

**PENENTUAN ION LOGAM Cr DALAM AIR TANGKI REAKTOR  
MENGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**



Disusun oleh  
**PETRUS HARI PRASETYO**  
**M 0300038**

SKRIPSI

Ditulis dan diajukan untuk memenuhi sebagian  
persyaratan mendapatkan gelar Sarjana Sains Kimia

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS SEBELAS MARET**  
**SURAKARTA**

**2006**

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini dibimbing oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. Mudjijono, Ph.D

NIP 131 570 164

Prof. Samin

NIP 330 001 309

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada :

Hari : Sabtu

Tanggal : 21 Oktober 2006

Anggota Tim Penguji:

1. Dra. Tri Martini, M.Si

NIP. 131 479 681

1.

.....

2. Drs. Pranoto, M.Sc

NIP. 131 415 239

2.

.....

Disahkan oleh

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret Surakarta

Dekan

Ketua Jurusan Kimia

Drs. Marsusi, M.S.

NIP 130 906 776

Drs. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D

NIP 131 570 162

**PENENTUAN ION LOGAM Cr DALAM AIR TANGKI  
REAKTOR MENGGUNAKAN METODE  
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

Disusun dan dipersiapkan oleh:

Petrus Hari Prasetyo

M0300038

Mengesahkan

Kepala Bidang Kimia dan  
Teknologi Proses Bahan

Pembimbing di PTAPB  
BATAN DIY

Dr. Ir. Agus Taftazani

NIP 330 002 278

Prof. Samin

NIP 330 001 309

Yogyakarta, 2 November 2006

Kepala Pusat Teknologi Akselerator Dan Proses Bahan

Prof. Drs. Sudjatmoko. SU

NIP 330 001 101

## **PERNYATAAN**

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “PENENTUAN ION LOGAM Cr DALAM AIR TANGKI REAKTOR MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS” adalah benar-benar hasil penelitian sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat kerja atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, Oktober 2006

PETRUS HARI PRASETYO

## ABSTRAK

Petrus Hari Prasetyo, 2006. PENENTUAN ION LOGAM Cr DALAM AIR TANGKI REAKTOR MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas MIPA. Universitas Sebelas Maret.

Telah dilakukan penentuan ion logam Cr dalam air tangki reaktor (ATR) Kartini Yogyakarta, menggunakan metode spektrofotometri UV-VIS. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum dari metode APHA 3500-Cr modifikasi, menentukan konsentrasi Cr (VI) ATR Kartini dan mengetahui keefektifan metode APHA 3500-Cr modifikasi dibandingkan metode standar APHA 3500-Cr dan ASTM D 1687-92.

Metode standar penentuan ion logam Cr (VI) dalam air dipilih dari metode spektrofotometri ASTM D 1687-92 dan APHA 3500-Cr, tanpa mengganti kondisi yang telah ditentukan. Dilakukan juga modifikasi metode APHA 3500-Cr dengan mengubah konsentrasi  $H_3PO_4$  dan  $H_2SO_4$  kemudian dilakukan optimasi pada panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{maks}$ ), waktu kestabilan kompleks ( $t_{ks}$ ), pH, dan volume pengompleks ( $v_{kom}$ ) untuk menentukan limit deteksi yang lebih baik.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum metode asli APHA 3500-Cr dan modifikasinya dicapai pada  $\lambda_{maks}$  540 dan 542 nm,  $t_{ks}$  5-10 menit dan 5 menit, pH 1,6-2,2 dan 2,0,  $v_{kom}$  2,0 mL dan 1,5 mL. Hasil analisis Cr(VI) menggunakan metode ASTM D 1687-92, APHA 3500-Cr dan modifikasinya memberikan konsentrasi Cr(VI) yang terdeteksi dalam ATR sebesar 4,8771 ppb, 4,7778 ppb, dan 5,0975 ppb. Dari uji statistik ANOVA menunjukkan bahwa keefektifan ketiga metode adalah sama. Hasil yang ditunjukkan dari metode APHA 3500-Cr yang dimodifikasi memberikan kejelasan dalam penambahan asam.

Kata kunci : penentuan Cr(VI), air tangki reaktor, spektrofotometri UV-VIS

## ABSTRACT

Petrus Hari Prasetyo, 2006. Determination of Cr Metal Ionic in Reactor Tank Water Using UV-VIS Spectrofotometry Method. Thesis. Department of Chemistry, Mathematic and Science Faculty. Sebelas Maret University.

Determination of Cr metal ionic in Kartini Reactor Tank Water (RTW) Yogyakarta using UV-VIS spectrofotometry method had been done. The purposes of this research were to determine the optimum condition of modified APHA 3500-Cr method, to determine RTW Kartini Cr (VI) concentration, and to know that the modified APHA 3500-Cr method was more effective than standard method of APHA 3500-Cr and ASTM D 1687-92.

Standard method of Cr (VI) metal ionic determination in water choosed by spectrofotometry method ASTM D 1687-92 and APHA 3500-Cr, without changed the certain condition. Modification of APHA 3500-Cr method was also used by changing the  $H_3PO_4$  dan  $H_2SO_4$  concentration, then optimation of maximum wavelength ( $\lambda_{max}$ ), complex stability time ( $t_{cs}$ ), pH, and complexing reagent volume ( $v_{com}$ ), had been done to confirm a better detection limit.

The result of research showed that the optimum condition of the original method APHA 3500-Cr and the modified method was reached at  $\lambda_{max}$  540 and 542 nm,  $t_{cs}$  5-10 minutes and 5 minutes, pH 1,6-2,2 and 2,0 ,  $v_{com}$  2,0 mL and 1,5 mL. The Cr(VI) result analysis using ASTM D 1687-92, APHA 3500-Cr and the modified method gave Cr(VI) concentration in RTW were 4,8771 ppb, 4,7778 ppb, and 5,0975 ppb. ANOVA test result showed that the effective of three method was the same. The result showed by APHA 3500-Cr modified method explained the acid addition.

Key words : Cr(VI) determination, reactor tank water, UV-VIS spectrofotometry

## MOTTO

*Tuhan adalah benteng hidupku, terhadap siapakah aku harus gemetar?*

*(Mazmur 27 :1)*

*Tuhan akan menyediakan damai sejahtera bagi kami, sebab segala sesuatu yang kami kerjakan, Engkaulah yang melakukannya bagi kami*

*(Yesaya 26:12)*

*Don't rest until you defeat the best*

*(Winning Eleven 9)*

*SEMANGAT!!!!*

*(Full House)*

## *PERSEMBAHAN*

*Kupersembahkan karya kecilku ini untuk :*  
*...Tuhan Yesus sebagai rasa syukurku,*  
*...Bapak dan ibu tersayang, atas cinta, doa, dukungan ,dan kesabarannya,*  
*...Mas Sigit dan Dik Ana atas semangat dan motivasinya,*  
*... Dik Linda dan keluarga, karena kasih sayang dan perhatian yang besar,*  
*...dan semua karya ciptaan Tuhan yang besar, indah dan megah.*



## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini untuk memenuhi sebagian persyaratan guna mencapai gelar Sarjana Sains dari Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret.

