



**PENENTUAN KADAR KLORIN BEBAS DALAM BERAS  
MENGUNAKAN *MULTI-COMMUTATED FLOW INJECTION*  
*ANALYSIS* (MCFIA) DENGAN DETEKSI  
SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL**

**SKRIPSI**

Oleh

**Siti Mariya Ulfa**

**NIM 141810301048**

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



**PENENTUAN KADAR KLOORIN BEBAS DALAM BERAS  
MENGUNAKAN *MULTI-COMMUTATED FLOW INJECTION*  
*ANALYSIS* (MCFIA) DENGAN DETEKSI  
SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL**

**SKRIPSI**

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

oleh

**Siti Mariya Ulfa**

**NIM 141810301048**

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

## PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Muhammad dan Ibunda Aminah. Terimakasih untuk semua pengorbanannya selama ini. Terimakasih banyak untuk segala bentuk kasih sayang, doa, cinta, bimbingan, nasehat dan semangat yang tiada hentinya;
2. Saudaraku tercinta Diki wahyudi dan Maftuhanah yang selalu memberikan doa, nasehat dan dukungannya;
3. Keluarga besarku yang selalu menemani dan memberikan semangat dan motivasi;
4. Almamater tercinta SDN Tempurejo 04, SMPN 1 Tempurejo, SMAN 3 Jember, serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan membimbing dengan penuh kesabaran;
5. Keluarga besar MAJESTY angkatan 2014 yang selama ini telah berjuang bersama dari awal masuk hingga saat ini. Terimakasih telah berbagi kesenangan dan kenangan yang tak terlupakan;
6. Saudara Anugerah yang selama ini telah berjuang Hijrah bersama-sama dan selalu ada disaat senang maupun duka dan telah menjadi sahabat dan saudara di dunia dan kelak di surga;
7. Sahabat-sahabatku yang selalu memberi dukungan dan teman-teman yang telah berbagi semangat serta kenangan yang istimewa, serta untuk orang yang selalu menyebutkan namaku disetiap doanya;
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)\***

“Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat”  
**(Q.s. al-Mujadalah:11)\*\***

“Manfaatkanlah lima perkara sebelum datang lima perkara lainnya; masa mudamu sebelum datang masa tuamu, waktu sehatmu sebelum datang waktu sakitmu, masa kayamu sebelum datang masa miskinmu, waktu luangmu sebelum datang waktu sibukmu, dan masa hidupmu sebelum datang masa kematianmu”  
**(Shahih Al-Jami’ no. 1077)\*\*\*)**

---

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

\*\*) Kementerian Agama RI. 2007. *Al-Qur’an dan Terjemahnya dilengkapi dengan Kajian Usul Fiqih dan Intisari Ayat*. Bandung: PT. Sygma Examedia Arkanleema.

\*\*\*) Abu Ahmad,S. 2016. *300 Dosa yang Diremehkan*. Solo : Kiswah Media.

**PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Siti Mariya Ulfa

NIM : 141810301048

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul: “Penentuan Kadar Klorin Bebas dalam Beras menggunakan *Multi-commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi Spektrofotometri Visibel” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sebelumnya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan 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, 15 Mei 2018

Yang menyatakan,

Siti Mariya Ulfa

NIM 141810301048

**SKRIPSI**

**PENENTUAN KADAR KLORIN BEBAS DALAM BERAS  
MENGUNAKAN *MULTI-COMMUTATED FLOW INJECTION  
ANALYSIS (MCFIA)* DENGAN DETEKSI  
SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL**

Oleh

Siti Mariya Ulfa  
NIM 141810301048

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Drs. Zulfikar, Ph.D

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

**PENGESAHAN**

Skripsi berjudul “Penentuan Kadar Klorin Bebas dalam Beras menggunakan *Multi-commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi Spektrofotometri Visibel” karya Siti Mariya Ulfa telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas  
Jember

Tim Penguji :

Ketua,

Anggota I,

Drs. Zulfikar, Ph.D.  
NIP. 196310121987021001

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

Anggota II,

Anggota III,

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

Asnawati, S.Si, M.Si.  
NIP. 196808141999032001

Mengesahkan,  
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs. Sujito, Ph.D.  
NIP. 196102041987111001

## RINGKASAN

**Penentuan Kadar Klorin Bebas dalam Beras menggunakan *Multi-commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi Spektrofotometri Visibel;** Siti Mariya Ulfa, 141810301048; 2018: 68 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Klorin merupakan bentuk persenyawaan dari klor yaitu salah satu unsur kimia golongan halogen yang bersifat reaktif, sehingga sulit bahkan tidak ditemukan di alam dalam keadaan bebas, (Soemirat, 2003). Klorin dalam kehidupan sehari-hari banyak dimanfaatkan sebagai desinfektan dan zat pemutih kertas, namun belakangan ini terdapat penyalagunaan klorin sebagai pemutih beras. Adiwisastro (1989) mengemukakan bahwa kadar klorin pada beras bersifat akumulatif jika dikonsumsi. Zat klorin yang ada dalam beras akan menggerus usus pada lambung (korosif), akibatnya lambung akan rawan terhadap penyakit dan dalam jangka panjang dapat menyebabkan kanker. Berdasarkan uraian tersebut maka sangat penting dilakukan analisis klorin baik secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui kadar klorin bebas dalam beras. Teknik analisis aliran menjadi salah satu teknik yang dapat digunakan dalam mengatasi masalah tersebut. *Multi-commutated flow injection analysis* (MCFIA) merupakan contoh teknik analisis aliran yang sesuai dalam penentuan kadar klorin bebas dalam beras dengan mengkombinasikannya dengan detektor spektrofotometer. MCFIA merupakan salah satu modifikasi dari sistem *Flow Injection Analysis* (FIA) yang merupakan suatu metode analisis kimia dengan cara menyuntikkan sejumlah volume sampel ke dalam suatu aliran *carrier* dan akan terjadi reaksi yang kemudian dideteksi kesuatu detektor.

Sistem alir tersebut terdiri dari beberapa komponen utama, yaitu: *three-way solenoid valve*, pompa peristaltik, *reaction coil*, dan detektor spektrofotometer visibel, serta beberapa komponen pendukung diantaranya komputer (*software LabVIEW 2012*) dan Arduino Uno sebagai mikrokontroler, *power supply* serta *webcam* sebagai perekam data dari detektor. Pompa persistaltik akan menarik

*carrier* (akuades) pada saat katup solenoid dalam keadaan mati untuk membentuk *baseline*. *Three-way solenoid valve* secara bergantian kemudian diaktifkan. Katup  $V_1$  untuk larutan sampel,  $V_2$  untuk reagen KI 10% dan indikator amilum 1% pada katup  $V_3$ , dimana ketiga katup tersebut diinput secara berurutan yang akan menggantikan jalannya *carrier*. Pengaktifan katup solenoid dilakukan dengan cara memberikan arus listrik dan dikontrol melalui Arduino Uno dan LabVIEW yang diabntu denga *software* LINX yang menyediakan kemudahan untuk menggunakan LabVIEW agar dapat berinteraksi dengan Arduino.

Larutan yang keluar dari *Three-Way Solenoid Valve* tersebut kemudian akan menuju *mixing coil* sehingga terjadi pencampuran dalam koil dan dilanjutkan ke detektor. Nilai absorbansi yang diperoleh pada detektor spektrofotometer visibel kemudian akan terekam oleh *webcam*. Kerja dari *webcam* dalam menampilkan data dalam bentuk *numeric* pada komputer dilakukan dengan menggunakan teknik OCR (*Optical Character Recognition*) yaitu teknik yang digunakan untuk mengubah file gambar yang diambil melalui *webcam* pada tampilan layar absorbansi pada detektor spektrofotometer visibel, kemudian diubah kedalam bentuk *digital teks* yang ditampilkan pada komputer. Alat yang telah dirangkai selanjutnya, dilakukan optimasi volume injeksi KI dan indikator amilum. Variasi volume injeksi yang digunakan adalah 10, 30, 50, 70 dan 90  $\mu\text{L}$ , dengan laju alir 25  $\mu\text{L}/\text{detik}$ , dan diameter *tube* 0,8 mm. Hasil optimasi diperoleh volume injeksi KI dan indikator amilum sebanyak 30  $\mu\text{L}$ . Volume injeksi yang paling optimum ini digunakan untuk pengukuran larutan standar dan sampel. Tujuannya yaitu untuk mengetahui kinerja sistem injeksi alir MCFIA yang meliputi tipe respon, kalibrasi, linieritas, sensitivitas, dan limit deteksi.

Sistem alir MCFIA spektrofotometri untuk analisis menunjukkan kinerja yang baik dengan tipe respon yang sesuai dengan literatur menurut Reis (1994), linieritas dengan koefisien korelasi sebesar 0,9973, sensitivitas sebesar 0,9593 absorbansi/ppm, limit deteksi 0,0022 ppm, dan %*recovery* sebesar 96,67%. Volume injeksi berpengaruh terhadap nilai absorbansi serta puncak yang dihasilkan, dimana volume injeksi yang sesuai akan menghasilkan puncak dengan nilai absorbansi yang tinggi.

## PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya yang telah melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulisan skripsi yang berjudul “Penentuan Kadar Klorin Bebas dalam Beras menggunakan *Multi-Commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi spektrofotometri Visibel” 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. Drs. Zulfikar, Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Tri Mulyono, 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. Siswoyo, M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Penguji I dan Asnawati, S.Si, M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Tri Mulyono, 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;
8. Teman-teman Anugerah, Vidya Wahyu, Nanda A'in, Ainul avida, Khumairah, Muhammad Hisyam, Rany Feby, Eldiani, Wenny F, Hendra,

Richard Erbachan dan teman-teman Majesty yang telah menemani dan berjuang bersama dalam bekerja di Laboratorium;

9. Orang-orang yang selalu mendoakan dan menyebutnya disetiap doanya.

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, 15 Mei 2018

Penulis



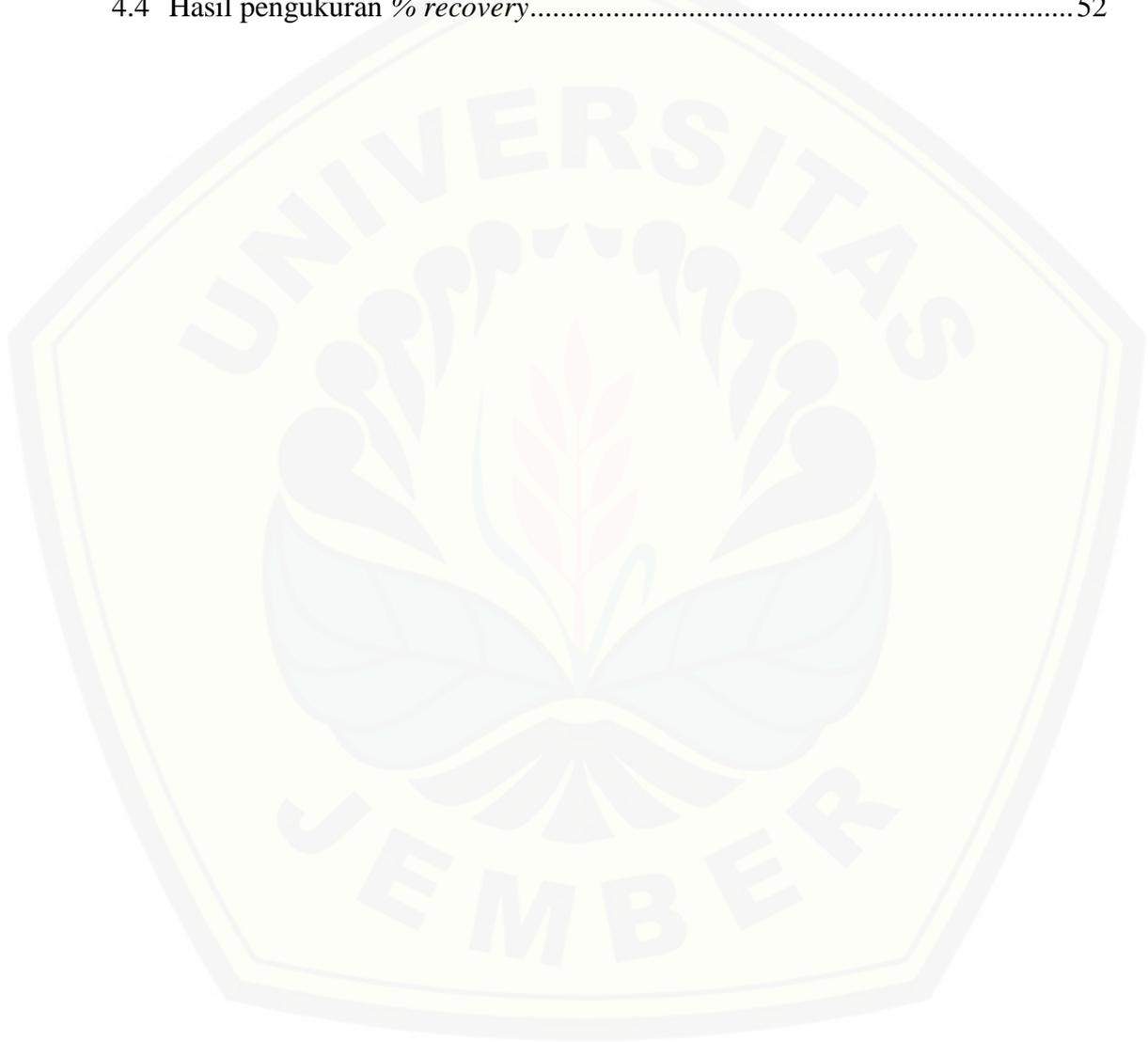
DAFTAR ISI

	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> .....	4
<b>1.5 Manfaat Penelitian</b> .....	4
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
<b>2.1 Beras</b> .....	5
<b>2.2 Klorin</b> .....	6
<b>2.3 Multi-commutated Flow Injection Analysis (MCFIA)</b> .....	9
<b>2.4 Spektrofotometri Visibel</b> .....	19
<b>2.5 Arduino Uno (Mikrokontroler)</b> .....	22
<b>2.6 OCR (Optical Character Recognition)</b> .....	23
<b>2.7 Software LabVIEW</b> .....	24
<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	26
<b>3.1 Waktu dan Tempat Penelitian</b> .....	26
<b>3.2 Alat dan Bahan</b> .....	26
3.2.1 Alat .....	26
3.2.2 Bahan.....	26
<b>3.3 Diagram Alir</b> .....	27
<b>3.4 Prosedur Penelitian</b> .....	28
3.4.1 Pembuatan Larutan.....	28
3.4.2 Skema Analisis Klorin dengan MCFIA .....	29
3.4.3 Prosedur sistem alir MCFIA .....	29
3.4.4 Penentuan panjang gelombang maksimum klorin .....	30
3.4.5 Penentuan Volume reagen KI 10% .....	30
3.4.6 Penentuan Volume indikator amilum 1% .....	30
3.4.7 Karakteristik Data .....	31
3.4.8 Uji kualitatif Sampel .....	34
3.4.9 Preparasi dan Pengukuran sampel buatan .....	34

<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	36
<b>4.1 Desain Instrumen MCFIA</b> .....	36
4.1.1 Sistem Flow.....	36
4.1.2 Reaksi dalam Sistem Flow.....	37
4.1.3 Data Proses.....	37
4.1.4 <i>Supporting Software</i> LabVIEW.....	38
<b>4.2 Kondisi Optimum Pengukuran Klorin Bebas</b> .....	42
4.2.1 Optimasi Panjang Gelombang.....	42
4.2.2 Optimasi Volume Injeksi.....	43
<b>4.3 Karakteristik Analisis Klorin Bebas</b> .....	46
4.3.1 Tipe Respon.....	47
4.3.2 Kalibrasi.....	47
4.3.3 Linieritas.....	48
4.3.4 Sensitivitas.....	49
4.3.5 Limit Deteksi.....	49
<b>4.4 Analisis Sampel</b> .....	50
4.4.1 Analisis Sampel Beras Pasar Tanjung Kabupaten Jember.....	50
4.4.2 Analisis Sampel Beras Buatan.....	51
4.4.3 % <i>Recovery</i> .....	52
<b>BAB 5. PENUTUP</b> .....	53
<b>5.1 Kesimpulan</b> .....	53
<b>5.2 Saran</b> .....	53
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	54
<b>LAMPIRAN</b> .....	57

