



**ANALISIS SISTEM ALIR *MULTI-COMMUTATION* UNTUK  
PENENTUAN KROMIUM HEKSAVALEN ( $\text{Cr}^{6+}$ ) PADA LIMBAH  
*ELEKTROPLATING* SECARA SPEKTROFOTOMETRI**

**SKRIPSI**

oleh  
**Anni Fiqrotus Zakkiyah**  
**NIM 121810301013**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2018**



**ANALISIS SISTEM ALIR *MULTI-COMMUTATION* UNTUK  
PENENTUAN KROMIUM HEKSAVALEN ( $\text{Cr}^{6+}$ ) PADA LIMBAH  
*ELEKTROPLATING* SECARA SPEKTROFOTOMETRI**

**SKRIPSI**

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah  
satu syarat untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)  
dan mencapai gelar Sarjana Sains

oleh  
**Anni Fiqrotus Zakkiyah**  
**NIM 121810301013**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2018**

## PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Muslich, Ibunda Jamilah. Terimakasih telah memberikan doa, cinta, kasih sayang, bimbingan, nasehat dan semangat yang tiada hentinya.
2. Saudaraku tercinta Azizun, Hamdan, Salsabilah dan Nadhifa yang selalu memberikan doa, dan dukungannya.
3. Keluarga besarku yang selalu menemani dan memberi motivasi.
4. Dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan membimbing dengan penuh kesabaran.
5. Keluarga Lanthanida angkatan 2012 yang selama ini berjuang bersama dan berbagi kenangan yang tak terlupakan;
6. Keluarga Besar UKMs TITIK yang selama ini telah menjadi saudara dan berbagi kenangan yang tak terlupakan;
7. Sahabat-sahabatku yang selalu memberi dukungan dan teman-teman kos yang telah berbagi semangat serta kenangan yang istimewa;
8. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

**MOTTO**

“Allah tidak akan membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya”

**(Q.s. Al-Baqarah:286)\***

“Kehidupan tertawa saat kau bersedih. Kehidupan tersenyum saat kau senang. Tapi kehidupan akan salut padamu jika kau membuat orang lain tertawa”

**(Charlie Chaplin)\*\***

“Hidup ini seperti naik sepeda. Agar tetap seimbang, kau harus tetap bergerak”

**(Albert Einstein)**

---

\*) Departemen Agama Proyek Pengabdian Kitab Suci Al-Qur'an. 1975. *Al Qur'an dan Terjemahannya*. Jakarta: PT. Bumi Restu.

\*\*) Charlie Chaplin-The Lion Cage. 1928. Full scene “The Circus” part 1 (1-3).

**PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Anni Fiqrotus Zakkiyah

NIM : 121810301013

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul: “Analisis Sistem Alir *Multi-commutation* untuk Penentuan Kromium Heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ ) pada Limbah Elektroplating secara Spektrofotometri” 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 mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 9 Maret 2018

Yang menyatakan,



Anni Fiqrotus Zakkiyah

NIM 121810301013

**SKRIPSI**

**ANALISIS SISTEM ALIR *MULTI-COMMUTATION* UNTUK  
PENENTUAN KROMIUM HEKSAVALEN ( $\text{Cr}^{6+}$ ) PADA LIMBAH  
*ELEKTROPLATING* SECARA SPEKTROFOTOMETRI**

Oleh

Anni Fiqrotus Zakkiyah

NIM 121810301013

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Tri Mulyono, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Analisis Sistem Alir *Multi-commutation* untuk Penentuan Kromium Heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ ) pada Limbah Elektroplating secara Spektrofotometri” karya Anni Fiqrotus Zakkiyah telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal : **'JUM' AT 23 MAR 2018**

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

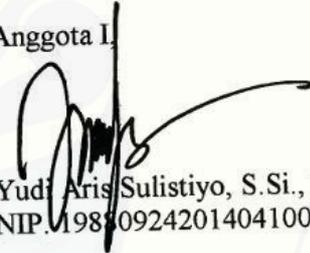
Tim Penguji :

Ketua,



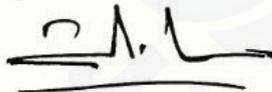
Tri Mulyono, S.Si, M.Si.  
NIP. 196810021998021001

Anggota I,



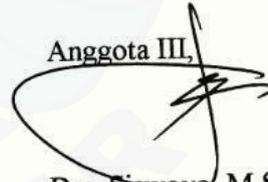
Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si.  
NIP. 198809242014041001

Anggota II,



Drs. Sudarko, Ph.D.  
NIP. 196903121992031002

Anggota III,



Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D.  
NIP. 196605291993031003

Mengesahkan,  
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,



Drs. Mujito, Ph.D.

NIP. 196102041987111001

## RINGKASAN

**Analisis Sistem Alir *Multi-commutation* untuk Penentuan Kromium Heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ ) pada Limbah *Elektroplating* secara Spektrofotometri;**  
Anni Fiqrotus Zakkiyah, 121810301013; 2017: 52 halaman; Jurusan Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Kromium merupakan elemen alami yang ditemukan dalam mineral, batu, tanaman, tanah, dan air di alam. Bentuk kromium yang stabil di alam adalah kromium trivalen ( $\text{Cr}^{3+}$ ) dan kromium heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ ). Kromium trivalen dan kromium heksavalen terdapat dalam lingkungan sebagai akibat dari pembuangan limbah, elektroplating, pembakaran minyak bumi, oksidasi industri, industri penyamakan, zat warna, dan industri cat. Kromium heksavalen lebih toksik dibandingkan dengan kromium trivalen. Ion kromium ( $\text{Cr}^{6+}$ ) dalam kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) dan dikromat ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) menyebabkan penyakit ginjal *necrosis tubulus* dan kanker paru-paru.

Monitoring kadar kromium perlu dikembangkan untuk mendapatkan metode yang cepat, efisien dan akurat. Metode yang sesuai dalam penentuan kadar ion dalam air adalah metode Sistem alir *Multi-commutation*. Sistem alir *Multi-commutation* sebagai hasil pengembangan FIA merupakan metode yang dapat digunakan untuk menganalisis kandungan ion kromium heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ ) melalui pembentukan kompleks Cr(VI)-difenilkarbazida. Kompleks Cr(VI)-difenilkarbazida merupakan kompleks khelat berwarna khas merah keunguan yang dapat dideteksi menggunakan spektrofotometri sinar tampak. Intensitas warna kompleks khelat yang terbentuk dipengaruhi oleh konsentrasi kromium, waktu reaksi, pH dan volume pengompleks. Penambahan asam sulfat pada sampel akan mempengaruhi pH larutan sampel dalam mengontrol pembentukan anion kompleks yang dapat bereaksi dengan ligan pengompleks.

Rangkaian sistem alir *multi-commutation* tersusun oleh beberapa komponen yakni, *three way solenoid valve*, spektrofotometer, pompa peristaltik, *webcam*, komputer (Software LabVIEW 2013) dan Arduino Uno. Pompa peristaltik akan menarik carrier ketika ketiga katup solenoid ( $V_1$ ,  $V_2$  dan  $V_3$ ) dalam keadaan

nonaktif sehingga carrier akan mengalir melalui katup solenoid pertama ( $V_1$ ) dan sampel dapat diinput dengan menggantikan jalannya carrier dalam artian mengaktifkan katup solenoid pertama, reagen 1,5-difenilkarbazida dan larutan asam sulfat diinput secara berurutan dengan mengaktifkan katup solenoid kedua ( $V_2$ ) dan ketiga ( $V_3$ ). Reagen 1,5-difenilkarbazida dan larutan asam sulfat akan diinput sesuai volume yang ditentukan dengan cara mengontrol katup solenoid yang dikendalikan oleh *Arduino Uno* sebagai penyederhana pemrograman. *Arduino Uno* merupakan suatu sistem mikrokontroler yang berfungsi sebagai pusat pengendali output. *Source code* arduino (*Sketch*) yang telah dibuat kemudian ditanamkan (*Embedded*) ke mikrokontroler, sehingga mikrokontroler dapat bekerja sesuai dengan program yang dibuat. Pencampuran akan terjadi pada *reaction coil* hingga ke detektor. Nilai absorbansi pada spektrofotometer akan direkam oleh kamera dan akan diolah menggunakan software LabView pada komputer. Alat yang telah dirangkai selanjutnya, dilakukan optimasi volume injeksi asam sulfat dan volume reagen 1,5-difenilkarbazida. Variasi volume injeksi yang digunakan adalah 50, 100, 150, 200 dan 250  $\mu\text{L}$ , dengan laju alir 25  $\mu\text{L}/\text{detik}$ , dan diameter *tube* 0,8 mm. Hasil optimasi diperoleh volume injeksi asam sulfat dan 1,5-difenilkarbazida berturut-turut sebanyak 100  $\mu\text{L}$  dan 150  $\mu\text{L}$ . Volume injeksi yang paling optimum ini digunakan untuk pengukuran larutan standar dan sampel. Tujuannya yaitu untuk mengetahui kinerja sistem injeksi alir yang meliputi linieritas, sensitivitas, limit deteksi dan akurasi.

Sistem alir *Multi-Commutation* (MC-FIA) spektrofotometri untuk analisis menunjukkan kinerja yang baik. MC-FIA spektrofotometri ditentukan berdasarkan beberapa kriteria yaitu linieritas dengan koefisien korelasi sebesar 0,996, limit deteksi 0,024 ppm, sensitivitas sebesar  $0,123 \pm 0,001$  dan akurasi sebesar 105,8%. Volume injeksi berpengaruh terhadap nilai absorbansi serta puncak yang dihasilkan, dimana volume injeksi yang sesuai akan menghasilkan puncak yang seragam dan nilainya stabil.

## PRAKATA

Segala puji syukur dipanjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulisan skripsi yang berjudul “Analisis Sistem Alir *Multi-commutation* untuk Penentuan Kromium Heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ ) pada Limbah *Elektroplating* secara Spektrofotometri” dapat terselesaikan dengan baik. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat menyelesaikan pendidikan program sarjana strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penulisan skripsi ini banyak mendapatkan bantuan moril maupun materil dari berbagai pihak, sehingga ucapan terima kasih disampaikan dengan tulus kepada:

1. Drs. Sujito, Ph.D, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Tri Mulyono, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing Utama dan Yudi Aris Sulistiyo, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, kasih sayang serta doa dan membimbing dengan penuh kesabaran dalam penulisan skripsi ini;
4. Drs. Sudarko, Ph.D., selaku Dosen Penguji I dan Drs. Siswoyo M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. I Nyoman Adi Winata S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing selama menjadi mahasiswa;
6. Bapak dan ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan;
7. Teknisi-teknisi laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;

Segala bentuk kritik dan saran yang bersifat membangun diharapkan dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini dan semoga skripsi ini dapat bermanfaat terhadap perkembangan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang kimia.

Jember, 9 Maret 2018

Penulis



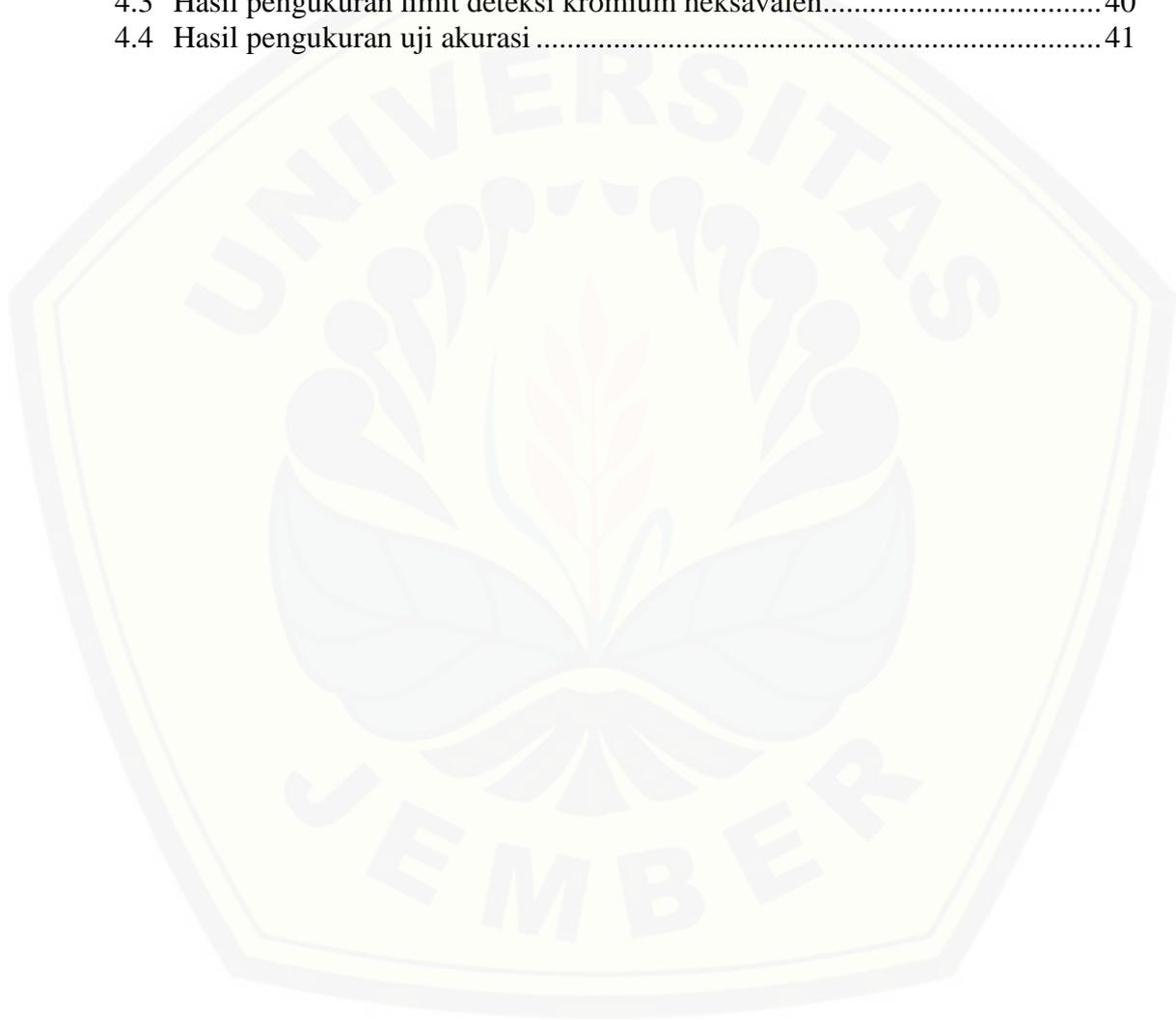
DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN MOTO</b> .....	iii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iv
<b>HALAMAN PEMBIMBING</b> .....	v
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	vi
<b>RINGKASAN</b> .....	vii
<b>PRAKATA</b> .....	ix
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xiii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xiv
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xv
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b> .....	1
<b>1.1 Latar Belakang</b> .....	1
<b>1.2 Rumusan Masalah</b> .....	3
<b>1.3 Batasan Masalah</b> .....	3
<b>1.4 Tujuan Penelitian</b> .....	3
<b>1.5 Manfaat Penelitian</b> .....	4
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
<b>2.1 Elektroplating</b> .....	5
<b>2.2 Limbah Elektroplating</b> .....	6
<b>2.3 Kromium</b> .....	7
<b>2.4 1,5-difenilkarbazida (DPC)</b> .....	9
<b>2.5 Multi-commutation Flow Injection Analysis</b> .....	10
2.5.1 Instrumentasi MCFIA .....	12
2.5.2 Faktor-faktor yang mempengaruhi Analisis Sistem Alir .....	16
<b>2.6 Spektrofotometri UV-Vis</b> .....	18
2.6.1 Hukum Dasar Absorbansi .....	19
2.6.2 Penyimpangan Hukum Lambert-Beer .....	21
<b>2.7 Software LabVIEW</b> .....	22
<b>2.8 Kriteria Pengukuran Analitik</b> .....	23
<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	25
<b>3.1 Waktu dan Tempat Penelitian</b> .....	25
<b>3.2 Alat dan Bahan</b> .....	25
3.2.1 Alat .....	25
3.2.2 Bahan .....	25
<b>3.3 Diagram Alir</b> .....	26
<b>3.4 Prosedur Penelitian</b> .....	26
3.4.1 Preparasi larutan dan sampel .....	26
3.4.2 Skema Analisis Kromium Heksavalen .....	27
3.4.3 Prosedur Sistem Alir Multi-commutation .....	28