Penulis tidak lepas dari bimbingan, pengarahan, dan bantuan dari berbagai pihak dalam penyusunan skripsi ini, oleh karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Drs. H. Marsusi, MSi selaku Dekan FMIPA UNS.
2. Bapak Drs. Sentot Budi Rahardjo, PhD selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA UNS.
3. Bapak Drs. Mudjijono, PhD selaku Ketua Lab Pusat FMIPA UNS dan Pembimbing I.
4. Bapak Prof. Samin selaku Pembimbing II.
5. Bapak Dr. Ir. Agus Taftazani selaku Kepala Bidang Kimia dan Teknologi Proses Bahan PTAPB-BATAN.
6. Bapak Prof. Drs. Sudjatmoko, SU. selaku Kepala Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan BATAN Yogyakarta.
7. Ibu Triana Kusumaningsih, MSi selaku Pembimbing Akademis.
8. Seluruh staf pengajar dan karyawan jurusan Kimia FMIPA UNS yang telah memberikan ilmu dan kemudahan kepada penulis.
9. Seluruh karyawan di Sub-Lab Kimia Analisa PTAPB-BATAN dan di Sub-Lab Kimia Pusat UNS yang telah membantu dalam melakukan riset.
10. Bapak, Ibu, kakak dan adik tercinta atas segala do'a, kasih sayang, pengorbanan, dan dorongan yang telah diberikan, semoga Tuhan membalas dengan surgaNya.
11. Dik Linda atas perhatian, kasih sayang, dan kesabarannya.
12. Ragil, Pipit, dan Do yang membuat kita terus bersaing (WE 9).
13. Nur dan Ida, tanpamu penulis akan semakin kesusahan.
14. Pihak-pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga Tuhan membalas jerih payah dan pengorbanan yang telah diberikan dengan balasan yang lebih baik. Amiin.

Penulis menyadari bahwa banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran untuk menyempurnakannya. Namun demikian, penulis berharap semoga karya kecil ini bermanfaat bagi pembaca. God Bless You.

Surakarta, Oktober 2006

Petrus Hari Prasetyo

## DAFTAR ISI

|  | Halaman |
|--|---------|
| HALAMAN JUDUL.....                     | i       |
| HALAMAN PENGESAHAN.....                | ii      |
| HALAMAN PERNYATAAN .....               | iv      |
| HALAMAN ABSTRAK.....                   | v       |
| HALAMAN ABSTRACT .....                 | vi      |
| HALAMAN MOTTO .....                    | vii     |
| HALAMAN PERSEMBAHAN .....              | viii    |
| KATA PENGANTAR .....                   | ix      |
| DAFTAR ISI.....                        | xi      |
| DAFTAR TABEL.....                      | xvi     |
| DAFTAR GAMBAR .....                    | xvii    |
| DAFTAR LAMPIRAN.....                   | xviii   |
| TABEL LAMPIRAN.....                    | xix     |
| GAMBAR LAMPIRAN .....                  | xxiii   |
| BAB I PENDAHULUAN.....                 | 1       |
| A. Latar Belakang Masalah.....         | 1       |
| B. Perumusan Masalah .....             | 2       |
| 1. Identifikasi Masalah.....           | 2       |
| 2. Batasan Masalah.....                | 3       |
| 3. Rumusan Masalah .....               | 3       |
| C. Tujuan dan Manfaat Penelitian ..... | 4       |
| 1. Tujuan Penelitian .....             | 4       |
| 2. Manfaat Penelitian .....            | 4       |
| BAB II LANDASAN TEORI.....             | 5       |
| A. Tinjauan Pustaka .....              | 5       |
| 1. Penentuan Cr dalam Air.....         | 5       |
| a. Metode Spektrofotometri UV-VIS..... | 5       |
| 1. APHA 3500-Cr .....                  | 5       |

|   |    |
|---|----|
| 2. ASTM D 1687-92 .....                         | 5  |
| 3. APHA 3500-Cr Modifikasi .....                | 6  |
| b. Kromium (Cr) .....                           | 6  |
| c. Kompleks Cr .....                            | 7  |
| d. Pengompleks Diphenylcarbazine .....          | 8  |
| 2. Air Tangki Reaktor (ATR).....                | 8  |
| 3. Metode Analisis Spektrofotometri .....       | 12 |
| a. Antaraksi Energi Cahaya dengan Molekul ..... | 12 |
| b. Teori Spektrofotometri.....                  | 13 |
| c. Pemakaian Hukum Lambert-Beer.....            | 15 |
| d. Keabsahan Hukum Beer.....                    | 16 |
| e. Galat dalam Spektrofotometri .....           | 16 |
| f. Instrumentasi dalam Spektrofotometri.....    | 20 |
| 4. Evaluasi Data Analitik .....                 | 25 |
| a. Kesalahan Analisis Kimia.....                | 25 |
| b. Validasi Metode .....                        | 26 |
| 1. Presisi .....                                | 26 |
| 2. Akurasi (persen <i>recovery</i> ).....       | 26 |
| 3. Bias .....                                   | 26 |
| 4. Batas Deteksi.....                           | 27 |
| 5. Persen D .....                               | 27 |
| 6. Persen RSD .....                             | 27 |
| c. Ketidakpastian Pengukuran.....               | 27 |
| 1. Simpangan Baku .....                         | 28 |
| 2. Banyaknya Pengukuran.....                    | 28 |
| 3. Ketidakpastian Baku .....                    | 28 |
| 4. Derajat Kebebasan .....                      | 28 |
| 5. Koefisien Sensitivitas.....                  | 28 |
| 6. Ketidakpastian Baku Gabungan.....            | 28 |
| 7. Ketidakpastian Terentang.....                | 28 |
| d. Uji Signifikan.....                          | 29 |

|   |    |
|---|----|
| B. Kerangka Pemikiran.....                    | 29 |
| C. Hipotesis.....                             | 30 |
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....           | 31 |
| A. Metode Penelitian.....                     | 31 |
| B. Tempat dan Waktu Penelitian .....          | 31 |
| 1. Tempat Penelitian.....                     | 31 |
| 2. Waktu Penelitian .....                     | 31 |
| C. Alat dan Bahan.....                        | 32 |
| 1. Alat.....                                  | 32 |
| 2. Bahan.....                                 | 33 |
| D. Prosedur Penelitian.....                   | 33 |
| 1. Persiapan Analisis .....                   | 33 |
| 2. Cara Kerja .....                           | 35 |
| a. Metode APHA 3500-Cr .....                  | 35 |
| 1. Prosedur Standar Metode .....              | 35 |
| a. Pembuatan Kurva Kalibrasi .....            | 36 |
| b. Persiapan Sampel .....                     | 36 |
| c. Penghilangan Mo, Va, Fe, dan Cu .....      | 36 |
| d. Oksidasi Kromium .....                     | 36 |
| e. Pembentukan Warna dan Pengukuran .....     | 37 |
| 2. Verifikasi.....                            | 37 |
| a. Spektrosol Cr.....                         | 37 |
| b. Metode Uji Pungut Ulang .....              | 37 |
| c. Penentuan Limit Deteksi Metode.....        | 38 |
| 1. Penentuan Limit Deteksi Alat .....         | 38 |
| 2. Penentuan Limit Deteksi Metode.....        | 38 |
| 3. Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR ..... | 38 |
| b. Metode ASTM D 1687-92 .....                | 39 |
| 1. Pembuatan Kurva Kalibrasi .....            | 39 |
| 2. Verifikasi.....                            | 39 |
| a. Spektrosol Cr.....                         | 39 |

