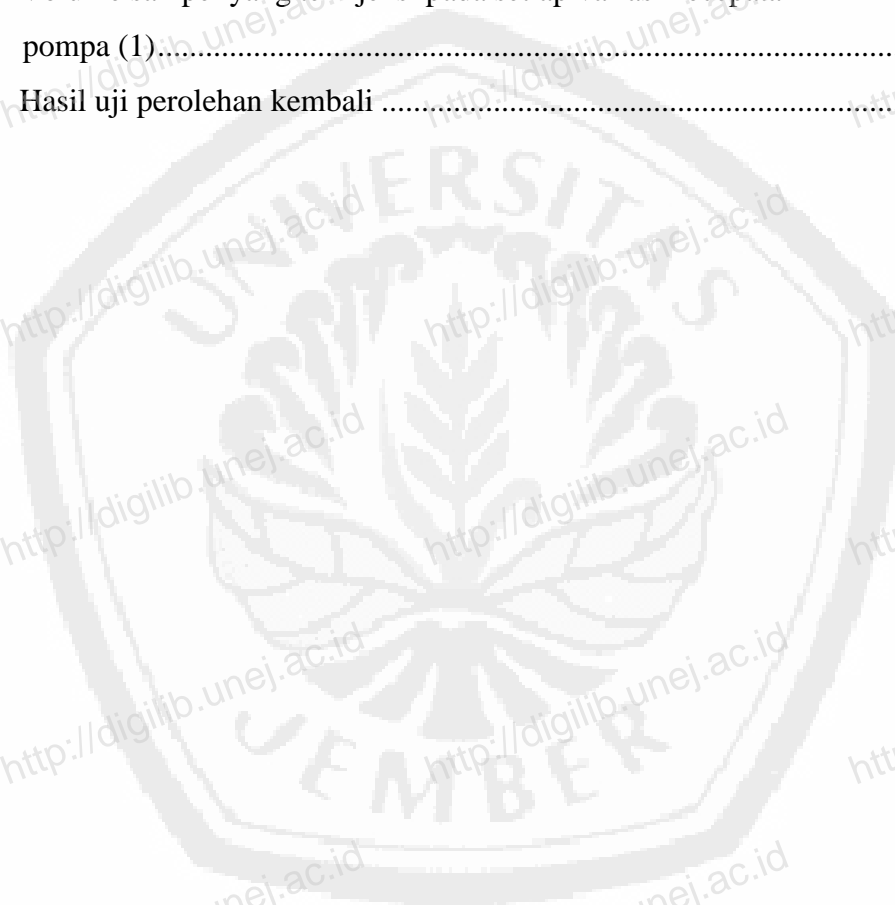
3.6 Pembuatan program	34
3.6.1 Pembuatan Kurva Linier	34
3.6.2 Formulasi Program	34
3.7 Optimasi Laju Alir Sampel Pada Sistem MSFIA	35
3.8 Analisa Data Sistem Injeksi MSFIA	35
3.8.1 Daerah Linier	35
3.8.2 Limit Deteksi	35
3.8.3 Sensitivitas	36
3.8.4 Reprodusibilitas	36
3.9 Aplikasi Metode MSFIA Terhadap Sampel Alam	37
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Desain Pompa <i>Multisyringe Flow Injection Analysis</i>	38
4.2 Uji Konsistensi Volume ISAB Yang Terinjeksi Berdasarkan Variasi Waktu dan kecepatan	42
4.2.1 Variasi Uji Konsistensi Volume ISAB Berdasarkan Variasi Waktu	42
4.2.2 Uji Konsistensi Volume ISAB Berdasarkan Variasi Kecepatan pompa (1)	45
4.3 Penentuan Volume Laju Alir Carrier Berdasarkan Kecepatan Dan Waktu	47
4.4 Pembuatan Program Untuk Sistem MSFIA	48
4.4.1 Program Pengontrolan Waktu Dan Kecepatan MSFIA	48
4.4.2 program injeksi volume sampel secara otomatis berdasarkan variasi kecepatan	49
4.5 Penentuan Optimasi Laju Alir (<i>Flow Rate</i>)	50
4.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi	51
4.7 Analisa Data Sistem Msfia (<i>Multisyringe Flow Injection Analysis</i>) 52	
4.7.1 Daerah Linier	52
4.7.2 Sensitivitas	53

4.7.3 Limit Deteksi	53
4.7.4 Reprodusibilitas	54
4.8 Aplikasi Metode MSFIA Terhadap Sampel Alam.....	55
BAB 5. PENUTUP	
5.1 Kesimpulan.....	56
5.2 Saran	57
DAFTAR PUSTAKA.....	58
LAMPIRAN.....	61