**DAFTAR TABEL**

	Halaman
2.1 Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer .....	20
4.1 Bagian-bagian <i>Front Panel</i> dan fungsinya .....	40
4.2 Hasil pengukuran limit deteksi klorin .....	50
4.3 Hasil Uji Kualitatif Kandungan Klorin dalam Beras.....	51
4.4 Hasil pengukuran <i>% recovery</i> .....	52

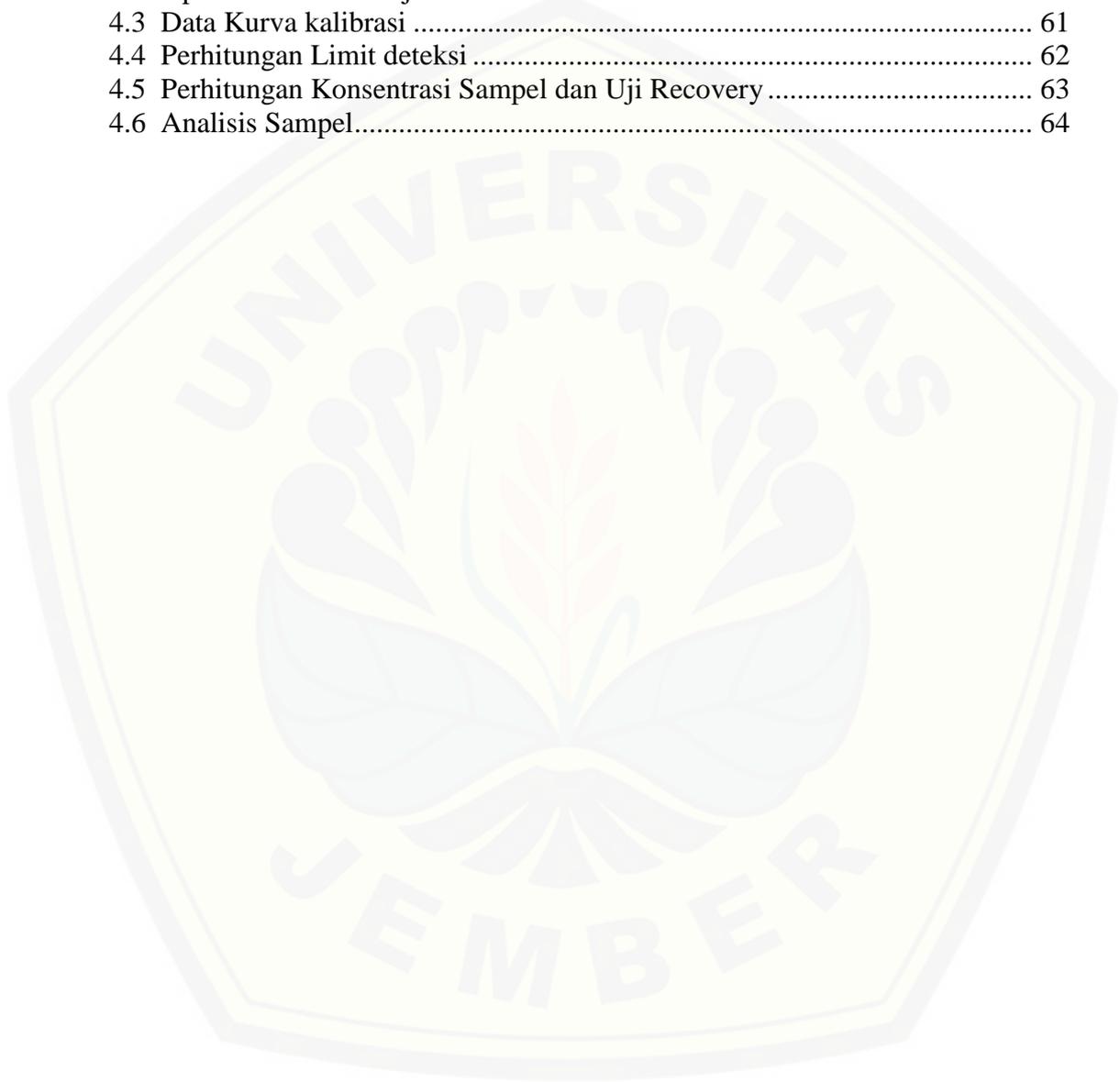


DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Sistem <i>Flow Injection Analysis</i> (FIA).....	9
2.2 Pengaruh dispersi pada bentuk profil aliran sampel .....	10
2.3 Katup solenoid 3-arah .....	11
2.4 Sistem <i>multi-commutated</i> .....	12
2.5 <i>Set-up</i> MCFIA.....	12
2.6 Pompa peristaltik .....	14
2.7 Sistem kerja <i>three-way solenoid valve</i> .....	15
2.8 Pengaruh panjang reaktor terhadap proses dispersi .....	16
2.9 Pengaruh diameter pipa terhadap respon sinyal.....	17
2.10 Pengaruh injeksi volume terhadap puncak yang dihasilkan .....	18
2.11 Pengaruh laju alir terhadap proses dispersi.....	18
2.12 Kurva Penyimpangan Hukum Lambert-Beer .....	22
2.13 Arduino Uno .....	23
2.14 Ilustrasi Proses OCR .....	24
3.1 Diagram alir analisis klorin dengan metode MCFIA Spektrofotometri.....	27
3.2 Desain Instrumen MCFIA ( <i>Multi-commutated Flow Injection Analysis</i> ).....	29
3.3 Model aliran dalam sistem MCFIA.....	29
3.4 Diagram analisis injeksi yang menunjukkan respon detektor sebagai fungsi waktu.....	31
3.5 Pengaruh waktu pengembalian ( $T'$ ) pada frekuensi sampling .....	32
4.1 Desain Instrumen MCFIA.....	36
4.2 Tampilan <i>Front Panel</i> .....	39
4.3 Diagram blok.....	41
4.4 Profil serapan panjang gelombang maksimum kompleks iod-amilum pada panjang gelombang 450-560 nm dengan interval 10 nm dan 2 nm.....	43
4.5 Profil optimasi volume injeksi reagen KI dengan metode sistem alir <i>multi-commutated flow injection analysis</i> pada laju alir 25 $\mu\text{L}/\text{detik}$ .....	45
4.6 Profil optimasi volume injeksi indikator amilum dengan metode sistem alir <i>multi-commutated flow injection analysis</i> pada laju alir 25 $\mu\text{L}/\text{detik}$ .....	46
4.7 Profil kurva kalibrasi.....	48
4.8 Sampel Beras Buatan .....	52

**DAFTAR LAMPIRAN**

	Halaman
3.1 Pembuatan Larutan Klorin Bebas .....	57
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....	59
4.2 Optimasi Volume Injeksi .....	60
4.3 Data Kurva kalibrasi .....	61
4.4 Perhitungan Limit deteksi .....	62
4.5 Perhitungan Konsentrasi Sampel dan Uji Recovery .....	63
4.6 Analisis Sampel.....	64



## BAB 1. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Klorin merupakan bentuk persenyawaan dari klor yaitu salah satu unsur kimia yang tergolong dalam golongan halogen dalam tabel periodik. Unsur-unsur dalam golongan halogen ini merupakan unsur nonlogam paling reaktif, sehingga sulit bahkan tidak ditemukan di alam dalam keadaan bebas, melainkan dalam bentuk terikat dengan unsur lain membentuk garam atau persenyawaanya (Soemirat,2003). Klorin dalam kehidupan manusia digunakan untuk klorinasi pada proses produksi yang menghasilkan produk organik sintetik, seperti plastik (poli vinil klorida), peptisida dari kelompok organoklorin (linden, aldirin dan DDT), dan juga digunakan sebagai pemutih (*bleaching agent*) dalam industri kertas, pabrik pencucian (tekstil) serta desinfektan untuk air.

Koran Tempo (2014) juga melaporkan bahwa selain memberi manfaat tersebut, klorin juga memiliki dampak negatif, yaitu dapat menyebabkan tersumbatnya pembuluh darah, memicu terjadinya serangan jantung, dan berpotensi membentuk trihalometan yang bersifat karsinogenik yaitu dapat memicu kanker apabila klorin digunakan secara berlebihan dan tidak digunakan secara benar, sehingga penggunaanyapun dilarang ditambahkan dalam bahan makanan maupun minuman sesuai dengan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 772/Menkes/Per/XI/88 (Nixon Habets, 2007). Ambang batas keberadaan klorin dalam air telah ditetapkan oleh pemerintah melalui keputusan Menteri Lingkungan Hidup tahun 1995 yaitu berkisar 1-4 mg/L.

Penggunaan klorin sebagai pemutih beras merupakan bagian dari praktik curang sejumlah pedagang beras dalam upaya menaikkan harga. Selain itu, umumnya beras-beras polesan tersebut merupakan beras stok lama yang sudah berbau dan rusak karena terlalu lama disimpan. Adiwisastra (1989) mengemukakan bahwa kadar klorin pada beras juga bersifat akumulatif jika dikonsumsi, yaitu pada jangka waktu lama dapat mengganggu fungsi pencernaan, hati, dan ginjal. Zat klorin yang ada dalam beras akan menggerus usus pada

lambung (korosif), akibatnya lambung akan rawan terhadap penyakit maag, dan dalam jangka panjang klorin akan menyebabkan penyakit kanker hati dan ginjal.

Berdasarkan uraian tersebut maka sangat penting dilakukan analisis klorin baik secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui kadar klorin dalam beras. Analisis klorin dapat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer. Menurut Wongkar (2014) keberadaan klorin dapat diketahui dengan metode reaksi warna menggunakan kalium iodida dan indikator amilum membentuk warna kompleks berwarna biru keunguan yang menunjukkan reaksi positif adanya kandungan klorin yang dapat dikuantitasi dengan dideteksi pada daerah visibel pada panjang gelombang antara 560-595 nm. Selain metode tersebut, terdapat beberapa metode yang juga dapat digunakan untuk analisis klorin seperti titrasi, iodometri dan amperometri. Namun, dalam penggunaannya metode ini memiliki kelemahan yaitu konsumsi reagen yang relatif tinggi sehingga menghasilkan limbah dengan jumlah yang banyak, serta waktu analisis yang cukup lama.

Teknik analisis aliran menjadi salah satu teknik yang memainkan peran utama dalam mengatasi masalah tersebut. Teknik ini dapat melakukan pengukuran secara akurat, presisi yang tinggi, cepat dan penggunaan reagen dan sampel yang sedikit dengan pengaturan volume yang digunakan. *Multi-commutated flow injection analysis* (MCFIA) merupakan contoh teknik analisis aliran yang sesuai dalam penentuan kadar klorin bebas dalam beras dengan mengkombinasikannya dengan detektor spektrofotometer. *Multi-commutated flow injection* (MCFIA) merupakan salah satu modifikasi dari sistem *Flow Injection Analysis* (FIA) yang merupakan suatu metode analisis kimia dengan cara menyuntikkan sejumlah volume sampel ke dalam suatu aliran *carrier* dan akan terjadi reaksi yang kemudian dideteksi kesuatu detektor. Faktor-faktor yang mempengaruhi analisis sistem alir antara lain, panjang reaktor, diameter pipa, laju alir dan volume injeksi (Trojanowicz, 2008).

Salah satu keuntungan utama dari teknik ini terletak pada pemanfaatan suntikan sampel yang dapat dilakukan berturut-turut, dimana volume setiap bagian mudah dipilih. Dalam teknik ini katup solenoid tiga arah digunakan dan dikendalikan melalui mikroprosesor (Trojanowicz, 2008). Kinerja sistem ini

kemudian dapat diuji dengan beberapa kriteria antara lain tipe respon *flow analysis*, kalibrasi, linieritas, sensitivitas, limit deteksi, dan % *recovery*.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh volume injeksi reagen KI dan indikator amilum terhadap analisis klorin bebas dalam beras menggunakan *Multi-Commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi Spektrofotometri Visibel?
2. Bagaimana karakteristik pengukuran (tipe respon *flow analysis*, kalibrasi, linieritas, sensitivitas, dan limit deteksi) dalam analisa klorin menggunakan *Multi-Commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi Spektrofotometri Visibel ?
3. Berapa kadar klorin bebas dalam beras yang dijual di pasar Tanjung Kabupaten Jember menggunakan *Multi-Commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi Spektrofotometri Visibel?

## 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Sampel beras dari Pasar Tanjung Kabupaten Jember (17 merk)
2. Air cucian beras pertama (dengan beras seberat 20 g)
3. Panjang koil yang digunakan  $RC_1$  : 82 cm dan  $RC_2$  :121 cm
4. Pipa yang digunakan berdiameter 0,8 mm
5. Laju alir 25  $\mu\text{L}$  /detik
6. Raegen pengompleks yang digunakan yaitu larutan KI 10% dan indikator amilum 1% dengan rentang volume 10-90  $\mu\text{L}$

#### 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh volume injeksi reagen KI dan indikator amilum terhadap analisis klorin bebas dalam beras menggunakan *Multi-Commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi Spektrofotometri Visibel
2. Mengetahui karakteristik pengukuran (tipe respon *flow analysis*, kalibrasi, linieritas, sensitivitas, dan limit deteksi) terhadap analisis klorin dalam beras menggunakan *Multi-Commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi Spektrofotometri Visibel
3. Mengetahui kadar klorin bebas dalam beras yang dijual di pasar Tanjung Kabupaten Jember menggunakan *Multi-Commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi Spektrofotometri Visibel

#### 1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi untuk penelitian lanjutan dan pengembangan suatu rangkaian analisis sistem alir menggunakan *Multi-commutated flow injection analysis* (MCFIA) dalam penentuan kadar klorin bebas dalam beras.

## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Beras

Beras merupakan butir padi yang telah dibuang kulit luarnya (sekam) dengan cara di giling, dan disosoh menggunakan alat pengupas dan penyosoh. Beras juga merupakan sumber energi, vitamin, mineral, dan juga asam amino bagi tubuh dengan kandungan terbesarnya adalah karbohidrat sehingga digunakan sebagai makanan pokok bagi sebagian besar penduduk dunia, terutama masyarakat Indonesia (Ahmad, A, 1990). Zat-zat gizi yang terkandung dalam beras sangat mudah untuk dicerna dan mempunyai nilai gizi yang sangat tinggi. Tinggi rendahnya mutu beras tergantung kepada beberapa faktor, salah satu faktor tersebut yaitu proses pengolahan. Pengolahan primer padi sampai dihasilkan beras siap olah sebagai berikut :

Padi → Penggabahan → Pengeringan → Penggilingan (*huller*) →  
Beras pecah kulit → Penyosohan (*polisher*) → Beras putih

(Hardian, 1981).

Produk akhir dalam pengolahan beras tentunya diharapkan beras yang bermutu baik. Menurut Fang, dkk., (2008) proses penyosohan (*polisher*) dapat mempengaruhi mutu beras yang dihasilkan yaitu semakin lama proses penyosohan maka akan menyebabkan berkurangnya kandungan mineral beras karena proses penyosohan dapat menghilangkan kulit ari beras. Beras dikatakan bermutu baik jika beras tersebut telah memenuhi standar mutu beras yang telah ditetapkan sesuai dengan kelas mutu beras. Artinya setiap komponen mutu beras harus memenuhi standar beras yang telah ditetapkan termasuk persyaratan umum. BSN (2008) menetapkan klasifikasi mutu beras dengan syarat umum sebagai berikut:

- a. Beras bebas hama dan penyakit
- b. Beras bebas bau apek, asam atau bau asing lainnya
- c. Bebas dari campuran dedak atau bekatul
- d. Bebas dari bahan kimia yang membahayakan dan merugikan konsumen

## 2.2 Klorin

### 2.2.1 Pengertian Klorin

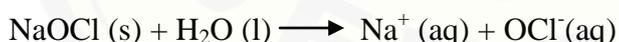
Klorin merupakan bentuk persenyawaan dari klor yaitu salah satu unsur kimia yang tergolong dalam golongan halogen dalam tabel periodik. Klorin ditemukan di alam dalam keadaan kombinasi sebagai gas  $\text{Cl}_2$ , senyawa dan mineral seperti kamalit dan silvit. Klorin dalam bentuk cair atau padat, sering digunakan sebagai oksidan, pemutih, atau desinfektan. Senyawa klorin yang sering digunakan sebagai pemutih yaitu kapur klor  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  atau kaporit. Gas klorin yang terbentuk di udara merupakan efek samping dari proses pemutihan (*bleaching*) dan produk zat atau senyawa organik yang mengandung klorin, karena banyaknya penggunaan senyawa klorin di lapangan atau di dalam industri dalam dosis yang berlebihan sehingga menyebabkan terdapatnya gas pencemar klorin dalam kadar tinggi di udara (Hasan, 2006).