|   |  |    |
|---|--|----|
| b.  | Metode Uji Pungut Ulang .....              | 39 |
| c.  | Penentuan Limit Deteksi Metode.....        | 39 |
| 1.  | Penentuan Limit Deteksi Alat .....         | 39 |
| 2.  | Penentuan Limit Deteksi Metode.....        | 40 |
| 3.  | Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR ..... | 40 |
| c.  | Metode APHA 3500-Cr Modifikasi.....        | 40 |
| 1.  | Penentuan Kondisi Optimum .....            | 40 |
| a.  | Penentuan Panjang Gelombang Maksimum ..... | 40 |
| b.  | Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks.....   | 40 |
| c.  | Optimasi pH .....                          | 41 |
| d.  | Optimasi Volume Pengompleks.....           | 41 |
| 2.  | Pembuatan Kurva Kalibrasi .....            | 41 |
| 3.  | Validasi .....                             | 42 |
| a.  | Spektrosol Cr.....                         | 42 |
| b.  | Metode Uji Pungut Ulang .....              | 42 |
| c.  | Penentuan Limit Deteksi Metode.....        | 42 |
| 4.  | Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR ..... | 42 |
| E.  | Teknik Pengumpulan dan Analisis Data.....  | 42 |
| 1.  | Teknik Pengumpulan Data.....               | 42 |
| 2.  | Teknik Analisis Data.....                  | 45 |
| a.  | Optimasi Kondisi Percobaan.....            | 45 |
| 1.  | Optimasi Panjang Gelombang.....            | 45 |
| 2.  | Optimasi Waktu Kestabilan .....            | 45 |
| 3.  | Optimasi pH .....                          | 45 |
| 4.  | Optimasi Volume Pengompleks.....           | 45 |
| b.  | Verifikasi dan Validasi Metode .....       | 45 |
| c.  | Penggunaan Metode dalam Sampel ATR .....   | 46 |
| BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN..... |  | 47 |
| A.  | Hasil Penelitian .....                     | 47 |
| 1.  | Optimasi Kondisi Pengukuran .....          | 47 |
| a.  | Panjang Gelombang .....                    | 47 |

|   |    |
|---|----|
| b. Waktu Kestabilan Kompleks.....                   | 48 |
| c. Optimasi pH.....                                 | 49 |
| d. Optimasi Volume Pengompleks.....                 | 50 |
| 2. Verifikasi dan Validasi Metode .....             | 51 |
| 3. Analisis Cr <sup>+6</sup> dalam ATR Kartini..... | 52 |
| B. Pembahasan.....                                  | 53 |
| 1. Optimasi Kondisi Percobaan.....                  | 53 |
| a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....       | 53 |
| b. Optimasi Waktu Kestabilan .....                  | 53 |
| c. Optimasi pH.....                                 | 54 |
| d. Optimasi Volume Pengompleks.....                 | 54 |
| 2. Verifikasi dan Validasi Metode .....             | 55 |
| 3. Analisis Cr <sup>+6</sup> dalam ATR Kartini..... | 56 |
| BAB V PENUTUP.....                                  | 58 |
| A. Kesimpulan .....                                 | 58 |
| B. Saran.....                                       | 58 |
| DAFTAR PUSTAKA .....                                | 60 |
| LAMPIRAN.....                                       | 63 |

## DAFTAR TABEL

|  | Halaman |
|--|---------|
| Tabel 1 Persyaratan Kualitas ATR Kartini .....                                 | 10      |
| Tabel 2 Persyaratan Air Pendingin Primer dan Pemeriksaannya.....               | 11      |
| Tabel 3 Variabel Bebas dan Terikat pada Teknik Pengumpulan Data .....          | 43      |
| Tabel 4 Bentuk Tabulasi Data Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks .....         | 43      |
| Tabel 5 Bentuk Tabulasi Data Penentuan pH .....                                | 44      |
| Tabel 6 Bentuk Tabulasi Data Penentuan Volume Pengompleks.....                 | 44      |
| Tabel 7 Bentuk Tabulasi Data Konsentrasi Cr Standar .....                      | 44      |
| Tabel 8 Bentuk Tabulasi Data Larutan Blangko.....                              | 44      |
| Tabel 9 Bentuk Tabulasi Data Larutan Spike .....                               | 44      |
| Tabel 10 Bentuk Tabulasi Data Konsentrasi Sampel ATR.....                      | 44      |
| Tabel 11 Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi Waktu Kestabilan.....        | 48      |
| Tabel 12 Penentuan Waktu Kestabilan .....                                      | 49      |
| Tabel 13 Nilai Absorbansi Rata-Rata pada Optimasi pH .....                     | 50      |
| Tabel 14 Nilai Absorbansi Rata-rata Optimasi Volume Pengompleks.....           | 51      |
| Tabel 15 Hasil Verifikasi dan Validasi Metode.....                             | 51      |
| Tabel 16 Hasil Analisis Cr <sup>+6</sup> ATR Kartini.....                      | 52      |
| Tabel 17 Hasil Pengukuran Ketidakpastian Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> ATR..... | 52      |



## DAFTAR GAMBAR

|   | Halaman |
|---|---------|
| Gambar 1 Struktur Diphenylcarbazine.....  | 8       |
| Gambar 2 Struktur Diphenylcarbazone.....  | 8       |
| Gambar 3 Struktur Tangki Reaktor.....   | 10      |
| Gambar 4 Spektrum Serap .....   | 14      |
| Gambar 5 Kurva Standar.....   | 15      |
| Gambar 6 Hukum Beer .....   | 16      |
| Gambar 7 Grafik Kesalahan Relatif.....  | 19      |
| Gambar 8 Diagram Sederhana Instrumen Spektrofotometri.....  | 21      |
| Gambar 9 Skema Optik UV .....   | 23      |
| Gambar 10 Tempat Sel.....   | 24      |
| Gambar 11 Sistem Elektrik UV .....  | 25      |
| Gambar 12 Spektra Kompleks Krom-Diphenylcarbazine .....   | 47      |
| Gambar 13 Absorbansi Rata-rata Kompleks Cr vs Waktu .....   | 48      |
| Gambar 14 Grafik Absorbansi Rata-rata Kompleks<br>Cr-Dipenylcarbazone vs pH.....                  | 49      |
| Gambar 15 Grafik Absorbansi Rata-rata Kompleks<br>Cr-Dipenylcarbazone vs Volume Pengompleks ..... | 50      |

## DAFTAR LAMPIRAN

|   | Halaman |
|---|---------|
| Lampiran 1 Lampiran Tabel.....                      | 63      |
| Lampiran 2 Lampiran Grafik .....                    | 72      |
| Lampiran 3 Perhitungan Untuk Pembuatan Larutan..... | 79      |
| Lampiran 4 Verifikasi dan Validasi .....            | 81      |
| Lampiran 5 Ketidakpastian Pengukuran .....          | 98      |
| Lampiran 6 Uji Statistik Anova .....                | 107     |