3.4.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....	28
3.4.5 Penentuan Volume Asam Sulfat Optimum .....	29
3.4.6 Penentuan Volume Reagen Pengompleks.....	29
3.4.7 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	29
3.4.8 Pengukuran Sampel.....	29
3.4.9 Karakteristik Data .....	30
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>32</b>
<b>4.1 Desain Instrumen Sistem Alir <i>Multi-commutation</i> .....</b>	<b>32</b>
<b>4.2 Kondisi Optimum Pengukuran Kromium Heksavalen .....</b>	<b>33</b>
4.2.1 Optimasi Panjang Gelombang Kompleks.....	33
4.2.2 Pengaruh Volume Injeksi .....	34
<b>4.3 Karakteristik Analisis Kromium Heksavalen .....</b>	<b>38</b>
4.3.1 Linieritas .....	39
4.3.2 Sensitivitas .....	40
4.3.3 Limit Deteksi .....	40
4.3.4 Akurasi.....	40
<b>BAB 5. PENUTUP.....</b>	<b>42</b>
<b>5.1 Kesimpulan .....</b>	<b>42</b>
<b>5.2 Saran.....</b>	<b>42</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>43</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>48</b>

**DAFTAR TABEL**

	Halaman
2.1 Konsentrasi ion-ion logam berat dalam limbah elektroplating .....	7
2.2 Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer .....	19
4.1 Pengaruh volume injeksi asam sulfat terhadap nilai absorbansi .....	35
4.2 Pengaruh volume injeksi 1,5-difenilkarbazida terhadap nilai absorbansi .....	37
4.3 Hasil pengukuran limit deteksi kromium heksavalen.....	40
4.4 Hasil pengukuran uji akurasi .....	41

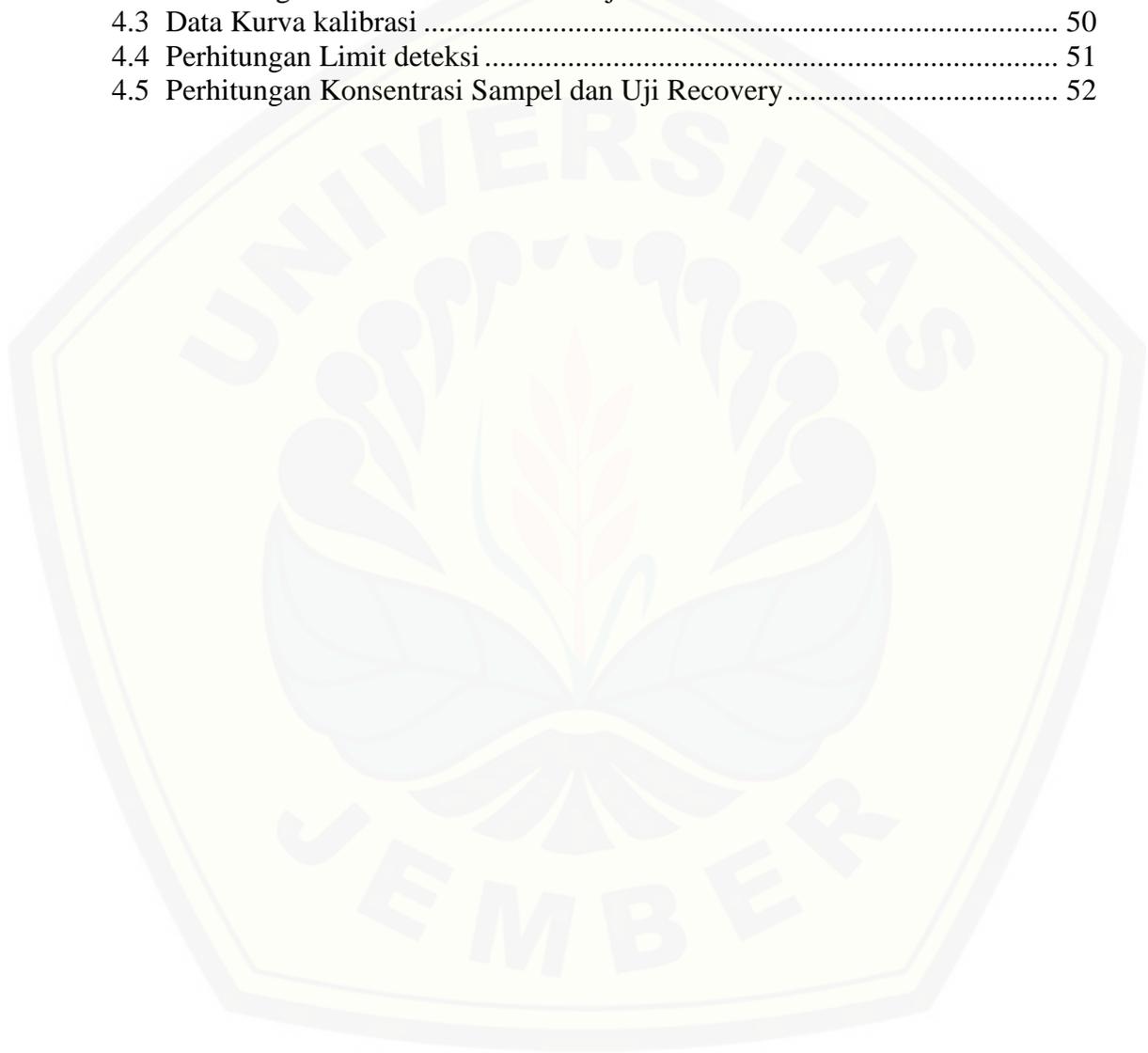


DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Diagram Pourbaix Krom.....	8
2.2 Struktur 1,5-difenilkarbazida .....	10
2.3 Diagram Sistem <i>Multi-commutation</i> .....	11
2.4 Pembentukan aliran pada <i>reaction coil</i> .....	11
2.5 <i>Multi-commutation</i> bentuk model aliran sampel dan reagen .....	12
2.6 Pompa peristaltik .....	13
2.7 Sistem kerja <i>three-way solenoid valve</i> .....	14
2.8 Modul Mikrokontroler <i>Arduino UNO</i> .....	15
2.9 Pengaruh diameter tube terhadap proses dispersi .....	16
2.10 Pengaruh panjang reaktor terhadap proses dispersi .....	17
2.11 Pengaruh injeksi volume terhadap proses dispersi .....	17
2.12 Pengaruh laju alir terhadap proses dispersi.....	18
2.13 Kurva Kalibrasi .....	21
2.14 Kurva Hukum Lambert-Beer .....	21
3.1 Diagram Analisis kromium heksavalen dengan metode <i>Multi-commutation</i> menggunakan spektrofotometri.....	26
3.2 Skema kerja dari sistem aliran <i>Multi-commutation</i> .....	27
3.3 Model aliran sampel dan reagen .....	28
4.1 Tampilan <i>front panel</i> .....	33
4.2 Profil serapan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks Cr(VI)-difenilkarbazon pada panjang gelombang 500-560 nm dengan interval 10 nm .....	34
4.3 Profil penentuan volume asam sulfat yang diinjeksikan dengan metode sistem alir <i>Multi-commutation</i> pada laju alir sebesar 25 $\mu\text{L}/\text{detik}$ .....	36
4.4 Profil penentuan volume 1,5-difenilkarbazida yang diinjeksikan dengan metode sistem alir <i>Multi-commutation</i> pada laju alir sebesar 25 $\mu\text{L}/\text{detik}$ .....	37
4.5 Kurva kalibrasi larutan standar Cr(VI) dengan metode <i>Multi-commutation</i> pada $\lambda=542$ nm dengan volume asam sulfat maksimum 100 $\mu\text{L}$ , volume reagen = 150 $\mu\text{L}$ dan laju alir sebesar 25 $\mu\text{L}/\text{detik}$ .....	39

**DAFTAR LAMPIRAN**

	Halaman
3.1 Pembuatan Larutan Kromium heksavalen .....	48
4.1 Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Cr(VI)-difenilkarbazon .	49
4.2 Data Pengukuran Variasi Volume Injeksi.....	50
4.3 Data Kurva kalibrasi .....	50
4.4 Perhitungan Limit deteksi .....	51
4.5 Perhitungan Konsentrasi Sampel dan Uji Recovery .....	52



## BAB 1. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Kebutuhan akan metode analisis yang efektif untuk menentukan kromium dalam sebuah sampel limbah di lingkungan telah meningkat drastis. Hal tersebut dikarenakan banyak kasus biologis, gizi atau sifat toksikologi yang sangat bergantung pada bentuk kimia atau keadaan oksidasi dari kromium. Kromium merupakan elemen alami yang ditemukan dalam mineral, batu, tanaman, tanah, dan air di gunung berapi. Bentuk kromium yang stabil di alam adalah kromium trivalen ( $\text{Cr}^{3+}$ ) dan kromium heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ ). Kromium trivalen dan kromium heksavalen terdapat dalam lingkungan sebagai akibat dari pembuangan limbah, elektroplating, pembakaran minyak bumi, oksidasi industri, industri penyamakan, zat warna, dan industri cat. Kromium trivalen dalam konsentrasi yang rendah berguna untuk metabolisme karbohidrat pada mamalia dan mengaktifkan insulin. Kromium heksavalen lebih toksik dibandingkan dengan kromium trivalen (Sundkk., 2003). Ion kromium ( $\text{Cr}^{6+}$ ) dalam kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) dan dikromat ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) menyebabkan penyakit ginjal *necrosis tubulus* dan kanker paru-paru (Hayes dan Kruger, 2014).

Berbagai macam teknik analisis telah dikembangkan untuk penentuan kadar ion kromium. Metode analisis pengaktifan neutron mampu mengukur kadar kromium pada sampel cair dengan kurun waktu 12 hari 6 jam untuk prosedur iradiasi (Khairani dan Soeleman, 2007). Metode ekstraksi sebagai tetrabutylamonium kromat mampu mengukur kadar kromium heksavalen dengan kurun waktu 10 menit untuk proses ekstraksi dan kemudian diukur secara spektrofotometri dengan penambahan 5 mL reagen 1,5-difenilkarbazida (Gotawa, 2008). Metode spektrofotometri sinar tampak secara *batch* dengan menggunakan pewarna 1,5-difenilkarbazida mampu menentukan kandungan kromium heksavalen dengan volume reagen maksimum sebanyak 2,0 mL dan 1,5 mL (Prasetyo, 2006). Meskipun metode spektrofotometri memiliki sensitivitas dan selektivitas yang tinggi, tetapi membutuhkan reagen pengompleks yang cukup

banyak. Oleh karena itu, dibutuhkan pengembangan instrumen secara spektrofotometri yang dapat meminimalisir penggunaan reagen pengompleks.

Seiring dengan perkembangan ilmu pengetahuan di bidang analisis menyebabkan analisis sistem alir semakin diminati dan dikembangkan untuk analisis logam berat. Sistem alir *Multi-commutation* sebagai hasil pengembangan FIA merupakan metode yang dapat digunakan untuk menganalisis kandungan ion kromium heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ ) berdasarkan pembentukan kompleks Cr(VI)-difenilkarbazida. Difenilkarbazida mudah bereaksi dengan kromium heksavalen pada suasana asam dan akan menghasilkan kompleks khelat yang memiliki warna khas merah keunguan sehingga dapat dideteksi menggunakan spektrofotometri sinar tampak (Khanifah dkk., 2015). Intensitas warna kompleks khelat yang terbentuk dipengaruhi oleh konsentrasi kromium, waktu reaksi, pH dan volume pengompleks. Penambahan asam sulfat pada sampel akan mempengaruhi pH larutan sampel dalam mengontrol pembentukan anion kompleks yang dapat bereaksi dengan ligan pengompleks.