### 2.2.2 Reaksi Klorin

Klorin biasanya sering ditambahkan dalam air dalam bentuk gas, natrium atau kalsium hipoklorit, dimana ketika gas klor ditambahkan maka dengan cepat akan terhidrolisis membentuk asam hipoklorit seperti reaksi berikut:



begitupula dengan natrium atau kalsium hipoklorit yang juga mengalami reaksi hidrolisis sesuai reaksi berikut :

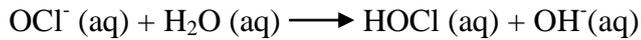


(Danial Harp, 2002)

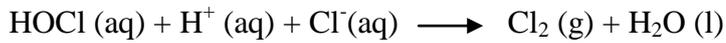
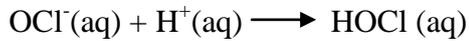
Asam hipoklorit ( $\text{HOCl}$ ) dan ion hipoklorit ( $\text{OCl}^-$ ) merupakan dua spesies kimia yang terbentuk dari hasil reaksi klorin dalam air, dimana kedua spesies inilah yang sering disebut sebagai klorin bebas. Asam hipoklorit adalah asam lemah dan akan terdisosiasi menurut reaksi berikut :



sedangkan ion hipoklorit, semua ion hipoklorit akan larut dalam air menghasilkan asam hipoklorit kembali dengan reaksi sebagai berikut:

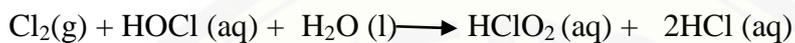


selain itu, ion hipoklorit juga dapat bereaksi dengan asam klorida encer,



(Svehla, G, 1985).

Klorin juga dapat bereaksi dengan karbohidrat menghasilkan sisa klorin dengan reaksi secara bertahap seperti reaksi berikut:



(*Aldose*)

(*Aldonic acid*)

Produk asam hipoklorit (HOCl) yang terbentuk inilah yang kemudian dapat menyebabkan gangguan pada kesehatan karena asam hipoklorit bersifat toksik (Svehla, G, 1985).

### 2.2.3 Bahaya Klorin Terhadap Kesehatan

Klorin sangat berbahaya bagi kesehatan manusia yaitu berpotensi menyebabkan penyakit pada kerangkongan, dan *tract respiratory* (saluran kerangkongan didekat paru-paru). Zat klor sebenarnya dibutuhkan oleh tubuh sebagai salah satu zat penguat, namun jika kadarnya tidak terawasi atau melebihi ambang batas dalam tubuh, maka dapat mengakibatkan sejumlah gangguan kesehatan. Gangguan kesehatan yang diakibatkan akibat mengkonsumsi beras yang mengandung klorin dalam jangka panjang adalah gangguan pada ginjal dan hati (Detiknews, 2017). Klorin dalam air akan bereaksi menghasilkan asam hipoklorit yang merupakan zat asam yang korosif yang dapat mengikis mukosa usus dalam lambung sehingga akan rentang terkena penyakit maag dan dapat menyebabkan iritan pada jaringan dalam tubuh (Stefi, 2007).

Harper, J (1986) melaporkan bahwa larutan NaClO 2% dalam air dapat mengakibatkan timbulnya iritasi pada kulit dan pemaparan klorin pada konsentrasi 1-10 ppm dapat mengakibatkan iritasi pada mata dan hidung, serta sakit pada tenggorokan, sedangkan dalam kasus menghirup gas klorin dalam konsentrasi yang lebih tinggi (>15 ppm) dapat dengan cepat membahayakan saluran

pernafasan yang diindikasikan dengan timbulnya dengan rasa sesak dan terjadinya akumulasi cairan di paru-paru (edema paru-paru). Efek toksik klorin yang terutama adalah sifat korosifnya, dimana di dalam air klorin akan membentuk asam hipoklorit yang dapat menembus sel dan merusak struktur sel.

#### 2.2.4 Metode Analisis Klorin

Klorin dapat dianalisis dengan berbagai metode, berikut merupakan metode analisis yang dapat digunakan untuk analisis klorin :

1. Kolorimetri (pengukuran warna). Metode ini menggunakan reagen DPD (N,N-diethyl-p-phenylenediamine), dimana amina pada DPD dioksidasi oleh klorin menghasilkan produk oksidasi utama yaitu senyawa *semi-quinoid cationic* yang dikenal sebagai pewarna Würster, senyawa inilah yang kemudian digunakan untuk dianalisis
2. Titrasi iodometri, digunakan untuk analisis kuantitatif pada klorin dalam pengujian klorin total pada tingkat di atas 1 mg/L Cl<sub>2</sub>. Titik akhir titrasi ditunjukkan oleh hilangnya kompleks iodida berwarna biru. Titrasi biasanya dilakukan pada pH antara 3-4
3. Titrasi amperometri, yaitu sebuah teknik elektrokimia dengan memberikan voltase di dua elektroda dan mengukur perubahan arus yang dihasilkan dari reaksi kimia yang terjadi. Aplikasi titrasi amperometri dalam penentuan klorin bebas dilakukan dengan cara klorin dititrasi dengan zat pereduksi standar seperti tiosulfat atau fenilarsin oksida (PAO) pada pH 7. Potensial diberikan di elektroda sebelum titrasi dimulai. Selama titrasi, klorin berkurang pada katoda menjadi klorida (Cl<sup>-</sup>) dari reaksi dengan PAO. PAO dioksidasi dari keadaan oksidasi +3 sampai +5 pada anoda
4. Othotolidine, yaitu untuk mengetahui adanya klorin bebas di dalam air. Reagennya berupa bahan *Analytical Grade Ortholidine* yang dilarutkan dalam 10% asam hipoklorit. Cara pemeriksaannya yaitu sebanyak 0,1 ml larutan OT dimasukkan ke dalam 1 mL sampel air. Reaksi positif menunjukkan sampel air itu akan berubah warna menjadi kuning. Perubahan warna itu kemudian dibandingkan dengan warna standar yang tersedia.

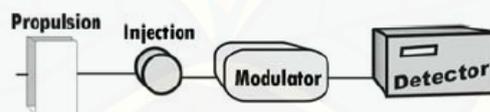
Kelemahan uji ini yaitu warna kuning dapat dihasilkan baik oleh sisa klorin bebas maupun oleh klorin yang terikat (*combined chlorine*) sehingga pemeriksaan lebih lanjut perlu dilakukan

5. Metode syringaldazine, yaitu didasarkan pada reaksi 3,5-dimethyl-4-hydroxybenzaldazine (syringaldazine) dengan klorin bebas menggunakan perbandingan 1:1. Produknya adalah senyawa ungu kemerahan dengan penyerapan maksimum pada 530 nm. Metode ini dapat diaplikasikan pada penentuan klorin dengan kandungan klorin berkisar antara 0,1-10 mg/L Cl<sub>2</sub> (Daniel Harp, 2002)

### 2.3 Multi-Commutated Flow Injection Analysis (MCFIA)

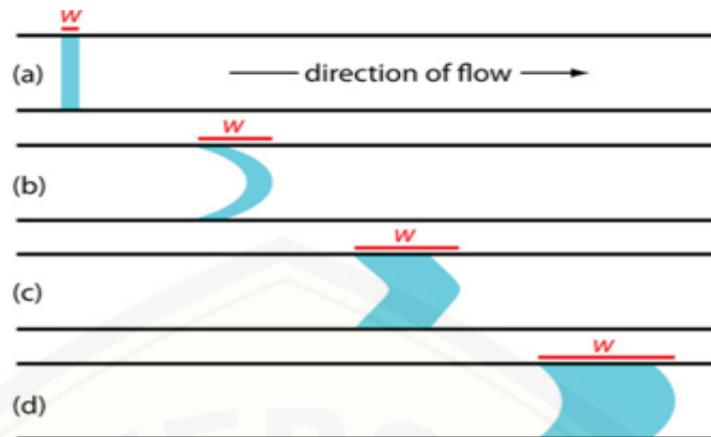
#### 2.3.1 Flow injection analysis (FIA)

*Flow injection analysis* (FIA) muncul mengikuti tren yang berkembang dalam analisis kimia dan merupakan sistem analisis otomatis dengan sistem alir yang berlangsung secara terus-menerus tanpa tersegmentasi (*continous flow analysis*). Sistem FIA bekerja dengan cara menginjeksikan sampel ke dalam larutan *carrier/reagen*, kemudian larutan ini menuju detektor melalui modulator/*mixing coil*. Sistem tersebut dapat dilihat pada gambar 2.1 berikut ini:



Gambar 2.1 Sistem *Flow Injection Analysis* (FIA) (Sumber: Trojanowicz, 2008)

Ruzicka, J. dan Hansen, H pada tahun 1975 memperkenalkan FIA sebagai sistem analisis kontinue, dimana dengan teknik tidak tersegmentasi ini, integritas puncak sampel dijaga dengan hati-hati untuk mengendalikan kondisi hidrodinamik sistem dan pendeteksiannya dilakukan setelah reaksi selesai dan sampel yang diinjeksikan terdispersi dalam reagen menghasilkan produk. Sampel memasuki aliran sebagai satu kesatuan bersama reagen membentuk suatu zona. Gambar 2.2 menunjukkan pembentukan zona atau bentuk aliran sampel yang dipengaruhi oleh proses dispersi



Gambar 2.2 Pengaruh dispersi pada bentuk profil aliran sampel: (a) saat injeksi; (b) ketika konveksi mendominasi dispersi; (c) ketika konveksi dan difusi berkontribusi terhadap dispersi; dan (d) ketika difusi mendominasi dispersi. Garis merah menunjukkan lebar,  $w$ , dari sampel mengalir (Sumber: Harvey, 2016).

Sampel yang disuntikkan ke dalam media alir akan membentuk profil aliran dengan lebar  $w$  seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.2. Ketika pertama kali menyuntikkan sampel ke dalam aliran pembawa, maka akan terbentuk profil aliran berbentuk persegi panjang dengan lebar seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 (a), sedangkan saat sampel bergerak melalui zona pencampuran dan terjadi reaksi, lebar profil alirannya meningkat saat sampel menyebar ke dalam aliran pembawa. Hasil dispersi berasal dari dua proses, yaitu proses konveksi karena aliran dari cairan pembawa dan difusi karena gradien konsentrasi antara sampel dan cairan pembawa. Pusat cairan bergerak lebih cepat dari cairan yang berdekatan dengan dinding. Hasilnya adalah profil aliran parabola yang ditunjukkan pada gambar 2.2.

Puncak ketinggian dan waktu kembali dipengaruhi oleh dispersi dari profil aliran secara fisik dan kimia dari sistem aliran injeksi. Parameter fisik yang mempengaruhi tinggi puncak dan waktu kembali mencakup volume sampel yang disuntikkan, laju alir, panjang pipa, diameter, geometri pencampuran dan zona reaksi (Harvey, 2016). Pencampuran sampel dengan reagen dalam aliran terjadi terutama disebabkan oleh proses difusi terkontrol dan terjadinya reaksi kimia. Detektor secara kontinyu merekam parameter absorban untuk detektor

spektrofotometri, atau parameter-parameter fisik lainnya sebagai hasil yang diterima dari perubahan sampel setelah aliran terjadi (Christian, 1994).

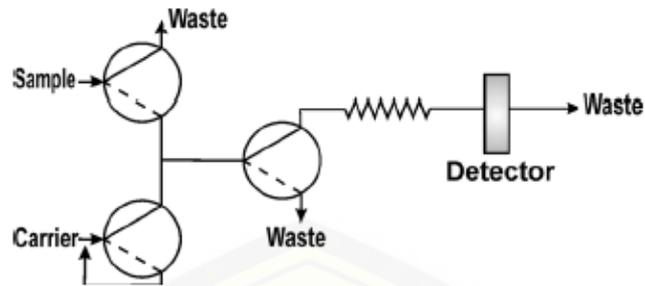
### 2.3.2 *Multi-commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA)

*Multi-commutated Flow Injection Analysis* muncul sebagai modifikasi FIA yang memanfaatkan katup solenoid tiga-arah yang dibuat untuk meningkatkan fleksibilitas sistem aliran, mengurangi konsumsi reagen, meningkatkan proses pencampuran dan memfasilitasi sistem secara otomatis dan cepat. Konsep ini pertama kali diperkenalkan pada tahun 1980-an dan secara resmi diperkenalkan pada tahun 1994 oleh B.F. Reis dkk., salah satu kelebihan utama teknik ini terletak pada eksploitasi suntikan sampel yang dilakukan secara berturut-turut di mana volume setiap sampel mudah dipilih. Katup solenoid tiga arah yang digunakan pada teknik ini dikendalikan secara temporal melalui mikroprosesor. Desain sistem yang digunakan biasanya sederhana dan mudah, tergantung pada *set-up*. Katup solenoid tiga-arah yang digunakan pada MCFIA dapat dilihat pada gambar 2.3 berikut:



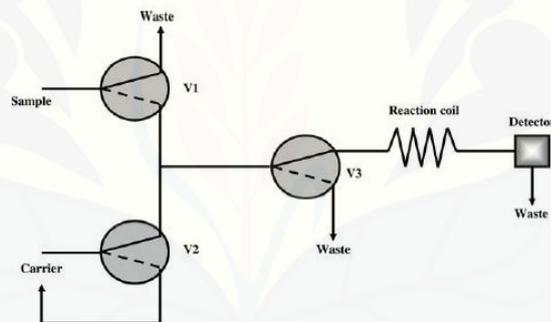
Gambar 2.3 Katup solenoid 3-arah (Sumber: Cerda dkk., 2014).

*Multi-commutated* memiliki kelebihan dalam mengoptimalkan teknik aliran yang terletak pada keseimbangan dispersi puncak suntikan dan pencampuran reagen, dengan mempertimbangkan waktu yang dibutuhkan untuk mencapai tingkat konversi pereaksi yang optimal menjadi spesies yang dapat dideteksi. Sistem *multi-commutated flow injection analysis* dengan menggunakan katup solenoid tiga-arah dapat dilihat pada gambar 2.4 berikut ini:



Gambar 2.4 Sistem *multi-commutated* (Sumber: Trojanowicz, 2008)

*Multi-Commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) menggunakan injeksi berbasis waktu yang dilakukan dengan cara mengendalikan volume sampel dan reagen yang diukur dalam sistem MCFIA, dimana pengendaliannya ini bergantung pada fitur operasional. Volume yang akan dimasukkan dalam teknik MCFIA dilakukan pada preset laju alir dengan menggunakan katup yang sesuai. Gambar 2.5 menggambarkan manifold/*set up* dari MCFIA



Gambar 2.5 *set-up* MCFIA (Sumber: Trojanowicz, 2008)

Manifold tersebut terdiri dari tiga katup *switching* (V1-V3), dimana setiap katup dapat dinyalakan diantara dua posisi yang menghubungkannya ke jalur pemrosesan analisis (garis lurus) dan daur ulang cairan atau jalur pembuangan (garis putus-putus), kemudian dengan serentak beralih dari V1 dan V2 ke posisi yang ditentukan oleh garis putus-putus. Sampel kemudian dimasukkan ke dalam jalur analisis dan larutan pembawa (*carrier*) untuk didaur ulang dan setelah interval *preset* yang berfungsi menetapkan jumlah sampel yang disuntikkan, maka V1 dan V2 dialihkan kembali ke posisi awal dan sebagai hasilnya sampel didorong ke detektor oleh arus pembawanya (Zagatto dkk.,1999).