## TABEL LAMPIRAN

Halaman

|   |    |
|---|----|
| A. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi   |    |
| 1. Optimasi Kondisi Percobaan   |    |
| Tabel 1 Serapan Kompleks pada 1-35 menit .....  | 63 |
| Tabel 2 Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi Waktu Kestabilan.....                    | 63 |
| Tabel 3 Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi pH.....                                  | 64 |
| Tabel 4 Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi Volume Pengompleks .....                 | 64 |
| 2. Validasi Metode  |    |
| Penentuan Limit Deteksi   |    |
| Tabel 5 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                    | 64 |
| Tabel 6 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Blangko.....  | 65 |
| Tabel 7 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Spike .....   | 65 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 8 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                    | 65 |
| Tabel 9 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> dalam larutan Spektrosol.....   | 65 |
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |
| Tabel 10 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 66 |
| Tabel 11 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr + sampel .....                               | 66 |
| Pengukuran Sampel   |    |
| Tabel 12 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 66 |
| Tabel 13 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi sampel .....                                    | 67 |
| B. Metode APHA 3500-Cr  |    |
| Penentuan Limit Deteksi   |    |
| Tabel 14 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 67 |
| Tabel 15 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Blangko..... | 67 |
| Tabel 16 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Spike .....  | 67 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 17 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 68 |
| Tabel 18 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> dalam larutan Spektrosol.....  | 68 |

|   |    |
|---|----|
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |
| Tabel 19 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 68 |
| Tabel 20 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr + sample.....                                | 68 |
| Pengukuran Sampel   |    |
| Tabel 21 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 69 |
| Tabel 22 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi sample .....                                    | 69 |
| C. Metode ASTM D 1687-92  |    |
| Penentuan Limit Deteksi   |    |
| Tabel 23 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 69 |
| Tabel 24 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Blangko..... | 69 |
| Tabel 25 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Blangko..... | 70 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 26 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 70 |
| Tabel 27 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> dalam larutan Spektrosol.....  | 70 |
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |
| Tabel 28 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 70 |
| Tabel 29 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr + sampel .....                               | 71 |
| Pengukuran Sampel   |    |
| Tabel 30 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 71 |
| Tabel 31 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi sampel .....                                    | 71 |
| <br>  |    |
| VERIFIKASI DAN VALIDASI   |    |
| A. METODE APHA 3500-Cr  |    |
| Tabel 32 Serapan Standar Cr.....  | 81 |
| Tabel 33 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Blangko..  | 81 |
| Tabel 34 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Spike..... | 82 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 35 Serapan Standar Cr.....  | 82 |
| Tabel 36 Serapan dan Konsentrasi dalam spektrosol.....                                    | 83 |
| Tabel 37 Konsentrasi Cr Spektrosol Hasil Lab dan nilai sebenarnya.....                    | 83 |
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |

|   |    |
|---|----|
| Tabel 38 Serapan Standar Cr.....  | 84 |
| Tabel 39 Serapan dan Konsentrasi Cr + sampel .....  | 84 |
| Tabel 40 Konsentrasi Cr + sample Hasil Lab dan Sebenarnya.....                            | 84 |
| Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR  |    |
| Tabel 41 Absorbansi Kurva Standar .....   | 85 |
| Tabel 42 Absorbansi dan Konsentrasi Sampel dalam ATR.....                                 | 86 |
| B. Metode ASTM D 1687-92  |    |
| Tabel 43 Serapan Standar Cr.....  | 86 |
| Tabel 44 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Blangko .. | 87 |
| Tabel 45 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Spike..... | 87 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 46 Serapan Standar Cr.....  | 88 |
| Tabel 47 Serapan dan Konsentrasi dalam spektrosol.....                                    | 88 |
| Tabel 48 Konsentrasi Cr Spektrosol Hasil Lab dan nilai sebenarnya.....                    | 89 |
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |
| Tabel 49 Serapan Standar Cr.....  | 89 |
| Tabel 50 Serapan dan Konsentrasi Cr + sampel .....  | 90 |
| Tabel 51 Konsentrasi Cr + sampel Hasil Lab dan Sebenarnya.....                            | 90 |
| Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR  |    |
| Tabel 52 Absorbansi Kurva Standar .....   | 91 |
| Tabel 53 Absorbansi dan Konsentrasi Sampel dalam ATR.....                                 | 92 |
| C. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi   |    |
| Tabel 54 Serapan Standar Cr.....  | 92 |
| Tabel 55 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Blangko .. | 93 |
| Tabel 56 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Spike..... | 93 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 57 Serapan Standar Cr.....  | 94 |
| Tabel 58 Serapan dan Konsentrasi dalam spektrosol.....                                    | 94 |
| Tabel 59 Konsentrasi Cr Spektrosol Hasil Lab dan nilai sebenarnya.....                    | 94 |
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |
| Tabel 60 Serapan Standar Cr.....  | 95 |

|  |    |
|--|----|
| Tabel 61 Serapan dan Konsentrasi Cr + sampel .....             | 95 |
| Tabel 62 Konsentrasi Cr + sampel Hasil Lab dan Sebenarnya..... | 96 |
| Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR                           |    |
| Tabel 63 Absorbansi Kurva Standar .....                        | 97 |
| Tabel 64 Absorbansi dan Konsentrasi Sampel dalam ATR.....      | 97 |

## GAMBAR LAMPIRAN

|  | Halaman |
|--|---------|
| 1. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi              |         |
| a. Penentuan Limit Deteksi                     |         |
| Gambar 1 Kurva Standar Cr.....                 | 72      |
| b. Validasi                                    |         |
| 1. Dengan Spektrosol                           |         |
| Gambar 2 Kurva Standar Cr.....                 | 72      |
| Gambar 3 Grafik Sampel .....                   | 72      |
| 2. Dengan Uji Pungut Ulang                     |         |
| Gambar 4 Kurva Standar Cr.....                 | 73      |
| Gambar 5 Grafik Sampel .....                   | 73      |
| c. Analisis Cr <sup>+6</sup> dalam ATR Kartini |         |
| Gambar 6 Kurva Standar.....                    | 73      |
| Gambar 7 Grafik Sampel .....                   | 74      |
| 2. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi              |         |
| a. Penentuan Limit Deteksi                     |         |
| Gambar 8 Kurva Standar Cr.....                 | 74      |
| b. Verifikasi                                  |         |
| 1. Dengan Spektrosol                           |         |
| Gambar 9 Kurva Standar Cr.....                 | 74      |
| Gambar 10 Grafik Sampel .....                  | 75      |
| 2. Dengan Uji Pungut Ulang                     |         |
| Gambar 11 Kurva Standar Cr.....                | 75      |
| Gambar 12 Grafik Sampel .....                  | 75      |
| c. Analisis Cr <sup>+6</sup> dalam ATR Kartini |         |
| Gambar 13 Kurva Standar.....                   | 76      |
| Gambar 14 Grafik Sampel .....                  | 76      |
| 3. Metode ASTM D 1687-92                       |         |
| a. Penentuan Limit Deteksi                     |         |

|  |    |
|--|----|
| Gambar 15 Kurva Standar Cr.....                | 76 |
| b. Verifikasi                                  |    |
| 1. Dengan Spektrosol                           |    |
| Gambar 16 Kurva Standar Cr.....                | 77 |
| Gambar 17 Grafik Sampel .....                  | 77 |
| 2. Dengan Uji Pungut Ulang                     |    |
| Gambar 18 Kurva Standar Cr.....                | 77 |
| Gambar 19 Grafik Sampel .....                  | 78 |
| c. Analisis Cr <sup>+6</sup> dalam ATR Kartini |    |
| Gambar 20 Kurva Standar.....                   | 78 |
| Gambar 21 Grafik Sampel .....                  | 78 |



**PENENTUAN ION LOGAM Cr<sup>+</sup> DALAM AIR TANGKI REAKTOR  
MENGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**



Disusun oleh  
**PETRUS HARI PRASETYO**  
**M 0300038**

SKRIPSI

Ditulis dan diajukan untuk memenuhi sebagian  
persyaratan mendapatkan gelar Sarjana Sains Kimia

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS SEBELAS MARET**  
**SURAKARTA**

**2006**

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini dibimbing oleh:

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. Mudjijono, Ph.D

NIP 131 570 164

Prof. Samin

NIP 330 001 309

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada :

Hari : Sabtu

Tanggal : 21 Oktober 2006

Anggota Tim Penguji:

1. Dra. Tri Martini, M.Si

NIP. 131 479 681

1.