*Multi-commutation in Flow Injection Analysis* mengacu pada rancangan sistem kendali oleh komputer sehingga sistem alir pada semua langkah yang terlibat dalam pengolahan sampel dapat dilaksanakan secara otomatis. Sistem alir *multi-commutation* menggunakan perangkat katup solenoid yang dapat diatur sebagai jaringan aliran secara manual ataupun dikontrol menggunakan komputer dengan sebuah *software* kontrol. Kelebihan dari sistem alir *multi-commutation* antara lain meningkatkan fleksibilitas sistem aliran, mengurangi konsumsi reagen dan analit, meningkatkan pencampuran dan memfasilitasi otomatisasi. Keuntungan utama dari metode ini terletak pada injeksi sampel secara berturut-turut dan volume pada setiap bagian yang mudah dikontrol (Rocha dkk., 2002).

Berdasarkan uraian diatas, maka penelitian ini difokuskan untuk mengembangkan metode sistem alir *multi-commutation* menggunakan spektrofotometri sinar tampak dalam pengukuran kromium heksavalen. Penelitian ini menggunakan volume reagen pengompleks dan volume asam sulfat sebagai salah satu faktor yang akan mempengaruhi pengukuran kromium heksavalen

dalam sistem alir. Metode tersebut diharapkan dapat menentukan kromium heksavalen dalam limbah elektroplating secara akurat, cepat dan efisien.

### 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Berapa jumlah volume optimum reagen pengompleks dan asam sulfat dalam penentuan kromium heksavalen dengan menggunakan metode sistem alir *multi-commutation* ?
2. Bagaimana kinerja sistem alir *multi-commutation* meliputi linieritas, sensitivitas, limit deteksi dan akurasi ?

### 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini meliputi:

1. Sampel diperoleh dari limbah Industri Elektroplating X Kelurahan Tegal Besar Kecamatan Kaliwates Kabupaten Jember
2. Menggunakan larutan 1,5-difenilkarbazida sebagai reagen pengompleks untuk kromium (VI) dengan rentang volume reagen pengompleks dan asam sulfat antara 50 sampai 250  $\mu\text{L}$ .
3. Laju alir dalam penelitian ini yakni 25  $\mu\text{L}/\text{detik}$  dan diameter koil 0,8 mm.

### 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yakni:

1. Mengetahui jumlah volume optimum reagen pengompleks dan asam sulfat dalam penentuan kromium heksavalen dengan menggunakan metode sistem alir *multi-commutation*.
2. Mengetahui kinerja sistem alir *multi-commutation* meliputi linieritas, sensitivitas, limit deteksi dan akurasi.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi penelitian terkait analisis sistem alir *multi-commutation* menggunakan spektrofotometri dan sebagai analisa alternatif dalam menentukan konsentrasi kromium heksavalen.



## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Elektroplating

Elektroplating merupakan sebuah proses pelapisan logam padat dengan logam lain dengan adanya arus listrik dalam sebuah larutan elektrolit. Proses yang terjadi dalam elektroplating adalah sebuah proses elektrokimia. Perlakuan elektroplating menggunakan dua buah elektroda yang dihubungkan pada sumber arus listrik, dimana terbagi menjadi dua kutub yaitu kutub positif (katoda) dan kutub negatif (anoda) (Ahmad, 1992). Logam yang digunakan dalam elektroplating meliputi Cr, Ni, Zn, Cd, Cu, Ag, Au, Sn dan Pb. Beberapa *alloy* seperti kuningan (Cu/Zn) dan perunggu (Cu/Sn) juga dapat digunakan untuk melapisi logam (Reigher, 1993).

Elektroplating dilakukan pada sebuah bejana besar yang didalamnya terdapat dua buah elektroda yang dihubungkan dengan arus searah (DC) atau lebih dikenal dengan rangkaian elektrolisa. Apabila arus listrik (potensial) searah dialirkan antara kedua elektroda dalam elektrolit, maka muatan ion positif ditarik oleh katoda. Sebaliknya anoda akan menarik ion bermuatan negatif. Ion-ion yang dihasilkan akan dinetralisir oleh kedua elektroda dan larutan elektrolit sehingga dihasilkan sebuah endapan pada katoda dan gas hidrogen (Lou dan Huang, 2006).

Tahun 1813 Michael Faraday yang mengembangkan hukum Faraday menjadi hukum yang mendasari proses elektroplating. Hukum pertama dan kedua Faraday menyatakan bahwa jumlah bahan yang diendapkan pada elektroda sebanding dengan jumlah listrik yang digunakan (Lou dan Huang, 2006).

Fungsi dari pelapisan logam adalah sebagai berikut:

1. Memperbaiki penampilan (dekoratif), misalnya: pelapisan emas, perak, kuningan dan tembaga
2. Melindungi logam dari korosi, yaitu melindungi logam dasar dengan logam yang lebih mulia, misalnya: pelapisan platina, emas dan baja, melindungi logam dasar dengan logam yang kurang mulia, misalnya pelapisan seng dan baja

3. Meningkatkan ketahanan produk terhadap gesekan (abrasi), misalnya pelapisan kromium.
4. Memperbaiki kehalusan atau bentuk permukaan dan toleransi logam dasar, misalnya: pelapisan nikel, kromium.

## 2.2 Limbah Elektroplating

Proses elektroplating selain menghasilkan produk yang berguna juga menghasilkan limbah padat, emisi gas dan cair. Limbah padat berasal dari proses penghilangan kerak, *polishing*, maupun kotoran sisa pada bak elektroplating. Limbah berupa emisi gas pada umumnya berasal dari penguapan larutan elektrolit, pelarut, uap asam, maupun cairan pembersih. Limbah cair berupa air limbah yang berasal dari pencucian, pembersihan dan proses elektroplating. Air limbah mengandung logam-logam terlarut, pelarut dan senyawa organik maupun anorganik terlarut lainnya (sari, 2013). Beberapa zat yang digunakan dalam elektroplating (seperti larutan asam, logam berat, pelarut dan sianida) dapat ditemukan dalam air limbah, baik melalui pembilasan produk atau dari tumpahan dan proses pembuangan. Pelarut dan uap dari panas proses *plating* mengakibatkan peningkatan kadar senyawa organik volatil (VOC) (World Bank, 1998).

Berbagai logam yang digunakan dalam elektroplating akan menjadikan suatu masalah pada limbah yang dihasilkan. Limbah yang dihasilkan dari proses elektroplating merupakan limbah logam berat yang termasuk dalam limbah B3 (Bahan Beracun Berbahaya). Ciri-ciri limbah B3 antara lain mudah meledak, mudah terbakar, bersifat reaktif, beracun dan korosif. Limbah elektroplating mengandung berbagai logam, yang sebagian besar adalah logam berat. Limbah logam berat ini diperoleh akibat penggunaan logam berat itu sendiri pada proses elektroplating. Logam berat akan menimbulkan suatu pencemaran terhadap lingkungan. Logam-logam yang terkandung seperti ion kromium heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ ), kromium total ( $\text{Cr}^{\text{tot}}$ ), sianida ( $\text{CN}$ ), tembaga ( $\text{Cu}^{2+}$ ), seng ( $\text{Zn}^{2+}$ ), nikel ( $\text{Ni}^{2+}$ ), timbal ( $\text{Pb}^{2+}$ ), dan kadmium ( $\text{Cd}^{2+}$ ) (sumada, 2006). Berbagai konsentrasi ion-ion logam berat tersebut berdasarkan SKGUB Jawa Timur no 52 Tahun 2014 dijelaskan dalam tabel 2.1.

Tabel 2.1 Konsentrasi ion-ion logam berat dalam limbah elektroplating

Parameter	Baku Mutu air limbah Industri elektroplating (mg/L)
Sianida (CN)	0,2
Nikel (Ni <sup>2+</sup> )	1,0
Seng (Zn <sup>2+</sup> )	1,0
Timbal (Pb <sup>2+</sup> )	0,1
Kadmium (Cd <sup>2+</sup> )	0,05
Tembaga (Cu <sup>2+</sup> )	0,6
Kromium total (Cr <sup>tot</sup> )	0,5
pH	6-9

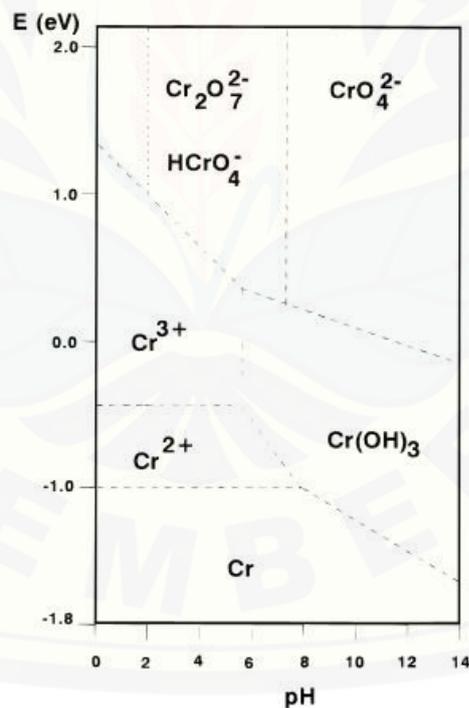
### 2.3 Kromium

Kromium adalah sebuah unsur alami yang ditemukan dalam batuan, hewan, tumbuhan, dan tanah. Hal ini dapat ditemukan dalam berbagai bentuk tergantung pada bentuknya yaitu cair, padat atau gas. Bentuk yang paling umum adalah kromium (0), kromium (III) dan kromium (VI). Tidak ada rasa atau bau dikaitkan dengan senyawa kromium. Logam kromium yang merupakan kromium (0) bentuk, digunakan untuk pembentukan baja, Kromium (VI) dan kromium (III) digunakan untuk krom plating (Widowati dkk., 2008). Kromium, Cr (Ar: 51,886) adalah logam kristalin yang putih, tak begitu liat dan tak dapat ditempa dengan berarti, ia melebur pada 176,5°C. Logam ini larut dalam asam klorida encer atau pekat. Ion kromium (II) dapat dioksidasi menjadi kromat (Svehla, 1979).

Kromium adalah logam yang tahan korosi oleh sebab itu banyak digunakan sebagai pelapis elektrolit dan inhibitor korosi dalam campuran baja (*alloy*). Senyawa kromium dalam bentuk kromat dan dikromat sangat banyak digunakan oleh industri tekstil, fotografi, pembuatan tinta dan industri zat warna. Tingkat bilangan oksidasi kromium yang sering dijumpai adalah III dan VI. Cr(III) dalam larutan asam berupa ion Cr(H<sub>2</sub>O)<sub>6</sub><sup>3+</sup>, sedangkan dalam larutan yang basa berupa ion Cr[(OH)<sub>5</sub>(H<sub>2</sub>O)]<sup>2-</sup> dan Cr(OH)<sub>6</sub><sup>3-</sup>. Cr(VI) dalam larutan asam (pH lebih kecil dari 6) berupa ion HCrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> yang berwarna kuning. Kromium yang telah ditemukan di alam kemudian masuk ke lingkungan melalui limbah industri dari lumpur elektroplating seperti penyamakan dan pabrik inhibitor korosi (Suhendrayatna, 2001).

Kromium (VI) merupakan turunan dari  $\text{CrO}_3$ , dapat dijumpai dalam dua macam senyawa yang sangat terkenal yaitu kromat-kuning,  $\text{CrO}_4^{2-}$ , dengan struktur tetrahedral, larutan ini dapat terbentuk dalam larutan basa diatas pH 6, dan dikromat merah-oranye  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ , dengan struktur dua tetrahedron yang bersekutu dalam salah satu titik sudutnya (atom O), larutan ini berada dalam kesetimbangan, pada larutan asam antara pH 2 sampai dengan pH 6 terbentuk  $\text{HCrO}_4^-$ . Pada pH dibawah 1, spesies yang utama adalah  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  (Cotton dan Wilkinson, 1989).

Spesies utama akuatik Cr(VI) adalah  $\text{HCrO}_4^-$ ,  $\text{CrO}_4^{2-}$ , dan  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ . Pada pH lebih besar dari 6,5 kadar kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) lebih dominan sedangkan  $\text{HCrO}_4^-$  mendominasi pada rentang pH lebih kecil dari 6,5. Pembentukan dikromat ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) berlangsung pada kondisi asam dengan adanya konsentrasi Cr(VI) yang tinggi (Mardiana dan Setianingsih, 1998).



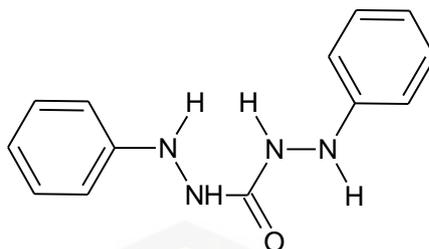
Gambar 2.1 Diagram Pourbaix Krom  
(Sumber : Weckhuysen dkk., 1996)

#### 2.4 1,5-difenilkarbazida (DPC)

Indikator logam adalah suatu senyawa yang dapat membentuk kompleks dengan ion-ion logam dan menghasilkan warna kompleks yang khas (berbeda dengan warna indikator dalam keadaan bebas). Senyawa yang digunakan sebagai indikator logam harus memenuhi persyaratan sebagai berikut:

- a. Memberi warna spesifik.
- b. Kompleks logam-indikator ( M-Ind ) harus cukup stabil, jika tidak maka akan terdisosiasi dan perubahan warnanya tidak jelas.
- c. Perbedaan warna antara indikator bebas dengan kompleks logam-indikator harus jelas (kontras).
- d. Indikator harus peka terhadap logam-logam.

Indikator logam juga merupakan zat pembentuk kompleks, dimana molekul indikator ini memiliki beberapa atom dengan pasangan elektron bebas yang dapat disumbangkan pada ion logam untuk membentuk ikatan koordinasi. Molekul ini dapat juga membentuk ikatan koordinasi dengan proton dan mengalami perubahan warna, sehingga indikator ini tidak hanya menjadi indikator terhadap perubahan konsentrasi logam, tetapi juga terhadap perubahan konsentrasi  $\text{H}_3\text{O}^+$  (pH). Salah satu contoh indikator logam yang umum digunakan adalah 1,5-difenilkarbazida (DPC). Berat molekul 242,28 g/mol serta rumus bangun dapat dilihat pada gambar 2.1. Indikator logam ini dalam pembentukan kompleks berperan sebagai ligan dimana ligan ini bersifat bidentat yang akan menyumbangkan dua atom donor dalam pembentukan ikatan. Sifat dari ligan ini yaitu sebagai akseptor  $\pi$  yang baik dimana memiliki ikatan rangkap dua dan atom N yang sangat elektronegatif serta cenderung bersifat stabil. Ligan ini juga memiliki lone pair untuk berikatan dengan atom pusat sehingga bersifat sebagai donor  $\sigma$ .