*Multi-commutated Flow Inejction Analysis* mengacu pada sistem aliran yang dirancang dengan terkontrol oleh komputer dan semua langkah yang terlibat dalam pemrosesan sampel dapat diimplementasikan. Sistem alirannya dapat dikonfigurasi ulang oleh kontrol perangkat lunak, sehingga dapat menghasilkan fleksibilitas yang meningkat, dan tingkat otomatisasi serta minimalisasi konsumsi reagen dan limbah (Minter, 2006).

### 2.3.3 Instrumentasi dan tahapan analisis dalam MCFIA

Sistem alir *Multi-commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) paling sedikit terdiri dari lima komponen utama, yaitu: pompa, *insertion unit/ injection*, katup selelnoid 3 arah, *reaction unit/ mixing reaction*, dan detektor, serta beberapa komponen pendukung yang digunakan diantaranya komputer yang mengatur jalannya sampel, mikrokontroler, perekaman data dari detektor dan perhitungan hasil analisis.

Gambaran proses yang terjadi dalam sistem aliran MCFIA secara garis besar dibagi menjadi 3 yaitu :

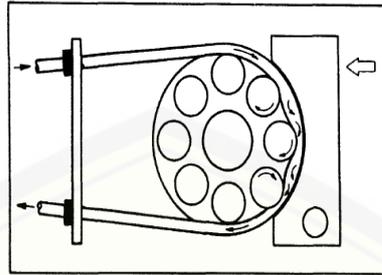
#### 1. Sampel

Sampel diukur dan disuntikkan ke aliran pembawa yang mengalir, dimana dalam langkah ini umumnya dilakukan dengan *sample injection valve* yaitu suatu unit penggerak yang berfungsi untuk menggerakkan cairan ke unit-unit yang lain dalam sistem MCFIA dengan kecepatan (*flow rate*) yang konstan dan bebas dari denyut atau gangguan selama aliran berlangsung (*pulse-free*). Unit ini dapat berupa :

- Botol bertekanan atau diletakkan dengan ketinggian tertentu
- Pompa peristaltik
- Pompa *syringe*

Pompa peristaltik merupakan pompa yang paling populer digunakan, walaupun tidak dapat dikatakan bahwa pompa ini bersifat *pulse-free*. Kerja dari pompa ini untuk menggerakkan suatu cairan, harus didukung dengan pipa elastis. Pipa-pipa ini ditekan oleh beberapa *roller* yang berputar dan menekan secara bergantian, sehingga dengan cara ini cairan yang berada dalam pipa dapat

digerakkan (Ruzicka, J. dan Hansen, H, 1988). Gambar 2.6 merupakan gambaran dari pompa peristaltik :



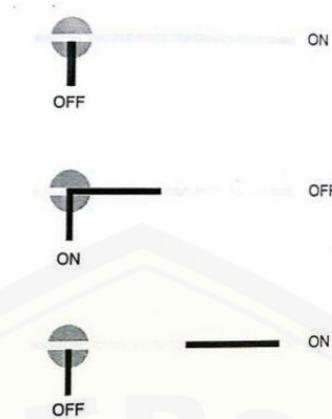
Gambar 2.6 Pompa peristaltik (Sumber: Ruzicka, J. dan Hansen, H, 1978)

Perangkat yang paling umum digunakan untuk mengukur sampel dan menginjeksikan sampel ke dalam aliran pembawa MCFIA adalah katup injeksi sampel. MCFIA adalah teknik tekanan rendah. Fitur yang penting dari katup harus sesuai untuk MCFIA termasuk presisi tinggi, batas tekanan dari sekitar 100 psi, dan kemampuan untuk menyuntikkan volume sampel dari beberapa mikro liter hingga beberapa ratus mikroliter (Ruzicka, J. dan Hansen, H, 1978).

Unit ini bertugas untuk memasukkan sampel dengan volume tertentu ke dalam aliran *carrier* dengan beberapa ketentuan :

- Sampel yang dimasukkan dalam volume yang akurat dan *reproducible*
- Sampel harus masuk dalam aliran *carrier* sedemikian rupa sehingga tidak mengganggu jalannya aliran tersebut
- Operasi injeksi ini harus cepat dan kalau mungkin dapat dikontrol secara elektronik.

Katup injeksi sampel yang digunakan dalam sistem *Multi-commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) yaitu katup solenoid 3 arah (*three-way solenoid valve*) yang terdiri dari 1 lubang inlet, 1 lubang outlet dan 1 lubang pembuangan. Katup ini dalam penggunaannya dapat juga dirubah menjadi 2 lubang inlet dan 1 lubang outlet atau sebaliknya. Sistem kerja *three-way solenoid valve* dapat dilihat pada gambar 2.7



Gambar 2.7 Sistem kerja *three-way solenoid valve* (Sumber: Reis dkk.,1994)

## 2. Pengolahan sampel

Proses yang terjadi pada sampel merupakan proses perjalanan analit hingga menuju detektor, yaitu dengan menjadikan sampel menjadi spesies yang dapat diukur dan membuat konsentrasinya pada *range* yang sesuai dengan detektor. Hal ini dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu :

- Pengenceran
- Penyebaran
- Pengayaan
- Reaksi kimia
- Ekstraksi pelarut
- *Medium exchange*

Proses perjalanan analit hingga menuju detektor juga melewati unit transportasi dan *reaction unit/ mixing reaction*. Unit transportasi berfungsi sebagai tempat mengalirnya sampel, larutan pembawa dan reagen, serta berfungsi untuk menghubungkan bagian satu dengan bagian lainnya dalam MCFIA. Unit ini biasanya berupa pipa dan 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, silikon atau plastik lainnya, selain pipa juga terdapat konektor dalam transport unit ini yang berfungsi menghubungkan pipa yang satu dengan yang lainnya, sedangkan *reaction unit/ mixing reaction* merupakan tempat terjadinya

pencampuran dan reaksi yang di inginkan. Reaktor dalam MCFIA dapat dikategorikan sebagai *open tube*, *coil and packed reactor*, *single bed string reactor* (sbsr) dan *mixing chamber*.

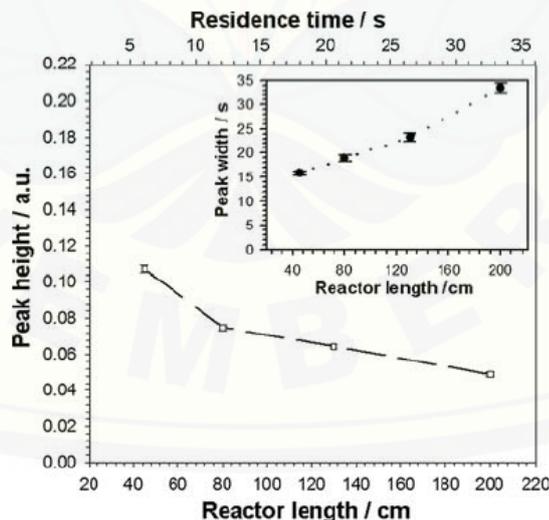
### 3. Detektor

Proses analisis sampel dalam sistem *flow* ditunjukkan dengan terbentuknya puncak sinyal yang merepresentasikan respon detektor terhadap analit secara kuantitatif. Detektor yang dapat digunakan dalam sistem MCFIA sama halnya pada FIA pada umumnya. Spektrofotometer UV-Vis merupakan detektor yang paling banyak digunakan dalam sistem FIA (Ruzicka, J. dan Hansen, H, 1978).

#### 2.3.4 Faktor-faktor yang mempengaruhi analisis MCFIA

##### a. Panjang reaktor

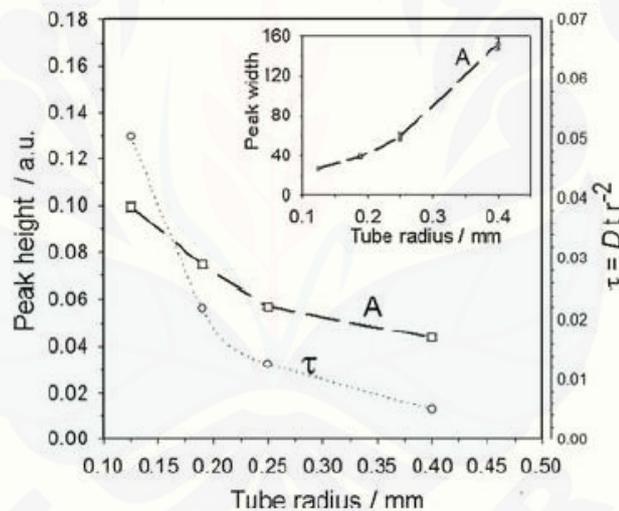
Panjang reaktor dipengaruhi oleh reaksi yang terjadi, semakin panjang reaktor yang digunakan menunjukkan meningkatnya jarak tempuh, sehingga membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama, akibatnya dapat meningkatkan dispersi sampel sehingga puncak cenderung lebih pendek dan lebih lebar. Hal ini dapat dilihat pada grafik 2.8 berikut:



Gambar 2.8 Pengaruh panjang reaktor terhadap proses dispersi  
(Sumber: Trojanowicz, 2008)

### b. Diameter pipa

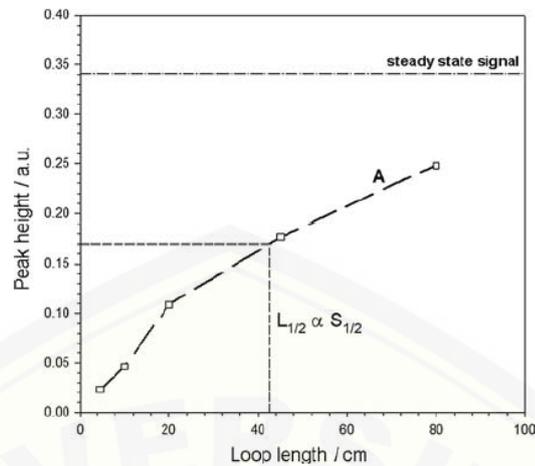
Diameter pipa mempengaruhi puncak yang dihasilkan. Lebar puncak meningkat dengan bertambahnya jari-jari dan tinggi puncak menurun dengan bertambahnya jari-jari. Artinya, semakin besar diameter *tube* maka proses dispersi semakin meningkat sehingga puncak yang dihasilkan semakin lebar dan rendah, karena ketika di detektor membutuhkan waktu lebih lama untuk dideteksi sehingga meningkatkan waktu TR, sedangkan apabila diameter *tube* semakin kecil maka proses dispersi semakin menurun dan puncak yang dihasilkan semakin runcing dan tinggi. Hal ini karena semakin kecil diameter pipa, maka dapat menurunkan waktu TR sehingga dapat menyebabkan penurunan dispersi (Trojanowicz, 2008). Gambar 2.9 menunjukkan pengaruh diameter terhadap respon puncak yang dihasilkan:



Gambar 2.9 Pengaruh diameter pipa terhadap respon sinyal  
(Sumber: Trojanowicz, 2008)

### c. Volume Injeksi

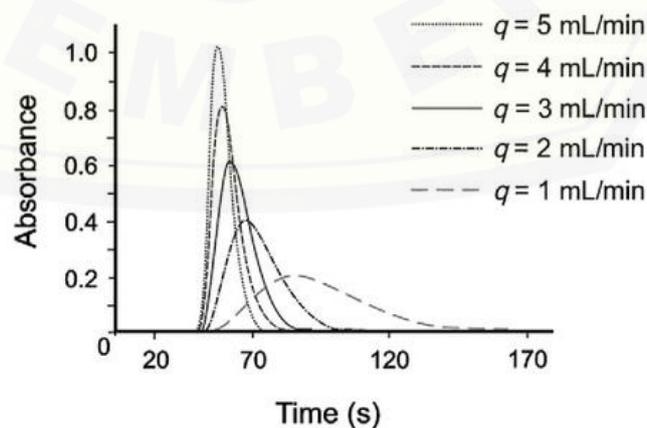
Volume injeksi yang diinjeksikan mempengaruhi tinggi puncak, yaitu semakin banyak volume injeksi semakin tinggi puncak yang dihasilkan, karena semakin banyak yang bereaksi untuk memberikan zona sampel dan reagen di detektor dan untuk volume injeksi yang sedikit, puncak yang dihasilkan semakin pendek dan dikhawatirkan sinyal yang dihasilkan tidak terbaca oleh detektor karena sedikitnya zona yang terbentuk karena yang bereaksi sedikit. Gambar 2.10 menunjukkan pengaruh volume injeksi sampel :



Gambar 2.10 Pengaruh injeksi volume terhadap puncak yang dihasilkan  
(Sumber: Trojanowicz, 2008)

e. Laju alir

Laju alir juga berpengaruh pada proses dispersi dan puncak yang dihasilkan, sehingga perlu ditentukan laju alir optimum. Dispersi berkurang dengan meningkatnya laju alir. Laju alir yang semakin lambat akan menghasilkan puncak yang pendek dan lebar karena waktu yang dibutuhkan untuk bereaksi dan sampai di detektor juga semakin lama sehingga waktu TR semakin besar. Hal ini juga berpengaruh terhadap absorbansi yang dihasilkan, dimana nilai absorbansi proporsional dengan konsentrasi suatu senyawa yang menyerap cahaya, dengan semakin meruncingnya puncak yang dihasilkan absorbansinya semakin besar karena laju alir optimum akan memberikan zona reaksi optimum untuk dideteksi di detektor. Gambar 2.11 menunjukkan pengaruh laju alir terhadap respon sinyal yang dihasilkan:



Gambar 2.11 Pengaruh laju alir terhadap proses dispersi  
(Sumber: Trojanowicz, 2008)

## 2.4 Spektrofotometri Visibel

Spektrofotometri melibatkan penggunaan spektrofotometer, yaitu alat atau instrumen yang digunakan untuk mengukur transmittan atau serapan suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Alat ini terdiri dari spektrometer yang menghasilkan sinar dan spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer sebagai pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Spektrofotometri molekular (baik kualitatif dan kuantitatif) bisa dilakukan di daerah sinar tampak, sama halnya seperti di daerah sinar ultraviolet dan daerah sinar inframerah (Khopkar, 2010).

Analisis kuantitatif dengan metode spektrofotometri *visible* dilakukan dengan mengukur absorbansi (A) pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran panjang gelombang maksimum ini dilakukan karena pada panjang gelombang tersebut terjadi perubahan absorbansi untuk setiap satuan kadar paling besar, sehingga akan diperoleh kepekaan analisis yang maksimal, selain itu pita serapan di sekitar panjang gelombang maksimum akan datar dan dengan pengukuran berulang akan memberikan kesalahan yang kecil. Prinsip spektrofotometri *visible* adalah absorpsi radiasi elektromagnetik dalam daerah *visible* yang menghasilkan spektrum dalam struktur elektronik ion dan molekul yang berbeda. 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 (Mulya dan Suharman, 1995).

Energi yang dimiliki sinar tampak mampu membuat elektron tereksitasi dari keadaan dasar menuju kulit atom yang memiliki energi lebih tinggi atau menuju keadaan tereksitasi. Sinar tampak mempunyai panjang gelombang antara 400-750 nm. Spektrofotometri sinar tampak memiliki warna yang dapat dihubungkan dengan panjang gelombang. Sinar putih mengandung radiasi pada semua panjang gelombang di daerah sinar tampak dan warna-warna yang dapat dihubungkan dengan panjang gelombang ini digunakan untuk menandai bagian-bagian dari spektrum tertentu seperti yang diringkas pada tabel 2.1

Tabel 2.1 Spektrum cahaya tampak dan warna-warna komplementer

Panjang gelombang (nm)	Warna yang diserap	Warna komplementer
400-435	Violet	Kuning-hijau
435-480	Biru	Kuning
480-490	Hijau-biru	Orange
490-500	Biru-hijau	Merah
500-560	Hijau	Ungu
560-580	Kuning-hijau	Violet
580-595	Kuning	Biru
595-610	Orange	Hijau-biru
610-750	Merah	Biru-hijau

(Sumber: Day dan Underwood, 2002).