.....

2. Drs. Pranoto, M.Sc

NIP. 131 415 239

2.

.....

Disahkan oleh

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret Surakarta

Dekan

Ketua Jurusan Kimia

Drs. Marsusi, M.S.

NIP 130 906 776

Drs. Sentot Budi Rahardjo, Ph.D

NIP 131 570 162

**PENENTUAN ION LOGAM Cr DALAM AIR TANGKI  
REAKTOR MENGGUNAKAN METODE  
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

Disusun dan dipersiapkan oleh:

Petrus Hari Prasetyo

M0300038

Mengesahkan

Kepala Bidang Kimia dan  
Teknologi Proses Bahan

Pembimbing di PTAPB  
BATAN DIY

Dr. Ir. Agus Taftazani

NIP 330 002 278

Prof. Samin

NIP 330 001 309

Yogyakarta, 2 November 2006

Kepala Pusat Teknologi Akselerator Dan Proses Bahan

Prof. Drs. Sudjatmoko. SU

NIP 330 001 101

## **PERNYATAAN**

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “PENENTUAN ION LOGAM Cr DALAM AIR TANGKI REAKTOR MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS” adalah benar-benar hasil penelitian sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat kerja atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, Oktober 2006

PETRUS HARI PRASETYO

## ABSTRAK

Petrus Hari Prasetyo, 2006. PENENTUAN ION LOGAM Cr DALAM AIR TANGKI REAKTOR MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas MIPA. Universitas Sebelas Maret.

Telah dilakukan penentuan ion logam Cr dalam air tangki reaktor (ATR) Kartini Yogyakarta, menggunakan metode spektrofotometri UV-VIS. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi optimum dari metode APHA 3500-Cr modifikasi, menentukan konsentrasi Cr (VI) ATR Kartini dan mengetahui keefektifan metode APHA 3500-Cr modifikasi dibandingkan metode standar APHA 3500-Cr dan ASTM D 1687-92.

Metode standar penentuan ion logam Cr (VI) dalam air dipilih dari metode spektrofotometri ASTM D 1687-92 dan APHA 3500-Cr, tanpa mengganti kondisi yang telah ditentukan. Dilakukan juga modifikasi metode APHA 3500-Cr dengan mengubah konsentrasi  $H_3PO_4$  dan  $H_2SO_4$  kemudian dilakukan optimasi pada panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{maks}$ ), waktu kestabilan kompleks ( $t_{ks}$ ), pH, dan volume pengompleks ( $v_{kom}$ ) untuk menentukan limit deteksi yang lebih baik.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum metode asli APHA 3500-Cr dan modifikasinya dicapai pada  $\lambda_{maks}$  540 dan 542 nm,  $t_{ks}$  5-10 menit dan 5 menit, pH 1,6-2,2 dan 2,0,  $v_{kom}$  2,0 mL dan 1,5 mL. Hasil analisis Cr(VI) menggunakan metode ASTM D 1687-92, APHA 3500-Cr dan modifikasinya memberikan konsentrasi Cr(VI) yang terdeteksi dalam ATR sebesar 4,8771 ppb, 4,7778 ppb, dan 5,0975 ppb. Dari uji statistik ANOVA menunjukkan bahwa keefektifan ketiga metode adalah sama. Hasil yang ditunjukkan dari metode APHA 3500-Cr yang dimodifikasi memberikan kejelasan dalam penambahan asam.

Kata kunci : penentuan Cr(VI), air tangki reaktor, spektrofotometri UV-VIS

## ABSTRACT

Petrus Hari Prasetyo, 2006. Determination of Cr Metal Ionic in Reactor Tank Water Using UV-VIS Spectrofotometry Method. Thesis. Department of Chemistry, Mathematic and Science Faculty. Sebelas Maret University.

Determination of Cr metal ionic in Kartini Reactor Tank Water (RTW) Yogyakarta using UV-VIS spectrofotometry method had been done. The purposes of this research were to determine the optimum condition of modified APHA 3500-Cr method, to determine RTW Kartini Cr (VI) concentration, and to know that the modified APHA 3500-Cr method was more effective than standard method of APHA 3500-Cr and ASTM D 1687-92.

Standard method of Cr (VI) metal ionic determination in water choosed by spectrofotometry method ASTM D 1687-92 and APHA 3500-Cr, without changed the certain condition. Modification of APHA 3500-Cr method was also used by changing the  $H_3PO_4$  dan  $H_2SO_4$  concentration, then optimation of maximum wavelength ( $\lambda_{max}$ ), complex stability time ( $t_{cs}$ ), pH, and complexing reagent volume ( $v_{com}$ ), had been done to confirm a better detection limit.

The result of research showed that the optimum condition of the original method APHA 3500-Cr and the modified method was reached at  $\lambda_{max}$  540 and 542 nm,  $t_{cs}$  5-10 minutes and 5 minutes, pH 1,6-2,2 and 2,0 ,  $v_{com}$  2,0 mL and 1,5 mL. The Cr(VI) result analysis using ASTM D 1687-92, APHA 3500-Cr and the modified method gave Cr(VI) concentration in RTW were 4,8771 ppb, 4,7778 ppb, and 5,0975 ppb. ANOVA test result showed that the effective of three method was the same. The result showed by APHA 3500-Cr modified method explained the acid addition.

Key words : Cr(VI) determination, reactor tank water, UV-VIS spectrofotometry

## MOTTO

*Tuhan adalah benteng hidupku, terhadap siapakah aku harus gemetar?*

*(Mazmur 27 :1)*

*Tuhan akan menyediakan damai sejahtera bagi kami, sebab segala sesuatu yang kami kerjakan, Engkaulah yang melakukannya bagi kami*

*(Yesaya 26:12)*

*Don't rest until you defeat the best*

*(Winning Eleven 9)*

*SEMANGAT!!!!*

*(Full House)*

## *PERSEMBAHAN*

*Kupersembahkan karya kecilku ini untuk :*

*...Tuhan Yesus sebagai rasa syukurku,*

*...Bapak dan ibu tersayang, atas cinta, doa, dukungan, dan kesabarannya,*

*...Mas Sigit dan Dik Ana atas semangat dan motivasinya,*

*... Dik Linda dan keluarga, karena kasih sayang dan perhatian yang besar,*

*...dan semua karya ciptaan Tuhan yang besar, indah dan megah.*



## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini untuk memenuhi sebagian persyaratan guna mencapai gelar Sarjana Sains dari Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret.