Gambar 2.2 Struktur 1,5-difenilkarbazida  
(Sumber: Svehla, 1996)

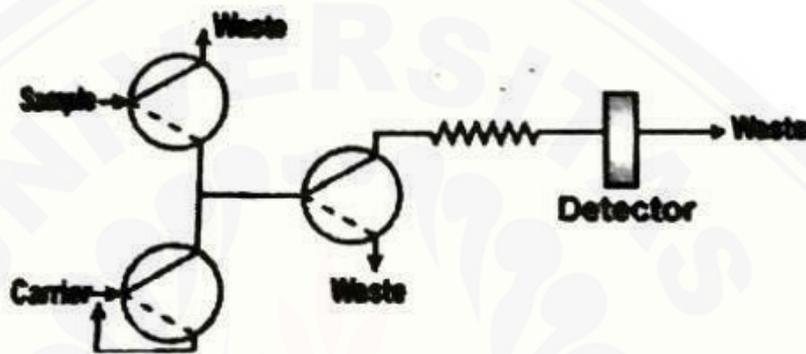
Analisis kromium dengan metode 1,5-difenilkarbazida, dimana asam kromat bereaksi dengan 1,5-difenilkarbazida dalam kondisi asam akan menghasilkan larutan violet dengan panjang gelombang absorbansi maksimum 540 nm. Reaksi warna ini sangat sensitif pada konsentrasi kromium yang kecil dengan sensitivitas 0,02 - 0,05  $\mu\text{g/mL}$ . Metode ini dapat dipakai pada semua metode kompleks, seperti tanah, batuan, biji besi, tumbuhan dan hewan (National Research, 1947).

## 2.5 *Multi-commutation in Flow Injection Analysis*

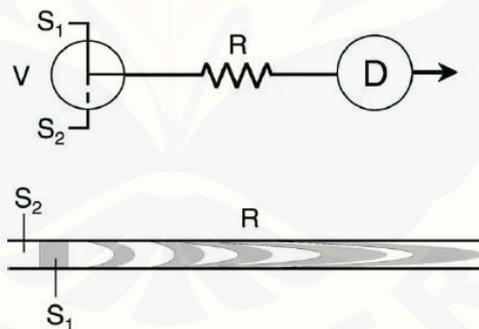
Menurut Skoog and Leary (1992) *flow injection analysis* merupakan suatu teknik aliran secara langsung dan sesuai untuk analisis otomatis secara cepat pada sampel air yang untuk pertama kalinya dipaparkan oleh Ruzicka dan Hansen pada tahun 1975. Prinsip kerja *flow injection analysis* didasarkan pada pemasukan sejumlah volume tertentu dari sampel ke dalam aliran carrier. Aliran carrier kemudian akan mengalir melewati *loop* sebagai pemberi tenaga bagi reagen untuk terjadinya reaksi kimia antara sampel dan reagen, dan bila perlu larutan *buffer* dialirkan oleh pompa peristaltik. Sampel dan reagen dialirkan dengan menggunakan pompa. Total aliran kemudian mengalir menuju detektor sebagai satu kesatuan membentuk suatu zona dan selanjutnya menuju buangan (Kennedy, 1990).

*Multi-commutation in Flow Injection Analysis* merupakan modifikasi dari sistem alir FIA yang mengacu pada rancangan sistem kendali oleh komputer sehingga sistem alir pada semua langkah yang terlibat dalam pengolahan sampel dapat dilaksanakan secara otomatis. Sistem alir *multi-commutation* menggunakan perangkat katup solenoid yang dapat diatur sebagai jaringan aliran secara manual ataupun dikontrol menggunakan komputer dengan sebuah software. Kelebihan

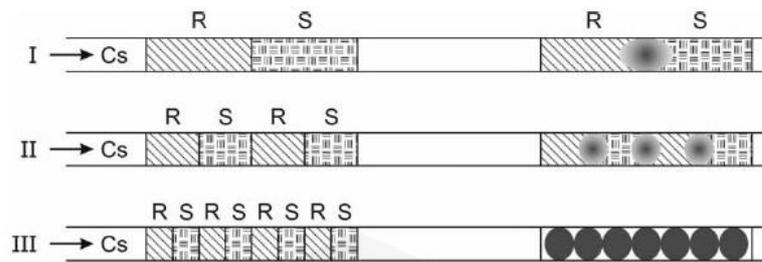
dari sistem *multi-commutation* antara lain meningkatkan fleksibilitas sistem aliran, mengurangi konsumsi reagen dan analit, meningkatkan pencampuran dan memfasilitasi otomatisasi. Keuntungan utama dari metode ini terletak pada injeksi sampel secara berturut-turut dan volume pada setiap bagian yang mudah dikontrol (Rocha dkk., 2002). Prinsip *Multi-commutation* yakni injeksi berdasarkan waktu, dimana injeksi volume sampel digerakkan menggunakan solenoid seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.3.



Gambar 2.3 Sistem *Multi-commutation*  
(Sumber: Pramauro dkk., 1996)



Gambar 2.4 Pembentukan aliran pada *reaction coil*.  $S_1$  dan  $S_2$ : larutan;  $V$ : *three way solenoid valve*;  $R$ : *reaction coil*;  $D$ : detektor.  
(Sumber: Rocha dkk., 2002)



Gambar 2.5 *Multi-commutation* bentuk model aliran sampel dan reagen. Cs: larutan carrier; R: larutan reagen; S: larutan sampel. Simbol lingkaran hitam menunjukkan bahwa sampel dan reagen mengalami pencampuran.  
(Sumber: Lavorante dkk., 2007)

Sampel dan reagen yang dialirkan ke dalam media alir akan membentuk model aliran seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.5. Sampel bergerak melalui zona pencampuran dan terjadi reaksi, lebar aliran akan meningkat karena sampel menyebar ke dalam cairan pembawa seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.4. Hasil dispersi berasal dari dua proses, yaitu proses konveksi karena aliran dari cairan pembawa dan difusi karena gradien konsentrasi antara sampel dan cairan pembawa. Parameter fisik yang mempengaruhi tinggi puncak dan waktu kembali mencakup volume sampel yang disuntikkan, laju aliran, panjang, diameter dan geometri pencampuran dan zona reaksi. Kinetika reaksi kimia antara sampel dan reagen dalam cairan pembawa juga mempengaruhi tinggi puncak dan waktu kembali (Harvey, 2016).

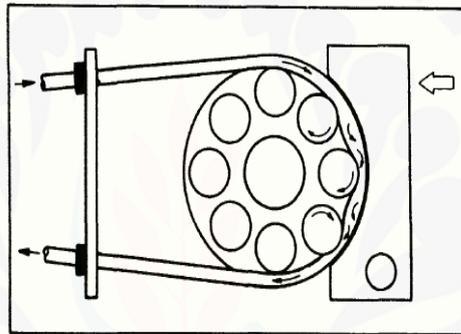
Pencampuran sampel dengan reagen dalam aliran terjadi terutama disebabkan oleh proses difusi terkontrol dan terjadi reaksi kimia. Detektor secara kontinyu merekam parameter absorban, potensial elektrode atau parameter-parameter fisik lainnya sebagai hasil yang diterima dari perubahan sampel setelah aliran terjadi (Christian, 1989).

### 2.5.1 Instrumentasi *Multi-commutation* FIA (MCFIA)

Sistem alir *Multi-commutation* FIA (MCFIA) paling sedikit terdiri dari empat komponen utama, yaitu: pompa, *insertion unit/ injection*, *transport* dan *reaction unit/ mixing reaction*, dan detection. Sedangkan komponen pendukung yang digunakan misalnya komputer yang mengatur jalannya sample, *Arduino Uno*, perekaman data dari detektor dan perhitungan hasil analisis.

a. Unit penggerak

Suatu unit yang berfungsi menggerakkan cairan ke unit-unit yang lain dalam suatu FIA dengan kecepatan (flow rate) yang konstan dan bebas dari denyut atau gangguan selama aliran berlangsung (pulse-free). Unit ini dapat berupa pompa peristaltik, pompa syringe, dan botol bertekanan tinggi atau diletakkan dengan ketinggian tertentu. Pompa peristaltik memiliki prinsip kerja berdasarkan tekanan dan perpindahan. Pompa peristaltik harus didukung suatu pipa elastis untuk menggerakkan cairan. Pipa-pipa ini ditekan oleh beberapa pemutar yang berputar dan menekan secara bergantian, dengan cara ini cairan yang berada dalam pipa dapat digerakkan (Kalrberg and Pacey, 1989).



Gambar 2.6 Pompa Peristaltik  
(Sumber: Kalrberg dan Pacey, 1989)

b. Unit transportasi

Unit ini memiliki beberapa fungsi, diantaranya adalah :

- 1) Tempat terjadinya pencampuran dan reaksi yang di inginkan
- 2) Sebagai tempat mengalirnya sampel, larutan pembawa dan reagen
- 3) Menghubungkan bagian satu dengan bagian lainnya dalam FIA.

Pipa yang digunakan dalam unit ini memiliki ukuran internal diameter (i.d) dalam range 0,1–2 mm, namun yang sering digunakan adalah 0,3; 0,5 dan 0,7 mm yang masing-masing digunakan untuk menghasilkan dispersi yang rendah, sedang dan tinggi. Material pipa ini dapat berupa PVC, silicon atau plastik lainnya.

Selain pipa juga terdapat konektor dalam transport unit ini yang berfungsi menghubungkan pipa yang satu dengan yang lainnya. Komponen penting dalam transport unit yang lain adalah reaktor. Reaktor dalam FIA dapat

dikategorikan sebagai *open tube*, *coil and packed reactor*, *single bed string reactor* (sbsr) dan *mixing chamber*.

### c. Unit Penyisipan

Unit ini bertugas untuk memasukkan sampel dengan volume tertentu ke dalam aliran carier dengan ketentuan :

1. Sampel yang dimasukkan dalam volume yang akurat dan *reproduksibel*
2. Sampel harus masuk dalam aliran carier sedemikian rupa sehingga tidak mengganggu jalannya aliran tersebut
3. Operasi injeksi harus cepat dan kalau mungkin dapat dikontrol secara elektronik

Unit penyisipan yang digunakan dalam sistem *Multi-commutation* yakni *three-way solenoid valve* atau sering disebut katup solenoid 3 saluran yang memiliki 1 lubang inlet, 1 lubang outlet dan 1 lubang pembuangan. Namun penggunaan katup solenoid 3 saluran dalam sistem *Multi-commutation* dapat pula menjadi 2 lubang inlet dan 1 lubang outlet atau sebaliknya. Untuk sistem kerja *three-way solenoid valve* dapat dilihat pada gambar 2.7.



Gambar 2.7 Sistem kerja *three-way solenoid valve*  
(Sumber: Pramauro dkk., 1996)

### d. Detektor

Detektor yang digunakan dalam FIA idealnya memiliki keistimewaan diantaranya: kecilnya volume *flow-cell*, *noise* rendah, *flow rate independent* signal, respon yang cepat dan linear dalam daerah konsentrasi yang lebar dan

sensitivitasnya tinggi. Kriteria utama detektor FIA adalah cepat tanggap karena lebar puncak dari FIA hanya beberapa detik saja, maka detektor dan perangkat elektroniknya harus mempunyai waktu tanggap kurang dari satu detik. Beberapa detektor dalam sistem FIA yaitu amperometer, penyerap atom, luminisensi kimia, fluorometer, potensiometer, pH meter, elektroda membran ion selektif, dan spektrofotometer (Sukarti, 1998).

e. *Arduino Uno*

*Arduino Uno* berfungsi sebagai pengontrol *three-way solenoid valve* dengan pemrograman menggunakan komputer. *Arduino Uno* adalah sebuah perangkat keras keluaran dari *Arduino Italy* yang berupa minimum System board berbasis mikrokontroler Atmega328. Bentuk fisik dari *Arduino Uno* dapat dilihat pada gambar 2.8.



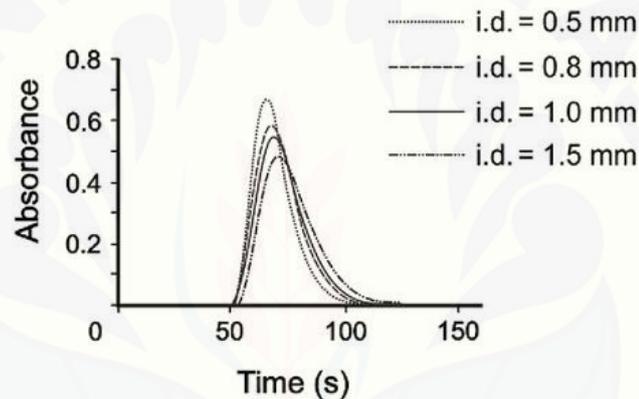
Gambar 2.8 Modul Mikrokontroler *Arduino Uno*  
(Sumber: Ardian, 2013)

Board ini memiliki 14 digital input / output pin (dimana 6 pin dapat digunakan sebagai output PWM), 6 input analog, 16 MHz osilator kristal, koneksi USB, jack listrik tombol reset. Pin-pin ini berisi semua yang diperlukan untuk mendukung mikrokontroler, sumber tegangan bisa didapat dari menghubungkan ke komputer dengan kabel USB, adaptor AC-DC atau baterai untuk menggunakannya (Ardian, 2013).

## 2.5.2 Faktor-faktor yang mempengaruhi Analisis Sistem Alir

### a) Diameter pipa

Penurunan dispersi disebabkan oleh waktu TR yang rendah untuk *tube* dengan diameter kecil. Nilai kontribusi dapat diamati pada gambar 2.9, bahwa semakin besar nilai kontribusi difusi maka terjadi peningkatan pada nilai TR. Gambar 2.9 menunjukkan bahwa lebar dan tinggi puncak merupakan fungsi dari jari-jari *tube*, lebar puncak meningkat dengan bertambahnya jari-jari dan tinggi puncak menurun dengan bertambahnya jari-jari.