#### 2.4.1 Hukum Dasar Absorbansi

Seberkas radiasi gelombang elektromagnetik apabila dikenakan pada suatu spesi kimia, maka sebagian dari radiasi tersebut akan diadsorbsi oleh spesi kimia tersebut. Pengabsorbnsian radiasi tergantung pada struktur dari spesi kimia tersebut. Setiap senyawa kimia mempunyai struktur tertentu sehingga mempunyai tingkatan energi dasar yang spesifik. Pengabsorbnsian gelombang elektromagnetik oleh spesi kimia menyebabkan terjadinya eksitasi spesi kimia dari tingkat dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi atau spesi berada dalam keadaan tereksitasi (Khopkar, 1990).

Analisis suatu komponen atau multi komponen secara spektrofotometri menggunakan landasan hukum dasar yang dikemukakan oleh Lambert (1960) dan Beer (1852), seringkali disebut hukum Lambert-Beer. Hukum Lambert-Beer mengemukakan tentang serapan sinar atau energi radiasi oleh spesies kimia secara kuantitatif. 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 diadsorbsi ( $I_a$ ), 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

$\epsilon$  = Absorpsivitas Molar ( $\text{Lt. Mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ )

c = Konsentrasi ( $\text{mol. Lt}^{-1}$ )

b = Tebal Larutan (cm)

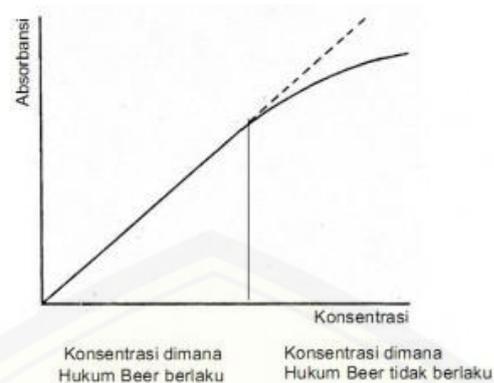
A = Absorban

(Mulja, 1995).

Absorpsivitas molar ( $\epsilon$ ) dan absorpsivitas (a) adalah suatu konstanta dan nilainya spesifik untuk jenis zat dan panjang gelombang tertentu, sedangkan tebal media (sel) dalam prakteknya tetap. Absorbansi suatu spesies akan merupakan fungsi linier dari konsentrasi, sehingga dengan mengukur absorbansi suatu spesies konsentrasinya dapat ditentukan dengan membandingkannya dengan konsentrasi larutan standar.

#### 2.4.2 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 2.12 menunjukkan kurva penyimpangan Hukum Lambert-Beer



Gambar 2.12 Kurva Penyimpangan Hukum Lambert-Beer  
(Sumber: Khopkar, 1990)

Kurva akan berbentuk linier (Gambar 2.11) jika hukum Lambert-Beer tidak mengalami penyimpangan. Penyimpangan hukum Lambert-Beer mempunyai simpangan bersifat positif. Keperluan analisis biasanya dibuat kurva kalibrasi atau kurva standart yang diperoleh dari pengamatan absorbansi sederet larutan standart. Larutan yang akan ditentukan konsentrasinya, diukur absorbansinya kemudian dikalibrasi terhadap kurva standart. Pengamatan dilakukan pada panjang gelombang tertentu yang memberikan serapan maksimum ( $\lambda_{maks}$ ) (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).

## 2.5 Arduino Uno (*Mikrokontroler*)

Arduino UNO merupakan sebuah board mikrokontroler yang didasarkan pada ATmega328 (datasheet). Arduino terdiri dari hardware yang merupakan papan input/output dan software IDE yang digunakan untuk menulis program. Arduino terdiri dari beberapa bagian diantaranya 14 digital input / output pin, dengan 6 pin dapat digunakan sebagai output yaitu pin 3, 5, 6, 9, 10 dan 11. Arduino juga dapat dihubungkan dengan komputer menggunakan USB, selain itu USB ini juga dapat

berfungsi untuk memuat program dari komputer ke dalam papan arduino, serta memberikan daya listrik. Arduino UNO memuat semua yang dibutuhkan untuk menunjang mikrokontroler, mudah menghubungkannya ke sebuah komputer dengan sebuah kabel USB atau mensuplainya dengan sebuah adaptor AC ke DC atau menggunakan baterai untuk memulainya. Pada papan arduino juga terdapat LED kecil yang terhubung ke pin digital no 13. LED ini digunakan sebagai penanda dari jalannya sebuah program. Gambar 2.13 menunjukkan tampilan papan bord arduino uno



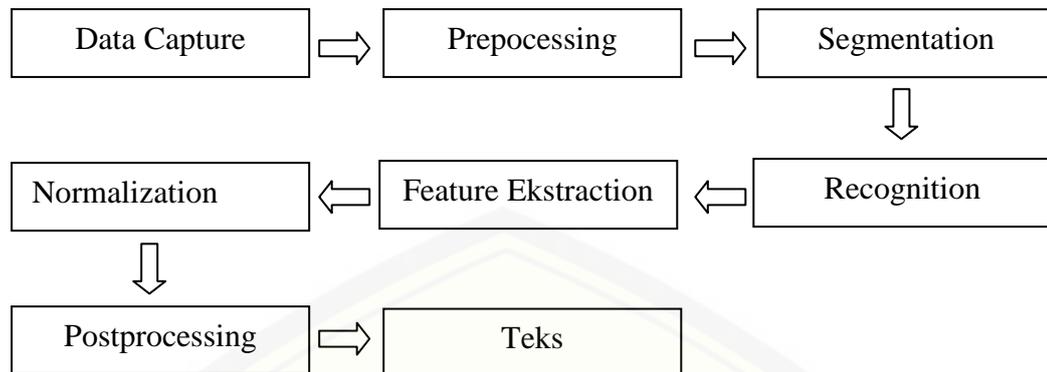
Gambar 2.13 Arduino Uno (Sumber: Djuandi, 2011)

## 2.6 OCR (*Optical Character Recognition*)

OCR (*Optical Character Recognition*) merupakan teknik yang digunakan untuk mengubah file gambar kedalam bentuk *digital teks* yang dapat diolah lebih lanjut. Prinsip kerja dari aplikasi OCR menurut Mithe *et al* (2013) adalah :

1. Mengambil objek berupa teks menggunakan kamera sehingga didapat sebuah file gambar (jpg/jpeg, png, gif dll)
2. File gambar tersebut kemudian diproses menggunakan OCR untuk pengenalan teks, di mana OCR ini melakukan proses pengenalan terhadap karakter-karakter yang ada pada file gambar tersebut.
3. Output dari OCR ini berupa file teks yang berisi karakter-karakter yang telah dikenali dan siap untuk diolah lebih lanjut.

Ilustrasi dari proses OCR dapat dilihat pada gambar 2.14



Gambar 2.14 Ilustrasi Proses OCR (Lee, W, M, 2011)

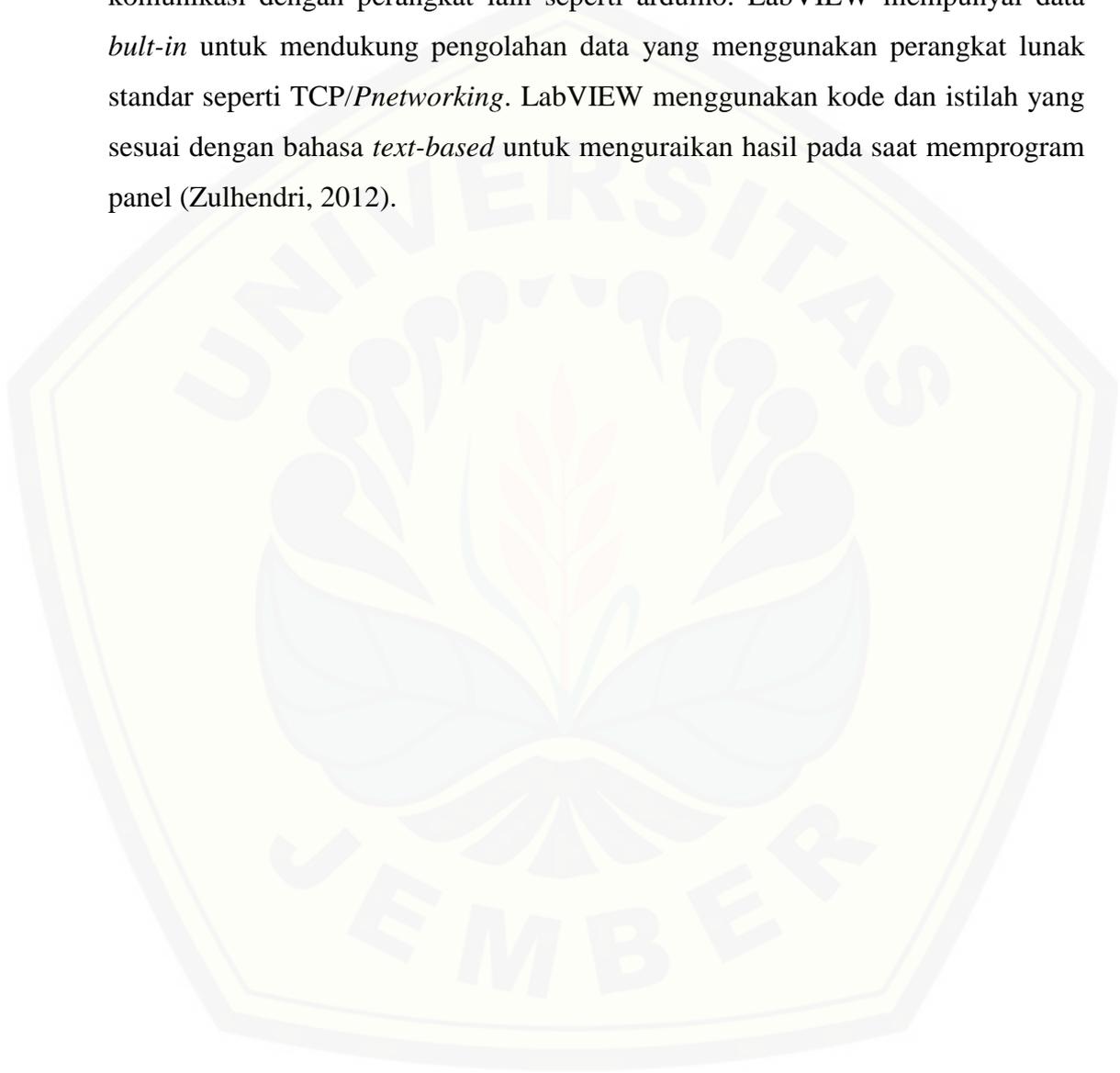
Tahapan dari ilustrasi tersebut menjelaskan bahwa perancangan sistem *preprocessing* menjelaskan alur kerja dalam OCR dalam menyiapkan *image* sebagai input gambar yang siap diolah lebih lanjut oleh sistem. Tujuan dari proses segmentasi adalah untuk mempermudah atau menyederhanakan representasi dari gambar menjadi sesuatu yang lebih mudah di analisa, kemudian *Normalization* merupakan proses merubah dimensi region tiap karakter dan ketebalan karakter, sedangkan *Feature Extraction* merupakan proses transformasi data masukan menjadi output karakter berbasis teks yang akan diperoleh. Tahap berikutnya yaitu *Recognition* yang merupakan proses untuk mengenali karakter yang diamati dengan cara membandingkan ciri-ciri karakter yang diperoleh dengan karakter yang ada pada database, kemudian tahap terakhir yaitu *Postprocessing* yang merupakan proses koreksi ejaan sesuai dengan bahasa yang digunakan sehingga dihasilkan output berbasis teks yang sesuai (Lee, W, M, 2011)

## 2.7 Software LabVIEW

*Software LabVIEW* merupakan salah satu perangkat lunak yang menggunakan bahasa pemrograman *G-Programming* yaitu dengan sistem grafik. Perangkat lunak ini merupakan produk dari National Instrument yang didedikasikan untuk kegiatan antar muka dan pengendalian peralatan elektronik dengan menggunakan PC. Program LabVIEW juga merupakan suatu instrumen virtual atau *Vis (Virtual instrument)*, karena yang ditampilkan dan pengoperasiannya hampir sama dengan instrumen secara nyata seperti

*oscilloscopes* dan multimeter. LabVIEW mengandung beberapa komponen utama yaitu *front panel*, *block diagram*, *icon* dan *connector pane* (Zulhendri, 2012).

LabVIEW berisi berbagai macam peralatan untuk menghasilkan ketelitian, tampilan dan menyimpan data. LabVIEW juga terintegrasi secara penuh untuk komunikasi dengan perangkat lain seperti arduino. LabVIEW mempunyai data *bult-in* untuk mendukung pengolahan data yang menggunakan perangkat lunak standar seperti TCP/*Pnetworking*. LabVIEW menggunakan kode dan istilah yang sesuai dengan bahasa *text-based* untuk menguraikan hasil pada saat memprogram panel (Zulhendri, 2012).



### BAB 3. METODE PENELITIAN

#### 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 November 2017 hingga Maret 2018.

#### 3.2. Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

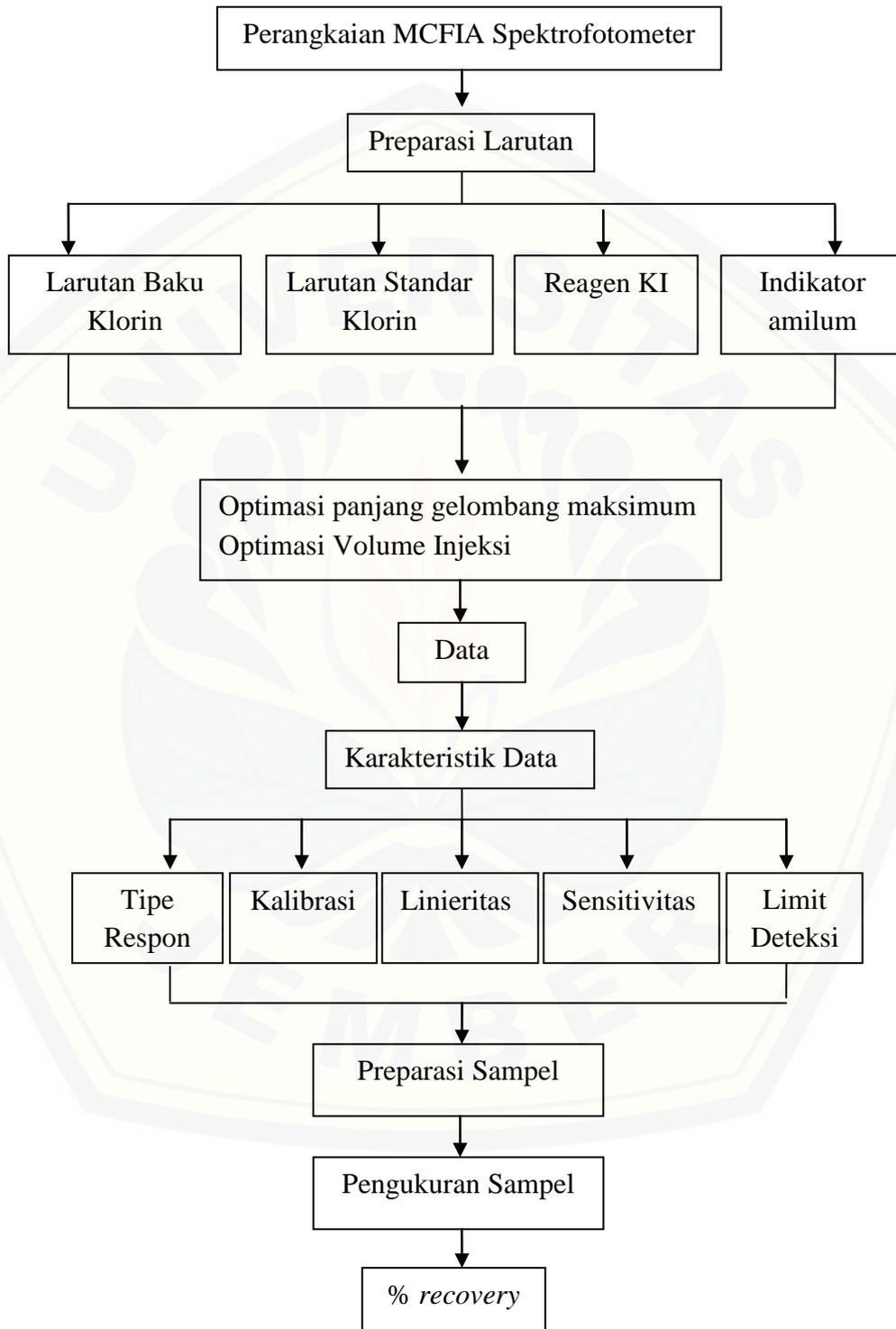
Peralatan yang akan digunakan dalam preparasi meliputi peralatan gelas diantaranya beaker glass, gelas ukur, pipet tetes, pengaduk gelas, corong gelas, labu ukur, pipet mohr, dan beberapa peralatan lainnya seperti ball pipet, botol semprot, stirrer, pH meter Jenway, *magnetic* stirer dan neraca analitis, sedangkan peralatan yang akan digunakan dalam perangkaian alat MCFIA meliputi komputer, spektrofotometer visibel, konektor, *Arduino Uno*, *three way solenoid valve (Bio-chem Valve)*, pompa peristaltik (Tekator), *Software LabVIEW 2012*, kuvet aliran, pipa elastis dan *tubing coil*.

##### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sampel air cucian beras, KI (Merck), Amilum, akuades, kertas saring,  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  (kaporit), dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (Merck)

### 3.3 Diagram Alir

Tahap penelitian ini meliputi :



Gambar 3.1. Diagram alir analisis klorin dengan metode MCFIA Spektrofotometri

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Pembuatan larutan

##### a. Pembuatan Larutan Baku Klorin 100 ppm

Dilarutkan sebanyak 0,016 gram kalsium hipoklorit  $\text{Ca}(\text{OCl})_2$  dalam akuades, kemudian diaduk dengan magnetik stirrer sampai terlarut sempurna, selanjutnya diencerkan dengan akuades sampai tanda batas menggunakan labu ukur 100 mL

##### b. Pembuatan Larutan Standar Klorin

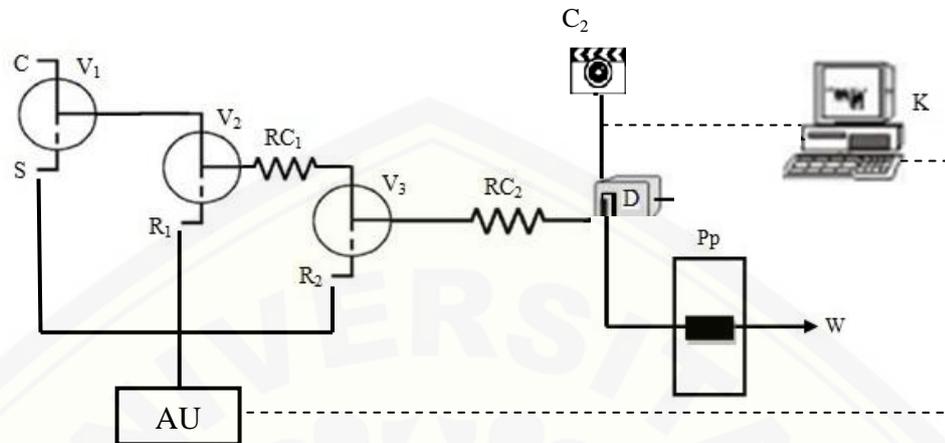
Larutan standar klorin dibuat dengan konsentrasi 0,1 ppm, 0,2 ppm, 0,3 ppm, 0,4 ppm, 0,5 ppm, 0,6 ppm, 0,7 ppm, 0,8 ppm, 0,9 ppm dan 1 ppm dengan menggunakan larutan baku 100 ppm dengan cara diambil sebanyak 0,1 mL kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas pada labu ukur 100 mL. Dilakukan hal yang sama untuk pembuatan variasi konsentrasi yang lain dengan menggunakan larutan baku 100 ppm secara urut 0,2 mL, 0,3 mL, 0,4 mL, 0,5 mL, 0,6 mL, 0,7 mL, 0,8 mL, 0,9 mL dan 1 mL

##### c. Pembuatan Larutan KI 10%

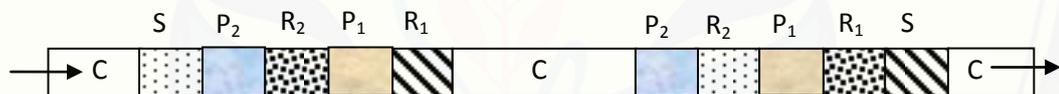
Larutan KI 10% dibuat dengan cara melarutkan 1 g kristal KI dalam akuades sambil diaduk hingga terlarut sempurna. Kemudian diencerkan sampai tanda batas dengan labu ukur 10 mL, selanjutnya disimpan dalam botol gelap dan hindari dari udara terbuka

##### d. Pembuatan Indikator Amilum 1%

Indikator amilum 1% dibuat dengan cara melarutkan sebanyak 0,5 g amilum dalam 50 mL akuades sambil diaduk dan dipanaskan untuk mempercepat proses pelarutan, selanjutnya didinginkan pada suhu ruang kemudian disimpan dalam botol gelap.

3.4.2 Skema Analisis klorin dengan *Multi-commutated Flow Injection Analysis*

Gambar 3.2 Desain Instrumen MCFIA (*Multi-commutated Flow Injection Analysis*),, C: *Carrier* ( $H_2O$ ) S: sampel air cucian beras;  $R_1$ : larutan KI 10%;  $R_2$ : Amilum 1%;  $V_1$ ,  $V_2$ , dan  $V_3$ : *three way solenoid valve*;  $RC_1$  dan  $RC_2$ : *reaction coil*;  $C_2$ : *webcam*; D: spektrofotometer Visbel; Pp: pompa peristaltik; K: komputer; AU: Arduino Uno; W: limbah



Gambar 3.3 Model aliran dalam sistem MCFIA

3.4.3 Prosedur sistem alir *Multi-commutated Flow Injection Analysis*

Ketiga *three way valve solenoid* ( $V_1$ ,  $V_2$ ,  $V_3$ ) ketika dalam keadaan *solenoid* mati 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 reagen KI 10%, dan  $V_3$  untuk indikator amilum 1%. Waktu pergantian  $V_1$ ,  $V_2$  dan  $V_3$  dilakukan sesuai dengan model aliran pada gambar 3.3. Pembacaan sinyal dimulai dengan pembentukan produk dari hasil reaksi sampel dengan reagen KI 10% dan indikator amilum 1%, dan setelah semua *valve solenoid* dimatikan maka *carrier* akan mengalir terus menerus untuk menggantikan semua larutan yang telah dialirkan sebelumnya.

#### 3.4.4 Penentuan panjang gelombang maksimum klorin

Penentuan panjang gelombang maksimum diperlukan untuk memperoleh hasil absorbansi yang maksimum pada pengukuran kadar klorin menggunakan spektrofotometer visibel. Pengukuran panjang gelombang maksimum dilakukan dengan menggunakan larutan standar klorin 0,5 ppm. Larutan tersebut kemudian diukur dengan panjang gelombang antara 450-650 nm dengan interval 10 nm. Setelah diperoleh panjang gelombang maksimum maka rentangnya diperkecil menjadi 2 nm. Percobaan dilakukan sebanyak 6 kali sehingga dihasilkan panjang gelombang maksimum rata-rata.

#### 3.4.5 Penentuan volume reagen KI 10%

Larutan standar klorin yang telah dibuat dengan konsentrasi 0,5 ppm dalam suasana asam dialirkan dengan laju alir 25 $\mu$ L /detik, kemudian diinjeksikan larutan reagen KI 10 % sebanyak 10  $\mu$ L pada katup solenoid kedua, kemudian diinjeksikan indikator amilum 1% ketika di katup solenoid yang ketiga sebanyak 30  $\mu$ L. Dilakukan hal yang sama untuk variasi volume reagen 30; 50; 70 dan 90  $\mu$ L. Larutan tersebut kemudian diukur dengan panjang gelombang optimum hasil pengukuran sebelumnya. Percobaan dilakukan sebanyak 6 kali kemudian dibuat grafik antara absorbansi rata-rata kompleks versus volume reagen KI 10%

#### 3.4.6 Penentuan volume indikator amilum 1%

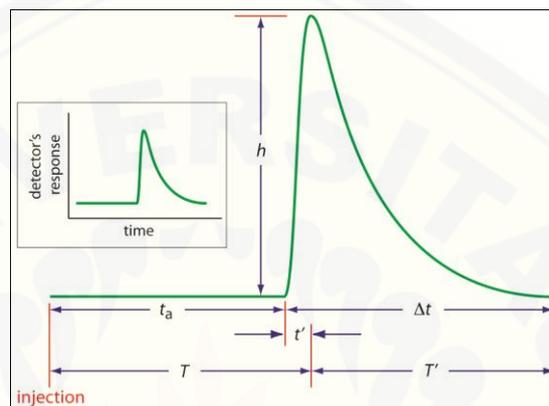
Larutan standar yang telah dibuat dengan konsentrasi 0,5 ppm dalam suasana asam dialirkan dengan laju alir 25 $\mu$ L /detik. Diinjeksikan larutan KI 10% dengan volume optimum sesuai hasil percobaan sebelumnya, kemudian diinjeksikan larutan amilum 1% sebanyak 10  $\mu$ L pada katup solenoid ketiga, setelah itu diteruskan alirannya hingga bertemu larutan standar pada *reacton coil* 2 (RC<sub>2</sub>). Larutan tersebut kemudian diukur dengan panjang gelombang optimum. Dilakukan hal yang sama untuk variasi volume reagen 30; 50; 70 dan 90  $\mu$ L. Percobaan dilakukan sebanyak 6 kali kemudian dibuat grafik antara absorbansi rata-rata kompleks versus volume indikator amilum 1%

### 3.4.7 Karakteristik Data

Kerja dari suatu alat dapat diketahui baik atau tidaknya dengan mengevaluasi karakteristiknya meliputi Tipe respon *flow analysis*, Kalibrasi, Linieritas, sensitivitas, limit deteksi, dan akurasi.

#### a. Tipe Respon *Flow Analysis*

Gambar 3.4 menunjukkan diagram khas untuk tipe respon dalam *Flow analysis*

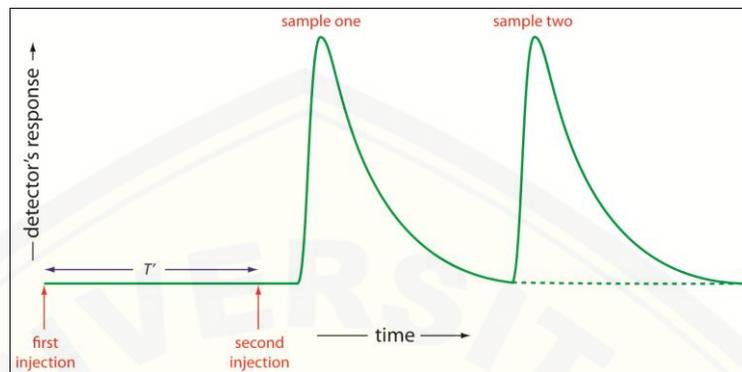


Gambar 3.4 Diagram analisis injeksi yang menunjukkan respon detektor sebagai fungsi waktu (Sumber: Reis, 1994)

Gambar tersebut menunjukkan 6 parameter untuk karakterisasi diagram, yaitu dua parameter yang menentukan waktu bagi sampel untuk berpindah dari injektor ke detektor, diantaranya waktu tempuh dan waktu tinggal. Waktu tempuh ( $t_a$ ), adalah waktu antara injeksi sampel dan sampainya ujung terdepan sampel di detektor, sedangkan waktu tinggal ( $T$ ), adalah waktu yang dibutuhkan untuk mendapatkan sinyal yang maksimal. Perbedaan antara waktu tinggal dan waktu tempuh adalah ( $t'$ ) (Reis, 1994)

Waktu yang dibutuhkan untuk sampel melewati selang detektor dan untuk memberi sinyal kembali ke garis dasar juga dijelaskan oleh dua parameter yaitu waktu *baseline-to-baseline* dan waktu pengembalian. Waktu *baseline-to-baseline* ( $\Delta t$ ) adalah waktu antara kedatangan sampel yang terdepan sampai habisnya matriks sampel. Waktu yang telah berlalu antara sinyal maksimum dan kembalinya ke garis dasar adalah waktu pengembalian ( $T$ ). Parameter karakteristik akhir dari sebuah diagram adalah tinggi puncak sampel ( $h$ ). Gambar 3.5 menunjukkan bahwa jika kita menyuntikkan sampel kedua pada suatu waktu ( $T'$ ) setelah menyuntikkan sampel pertama, akan ada sedikit tumpang tindih dari

dua kurva MCFIA, sedangkan jika kita menyuntikkan sampel pada interval ( $T'$ ), kita memperoleh tingkat sampling maksimum yang mungkin.



Gambar 3.5 Pengaruh waktu pengembalian ( $T'$ ) pada frekuensi sampling (Sumber: Reis, 1994)

Dari enam parameter yang ditunjukkan pada Gambar 3.4 dan 3.5, yang terpenting adalah tinggi puncak dan waktu pengembalian. Tinggi puncak penting karena berhubungan dengan konsentrasi analit dan sensitivitas suatu metode *flow analysis* ditentukan oleh tinggi puncak, sedangkan waktu pengembalian penting karena menentukan frekuensi dimana kita dapat menyuntikkan sampel. Tinggi puncak dan waktu pengembalian dipengaruhi oleh dispersi sampel dan sifat fisik serta kimia dari sampel. Parameter fisik yang mempengaruhi  $h$  dan  $T'$  meliputi volume sampel yang kita suntik, laju alir, panjang, diameter dan geometri zona pencampuran, reaksi, dan adanya titik pencampuran.

Ketinggian puncak yang lebih besar dapat diperoleh dengan meningkatkan laju alir, menurunkan panjang dan diameter tabung di zona pencampuran dan reaksi, dengan pengecualian volume sampel, kita dapat meningkatkan laju sampling yaitu, mengurangi waktu pengembalian menggunakan kombinasi parameter fisik yang sama. Volume sampel yang lebih besar, bagaimanapun akan menyebabkan waktu kembali lebih lama dan penurunan jumlah materi yang melewati sistem.