Penulis tidak lepas dari bimbingan, pengarahan, dan bantuan dari berbagai pihak dalam penyusunan skripsi ini, oleh karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Drs. H. Marsusi, MSi selaku Dekan FMIPA UNS.
2. Bapak Drs. Sentot Budi Rahardjo, PhD selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA UNS.
3. Bapak Drs. Mudjijono, PhD selaku Ketua Lab Pusat FMIPA UNS dan Pembimbing I.
4. Bapak Prof. Samin selaku Pembimbing II.
5. Bapak Dr. Ir. Agus Taftazani selaku Kepala Bidang Kimia dan Teknologi Proses Bahan PTAPB-BATAN.
6. Bapak Prof. Drs. Sudjatmoko, SU. selaku Kepala Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan BATAN Yogyakarta.
7. Ibu Triana Kusumaningsih, MSi selaku Pembimbing Akademis.
8. Seluruh staf pengajar dan karyawan jurusan Kimia FMIPA UNS yang telah memberikan ilmu dan kemudahan kepada penulis.
9. Seluruh karyawan di Sub-Lab Kimia Analisa PTAPB-BATAN dan di Sub-Lab Kimia Pusat UNS yang telah membantu dalam melakukan riset.
10. Bapak, Ibu, kakak dan adik tercinta atas segala do'a, kasih sayang, pengorbanan, dan dorongan yang telah diberikan, semoga Tuhan membalas dengan surgaNya.
11. Dik Linda atas perhatian, kasih sayang, dan kesabarannya.
12. Ragil, Pipit, dan Do yang membuat kita terus bersaing (WE 9).
13. Nur dan Ida, tanpamu penulis akan semakin kesusahan.
14. Pihak-pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga Tuhan membalas jerih payah dan pengorbanan yang telah diberikan dengan balasan yang lebih baik. Amiin.

Penulis menyadari bahwa banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran untuk menyempurnakannya. Namun demikian, penulis berharap semoga karya kecil ini bermanfaat bagi pembaca. God Bless You.

Surakarta, Oktober 2006

Petrus Hari Prasetyo

## DAFTAR ISI

|  | Halaman |
|--|---------|
| HALAMAN JUDUL.....                     | i       |
| HALAMAN PENGESAHAN.....                | ii      |
| HALAMAN PERNYATAAN .....               | iv      |
| HALAMAN ABSTRAK.....                   | v       |
| HALAMAN ABSTRACT .....                 | vi      |
| HALAMAN MOTTO .....                    | vii     |
| HALAMAN PERSEMBAHAN .....              | viii    |
| KATA PENGANTAR .....                   | ix      |
| DAFTAR ISI.....                        | xi      |
| DAFTAR TABEL.....                      | xvi     |
| DAFTAR GAMBAR .....                    | xvii    |
| DAFTAR LAMPIRAN.....                   | xviii   |
| TABEL LAMPIRAN.....                    | xix     |
| GAMBAR LAMPIRAN .....                  | xxiii   |
| BAB I PENDAHULUAN .....                | 1       |
| A. Latar Belakang Masalah.....         | 1       |
| B. Perumusan Masalah .....             | 2       |
| 1. Identifikasi Masalah.....           | 2       |
| 2. Batasan Masalah.....                | 3       |
| 3. Rumusan Masalah .....               | 3       |
| C. Tujuan dan Manfaat Penelitian ..... | 4       |
| 1. Tujuan Penelitian .....             | 4       |
| 2. Manfaat Penelitian .....            | 4       |
| BAB II LANDASAN TEORI.....             | 5       |
| A. Tinjauan Pustaka .....              | 5       |
| 1. Penentuan Cr dalam Air .....        | 5       |
| a. Metode Spektrofotometri UV-VIS..... | 5       |
| 1. APHA 3500-Cr .....                  | 5       |

|   |    |
|---|----|
| 2. ASTM D 1687-92 .....                         | 5  |
| 3. APHA 3500-Cr Modifikasi .....                | 6  |
| b. Kromium (Cr) .....                           | 6  |
| c. Kompleks Cr .....                            | 7  |
| d. Pengompleks Diphenylcarbazine .....          | 8  |
| 2. Air Tangki Reaktor (ATR).....                | 8  |
| 3. Metode Analisis Spektrofotometri .....       | 12 |
| a. Antaraksi Energi Cahaya dengan Molekul ..... | 12 |
| b. Teori Spektrofotometri.....                  | 13 |
| c. Pemakaian Hukum Lambert-Beer.....            | 15 |
| d. Keabsahan Hukum Beer.....                    | 16 |
| e. Galat dalam Spektrofotometri .....           | 16 |
| f. Instrumentasi dalam Spektrofotometri.....    | 20 |
| 4. Evaluasi Data Analitik .....                 | 25 |
| a. Kesalahan Analisis Kimia.....                | 25 |
| b. Validasi Metode .....                        | 26 |
| 1. Presisi .....                                | 26 |
| 2. Akurasi (persen <i>recovery</i> ).....       | 26 |
| 3. Bias .....                                   | 26 |
| 4. Batas Deteksi.....                           | 27 |
| 5. Persen D .....                               | 27 |
| 6. Persen RSD .....                             | 27 |
| c. Ketidakpastian Pengukuran.....               | 27 |
| 1. Simpangan Baku .....                         | 28 |
| 2. Banyaknya Pengukuran.....                    | 28 |
| 3. Ketidakpastian Baku .....                    | 28 |
| 4. Derajat Kebebasan .....                      | 28 |
| 5. Koefisien Sensitivitas.....                  | 28 |
| 6. Ketidakpastian Baku Gabungan.....            | 28 |
| 7. Ketidakpastian Terentang.....                | 28 |
| d. Uji Signifikan.....                          | 29 |

|   |    |
|---|----|
| B. Kerangka Pemikiran.....                    | 29 |
| C. Hipotesis.....                             | 30 |
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....           | 31 |
| A. Metode Penelitian.....                     | 31 |
| B. Tempat dan Waktu Penelitian .....          | 31 |
| 1. Tempat Penelitian.....                     | 31 |
| 2. Waktu Penelitian .....                     | 31 |
| C. Alat dan Bahan.....                        | 32 |
| 1. Alat.....                                  | 32 |
| 2. Bahan.....                                 | 33 |
| D. Prosedur Penelitian.....                   | 33 |
| 1. Persiapan Analisis .....                   | 33 |
| 2. Cara Kerja .....                           | 35 |
| a. Metode APHA 3500-Cr .....                  | 35 |
| 1. Prosedur Standar Metode .....              | 35 |
| a. Pembuatan Kurva Kalibrasi .....            | 36 |
| b. Persiapan Sampel .....                     | 36 |
| c. Penghilangan Mo, Va, Fe, dan Cu .....      | 36 |
| d. Oksidasi Kromium .....                     | 36 |
| e. Pembentukan Warna dan Pengukuran .....     | 37 |
| 2. Verifikasi.....                            | 37 |
| a. Spektrosol Cr.....                         | 37 |
| b. Metode Uji Pungut Ulang .....              | 37 |
| c. Penentuan Limit Deteksi Metode.....        | 38 |
| 1. Penentuan Limit Deteksi Alat .....         | 38 |
| 2. Penentuan Limit Deteksi Metode.....        | 38 |
| 3. Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR ..... | 38 |
| b. Metode ASTM D 1687-92 .....                | 39 |
| 1. Pembuatan Kurva Kalibrasi .....            | 39 |
| 2. Verifikasi.....                            | 39 |
| a. Spektrosol Cr.....                         | 39 |