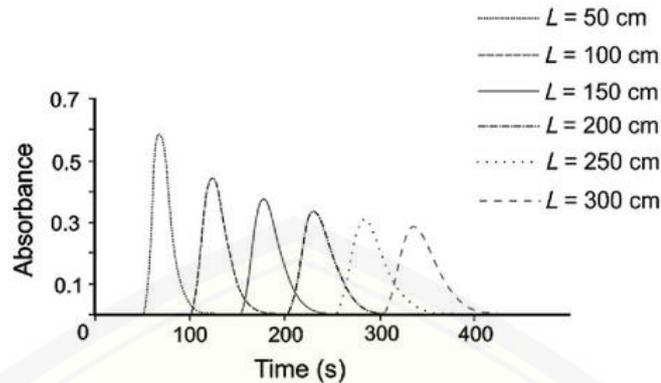


Gambar 2.9 Pengaruh diameter tube terhadap proses dispersi  
(Sumber: Cerda dkk., 2014)

Gambar diatas menunjukkan bahwa semakin besar diameter *tube* maka proses dispersi semakin meningkat sehingga puncak yang dihasilkan semakin lebar dan rendah, apabila diameter *tube* semakin kecil maka proses dispersi semakin menurun dan puncak yang dihasilkan semakin runcing dan tinggi (Trojanowicz, 2008).

### b) Panjang reaktor

Kasus pada bentuk reaktor ini, peningkatan jarak tempuh dapat meningkatkan dispersi sampel. Gambar 2.10 mengenai pengaruh panjang reaktor dengan dispersi sampel:

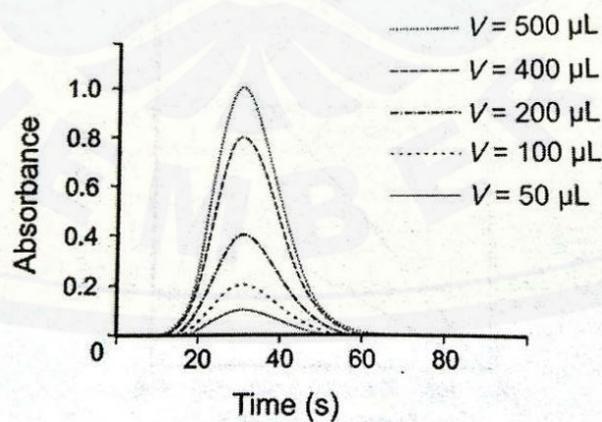


Gambar 2.10 Pengaruh panjang reaktor terhadap proses dispersi  
(Sumber: Trojanowicz, 2008)

Gambar diatas menunjukkan semakin panjang reaktor/*coil* maka proses dispersi akan mengalami peningkatan sehingga puncak yang dihasilkan lebar dan rendah sedangkan semakin pendek reaktor/*coil* maka proses dispersi semakin sedikit sehingga puncak yang dihasilkan runcing dan tinggi. Panjang reaktor/*coil* semakin panjang maka sampel akan mengalami jarak tempuh yang lebih jauh menuju detektor sehingga sampel akan banyak mengalami proses dispersi (Trojanowicz, 2008).

### c) Injeksi Volume

Jumlah volume yang diinjeksikan mempengaruhi tinggi puncak, semakin banyak volume injeksi semakin tinggi puncak yang dihasilkan.



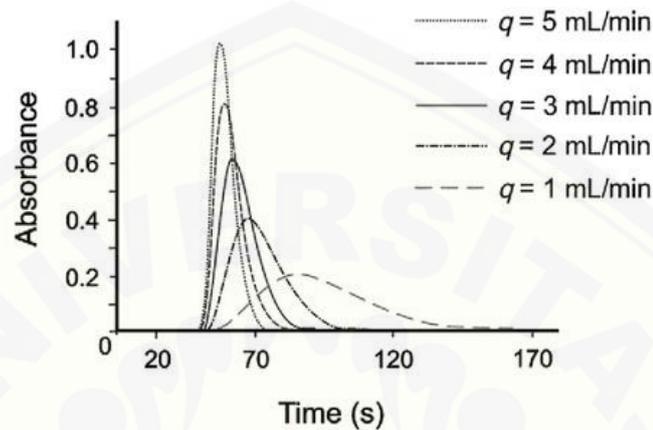
Gambar 2.11 Pengaruh injeksi volume terhadap proses dispersi  
(Sumber: Trojanowicz, 2008)

Gambar diatas menunjukkan bahwa semakin banyak volume sampel yang di injeksi maka puncak yang dihasilkan semakin tinggi, apabila volume sampel

yang di injeksi sedikit maka puncak semakin kecil (Trojanowicz, 2008).

#### d) Laju Alir

Efek laju alir juga berpengaruh pada proses dispersi, dispersi berkurang dengan meningkatnya laju alir



Gambar 2.12 Pengaruh laju alir terhadap proses dispersi  
(Sumber: Cerda dkk., 2014)

Gambar diatas menunjukkan semakin besar laju alir maka proses dispersi semakin rendah sehingga menghasilkan puncak yang runcing, sedangkan semakin kecil laju alir maka proses dispersi semakin meningkat sehingga puncak menjadi lebar dan rendah (Trojanowicz, 2008).

## 2.6 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri merupakan suatu metode analisa yang didasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh satu larutan baik berwarna maupun tidak berwarna pada panjang gelombang spesifik dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dengan detektor *phototube* (Day dan Underwood, 2002). Spektrofotometri melibatkan penggunaan spektrofotometer. Spektrofotometer adalah alat atau instrumen yang digunakan untuk mengukur transmittan atau serapan suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Alat ini terdiri dari spektrometer yang menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer sebagai alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi (Khopkar, 2010).

Spektrofotometri visible didasarkan pada absorpsi radiasi elektromagnetik (cahaya) oleh suatu molekul, dimana energi cahaya yang terserap selanjutnya digunakan untuk transisi elektron. Metode spektrofotometri sinar tampak (visible) didasarkan pada penyerapan sinar tampak oleh suatu larutan berwarna. Hanya larutan yang berwarna yang dapat ditentukan dengan metode ini. Akan tetapi untuk larutan senyawa yang tidak berwarna dapat dibuat berwarna dengan mereaksikannya dengan pereaksi yang menghasilkan senyawa berwarna (Hendayana, 1994).

Tabel 2.2 Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplemeter

Warna Komplemeter	Warna Ditransmisikan	Panjang gelombang (nm)
Hijau kekuningan	Violet	380-435
Kuning	Biru	435-480
Jingga	Hijau biru	480-490
Merah	Biru hijau	490-500
Ungu	Hijau	500-560
Biru ungu	Kuning kehijauan	560-580
Biru	Kuning	580-595
Biru hijau	Jingga	595-650
Biru hijau	Merah	650-780

(Sumber: Day dan Underwood, 1986)

Instrumen yang digunakan dalam spektrofotometri *visible* adalah fotometer filter atau prisma yang digabung dengan spektrofotometer/kisi monokromator, *phototube*, *photomultiplier*/sinar diode (*diode array*), *glass*, sel plastik atau kuarsa. Biasanya teknik ini digunakan secara luas untuk analisis sensor secara kuantitatif. Kerugian teknik ini adalah campuran sulit dianalisis tanpa lebih dulu dipisahkan dari unsur-unsur utamanya (Fifield dan Kealay, 1995).

#### 2.6.1 Hukum Dasar Absorbansi

Hukum Lambert-Beer merupakan landasan hukum dasar untuk analisa suatu atom maupun molekul secara spektroskopi, yang dikemukakan oleh Lambert (1760) dan Beer (1852). Hukum Lambert-Beer mengemukakan tentang serapan radiasi oleh spesies kimia secara kualitatif. Menurut Lambert, fraksi penyerapan sinar tidak tergantung pada  $I$  (intensitas cahaya), sedangkan Beer menyatakan bahwa serapan sebanding dengan jumlah molekul yang menyerap.

Suatu berkas sinar polikromatis (cahaya putih) dilewatkan pada suatu objek maka akan terjadi refleksi, absorpsi atau transmisi oleh objek. Apabila suatu radiasi elektromagnetik dikenakan suatu larutan dengan intensitas radiasi semula ( $I_0$ ), maka sebagian radiasi tersebut akan diteruskan ( $I_t$ ), dipantulkan ( $I_r$ ) dan diabsorpsi ( $I_a$ ), sehingga:

$$I_0 = I_r + I_a + I_t \dots \dots \dots (1)$$

Harga  $I_r$  ( $\pm 4\%$ ) dengan demikian dapat diabaikan karena pengerjaan dengan metode spektrofotometri UV-Vis dipakai larutan pembanding sehingga:

$$I_0 = I_t + I_a \dots \dots \dots (2)$$

Bouger, Lambert dan Beer membuat formula secara matematik hubungan antara transmittan atau absorban terhadap intensitas radiasi atau konsentrasi zat yang dianalisis dan tebal larutan yang mengabsorpsi sebagai:

$$T = I_t/I_0 = 10^{-\epsilon c \cdot b} \dots \dots \dots (3)$$

$$A = \text{Log } 1/T = \epsilon c \cdot b \dots \dots \dots (4)$$

Dimana : T = Persen Transmittan

$I_0$  = Intensitas Radiasi yang Datang

$I_t$  = Intensitas Radiasi yang Diteruskan

$\epsilon$  = Absorptivitas Molar ( $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ )

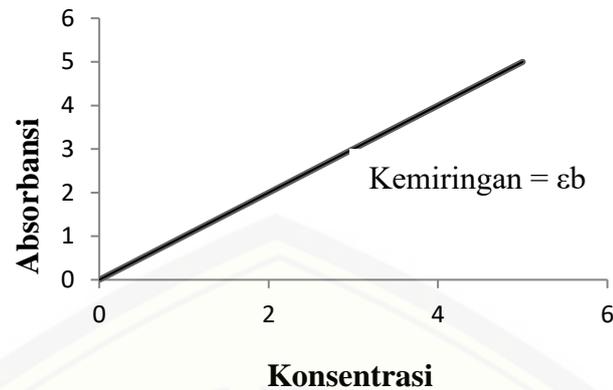
c = Konsentrasi ( $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ )

b = Tebal Larutan (cm)

A = Absorban

(Mulja, 1995).

Jika suatu sistem mengikuti hukum Beer, maka grafik antara absorban terhadap konsentrasi akan menghasilkan garis lurus melalui (0,0). Jika hukum Beer benar-benar diikuti maka grafik tersebut dapat disebut kurva kalibrasi.

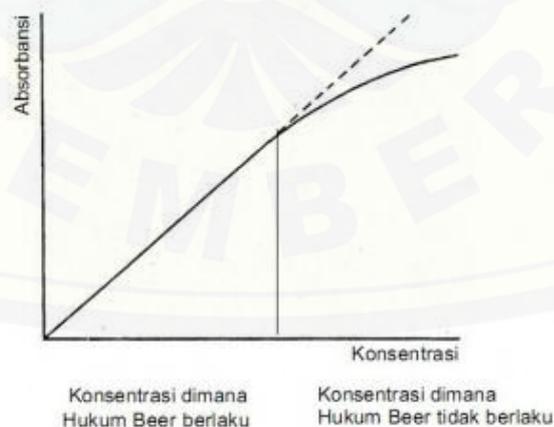


Gambar 2.13 Kurva Kalibrasi  
(Sumber: Khopkar, 2010)

Menurut Hukum Lambert-Beer suatu plot absorbansi versus konsentrasi molar berupa garis lurus dengan arah kemiringan  $\epsilon b$ . Namun seringkali pengukuran terhadap sistem kimia riil menghasilkan plot hukum Beer yang tidak linier sepanjang rentang konsentrasi yang diinginkan. Kelengkungan semacam ini menyatakan bahwa  $\epsilon$  bukan suatu tetapan yang tak bergantung pada konsentrasi untuk sistem-sistem (Day dan Underwood, 1986).

#### 2.6.2 Penyimpangan Hukum Lambert-Beer

Suatu kurva absorbansi vs konsentrasi yang diperoleh dari sederetan konsentrasi larutan kadang-kadang tidak diperoleh garis linier tetapi melengkung. Hal ini disebut dengan penyimpangan hukum Lambert-Beer.



Gambar 2.14 Kurva Hukum Lambert-Beer  
(Sumber: Khopkar, 1990)

Kurva akan berbentuk linier (Gambar 2.14) jika hukum Lambert-Beer tidak mengalami penyimpangan. Penyimpangan hukum Lambert-Beer

mempunyai simpangan dapat bersifat positif. Sinar polikromatis, menyebabkan makin melebarnya pita radiasi sehingga akan terjadi penyimpangan lebih besar. Penyimpangan juga jelas teramati pada konsentrasi lebih besar pada kurva absorbansi terhadap konsentrasi. Kurva akan mulai melengkung pada daerah konsentrasi tinggi. Pengamatan dilakukan pada panjang gelombang tertentu yang memberikan serapan maksimum ( $\lambda_{\text{maks}}$ ) (Khopkar, 1990).

Konsentrasi larutan yang terlalu pekat dapat menyebabkan penyimpangan hukum Lambert-Beer. Hal ini dapat disebabkan karena interaksi molekul-molekul zat terlarut dengan pelarut. Interaksi ini dapat mengubah kemampuan untuk adsorpsi cahaya pada panjang gelombang yang diberikan. Faktor lain yang mempengaruhi kelinieran kurva adalah adanya disosiasi zat pada pengenceran, terjadinya polimerisasi dan pH larutan (Handoko, 1996).