#### b. Kalibrasi

Kalibrasi dilakukan dengan pembuatan kurva kalibrasi. Pembuatan kurva kalibrasi dibuat dengan cara melakukan pengukuran absorbansi larutan standar

klorin 0,1 ppm, 0,2 ppm, 0,3 ppm, 0,4 ppm, 0,5 ppm, 0,6 ppm, 0,7 ppm, 0,8 ppm, 0,9 ppm dan 1 ppm dilakukan pada kondisi laju alir 25  $\mu\text{L}$  /detik, volume reagen KI 10% dan indikator amilum 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 standar dengan absorbansi. Kurva kalibrasi yang diperoleh akan menghasilkan persamaan regresi ( $y = mx + c$ ) yang akan digunakan sebagai penentuan kadar klorin dalam sampel

c. Linieritas

Linearitas menurut Gandjar dan Rachman (2012) menunjukkan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon ( $y$ ) dengan konsentrasi ( $x$ ). Uji linieritas ditentukan dengan menganalisa hasil kurva kalibrasi dari pengukuran beberapa konsentrasi. 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  $> 0,9950$ , 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 0,9950, maka konsentrasi larutan standar yang digunakan diubah-ubah sampai menemukan regresi yang dapat diterima (Huber, 2007).

d. Sensitivitas

Nilai sensitivitas diperoleh dari menganalisa persamaan garis dari kurva kalibrasi antara variasi kadar klorin 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 klorin dapat memberikan respon absorbansi yang berarti sehingga dapat diperoleh respon yang sangat sensitif.

e. Limit Deteksi

Limit deteksi dapat ditentukan dengan cara pengukuran larutan blanko untuk memperoleh nilai absorbansi dengan menggunakan panjang gelombang maksimum sebanyak 6 kali pengulangan. Berdasarkan sinyal yang diukur dapat dicari standar deviasinya ( $S_D$ ) untuk menentukan  $Y_{LOD}$ , kemudian disubstitusikan ke persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan konsentrasi dari limit deteksi tersebut. Rumus penentuan limit deteksi sebagai berikut:

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

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

Dimana  $Y_{LOD}$  adalah absorbansi limit deteksi,  $S_D$  adalah standar deviasi,  $Y_B$  adalah intersep kurva kalibrasi,  $y$  adalah absorbansi blanko,  $\bar{y}$  adalah absorbansi rata-rata blanko, dan  $n$  adalah jumlah pengulangan (Ermer dan Miller, 2005)

#### 3.4.8 Uji kualitatif sampel

Uji kualitatif dilakukan dengan cara ditimbang sampel beras sebanyak 20 g, kemudian ditambahkan akuades sebanyak 100 mL, setelah itu diaduk, selanjutnya disaring dan diambil filtratnya sebanyak 2 ml sebagai sampel, kemudian ditambahkan dengan asam sulfat sebanyak 0,4 mL. Reagen KI 10% dan indikator amilum kemudian ditambahkan sebanyak masing-masing 30  $\mu$ L. Reaksi positif ditunjukkan dengan terjadinya perubahan warna menjadi biru keunguan

#### 3.4.9 Preparasi dan Pengukuran Sampel buatan

a. Pembuatan larutan penyemprot klorin

Larutan penyemprot klorin dibuat dari larutan induk klorin 100 ppm dengan cara diencerkan menjadi setengah konsentrasi semula (50 ppm) dengan mengambil larutan induk sebanyak 50 mL kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 ml sampai tanda batas, selanjutnya disimpan larutan penyemprot klorin dalam botol penyemprot

b. Preparasi Sampel

Sampel beras buatan dibuat dengan cara beras seberat 20 g dimasukkan kedalam set alat penyemprot, kemudian disemprot dengan larutan penyemprot sebanyak 3x penyemprotan (Volume = 1,2 mL), kemudian didiamkan selama 1

jam dalam keadaan vakum. Selanjutnya, dicuci beras dengan akuades hingga volume total 100 mL sambil diaduk secara merata, kemudian disaring dan filtrat yang dihasilkan digunakan sebagai sampel buatan untuk pengukuran berikutnya

c. Pengukuran sampel buatan

Pengukuran absorbansi sampel buatan air cucian beras dilakukan pada kondisi laju alir 25  $\mu\text{L}/\text{detik}$ , volume reagen KI 10% dan indikator amilum 1% optimum, panjang gelombang maksimum yang telah dilakukan melalui *scanning* sebelumnya, dan dari hasil pembuatan kurva kalibrasi, selanjutnya aliran menuju ke detektor yang berupa spektrofotometer visibel untuk menghasilkan data yang akan ditampilkan oleh komputer.

d. % *recovery*

Nilai % *recovery* 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 campuran dari sampel ditambah dengan larutan standar.  $C_A$  adalah massa sampel sebenarnya yang diperoleh dari pengukuran dan  $C_A^*$  adalah massa larutan standar yang ditambahkan (Harmita, 2004).

## BAB 5. PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

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

1. Volume optimum reagen KI dan indikator amilum yang diinjeksikan yaitu sebesar 30  $\mu$ L dengan menghasilkan nilai absorbansi tertinggi
2. Hasil analisis data penentuan klorin dengan metode analisis sistem alir *multi-commutated flow injection analysis* diperoleh linieritas dari persamaan  $y=0,9593x + 0,0241$  dengan koefisien korelasi sebesar 0,9973, limit deteksi sebesar 0,0022 ppm, sensitivitas sebesar 0,9593 absorbansi/ppm dan % *recovery* yang diperoleh yaitu 96%.
3. Kadar klorin bebas dalam beras Pasar Tanjung Kabupaten Jember menggunakan *Multi-Commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA) dengan Deteksi Spektrofotometri Visibel sebesar 0 ppm, sedangkan pada sampel beras buatan sebesar 0,524 ppm

### 5.2 Saran

Berdasarkan pengamatan terhadap hasil yang diperoleh, penelitian ini perlu dilakukan pengembangan sistem otomatisasi dengan mengotomatiskan pompa, sehingga tidak perlu menghidupkan dan mematikan pompa secara manual selama menjalankan analisis sistem alir *Multi-Commutated Flow Injection Analysis* (MCFIA)

**DAFTAR PUSTAKA**

- Adiwiastara, A. 1989. *Sumber, Bahaya serta Penanggulangan Keracunan*. Bandung: Penerbit Angkasa.
- Ahmad, A.K, 1990. *Budidaya Tanaman Padi*. Yogyakarta : Penerbit Kanisius.
- Badan Standar Nasional. 2008. *Klasifikasi Mutu Beras*. Jakarta: Standar Nasional Indonesia (SNI).
- Cerda, A. and Stefan, H.D. 2014. *Concept three-way solenoid valve*. International Journal of Wild Land Fire. 14(4): 1-4
- Christian, G. D. 1994. *Analytical Chemistry*. Canada: John Willey and son inc.
- Daniel Harp. 2002. *Current Technology of Chlorine Analysis for Water and Wastewater*. USA :Technical Information Series-Booklet No.17.
- Day, J. R. A. & Underwood, A.I. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Jakarta : Erlangga.
- Detiknews. 2017. *Dampak Klorin dalam Kesehatan*. Jakarta. 32 Mei. Halaman 4.
- Djuandi. 2011. *Arduino Uno*. Jakarta : PT Kalman Pusaka.
- Ermer & Miller, J.H. McB. 2005. *Method Validation in Pharmaceutical Analysis A Guide to Best Practice*. Germany: The Federal Republic Of Germany.
- Fang, Y, L, Wang, Z, Xin, L, Zhao dan Q, Hu. 2008. *Effect of Foliar Application of Zinc, Selenium, and Iron Fertilizers on Nutrients Concentration and Yield of Rice*. Grain. J. Agric. Food Chem, No 56.
- Gandjar, I. B. & Rohman, A. 2012. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka pelajar.
- Handoko, D.S. P. 1996. *Mempelajari Secara Kuantitatif Sifat Karbon Aktif Sebagai Adsorben*. Makalah Seminar Hasil Penelitian. Jember: Fakultas Ilmu Pendidikan Fisika. Universitas Jember.
- Hardian. 1981. *Budidaya Tanaman Padi di Indonesia*. Jakarta : PT Sastra Hudaya.
- 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 September 2017].
- Harper LJ, BJ Deaton, JA Driskel. 1986. *Pangan, Gizi dan Pertanian*. Jakarta : Penerbit Universitas Indonesia.
- Hasan, Achmad. 2006. *Dampak Penggunaan Klorin dan Teknologi Konversi dan Konservasi Energi Deputi Teknologi Informasi, Energi Material dan Lingkungan Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi*. <http://Digilib.bppt.go.id> [Diakses pada tanggal 12 September 2017].
- Huber, L. 2007. *Validation and Qualification in Analytical Laboratories 2<sup>nd</sup> Edition*. New York: Informa Healthcare USA, Inc.
- Khopkar, S. 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : Univeristas Indonesia.
- Koran Tempo. 2014. *Efek Pengaruh Beras Berklorin terhadap Kesehatan*. Jakarta. 10 Maret. Halaman 21.
- Koran Tempo. 2014. *Investigasi Beras Berklorin*. Jakarta. 11 Maret. Halaman 19.
- Lee, W, M. 2011. *Optical Chracter Recognition Techniques*. Wiley Publishing. Indiana
- Minteer, S.D. 2006. *Microfluidic Techniques: Reviews and Protocols, Humana Press*, Totowa, NJ.
- Mithe R., Indalkar S., dan Diekar N., 2013. *Optical Chracter Recognition*, International Journal of Recent Technology and Engineering (IJRT), 2 (1).
- Mulja, M. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya: Unair Press.
- Mulya dan Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya: Universitas Airlangga Press.
- Nixon, Habets. 2007. *Chlorin*. <http://www.atsdr.cdc.gov>. [Diakses pada 10 September 2017].
- Rachman. 2012. *Method Validation*. Surabaya: Unair Press.
- Reis, B.F., Gin\_e, M.F., Zagatto, E.A.G., Lima, J.L.F.C. and Lapa, R.A.S. 1994. *Multi-commutation in flow analysis 1. Binary sampling: concepts, instrumentation and spectrophotometric determination of iron in plant digests*. Analytical Chimica Acta, 293, 129–138.

- Ruzicka, j. and Hansen, E.H. 1975. *Flow Injection Analysis. Part I. A new concept of fast continuous flow analysis*. Analytical Chimica Acta, 78, 145-157.
- Ruzicka, J. and Hansen, E.H. 1978. *Flow injection analysis. Part X. Theory, Techniques and Trends*. Analytica Chimica Acta, 99, 37–76.
- Ruzicka, J. and Hansen, E.H. 1988. *Flow Injection Analysis*. New York: Chimica Acta, 69, 32–56.
- Skoog, West, Hotler dan Crouch. 2012. *Fundamental of Analytical Chemistry Ninth Edition*. USA : Brooks.
- Soemirat, J. 2003. *Toksikologi Lingkungan*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Stefi. 2007. *Beras putih berpemutih*. Jakarta: Penerbit Bhratara.
- Svehla, G. 1985. *Vogel Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Kelima*. Jakarta: PT Kalman Pusaka.
- Trojanowicz, M. 2008. *Advances in Flow Analysis*. Polandia: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- Zagatto, E.A.G., Reis, B.F., Oliveira, C.C.,Sartini, R.P. and Arruda, M.A.Z. 1999.*Evolution of the commutation concept associated with the development of flow a nalysis*. Analytica Chimica Acta, 400,249–256.
- Zulhendri, A, Trisanto, A., Nasullah, e. 2012. *Rancang Bangun Sistem Monitoing Pengendalian Level Ciran dengan LabView Berbasis Mikrokontroler Mbed NXP LPC1768*. Jurnal Informatika dan Teknuik Elektro Terapan, 1 (1): 7-15).

**LAMPIRAN****Lampiran 3.1** Pembuatan Larutan Klorin Bebas

## 3.1.1 Pembuatan larutan baku klorin bebas 100 ppm

$$\text{Mr Ca(OCl)}_2 = 142,986 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr HOCl} = 87,906 \text{ g/mol}$$

$$100 \text{ ppm} = \frac{100 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} = \frac{10 \text{ mg}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa HOCl} = \frac{142,986 \text{ g/mol}}{87,906 \text{ g/mol}} \times 10 \text{ mg} = 16,266 \text{ mg} = 0,016 \text{ g}$$

## 3.1.2 Pembuatan larutan standar klorin

a) 0,1 ppm

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

$$0,1 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 0,1 \text{ mL}$$

b) 0,2 ppm

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

$$0,2 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 0,2 \text{ mL}$$

c) 0,3 ppm

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

$$0,3 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 0,3 \text{ mL}$$

d) 0,4 ppm

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

$$0,4 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 0,4 \text{ mL}$$

e) 0,5 ppm

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

$$0,5 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 0,5 \text{ mL}$$

f) 0,6 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$
$$0,6 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$
$$V_2 = 0,6 \text{ mL}$$

g) 0,7 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$
$$0,7 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$
$$V_2 = 0,7 \text{ mL}$$

h) 0,8 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$
$$0,8 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$
$$V_2 = 0,8 \text{ mL}$$

i) 0,9 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$
$$0,9 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$
$$V_2 = 0,9 \text{ mL}$$

j) 1 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$
$$1 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$
$$V_2 = 1 \text{ mL}$$

**Lampiran 4.1** Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

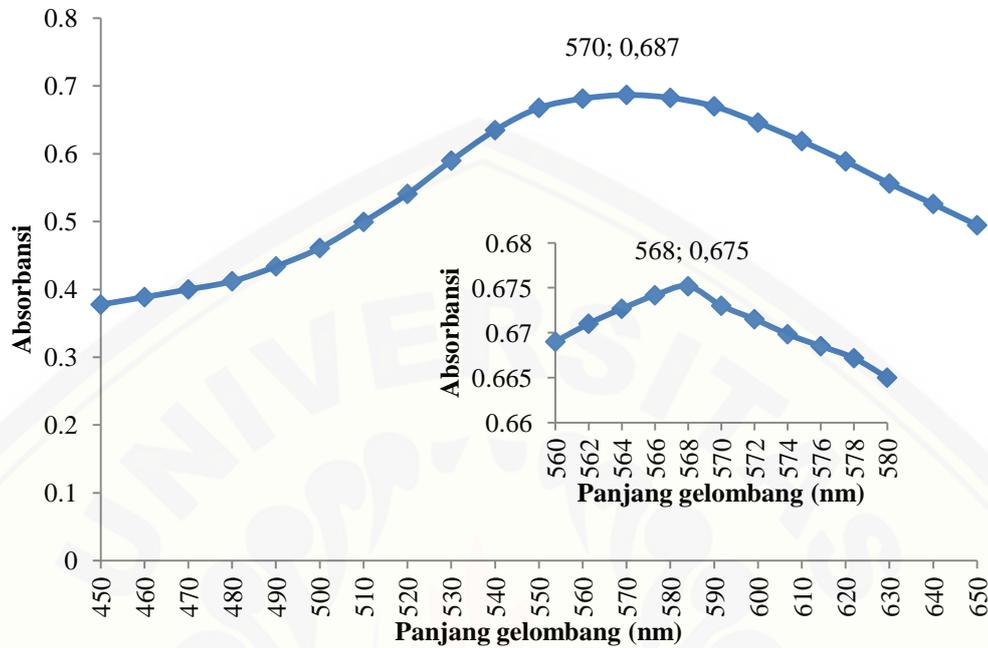
Tabel 4.1.1 Data penentuan panjang gelombang maksimum dengan rentang 10 nm

Panjang gelombang (nm)	Absorbansi						Absorbansi
	U1	U2	U3	U4	U5	U6	Rata-rata
450	0.432	0.364	0.368	0.327	0.358	0.417	0.377
460	0.436	0.373	0.38	0.344	0.369	0.430	0.388
470	0.445	0.382	0.391	0.355	0.383	0.444	0.400
480	0.458	0.389	0.404	0.367	0.395	0.459	0.412
490	0.479	0.408	0.427	0.388	0.419	0.483	0.434
500	0.508	0.432	0.456	0.406	0.447	0.517	0.461
510	0.545	0.465	0.494	0.453	0.481	0.559	0.499
520	0.582	0.506	0.538	0.494	0.522	0.603	0.541
530	0.626	0.554	0.589	0.543	0.572	0.655	0.589
540	0.667	0.597	0.639	0.586	0.615	0.705	0.635
550	0.692	0.629	0.673	0.621	0.648	0.743	0.667
560	0.702	0.644	0.688	0.636	0.661	0.757	0.681
570	0.705	0.647	0.695	0.643	0.666	0.765	0.687
580	0.699	0.645	0.689	0.641	0.661	0.760	0.683
590	0.685	0.633	0.678	0.628	0.648	0.748	0.607
600	0.660	0.615	0.647	0.608	0.623	0.723	0.646
610	0.629	0.586	0.627	0.582	0.596	0.692	0.618
620	0.599	0.556	0.597	0.554	0.568	0.659	0.588
630	0.565	0.527	0.564	0.524	0.536	0.621	0.556
640	0.530	0.498	0.533	0.497	0.509	0.589	0.526
650	0.501	0.470	0.497	0.469	0.476	0.555	0.495

Tabel 4.1.2 Data penentuan panjang gelombang maksimum dengan rentang 2 nm

Panjang gelombang (nm)	Absorbansi						Absorbansi
	U1	U2	U3	U4	U5	U6	Rata-rata
560	0.698	0.63	0.678	0.627	0.647	0.734	0.669
562	0.699	0.631	0.679	0.630	0.648	0.739	0.671
564	0.700	0.633	0.680	0.633	0.649	0.741	0.673
566	0.701	0.634	0.681	0.634	0.650	0.745	0.674
568	0.702	0.635	0.682	0.635	0.651	0.746	0.675
570	0.699	0.634	0.680	0.632	0.649	0.744	0.673
572	0.698	0.633	0.679	0.631	0.647	0.741	0.672
574	0.696	0.632	0.677	0.630	0.644	0.740	0.669
576	0.695	0.629	0.676	0.629	0.643	0.739	0.668
578	0.694	0.628	0.675	0.628	0.642	0.736	0.667
580	0.691	0.626	0.672	0.627	0.639	0.735	0.665

Gambar 4.1 Profil serapan panjang gelombang maksimum kompleks iod-amilum pada panjang gelombang 450-560 nm dengan interval 10 dan 2 nm