|   |  |    |
|---|--|----|
| b.  | Metode Uji Pungut Ulang .....              | 39 |
| c.  | Penentuan Limit Deteksi Metode.....        | 39 |
| 1.  | Penentuan Limit Deteksi Alat .....         | 39 |
| 2.  | Penentuan Limit Deteksi Metode.....        | 40 |
| 3.  | Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR ..... | 40 |
| c.  | Metode APHA 3500-Cr Modifikasi.....        | 40 |
| 1.  | Penentuan Kondisi Optimum .....            | 40 |
| a.  | Penentuan Panjang Gelombang Maksimum ..... | 40 |
| b.  | Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks.....   | 40 |
| c.  | Optimasi pH .....                          | 41 |
| d.  | Optimasi Volume Pengompleks.....           | 41 |
| 2.  | Pembuatan Kurva Kalibrasi .....            | 41 |
| 3.  | Validasi .....                             | 42 |
| a.  | Spektrosol Cr.....                         | 42 |
| b.  | Metode Uji Pungut Ulang .....              | 42 |
| c.  | Penentuan Limit Deteksi Metode.....        | 42 |
| 4.  | Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR ..... | 42 |
| E.  | Teknik Pengumpulan dan Analisis Data.....  | 42 |
| 1.  | Teknik Pengumpulan Data.....               | 42 |
| 2.  | Teknik Analisis Data.....                  | 45 |
| a.  | Optimasi Kondisi Percobaan.....            | 45 |
| 1.  | Optimasi Panjang Gelombang.....            | 45 |
| 2.  | Optimasi Waktu Kestabilan .....            | 45 |
| 3.  | Optimasi pH .....                          | 45 |
| 4.  | Optimasi Volume Pengompleks.....           | 45 |
| b.  | Verifikasi dan Validasi Metode .....       | 45 |
| c.  | Penggunaan Metode dalam Sampel ATR .....   | 46 |
| BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN..... |  | 47 |
| A.  | Hasil Penelitian .....                     | 47 |
| 1.  | Optimasi Kondisi Pengukuran .....          | 47 |
| a.  | Panjang Gelombang .....                    | 47 |

|   |    |
|---|----|
| b. Waktu Kestabilan Kompleks.....                   | 48 |
| c. Optimasi pH.....                                 | 49 |
| d. Optimasi Volume Pengompleks.....                 | 50 |
| 2. Verifikasi dan Validasi Metode .....             | 51 |
| 3. Analisis Cr <sup>+6</sup> dalam ATR Kartini..... | 52 |
| B. Pembahasan.....                                  | 53 |
| 1. Optimasi Kondisi Percobaan.....                  | 53 |
| a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum .....       | 53 |
| b. Optimasi Waktu Kestabilan .....                  | 53 |
| c. Optimasi pH.....                                 | 54 |
| d. Optimasi Volume Pengompleks.....                 | 54 |
| 2. Verifikasi dan Validasi Metode .....             | 55 |
| 3. Analisis Cr <sup>+6</sup> dalam ATR Kartini..... | 56 |
| BAB V PENUTUP.....                                  | 58 |
| A. Kesimpulan .....                                 | 58 |
| B. Saran.....                                       | 58 |
| DAFTAR PUSTAKA .....                                | 60 |
| LAMPIRAN.....                                       | 63 |

## DAFTAR TABEL

|  | Halaman |
|--|---------|
| Tabel 1 Persyaratan Kualitas ATR Kartini .....                                 | 10      |
| Tabel 2 Persyaratan Air Pendingin Primer dan Pemeriksaannya.....               | 11      |
| Tabel 3 Variabel Bebas dan Terikat pada Teknik Pengumpulan Data .....          | 43      |
| Tabel 4 Bentuk Tabulasi Data Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks .....         | 43      |
| Tabel 5 Bentuk Tabulasi Data Penentuan pH .....                                | 44      |
| Tabel 6 Bentuk Tabulasi Data Penentuan Volume Pengompleks.....                 | 44      |
| Tabel 7 Bentuk Tabulasi Data Konsentrasi Cr Standar .....                      | 44      |
| Tabel 8 Bentuk Tabulasi Data Larutan Blangko.....                              | 44      |
| Tabel 9 Bentuk Tabulasi Data Larutan Spike .....                               | 44      |
| Tabel 10 Bentuk Tabulasi Data Konsentrasi Sampel ATR.....                      | 44      |
| Tabel 11 Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi Waktu Kestabilan.....        | 48      |
| Tabel 12 Penentuan Waktu Kestabilan .....                                      | 49      |
| Tabel 13 Nilai Absorbansi Rata-Rata pada Optimasi pH .....                     | 50      |
| Tabel 14 Nilai Absorbansi Rata-rata Optimasi Volume Pengompleks.....           | 51      |
| Tabel 15 Hasil Verifikasi dan Validasi Metode.....                             | 51      |
| Tabel 16 Hasil Analisis Cr <sup>+6</sup> ATR Kartini.....                      | 52      |
| Tabel 17 Hasil Pengukuran Ketidakpastian Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> ATR..... | 52      |



## DAFTAR GAMBAR

|   | Halaman |
|---|---------|
| Gambar 1 Struktur Diphenylcarbazine.....  | 8       |
| Gambar 2 Struktur Diphenylcarbazone.....  | 8       |
| Gambar 3 Struktur Tangki Reaktor.....   | 10      |
| Gambar 4 Spektrum Serap .....   | 14      |
| Gambar 5 Kurva Standar.....   | 15      |
| Gambar 6 Hukum Beer .....   | 16      |
| Gambar 7 Grafik Kesalahan Relatif.....  | 19      |
| Gambar 8 Diagram Sederhana Instrumen Spektrofotometri.....  | 21      |
| Gambar 9 Skema Optik UV .....   | 23      |
| Gambar 10 Tempat Sel.....   | 24      |
| Gambar 11 Sistem Elektrik UV .....  | 25      |
| Gambar 12 Spektra Kompleks Krom-Diphenylcarbazine .....   | 47      |
| Gambar 13 Absorbansi Rata-rata Kompleks Cr vs Waktu .....   | 48      |
| Gambar 14 Grafik Absorbansi Rata-rata Kompleks<br>Cr-Dipenylcarbazone vs pH.....                  | 49      |
| Gambar 15 Grafik Absorbansi Rata-rata Kompleks<br>Cr-Dipenylcarbazone vs Volume Pengompleks ..... | 50      |

## DAFTAR LAMPIRAN

|   | Halaman |
|---|---------|
| Lampiran 1 Lampiran Tabel.....                      | 63      |
| Lampiran 2 Lampiran Grafik .....                    | 72      |
| Lampiran 3 Perhitungan Untuk Pembuatan Larutan..... | 79      |
| Lampiran 4 Verifikasi dan Validasi .....            | 81      |
| Lampiran 5 Ketidakpastian Pengukuran .....          | 98      |
| Lampiran 6 Uji Statistik Anova .....                | 107     |