## 2.7 *Software LabVIEW*

LabVIEW merupakan bahan pemrograman yang menggunakan *G-Programming*, artinya pemrograman dilakukan dengan sistem grafis yang menggunakan ikon sebagai pengganti teks pada saat pembuatan program. Program ini berlawanan dengan program yang mendasarkan pada teks ketika menjalankan urutan perintah. Perbedaan pemrograman LabVIEW dengan pemrograman teks yaitu pada pemrograman teks intruksi yang menentukan eksekusi program, sedangkan pada LabVIEW menggunakan pemrograman aliran data dimana aliran dari data tersebutlah yang akan menentukan eksekusi. LabVIEW dapat membuat user interface dengan menggunakan tools dan object tertentu. Program LabVIEW juga merupakan suatu instrumen virtual atau Vis (Virtual Instrument), karena yang ditampilkan dan pengoperasiannya hampir sama dengan instrumen secara nyata (Zulhendri dkk., 2012). Perangkat lunak ini merupakan produk dari *National Instruments* yang didedikasikan untuk kegiatan visual dan pengendalian peralatan elektronik dengan menggunakan PC.

LabVIEW mulai digunakan pertama kali di dalam laboratorium dan sampai sekarang masih tetap dipakai di beberapa laboratorium, mulai penelitian yang besar dan untuk perkembangan laboratorium di seluruh dunia (seperti di Lawrence

Livormore, Argonne, Batelle, Sandia, Laboratorium Jet Propulsion, White Sands, Oak Ridge di Amerika, CERN di Eropa) dan dipakai untuk keperluan belajar-mengajar di beberapa universitas (Travis dan Kring, 2006 ).

## 2.8 Kriteria Pengukuran Analitik

Kriteria pengukuran analitik merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu pada prosedur penetapan yang dipakai untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi prasyarat untuk penggunaannya. Parameter-parameter kriteria pengukuran yang digunakan antara lain:

### a. Linearitas

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Daerah linier dapat digambarkan dari kurva kalibrasi dengan memplotkan antara sumbu x dan y, dimana sumbu x adalah konsentrasi kromium dan sumbu y adalah absorbansi yang dihasilkan. Konsentrasi kromium yang digunakan adalah 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, dan 5 ppm. Respon yang linier ditunjukkan melalui persamaan garis sebagai berikut:

$$y = bx + a$$

dimana b adalah kemiringan dari kurva kalibrasi (slope) dan a adalah perpotongan terhadap sumbu y (Caulcutt dan Boddy, 1995).

### b. Sensitivitas

Kateman dan Buydens (1993) menyatakan sensitivitas sebagai rasio perubahan sinyal tiap unit perubahan konsentrasi analit. Sensitivitas dapat dinyatakan sebagai slope dari kurva kalibrasi yang diperoleh dengan range konsentrasi tertentu (Miller dan Miller, 1991). Hal ini sesuai dengan aturan IUPAC, bahwa sensitivitas yang dinyatakan dengan slope merupakan sensitivitas kurva. Slope kurva kalibrasi pada metode analisis sistem alir diperoleh dari persamaan garis lurus atau persamaan linear tersebut yang diberikan pada persamaan linier ( $y = mx + c$ ). Berdasarkan persamaan linier nilai sensitivitas ditentukan oleh besarnya slope (m). Nilai sensitivitas yang besar berarti bahwa perubahan konsentrasi yang kecil dari analit dapat memberikan respon yang berarti.

### c. Limit Deteksi

Limit deteksi merupakan konsentrasi terkecil dari suatu analit yang masih dapat ditentukan atau dideteksi, semakin kecil konsentrasi yang dapat dideteksi maka kinerjanya semakin baik. Limit deteksi ditentukan dengan cara pengukuran blanko sebanyak 10 kali. Berdasarkan sinyal blanko yang diukur dapat dicari standart deviasinya sehingga  $Y_{LOD}$  dapat diketahui kemudian disubstitusikan ke persamaan kurva kalibrasi dan didapatkan konsentrasi dari limit deteksi tersebut. Penentuan limit deteksi dapat dirumuskan sebagai berikut :

$$Y_{LOD} = Y_B + 3 S_D$$

$$X_{LOD} = \frac{Y_{LOD} - c}{m}$$

Dimana  $Y_{LOD}$  adalah limit deteksi,  $Y_B$  adalah intersep kurva kalibrasi,  $S_D$  adalah standar deviasi kurva kalibrasi,  $X_{LOD}$  adalah konsentrasi limit deteksi,  $c$  adalah intersep persamaan kurva kalibrasi,  $m$  adalah slope kurva kalibrasi.

$$S_D = \sqrt{\frac{\sum (y - \bar{y})^2}{n-1}}$$

Dimana :  $y$  = absorbansi blanko,  $\bar{y}$  = absorbansi rata-rata blanko, dan  $n$  = jumlah pengulangan (Miller dan Miller, 2010).

### d. Akurasi

Akurasi diukur sebagai banyaknya analit yang diperoleh kembali pada suatu pengukuran dengan metode spiking pada suatu sampel. Akurasi didokumentasikan dengan pengukuran data yang dilakukan dari 9 kali penetapan kadar dengan 3 konsentrasi berbeda. Data yang diperoleh merupakan persentase perolehan kembali (Gandjar dan Rohman, 2012). Perhitungan perolehan kembali dapat ditetapkan dengan rumus berikut:

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{C_F - C_A}{C_A^*} \times 100\%$$

$C_F$  = Massa total sampel yang diperoleh dari pengukuran

$C_A$  = Massa sampel sebenarnya

$C_A^*$  = Massa analit yang ditambahkan (Harmita, 2004).

### BAB 3. METODOLOGI PERCOBAAN

#### 3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Tempat penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Waktu penelitian dimulai pada bulan Mei 2017 hingga selesai.

#### 3.2. Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Peralatan yang akan digunakan dalam preparasi meliputi gelas ukur, gelas kimia, pengaduk gelas, corong, labu ukur, pipet tetes, pipet volum, pipet mohr, ball pipet, botol semprot dan neraca.

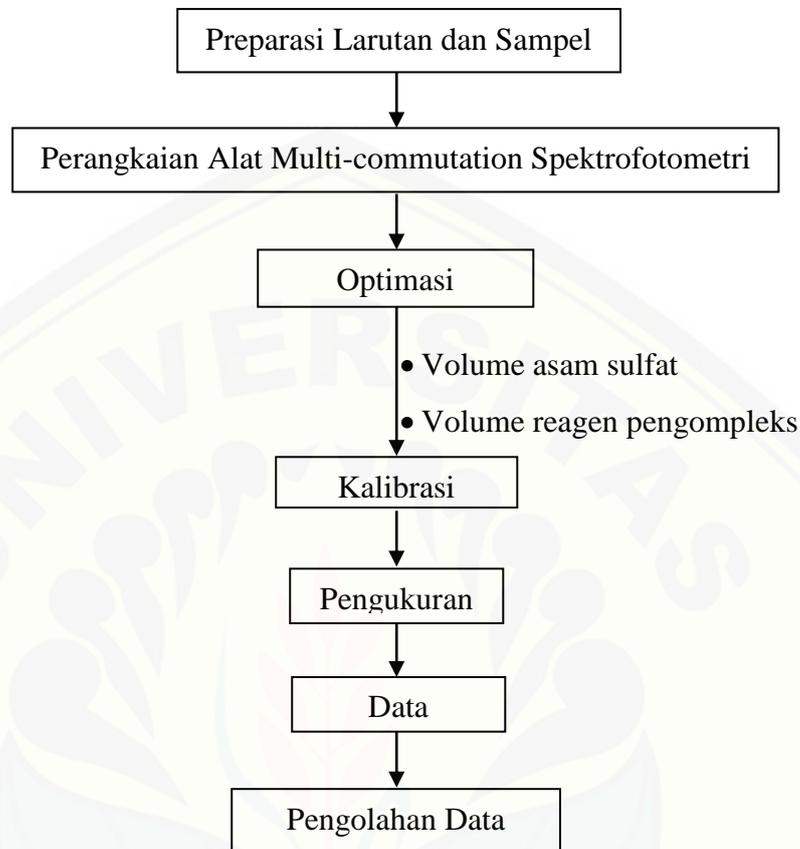
Peralatan yang akan digunakan dalam perangkaian alat meliputi komputer (Software LabVIEW 2013), spektrofotometer UV-Vis, konektor, *Arduino Uno*, *three way solenoid valve*, pompa peristaltik, webcam, kuvet aliran dan *tubing coil*.

##### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu kalium dikromat p.a ( $K_2Cr_2O_7$ ) (*Merck*), 1,5-difenilkarbazida ( $C_{13}H_{14}N_4O$ ) (*Merck*), aquades, aseton p.a (*Merck*), asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) 96%, kertas saring, aquademin dan sampel limbah cair industri elektroplating.

### 3.3. Diagram Alir

Tahap penelitian ini meliputi



Gambar 3.1. Diagram Analisis kromium heksavalen (Cr<sup>6+</sup>) dengan metode *Multi-commutation* menggunakan spektrofotometri.

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi larutan dan sampel

##### a. Preparasi Sampel

Sampel limbah cair dari limbah pabrik elektroplating X disaring terlebih dahulu dan diukur pH larutannya, kemudian disimpan dalam botol.

##### b. Pembuatan Larutan Baku Cr 200 ppm

Dilarutkan sebanyak 0,28 gram kalium dikromat (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) ke dalam aquades kemudian diencerkan dengan aquades sampai tanda batas menggunakan labu ukur 500 mL (Lampiran 3.1).

c. Pembuatan Larutan Pereaksi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 M

Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 M dibuat dengan 5,5 mL larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat lalu diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dengan labu ukur 100 mL.

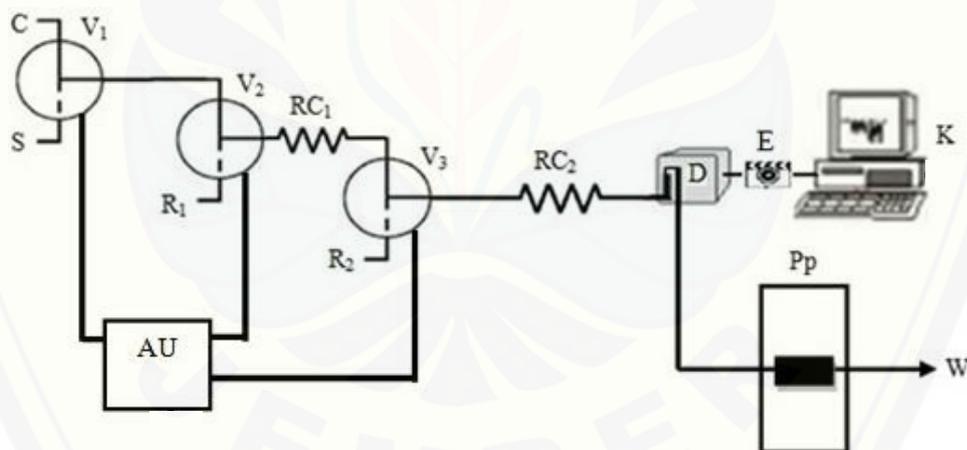
d. Pembuatan Larutan Pengompleks 1,5-difenilkarbazida

Larutan pengompleks 1,5-difenilkarbazida dibuat dengan 0,25 gram larutan pengompleks lalu diencerkan dengan aseton 50 mL.

e. Pembuatan Larutan standar

Larutan standart  $\text{Cr}^{6+}$  konsentrasi 1 ppm dibuat dari larutan baku 200 ppm sebanyak 0,5 mL yang kemudian diencerkan dengan aquades sampai tanda batas pada labu ukur 100 mL. Dilakukan hal yang sama untuk pembuatan konsentrasi 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, dan 5 ppm dengan menggunakan larutan baku 200 ppm secara urut 1 mL, 1,5 mL, 2 mL dan 2,5 mL (Lampiran 3.1).

3.4.2 Skema Analisis Kromium Heksavalen dengan *Multi-commutation* Spektrofotometri

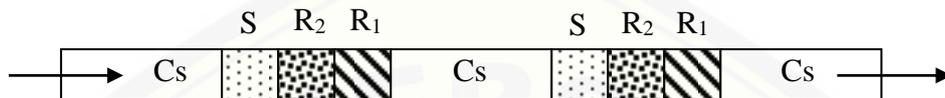


Keterangan:

- S = sampel  
 C = carrier ( $\text{H}_2\text{O}$ )  
 R<sub>1</sub> = larutan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )  
 R<sub>2</sub> = larutan 1,5-difenilkarbazida  
 V<sub>1</sub>, V<sub>2</sub>, dan V<sub>3</sub> = *three way solenoid valve*  
 RC<sub>1</sub> dan RC<sub>2</sub> = *reaction coil*  
 D = spektrofotometer

- Pp = pompa peristaltik  
 E = Kamera  
 K = komputer  
 W = limbah  
 AU = *Arduino UNO* atau mikrokontroler.

Gambar 3.2 Skema kerja dari sistem aliran *Multi-commutation*.



Keterangan:

- Cs = larutan carrier  
 S = larutan sampel  
 R<sub>1</sub> = larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
 R<sub>2</sub> = larutan 1,5-difenilkarbazida.

Gambar 3.3 Model aliran sampel dan reagen.

### 3.4.3 Prosedur sistem alir *Multi-commutation*

Ketiga *three way valve solenoid* ( $V_1$ ,  $V_2$ ,  $V_3$ ) ketika dalam keadaan *solenoid* nonaktif akan menarik carrier menuju ke detektor dan akan menghasilkan baseline. Setelah itu, secara bergantian  $V_1$ ,  $V_2$  dan  $V_3$  diaktifkan dimana  $V_1$  untuk sampel,  $V_2$  untuk larutan asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dan  $V_3$  untuk larutan 1,5-difenilkarbazida. Waktu pergantian  $V_1$ ,  $V_2$  dan  $V_3$  dilakukan sesuai dengan model aliran sampel dan reagen pada Gambar 3.3. Pembacaan sinyal dimulai dengan pengambilan larutan 1,5-difenilkarbazida dan bertahan dalam jangka waktu yang telah ditentukan, setelah semua *valve solenoid* dinonaktifkan maka carrier akan mengalir terus menerus untuk menggantikan semua larutan yang telah dialirkan sebelumnya.