DAFTAR TABEL

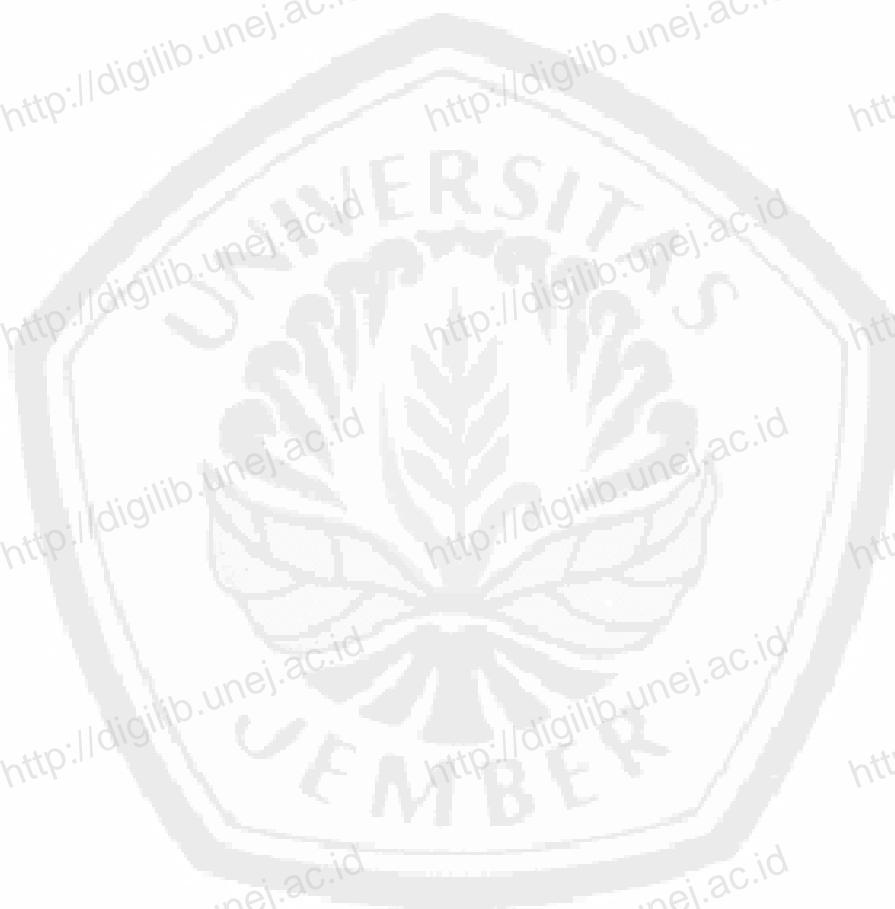
	Halaman
4.1 Volume injeksi dengan variasi waktu	43
4.2 Volume injeksi dengan variasi kecepatan pompa <i>syringe</i> (1).....	45
4.3 Volume sampel yang terinjeksi pada setiap variasi kecepatan pompa (1).....	47
4.4 Hasil uji perolehan kembali	55



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Skematik pengukuran dengan potesimetri dalam sistem aliran.....	9
2.2 Empat Fasa analisa sistem alir.....	15
2.3 Diagram Skema dan Instrumentasi dari Sistem FIA.....	16
2.4 Pompa peristaltik	17
2.5 Desain pompa <i>multisyringe</i>	18
2.6 <i>Rotary injector hexagonal</i>	19
2.7 Metode <i>fixed-time</i>	20
2.8 Analisa sistem alir normal	22
2.9 Analisa sistem alir terbalik	22
2.10 Pengaruh panjang reaktor terhadap proses dispersi.....	23
2.11 Pengaruh diameter tube terhadap proses dispersi.....	23
2.12 Pengaruh panjang Loop terhadap proses dispersi.....	24
2.13 Pengaruh laju alir terhadap proses dispersi	24
2.14 Signal pada FIP.....	25
3.1 Desain pompa <i>multisyringe</i>	29
3.2 Tampilan Program LabView 8 TM	30
3.3 Rangkaian MSFIA	31
4.1 Desain rangkaian pompa <i>multisyringe</i>	38
4.2 <i>Hardware</i> NI DAQ PCI 6221.....	40
4.3 Rangkaian MSFIA.....	41
4.4 Sinyal PWM	42
4.5 Grafik volume injeksi ISAB berdasarkan variasi waktu dengan kecepatan konstan 50% PWM.....	44
4.6 Grafik volume injeksi ISAB (NaNO ₃ 5 M) berdasarkan variasi kecepatan dengan waktu konstan 25 (s) detik	46
4.7 <i>Front Panel</i> program pengontrolan waktu dan kecepatan pompa.....	48

4.8	<i>Front panel</i> program penggunaan penginjeksian volume sampel.....	49
4.9	Optimasi Laju Alir Konsentrasi 100 ppm Timbal, NaNO ₃ 5M 0,2 mL.	50
4.10	Grafik hubungan log konsentrasi timbal dengan respon perubahan beda potensial terhadap variasi konsentrasi pada sistem MSFIA.....	32
4.11	Reprodusibilitas pada setiap variasi konsentrasi sampel timbale (Pb ²⁺)	54