**Lampiran 4.2 Optimasi Volume**

Tabel 4.2.1 Hasil Optimasi Volume Injeksi Reagen KI 10%

Volume Reagen KI 10% (µL)	Absorbansi						Rata-Rata
	U1	U2	U3	U4	U5	U6	
10	0.479	0.501	0.536	0.517	0.499	0.521	0.509
30	0.544	0.581	0.566	0.534	0.513	0.569	0.551
50	0.536	0.508	0.529	0.502	0.552	0.549	0.529
70	0.513	0.501	0.493	0.535	0.528	0.525	0.516
90	0.510	0.499	0.501	0.529	0.490	0.496	0.504

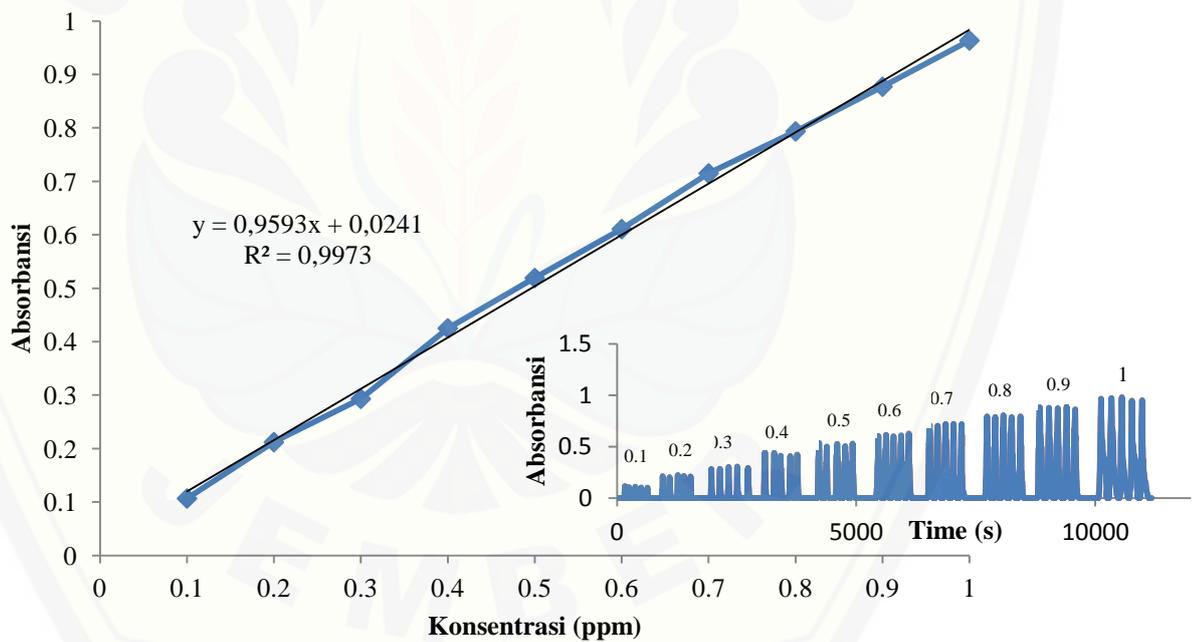
Tabel 4.2.2 Hasil Optimasi Volume Injeksi Reagen Amilum 1%

Volume Reagen Amilum (µL)	Absorbansi						Rata-Rata
	U1	U2	U3	U4	U5	U6	
10	0.529	0.492	0.509	0.534	0.525	0.500	0.515
30	0.589	0.573	0.551	0.598	0.567	0.549	0.571
50	0.567	0.556	0.502	0.532	0.517	0.540	0.536
70	0.517	0.509	0.522	0.530	0.498	0.553	0.522
90	0.517	0.489	0.525	0.532	0.504	0.530	0.516

## Lampiran 4.3 Data Kurva Kalibrasi

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi					Rata-rata
	U1	U2	U3	U4	U5	
0.1	0.116	0.105	0.11	0.102	0.101	0.107
0.2	0.212	0.202	0.223	0.215	0.209	0.212
0.3	0.282	0.284	0.302	0.306	0.292	0.293
0.4	0.444	0.440	0.412	0.408	0.422	0.425
0.5	0.500	0.536	0.527	0.505	0.529	0.519
0.6	0.603	0.615	0.600	0.609	0.627	0.611
0.7	0.712	0.703	0.720	0.721	0.719	0.715
0.8	0.794	0.788	0.805	0.787	0.794	0.794
0.9	0.883	0.878	0.874	0.889	0.862	0.877
1	0.966	0.973	0.981	0.947	0.951	0.964

Gambar 4.2 Profil kurva kalibrasi larutan standar klorin



**Lampiran 4.4** Perhitungan Limit Deteksi

Ulangan	Absorbansi Blanko (Y)	[Y-Y <sub>1</sub> ]	[Y-Y <sub>1</sub> ] <sup>2</sup>
1	0.020	-0.0008	6.4E-07
2	0.020	-0.0008	6.4E-07
3	0.021	0.0002	4E-08
4	0.021	0.0002	4E-08
5	0.019	-0.0018	3.24E-06
6	0.020	-0.0008	6.4E-07
7	0.022	0.0012	1.44E-06
8	0.020	-0.0008	6.4E-07
9	0.020	-0.0008	6.4E-07
10	0.025	0.0042	1.76E-05
Rata-rata (Y <sub>1</sub> )	<b>0.0208</b>		<b>∑ = 0.0000256</b>

Pers. Kurva Kalibrasi  $y = 0,9593x + 0,0241$

$$S_D = \sqrt{\frac{\sum [Y - Y_1]^2}{n - 1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,0000256}{10 - 1}}$$

$$= 0,001687$$

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

$$= 0,0208 + 3 (0,001687)$$

$$= 0,0208 + 0,005061$$

$$= 0,0260$$

Konsentrasi limit deteksi

$$(X) = \frac{Y - c}{m}$$

$$= \frac{0,0260 - 0,0241}{0,9593}$$

$$= 0,0022 \text{ ppm}$$

Jadi, konsentrasi terkecil yang dapat dideteksi untuk metode *multi commutated flow injection analysis* yaitu 0,0022 ppm.

**Lampiran 4.5** Perhitungan Konsentrasi Sampel Buatan

Persamaan Kurva Kalibrasi  $y = 0,9593x + 0,0241$

1.  $y = 0,526$   
 $y = 0,9593x + 0,0241$   
 $0,526 = 0,9593x + 0,0241$   
 $0,526 - 0,0241 = 0,9593x$   
 $0,5019 = 0,9593x$   
 $x = 0,523 \text{ ppm}$
2.  $y = 0,530$   
 $y = 0,9593x + 0,0241$   
 $0,530 = 0,9593x + 0,0241$   
 $0,530 - 0,0241 = 0,9593x$   
 $0,5059 = 0,9593x$   
 $x = 0,527 \text{ ppm}$
3.  $y = 0,530$   
 $y = 0,9593x + 0,0241$   
 $0,530 = 0,9593x + 0,0241$   
 $0,530 - 0,0241 = 0,9593x$   
 $0,5059 = 0,9593x$   
 $x = 0,527 \text{ ppm}$
4.  $y = 0,526$   
 $y = 0,9593x + 0,0241$   
 $0,526 = 0,9593x + 0,0241$   
 $0,526 - 0,0241 = 0,9593x$   
 $0,5019 = 0,9593x$   
 $x = 0,523 \text{ ppm}$

$$\begin{aligned}
 5. \quad y &= 0,544 \\
 y &= 0,9593x + 0,0241 \\
 0,544 &= 0,9593x + 0,0241 \\
 0,544 - 0,0241 &= 0,9593x \\
 0,5199 &= 0,9593x \\
 x &= 0,541 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 6. \quad y &= 0,526 \\
 y &= 0,9593x + 0,0241 \\
 0,526 &= 0,9593x + 0,0241 \\
 0,526 - 0,0241 &= 0,9593x \\
 0,5019 &= 0,9593x \\
 x &= 0,523 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Konsentrasi Sampel (ppm)	FP	Konsentrasi sebenarnya	SD
0,523		43.409	0.5790204
0,527		43.741	
0,527		43.741	
0,523	83x	43.409	
0,541		44.903	
0,523		43.409	
<b>Rata-rata: 0.530</b>		<b>43.741</b>	

#### Lampiran 4.6 Uji Recovery

- a. Perhitungan konsentrasi klorin dalam campuran sampel dan larutan standar 0.5 ppm

Persamaan Kurva Kalibrasi  $y = 0,9593x + 0,0241$

$$\begin{aligned}
 1. \quad y &= 0,503 \\
 y &= 0,9593x + 0,0241 \\
 0,503 &= 0,9593x + 0,0241 \\
 0,503 - 0,0241 &= 0,9593x \\
 0,4789 &= 0,9593x \\
 x &= 0,499 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}2. \quad y &= 0,513 \\ y &= 0,9593x + 0,0241 \\ 0,513 &= 0,9593x + 0,0241 \\ 0,513 - 0,0241 &= 0,9593x \\ 0,4889 &= 0,9593x \\ x &= 0,509 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}3. \quad y &= 0,498 \\ y &= 0,9593x + 0,0241 \\ 0,498 &= 0,9593x + 0,0241 \\ 0,498 - 0,0241 &= 0,9593x \\ 0,4739 &= 0,9593x \\ x &= 0,494 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}4. \quad y &= 0,512 \\ y &= 0,9593x + 0,0241 \\ 0,512 &= 0,9593x + 0,0241 \\ 0,512 - 0,0241 &= 0,9593x \\ 0,4879 &= 0,9593x \\ x &= 0,508 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}5. \quad y &= 0,507 \\ y &= 0,9593x + 0,0241 \\ 0,507 &= 0,9593x + 0,0241 \\ 0,507 - 0,0241 &= 0,9593x \\ 0,4829 &= 0,9593x \\ x &= 0,503 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}6. \quad y &= 0,509 \\ y &= 0,9593x + 0,0241 \\ 0,509 &= 0,9593x + 0,0241 \\ 0,509 - 0,0241 &= 0,9593x \\ 0,4849 &= 0,9593x \\ x &= 0,505 \text{ ppm}\end{aligned}$$

Konsentrasi Sampel (ppm)	FP	Konsentrasi sebenarnya (ppm)	SD
0.499	83x	41.417	0.4724443
0.509		42.247	
0.494		41.002	
0.508		42.164	
0.503		41.749	
0.505		41.915	
<b>Rata-rata: 0.503</b>		<b>41.749</b>	

b. Perhitungan % Recovery

$$\text{Sampel: } 0,530 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times \frac{1\text{L}}{1000\text{mL}} \times 3\text{mL} = 0,00158\text{mg}$$

$$\text{Standar : } 0,5 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times \frac{1\text{L}}{1000\text{mL}} \times 3\text{mL} = 0,0015\text{mg}$$

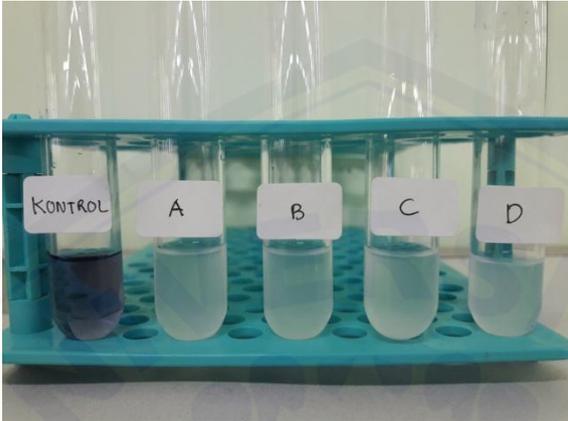
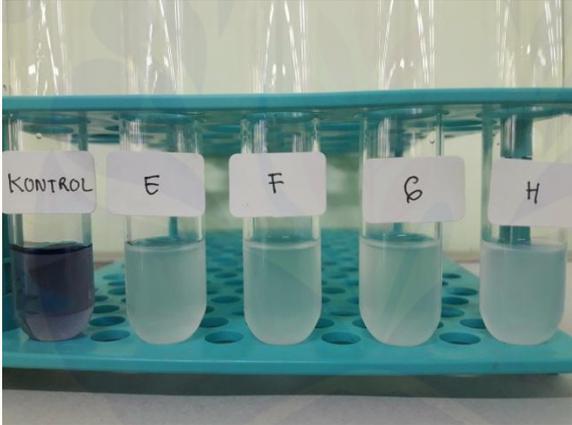
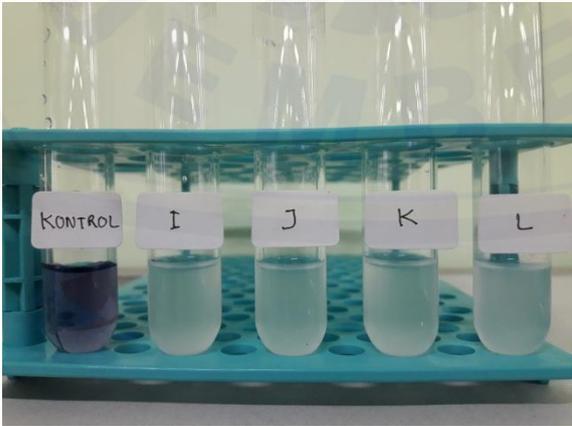
$$\text{Sampel+Standar: } 0,503 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times \frac{1\text{L}}{1000\text{mL}} \times 6\text{mL} = 0,00302\text{mg}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{[C]f - [C]a}{[C]a^*} \cdot 100\%$$

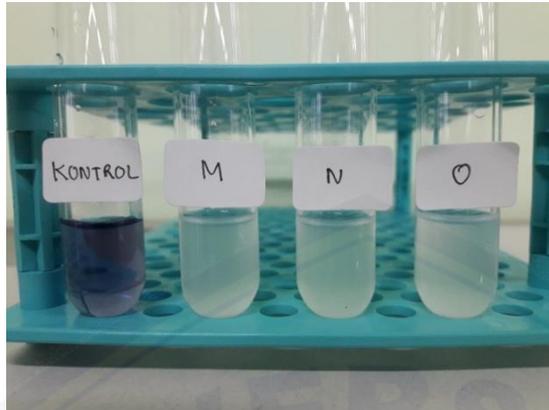
$$\% \text{ Recovery} = \frac{(0,00302 - 0,00158)}{0,0015} \cdot 100\% = 96\%$$

**Lampiran 4.7 Analisis Sampel**

a. Uji Kualitatif

No	Hasil	Keterangan
1		<p>Kontrol : Positif Sampel A-D : Negatif</p> <p>Sampel A : Dua Anak Sampel B : Sumber Jeruk Sampel C : Padi Mas Sampel D : Telur Mas</p>
2		<p>Kontrol : Positif Sampel E-H : Negatif</p> <p>Sampel E : Dua Putra Sampel F : Putri Kencana Sampel G : Niki Legi Sampel H : Dokar</p>
3		<p>Kontrol : Positif Sampel I-L : Negatif</p> <p>Sampel I : Landak Sampel J : Apel Sampel K : Sj. Cokelat Sampel L : Keong</p>

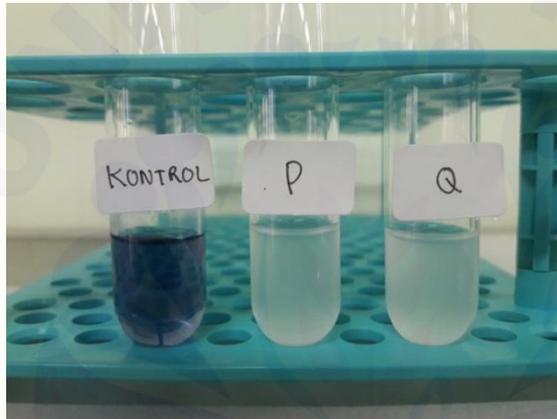
4



Kontrol : Positif  
Sampel M-O : Negatif

Sampel M : Bola Dunia  
Sampel N : 2 Kelinci  
Sampel O : Beras Desa

5



Kontrol : Positif  
Sampel P-Q: Negatif

Sampel P : Dua Putri  
Sampel Q : Dulok

b. Sampel beras buatan

Hasil	Keterangan
	<p>Terjadi perubahan warna setelah disemprot klorin (lebih putih)</p>