### 3.4.4 Penentuan panjang gelombang maksimum Cr<sup>6+</sup>

Penentuan panjang gelombang maksimum diperlukan untuk memperoleh hasil absorbansi yang maksimum pada pengukuran kadar kromium heksavalen menggunakan spektrometri visibel. Pengukuran panjang gelombang maksimum

menggunakan larutan standart Cr 5 ppm. Larutan tersebut kemudian diukur dengan panjang gelombang antara 500-560 nm dengan jarak tiap pengukuran 10 nm. Setelah diperoleh panjang gelombang maksimum maka rentangnya diperkecil menjadi 2 nm pada 10 nm dibawah dan 10 nm diatas panjang gelombang maksimum yang diperoleh. Percobaan dilakukan sebanyak 3 kali sehingga dihasilkan panjang gelombang maksimum rata-rata.

#### 3.4.5 Penentuan volume asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) optimum

Larutan standar yang telah dibuat dengan konsentrasi Cr 5 ppm dialirkan kemudian didorong menggunakan carrier. Dialirkan larutan asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) saat larutan standar mencapai katup solenoid yang kedua dengan volume 50  $\mu$ L. Dialirkan 200  $\mu$ L larutan 1,5-difenilkarbazida saat larutan campuran mencapai katup solenoid yang ketiga. Larutan tersebut kemudian diukur dengan panjang gelombang optimum sesuai hasil percobaan sebelumnya. Dilakukan hal yang sama untuk variasi volume asam sulfat 100; 150; 200 dan 250  $\mu$ L. Percobaan dilakukan sebanyak 3 kali kemudian dibuat grafik antara absorbansi rata-rata kompleks versus volume asam sulfat.

#### 3.4.6 Penentuan volume reagen pengompleks

Larutan standar yang telah dibuat dengan konsentrasi Cr 5 ppm dialirkan kemudian didorong menggunakan carrier. Dialirkan larutan asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) saat larutan standar mencapai katup solenoid yang kedua dengan volume optimum sesuai hasil percobaan sebelumnya. Dialirkan larutan 1,5-difenilkarbazida sebanyak 50  $\mu$ L saat larutan campuran mencapai katup solenoid yang ketiga. Dilakukan hal yang sama untuk variasi volume reagen 100; 150; 200 dan 250  $\mu$ L. Larutan tersebut kemudian diukur dengan panjang gelombang optimum. Percobaan dilakukan sebanyak 3 kali kemudian dibuat grafik antara absorbansi rata-rata kompleks versus volume reagen pengompleks.

#### 3.4.7 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pengukuran absorbansi larutan standart kromium heksavalen ( $Cr^{6+}$ ) 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, 5 ppm, 6 ppm, 7 ppm, 8 ppm dan 9 ppm dilakukan pada

kondisi volume asam sulfat optimum, volume reagen optimum dan panjang gelombang maksimum yang telah dilakukan melalui *scanning* sebelumnya. Nilai absorbansi yang telah diperoleh kemudian digunakan untuk membuat kurva kalibrasi antara konsentrasi larutan standart dengan absorbansi. Kurva kalibrasi yang diperoleh akan menghasilkan persamaan regresi ( $y = mx + c$ ) yang akan digunakan sebagai penentuan kadar kromium heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ ) dalam sampel.

#### 3.4.8 Pengukuran Sampel

Pengukuran absorbansi sampel limbah elektroplating dilakukan pada kondisi volume asam sulfat optimum, volume reagen optimum dan panjang gelombang maksimum yang telah dilakukan melalui *scanning* sebelumnya. kemudian aliran menuju ke detektor yang berupa spektrofotometer untuk menghasilkan data yang akan ditampilkan oleh komputer.

#### 3.4.9 Karakteristik Data

Kerja dari suatu alat dapat diketahui baik atau tidaknya dengan mengevaluasi karakteristiknya meliputi Linieritas, sensitivitas, limit deteksi, dan akurasi

##### a. Linieritas

Uji linieritas ditentukan dengan cara disiapkan larutan standar  $\text{Cr}^{6+}$  dengan konsentrasi 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, 5 ppm, 6 ppm, 7 ppm, 8 ppm dan 9 ppm. Kemudian dilakukan pengukuran pada kondisi volume asam sulfat optimum, volume reagen optimum dan panjang gelombang maksimum setiap konsentrasi dengan tiga kali pengulangan (triplo). Absorbansi yang diperoleh tiap konsentrasi dirata-rata dan dibuat persamaan garisnya dengan metode regresi linier ( $y = mx + c$ ). Nilai *slope* atau kemiringan ( $m$ ), intersep ( $c$ ) dan sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi ( $r$ ) yang menggambarkan linieritasnya (Ermer dan Miller, 2005). Hubungan linier yang dapat diterima adalah  $> 0,9970$ , sedangkan nilai ideal jika  $r = +1$  atau  $r = -1$  menunjukkan jika hubungan antara kedua peubah sangat erat, sedangkan nilai  $r$  yang mendekati nol menggambarkan hubungan antara peubah tidak linier. Jika nilai regresi yang diperoleh kurang dari  $0,9970$ , maka konsentrasi larutan standar

yang digunakan diubah-ubah sampai menemukan regresi yang dapat diterima (Riyanto, 2014).

b. Sensitivitas

Nilai sensitivitas diperoleh dari menganalisa persamaan garis dari kurva kalibrasi antara variasi kadar  $\text{Cr}^{6+}$  dan respon detektor yang akan ditunjukkan dari *slope* ( $m$ ) atau kemiringan kurva kalibrasi tersebut. Nilai sensitivitas yang benar menunjukkan bahwa perubahan kadar yang kecil dari  $\text{Cr}^{6+}$  dapat memberikan respon absorbansi yang berarti sehingga dapat diperoleh respon sensor yang sangat sensitif.

c. Limit Deteksi

Limit deteksi dapat ditentukan dengan cara pengukuran larutan blanko untuk memperoleh nilai absorbansi dengan menggunakan panjang gelombang maksimum sebanyak 10 kali pengulangan. Berdasarkan sinyal yang diukur dapat dicari standar deviasinya ( $S_D$ ) untuk menentukan  $Y_{\text{LOD}}$ , kemudian disubstitusikan ke persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan konsentrasi dari limit deteksi tersebut. Rumus penentuan limit deteksi sebagai berikut:

$$S_D = \sqrt{\frac{\sum (y - \bar{y})^2}{n - 1}}$$

$$Y_{\text{LOD}} = Y_B + 3 S_D$$

Dimana  $Y_{\text{LOD}}$  adalah limit deteksi,  $S_D$  adalah standar deviasi kurva kalibrasi,  $Y_B$  adalah intersep kurva kalibrasi,  $y$  adalah absorbansi blanko,  $\bar{y}$  adalah absorbansi rata-rata blanko, dan  $n$  adalah jumlah pengulangan (Miller dan Miller, 2010).

d. Akurasi

Akurasi dapat ditentukan dengan cara pengukuran sampel ( $C_A$ ) dan sampel yang ditambahkan dengan larutan baku  $\text{Cr}^{6+}$  3 ppm dengan perbandingan 1:1 ( $C_F$ ) untuk memperoleh nilai absorbansi menggunakan panjang gelombang maksimum sebanyak 3 kali. Berdasarkan nilai absorbansi yang diperoleh dapat ditentukan konsentrasinya dengan mensubstitusikan nilai absorbansi ke persamaan kurva kalibrasi.

Nilai akurasi dapat ditentukan dari rumus persentase perolehan kembali sebagai berikut :

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{C_F - C_A}{C_A^*} \times 100\%$$

Dimana  $C_F$  adalah massa total sampel yang diperoleh dari pengukuran,  $C_A$  adalah massa sampel sebenarnya dan  $C_A^*$  adalah massa analit yang ditambahkan (Harmita, 2004).



## BAB 5. PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh maka dapat ditarik beberapa kesimpulan, yaitu sebagai berikut :

1. Variasi volume reagen dan asam sulfat yang diinjeksikan berpengaruh terhadap nilai absorbansi dan puncak yang dihasilkan. Volume optimum asam sulfat dan 1,5-difenilkarbazida yang diinjeksikan yaitu sebesar 100 $\mu$ L dan 150 $\mu$ L menghasilkan nilai absorbansi tertinggi.
2. Hasil analisis data penentuan kromium heksavalen untuk metode analisis sistem alir *multi-commutation* diperoleh linieritas dengan persamaan  $y = 0,123x + 0,501$  dengan koefisien korelasi sebesar 0.996, limit deteksi sebesar 0,024 ppm, sensitivitas sebesar 0,123 absorbansi/ppm dan akurasi yang diperoleh yaitu 105.8%.

### 5.2 Saran

Berdasarkan pengamatan terhadap hasil yang diperoleh, penelitian ini perlu dikembangkan lebih lanjut mengenai software yang dapat mengontrol *three way solenoid valve* dan webcam secara bersamaan.

**DAFTAR PUSTAKA**

- Ahmad, H. 1992. *Elektrokimia dan Kinetika*. Bandung: PT. Citra Aditya Bakti.
- Ardian, W. 2013. *Alat Pengekstrak Kunyit Otomatis Berbasis Arduino Uno*. [https://repository.usd.ac.id/267/2/115114014\\_full.pdf](https://repository.usd.ac.id/267/2/115114014_full.pdf). [Diakses pada 4 April 2017].
- Benefield, L.D., Jud Skin, Jr.J.F., dan Weard, B.L. 1982. *Process Chemistry For Water and Waste Water Treatment*. Englewood Clifts: Prentice-Hall.Inc.
- Caulcutt, R. dan Boddy, R. 1995. *Statistic for Analytical Chemist*. London: Chapman and Hall.
- Cerda, V., Ferrer, L., Avivar. J., dan Cerda, A. 2014. *Flow Analysis A Practical Guide*. Poland: Elsevier.
- Christian, G. D. 1989. *Analytical Chemistry*. Canada: John Willey and son inc.
- Clesceri, L.S., Greenberg, A.E., dan Eaton. 1992. *Standart Methods The Examination Of Water*, 18th ed. American Public Healt Association Washington.
- Cotton dan Wilkinson, S. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: UI-Press.
- Day, R. A. dan A. L. Underwood. 1986. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Effendy. 2006. *Spektroskopi Uv-Vis Senyawa Koordinasi*. PSSJ Pendidikan Kimia, Program Pascasarjana. Malang: Universitas Malang
- Ermer, J., dan Miller, J. H. McB. 2005. *Method Validation in Pharmaceutical Analysis. A Guide to Best Practice*. Weinheim: Wiley-VchVerlag GmbH & Co.
- Fifield, F.W dan D. Kealay. 1995. *Principles of analytical chemistry*. 4<sup>rd</sup> ed. London: Blackie and Profesional.
- Gandjar, I. G., dan Rohman, A. 2012. *Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

- Gotawa, H. 2008. Ekstraksi Kromium Heksavalen Sebagai Tetrabutyl Amonium Kromat dan Aplikasinya pada Air Sungai Ciluar Di Bogor. *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Gubernur Jawa Timur. 2014. *Keputusan Guberbur Jawa Timur No. 52 Tahun 2014 Tentang Baku Mutu Air Limbah Cair bagi Industri dan atau Kegiatan Usaha Lainnya di Jawa Timur*. Surabaya: Gubernur Jawa Timur.
- Handoko, D.S. P. 1996. *Mempelajari Secara Kuantitatif Sifat Karbon Aktif Sebagai Adsorben*. Makalah Seminar Hasil Penelitian. Jember: Fakultas Ilmu Pendidikan Fisika. Universitas Jember.
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. 1(3). Desember 2004. Departemen Farmasi MIPA UI. 117-135.
- Harvey, D. 2016. *Flow Injection Analysis*. <https://chem.libretexts.org>. [Diakses pada 2 Maret 2017].
- Hayes, W. A. dan Kruger, C. L. 2014. *Hayes' Principle and Methods of Toxicology Sixth Edition*. New York: Taylor & Francis Group.
- Hendayana, S. 1994. *Kimia Analitik Instrumen Edisi Kesatu*. Semarang: IKIP Semarang Press.
- Juang, R. S., dan Shiau, L. D. 1998. *Ion exchange equilibria of metal chelates of ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA) with Amberlite IRA-68*. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 37 (2): 555-560.
- Karlberg, B dan E. Pacey. Gil. 1989. *Flow Injection Analysis A Practical Guide*. New York: Elsevier Science Publishing Company Inc.
- Kateman, G. 1993. *Quality Control in Analytical Chemistry*. New York: J.Willey and Son.
- Kennedy, J. 1990. *Analytical Chemistry*. 2<sup>nd</sup> edition. Sounders College Publishing.
- Khairani, N., Azam, M., dan Soeleman. 2007. *Penentuan Kandungan Unsur Kromium dalam Limbah Tekstil dengan Metode Analisis Pengaktifan Neutron*. *Berkala Fisika*, 10: 35-43.

- Khanifah, N., Sulistyarti, H., dan Sabarudin, A. 2015. *Pembuatan Tes Kit Kromium Berdasarkan Pembentukan Kompleks Cr(VI)-difenilkarbazida*. *Kimia Student Journal*, 1:730-736.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : Universitas Indonesia.
- Khopkar, S. M. 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Terjemahan oleh Saptoharahardjo. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Lavorante A. F., Feres, M. A., dan Reis, B. F. 2007. *Multi-commutation in Flow analysis: A Versatile Tool for the Development of the Automatic Analytical Procedure Focused on the Reduction of Reagent Consumption*. *Spectroscopy Letters*, 39: 631-650.
- Lou, H. H. dan Huang, Y. 2006. Electroplating. *Encyclopedia of Chemical Processing*.
- Mardiana, D. I. dan Setianingsih, T. *Kajian Mekanisme dan Kinetika Reaksi Reduksi Limbah di Lingkungan Industri Elektroplating*. Malang: Universitas Brawijaya.
- Mariana, Chiho Sanada, Makoto Hasegawa, Akinori Maezawa, dan Shigeo Uchida. 2006. *Cr(III) Removal from Aqueous Solution by Alkaline Solution*. *Journal of Chemical Engineering of Japan*. Vol. 39, No. 7: 724-730.
- Miller, J.C. dan J.N. Miller. 1991. *Statistik Untuk Kimia Analitik Edisi Kedua*. Alih Bahasa oleh Suroso. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Miller, J.C. dan J.N. Miller. 2010. *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry Sixth edition*. England: Pearson Education Limited.
- Mulja, M. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya: Unair Press.
- National Research Council. 1947. *Chromium*. Washington: National Academy of Science.
- Noroozifar, M. dan Khorasani-Motlagh, M. 2003. *Specific Extraction of Chromium as Tetrabutylammonium-Chromate and Spectrophotometric Determination by Diphenylcarbazine: Speciation of Chromium in Effluent Streams*. *Analytical Sciences* 19:705-708.
- Pramauro, E., Pelizzetti, E., dan Weber, S. G. 1996. *Wilson and Wilson's Comprehensive analytical chemistry*. Amsterdam: Elsevier.