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN A PROSEDUR PREPARASI BAHAN	61
Lampiran B Spesifikasi Elektroda.	62
Lampiran C Spesifikasi NI DAQ PCI 6221.	63
Lampiran D Menentukan Konsistensi Volume Injeksi Larutan ISAB Berdasarkan Variasi Waktu dan Kecepatan Pompa Dua.	65
Lampiran E Penentuan Volume Laju Alir Carrier Berdasarkan Variasi Waktu dan Kecepatan Pompa Satu.	69
Lampiran F Respon Elektroda Terhadap Perubahan Laju Alir.	75
Lampiran G Respon Elektroda Terhadap Perubahan Konsentrasi Timbal (Pb²⁺) Dengan Metode Msfia.	77
Lampiran H Limit Deteksi.	78
Lampiran I Uji Recovery.	79

yang relatif mahal. Oleh karena itu dibutuhkan suatu pompa alternatif yaitu dengan membuat sistem pompa yang lebih fungsional serta relatif terjangkau. Pompa yang digunakan yaitu pompa *multisyringe*, dimana pompa *multisyringe* ini merupakan varian dari FIA (analisa sistem alir) yang dikembangkan pada tahun 1999. Sistem FIA ini biasa disebut dengan sistem MSFIA (*multisyringe flow injection analysis*) (Estela dan Víctor Cerdà, 1999).

Penelitian ini bertujuan mengembangkan sistem pompa dengan metode *multisyringe* yang dapat digunakan pada analisa sistem alir. Pompa *multisyringe* ini terdiri dari dua buret titrasi konvensional yang disesuaikan sedemikian rupa sehingga motor dapat bergerak baik secara bergantian maupun bersamaan dengan piston dua *syringe*, sehingga menghindari pemakaian buret terpisah yang dioperasikan secara paralel. Desain pompa *multisyringe* ini juga menyatukan antara sistem pompa dan sistem injeksi *fixed time* yang digabungkan menjadi satu. Berdasarkan penggabungan tersebut, sistem MSFIA ini dapat menentukan konsistensi volume yang terinjeksi serta dapat menentukan prosentase kecepatan (PWM) berdasarkan laju alir yang dihasilkan. Metode ini dikemukakan oleh Calatayud (2003). Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi bagi perkembangan analisa sistem alir dan dapat menutupi segala kekurangan yang terdapat pada pompa yang sebelumnya yaitu pompa peristaltik.

1.2 Rumusan masalah

1. Bagaimana pembuatan pompa *multisyringe* pada analisa sistem alir (FIA)?
2. Bagaimana korelasi waktu hidup pompa terhadap konsistensi volume ISAB (*Ion Strength Adjustment Buffer*) yang terinjeksi?
3. Bagaimana korelasi nilai prosentase kecepatan (PWM) terhadap laju alir *carrier* yang dihasilkan dengan menggunakan metode MSFIA?
4. Bagaimana metode MSFIA diuji coba kelayakan pada penentuan Pb^{2+} yang meliputi karakteristik *linier range*, sensitifitas, limit deteksi dan reproduibilitas?

5. Bagaimana uji *recovery* pada metode MSFIA terhadap sampel alam?

1.3 Batasan Masalah

1. Variasi kecepatan *flow rate* yang digunakan 40-100% PWM dengan frekuensi 1000 Hz.
2. Pengontrolan waktu dan kecepatan pompa dilakukan oleh komputer dengan *software labview*.
3. Pipa yang digunakan berdiameter dalam 0,76 mm dengan panjang coil pipa ± 5 m .
4. Sistem injeksi yang digunakan adalah *fixed time injection*.
5. Detektor yang digunakan untuk mendeteksi ion Pb^{2+} adalah ISE (ELIT).

1.4 Tujuan

1. Mendesain pompa *multisyringe* pada analisa sistem alir (FIA).
2. Mengetahui korelasi waktu hidup pompa terhadap konsistensi volume ISAB yang terinjeksi.
3. Mengetahui korelasi nilai prosentase kecepatan (PWM) terhadap laju alir *carrier* yang dihasilkan dengan menggunakan metode MSFIA.
4. Mengetahui analisa data penentuan Pb^{2+} (*linier range*, limit deteksi, reproduibilitas) dengan metode MSFIA.
5. Mengaplikasikan metode *multisyringe flow injection analysis* (MSFIA) dengan uji *recovery* terhadap sampel alam.

1.5 Manfaat

1. Memberikan informasi tentang prinsip kerja sistem pompa dengan menggunakan metode desain *pompa multisyringe* pada analisa sistem alir (FIA).

2. Memberikan informasi mengenai pengaruh waktu dan kecepatan pompa *multisyringe* terhadap sinyal yang terdeteksi, terutama pada penentuan Pb^{2+} secara potensiometri.
3. Memberikan informasi tentang metode sistem pompa *multisyringe* terhadap analisa sistem alir untuk mendeteksi ion Pb^{2+} .