- Prasetyo, P. H. 2006. Penentuan Ion Logam Cr Dalam Air Tangki Reaktor Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Skripsi*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- Reiger, P. H. 1993. *Electrochemistry Second Edition*. New York: Chapman & Hall.
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Rocha, F. R. P., Reis, B. F., Zagatto, E. A. G., Lima, J. LF. C., and Lapa, R. A. 2002. *Multicommutation in flow analysis: concept, applications and trends*. *Analytica Chimica Acta*, 468: 199-131.
- Ruzicka, J. And Hansen, E. H. 1975. *Flow Injection Analysis: Part I. A New concept of fast continuous flow analysis*. *Analytica Chimica Acta*, 78: 145-1557.
- Sari, R. Y. A. 2013. *Teknik Pengolahan Limbah Elektroplating dengan Pemanfaatan Kembali Limbah Elektroplating*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Skoog, D. A dan J. J. Leary. 1992. *Principle of Instrumental Analysis*. New York: Sounders Collage Publishing.
- Suhendrayatna. 2001. *Heavy metal Bioremovol by Microorganisms: A literature Study*. Chapter Japan: Institute for Technology Studies.
- Sukarti, E. 1998. *Teknik Analisis Suntik Alir Potensiometri dengan Elektrode Membran Ion Selektif*. *Jurnal Ilmiah Widya Mandala*, Vol. 5, No.002.
- Sun, H. W., Kang, W. J., Liang, S. X. Jing, H., dan Shen, S. G. 2003. *Determination of Crhromium (III) and Total Chromium in Water by Derivative Atomic Absorption Spectrometry Using Flow Injection On-Line Preconcentration with a Double Microcolumn*. *Analytical Sciences*, Vol. 19: 589-592.
- Svehla, G. 1979. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimakro*. Jakarta: PT. Kalman Media Pusaka.
- Svehla, G. 1996. *Vogel's Qualitative Inorganic Analysis*. Cork: University College.
- Travis, J dan Kring, J. 2006. *LabVIEW for Everyone Third Edition*. Publisher Prentice Hall, New Jersey.

- Trojanowicz, M. 2008. *Advances In Flow Injection Analysis*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.kGaA.
- Vogel. 1985. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semi mikro Edisi ke lima*. Jakarta: PT. Kalam Media Pusaka
- Weckhuysen, B. M., Wachs, I. E., dan Schoonheydt, R. A. 1996. *Surface Chemistry and Spectroscopy of Chromium in Inorganic Oxides*. Chemical Reviews vol. 96 No. 8: 3327-3349.
- Widowati, W., Sastiono, A., dan Rumampuk, R. J. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. Yogyakarta: Percetakan Andi.
- World Bank Group. 1998. *Pollution Prevention and Abatement Handbook*. Washington DC: Toward Cleaner Production.
- Yalcin, S. Dan Apak, R. 2004. *Chromium (III,VI) speciation analysis with preconcentration on a maleic acid functionalized XAD sorbent*. Analytica Chimica Acta, 505 (1): 25-35.
- Zulhendri, A., Trisanto, A., dan Nasrullah, E. 2012. *Rancangan Bangun Sistem Monitoring dan Pengendalian Level Cairan dengan LabVIEW Berbasis Mikrokontroler Mbed NXP LPC1768*. Jurnal Informatika dan Teknik Elektro Terapan, 1 (1): 7-15.

**Lampiran 3.1** Pembuatan Larutan Kromium Heksavalen ( $\text{Cr}^{6+}$ )

## 3.1.1 Pembuatan larutan baku kromium heksavalen 200 ppm

$$\text{Mr K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 294,184 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr Cr} = 51,996 \text{ g/mol}$$

$$200 \text{ ppm} = \frac{200 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} = \frac{100 \text{ mg}}{500 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \frac{294,184 \text{ g/mol}}{51,996 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 2} \times 100 \text{ mg} = 282,89 \text{ mg} = 0,282 \text{ g}$$

## 3.1.2 Pembuatan larutan standar kromium heksavalen

- |          |  |          |  |
|----------|--|----------|--|
| a) 1 ppm | $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$                                    | f) 6 ppm | $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$                                    |
|          | $1 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 200 \text{ ppm} \times V_2$ |          | $6 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 200 \text{ ppm} \times V_2$ |
|          | $V_2 = 0,5 \text{ mL}$   |          | $V_2 = 3 \text{ mL}$   |
| b) 2 ppm | $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$                                    | g) 7 ppm | $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$                                    |
|          | $2 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 200 \text{ ppm} \times V_2$ |          | $7 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 200 \text{ ppm} \times V_2$ |
|          | $V_2 = 1 \text{ mL}$   |          | $V_2 = 3,5 \text{ mL}$   |
| c) 3 ppm | $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$                                    | h) 8 ppm | $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$                                    |
|          | $3 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 200 \text{ ppm} \times V_2$ |          | $8 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 200 \text{ ppm} \times V_2$ |
|          | $V_2 = 1,5 \text{ mL}$   |          | $V_2 = 4 \text{ mL}$   |
| d) 4 ppm | $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$                                    | i) 9 ppm | $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$                                    |
|          | $4 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 200 \text{ ppm} \times V_2$ |          | $9 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 200 \text{ ppm} \times V_2$ |
|          | $V_2 = 2,0 \text{ mL}$   |          | $V_2 = 4,5 \text{ mL}$   |
| e) 5 ppm | $M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$                                    |          |  |
|          | $5 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 200 \text{ ppm} \times V_2$ |          |  |
|          | $V_2 = 2,5 \text{ mL}$   |          |  |

### Lampiran 4.1. Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Cr(VI)-difenilkarbazida

Tabel 4.1.1 Data Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Cr(VI)-difenilkarbazida dengan rentang 10 nm

Panjang gelombang	Range 10 nm			
	Absorbansi			
	P1	P2	P3	rata-rata
500	0,701	0,701	0,700	0,701
510	0,887	0,888	0,877	0,887
520	1,065	1,065	1,064	1,065
530	1,204	1,204	1,205	1,204
540	1,311	1,310	1,310	1,310
550	1,302	1,301	1,302	1,302
560	1,195	1,196	1,196	1,196

Tabel 4.1.2 Data penentuan panjang gelombang maksimum Cr(VI)-difenilkarbazida dengan rentang 2 nm

Panjang gelombang	Range 2 nm			
	Absorbansi			
	P1	P2	P3	rata-rata
530	1,204	1,204	1,205	1,204
532	1,238	1,235	1,235	1,236
534	1,257	1,257	1,256	1,257
536	1,278	1,277	1,277	1,277
538	1,296	1,296	1,297	1,296
540	1,311	1,310	1,310	1,310
542	1,318	1,317	1,318	1,318
544	1,314	1,312	1,313	1,313
546	1,309	1,310	1,309	1,309
548	1,306	1,305	1,305	1,305
550	1,302	1,301	1,302	1,302

**Lampiran 4.2** Data Pengukuran Variasi Volume Injeksi

Tabel 4.2.1 Data Absorbansi pada Pengukuran Variasi Volume Injeksi untuk Larutan Asam Sulfat

Volume Asam Sulfat ( $\mu\text{L}$ )	Absorbansi			
	P1	P2	P3	Rata-rata
50	0,659	0,642	0,655	0,652
100	0,997	0,991	0,990	0,993
150	0,874	0,865	0,869	0,869
200	0,777	0,770	0,776	0,774
250	0,746	0,750	0,747	0,748

Tabel 4.2.2 Data Absorbansi pada Pengukuran Variasi Volume Injeksi untuk Larutan 1,5-Difenilkarbazida

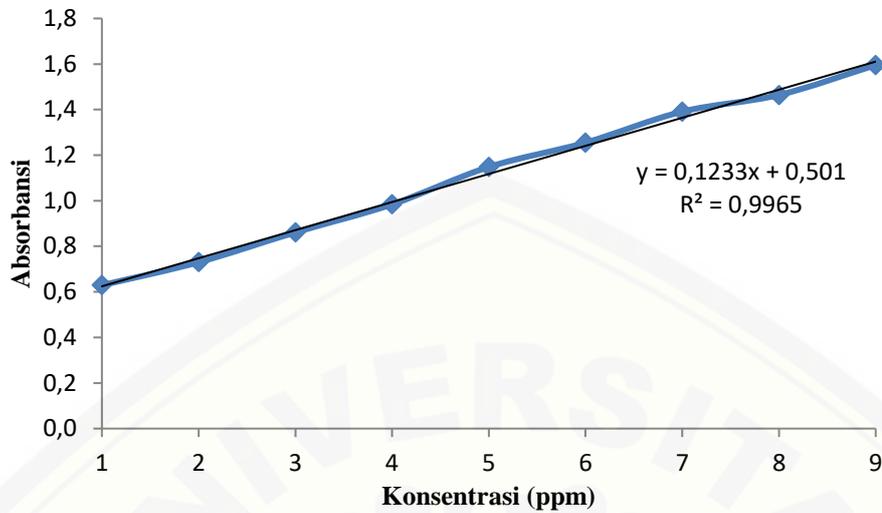
Volume DPC ( $\mu\text{L}$ )	Absorbansi			
	P1	P2	P3	Rata-rata
50	0,837	0,830	0,834	0,833
100	0,991	0,980	0,981	0,984
150	1,158	1,155	1,159	1,157
200	1,047	1,041	1,048	1,045
250	0,978	0,985	0,983	0,982

**Lampiran 4.3** Data Kurva Kalibrasi

Tabel 4.3.1 Kurva Kalibrasi

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi						Standar deviasi ( $\pm$ )
	P1	P2	P3	P4	P5	Rata-rata	
1	0,627	0,632	0,628	0,625	0,631	0,629	0,00288
2	0,727	0,729	0,734	0,732	0,726	0,730	0,00336
3	0,863	0,860	0,859	0,858	0,864	0,861	0,00259
4	0,984	0,982	0,987	0,986	0,983	0,984	0,00207
5	1,145	1,146	1,148	1,151	1,152	1,148	0,00305
6	1,255	1,254	1,254	1,257	1,257	1,255	0,00152
7	1,388	1,390	1,397	1,393	1,388	1,391	0,00383
8	1,468	1,464	1,462	1,467	1,460	1,464	0,00335
9	1,595	1,590	1,589	1,601	1,599	1,595	0,00531

Grafik 4.3.1 Kurva Kalibrasi



Lampiran 4.4 Perhitungan Limit Deteksi

Tabel 4.4.1 Data Spektrofotometri

Ulangan	Absorbansi Blanko (Y)	[Y-Y <sub>1</sub> ]	[Y-Y <sub>1</sub> ] <sup>2</sup>
1	0,498	-0,0005	2,5E-07
2	0,497	-0,0015	2,25E-06
3	0,501	0,0025	6,25E-06
4	0,498	-0,0005	2,5E-07
5	0,498	-0,0005	2,5E-07
6	0,497	-0,0015	2,25E-06
7	0,501	0,0025	6,25E-06
8	0,497	-0,0015	2,25E-06
9	0,498	-0,0005	2,5E-07
10	0,500	0,0020	2,25E-06
<b>Rata-rata (Ȳ)</b>	<b>0,499</b>		<b>Σ = 0,000225</b>

Pers. Kurva Kalibrasi  $y = 0,123x + 0,501$

$$S_D = \sqrt{\frac{\sum [Y - \bar{Y}_1]^2}{n - 1}}$$

$$= \sqrt{\frac{2,25 \times 10^{-5}}{10 - 1}}$$

$$= 1,581 \times 10^{-3}$$

Pengukuran  $Y_{LOD} = Y_B + 3 S_D$

$$= 0,499 + 3 (1,581 \times 10^{-3})$$

$$= 0,504$$

Konsentrasi limit deteksi

$$\begin{aligned} (X) &= \frac{Y - c}{m} \\ &= \frac{0,504 - 0,501}{0,123} \\ &= 0,024 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Jadi, konsentrasi terkecil yang dapat dideteksi untuk metode analisis sistem alir *multi-commutation* yaitu 0,024 ppm.

#### Lampiran 4.5 Perhitungan Konsentrasi Sampel dan Uji Recovery

- a. Kromium heksavalen dalam sampel limbah *elektroplating*

Persamaan Kurva Kalibrasi  $y = 0,123x + 0,501$

Perhitungan konsentrasi kromium heksavalen dalam sampel (ppm)

$$\begin{aligned} y &= 0,925 \\ y &= 0,123x + 0,501 \\ 0,925 &= 0,123x + 0,501 \\ 0,925 - 0,501 &= 0,123x \\ 0,424 &= 0,123x \\ x &= 3,45 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Perhitungan konsentrasi kromium heksavalen dalam campuran sampel + larutan standar

$$\begin{aligned} y &= 0,973 \\ y &= 0,123x + 0,501 \\ 0,973 &= 0,123x + 0,501 \\ 0,973 - 0,501 &= 0,123x \\ 0,472 &= 0,123x \\ x &= 3,84 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\text{Sampel: } 3,45 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times \frac{1\text{L}}{1000\text{mL}} \times 10\text{mL} = 0,0345\text{mg}$$

$$\text{Standar: } 4 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times \frac{1\text{L}}{1000\text{mL}} \times 10\text{mL} = 0,04\text{mg}$$

$$\text{Sampel+Standar: } 3,84 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times \frac{1\text{L}}{1000\text{mL}} \times 20\text{mL} = 0,077\text{mg}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Perolehan kembali} &= \frac{C_F - C_A}{C_A^*} \times 100\% \\ &= \frac{(0,077 - 0,0345)}{0,04} \times 100\% = 105,8\% \end{aligned}$$