## TABEL LAMPIRAN

Halaman

|   |    |
|---|----|
| A. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi   |    |
| 1. Optimasi Kondisi Percobaan   |    |
| Tabel 1 Serapan Kompleks pada 1-35 menit .....  | 63 |
| Tabel 2 Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi Waktu Kestabilan.....                    | 63 |
| Tabel 3 Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi pH.....                                  | 64 |
| Tabel 4 Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi Volume Pengompleks .....                 | 64 |
| 2. Validasi Metode  |    |
| Penentuan Limit Deteksi   |    |
| Tabel 5 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                    | 64 |
| Tabel 6 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Blangko.....  | 65 |
| Tabel 7 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Spike .....   | 65 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 8 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                    | 65 |
| Tabel 9 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> dalam larutan Spektrosol.....   | 65 |
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |
| Tabel 10 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 66 |
| Tabel 11 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr + sampel .....                               | 66 |
| Pengukuran Sampel   |    |
| Tabel 12 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 66 |
| Tabel 13 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi sampel .....                                    | 67 |
| B. Metode APHA 3500-Cr  |    |
| Penentuan Limit Deteksi   |    |
| Tabel 14 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 67 |
| Tabel 15 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Blangko..... | 67 |
| Tabel 16 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Spike .....  | 67 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 17 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 68 |
| Tabel 18 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> dalam larutan Spektrosol.....  | 68 |

|   |    |
|---|----|
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |
| Tabel 19 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 68 |
| Tabel 20 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr + sample.....                                | 68 |
| Pengukuran Sampel   |    |
| Tabel 21 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 69 |
| Tabel 22 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi sample .....                                    | 69 |
| C. Metode ASTM D 1687-92  |    |
| Penentuan Limit Deteksi   |    |
| Tabel 23 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 69 |
| Tabel 24 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Blangko..... | 69 |
| Tabel 25 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Blangko..... | 70 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 26 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 70 |
| Tabel 27 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> dalam larutan Spektrosol.....  | 70 |
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |
| Tabel 28 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 70 |
| Tabel 29 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr + sampel .....                               | 71 |
| Pengukuran Sampel   |    |
| Tabel 30 Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar.....                                   | 71 |
| Tabel 31 Nilai Absorbansi dan Konsentrasi sampel .....                                    | 71 |
| <br>  |    |
| VERIFIKASI DAN VALIDASI   |    |
| A. METODE APHA 3500-Cr  |    |
| Tabel 32 Serapan Standar Cr.....  | 81 |
| Tabel 33 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Blangko..  | 81 |
| Tabel 34 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Spike..... | 82 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 35 Serapan Standar Cr.....  | 82 |
| Tabel 36 Serapan dan Konsentrasi dalam spektrosol.....                                    | 83 |
| Tabel 37 Konsentrasi Cr Spektrosol Hasil Lab dan nilai sebenarnya.....                    | 83 |
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |

|   |    |
|---|----|
| Tabel 38 Serapan Standar Cr.....  | 84 |
| Tabel 39 Serapan dan Konsentrasi Cr + sampel .....  | 84 |
| Tabel 40 Konsentrasi Cr + sample Hasil Lab dan Sebenarnya.....                            | 84 |
| Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR  |    |
| Tabel 41 Absorbansi Kurva Standar .....   | 85 |
| Tabel 42 Absorbansi dan Konsentrasi Sampel dalam ATR.....                                 | 86 |
| B. Metode ASTM D 1687-92  |    |
| Tabel 43 Serapan Standar Cr.....  | 86 |
| Tabel 44 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Blangko .. | 87 |
| Tabel 45 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Spike..... | 87 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 46 Serapan Standar Cr.....  | 88 |
| Tabel 47 Serapan dan Konsentrasi dalam spektrosol.....                                    | 88 |
| Tabel 48 Konsentrasi Cr Spektrosol Hasil Lab dan nilai sebenarnya.....                    | 89 |
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |
| Tabel 49 Serapan Standar Cr.....  | 89 |
| Tabel 50 Serapan dan Konsentrasi Cr + sampel .....  | 90 |
| Tabel 51 Konsentrasi Cr + sampel Hasil Lab dan Sebenarnya.....                            | 90 |
| Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR  |    |
| Tabel 52 Absorbansi Kurva Standar .....   | 91 |
| Tabel 53 Absorbansi dan Konsentrasi Sampel dalam ATR.....                                 | 92 |
| C. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi   |    |
| Tabel 54 Serapan Standar Cr.....  | 92 |
| Tabel 55 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Blangko .. | 93 |
| Tabel 56 Absorbansi dan Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> Hasil Interpolasi Larutan Spike..... | 93 |
| Validasi dengan Spektrosol  |    |
| Tabel 57 Serapan Standar Cr.....  | 94 |
| Tabel 58 Serapan dan Konsentrasi dalam spektrosol.....                                    | 94 |
| Tabel 59 Konsentrasi Cr Spektrosol Hasil Lab dan nilai sebenarnya.....                    | 94 |
| Validasi dengan Uji Pungut Ulang  |    |
| Tabel 60 Serapan Standar Cr.....  | 95 |

|  |    |
|--|----|
| Tabel 61 Serapan dan Konsentrasi Cr + sampel .....             | 95 |
| Tabel 62 Konsentrasi Cr + sampel Hasil Lab dan Sebenarnya..... | 96 |
| Penentuan Cr <sup>+6</sup> dalam ATR                           |    |
| Tabel 63 Absorbansi Kurva Standar .....                        | 97 |
| Tabel 64 Absorbansi dan Konsentrasi Sampel dalam ATR.....      | 97 |

## GAMBAR LAMPIRAN

|  | Halaman |
|--|---------|
| 1. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi              |         |
| a. Penentuan Limit Deteksi                     |         |
| Gambar 1 Kurva Standar Cr.....                 | 72      |
| b. Validasi                                    |         |
| 1. Dengan Spektrosol                           |         |
| Gambar 2 Kurva Standar Cr.....                 | 72      |
| Gambar 3 Grafik Sampel .....                   | 72      |
| 2. Dengan Uji Pungut Ulang                     |         |
| Gambar 4 Kurva Standar Cr.....                 | 73      |
| Gambar 5 Grafik Sampel .....                   | 73      |
| c. Analisis Cr <sup>+6</sup> dalam ATR Kartini |         |
| Gambar 6 Kurva Standar.....                    | 73      |
| Gambar 7 Grafik Sampel .....                   | 74      |
| 2. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi              |         |
| a. Penentuan Limit Deteksi                     |         |
| Gambar 8 Kurva Standar Cr.....                 | 74      |
| b. Verifikasi                                  |         |
| 1. Dengan Spektrosol                           |         |
| Gambar 9 Kurva Standar Cr.....                 | 74      |
| Gambar 10 Grafik Sampel .....                  | 75      |
| 2. Dengan Uji Pungut Ulang                     |         |
| Gambar 11 Kurva Standar Cr.....                | 75      |
| Gambar 12 Grafik Sampel .....                  | 75      |
| c. Analisis Cr <sup>+6</sup> dalam ATR Kartini |         |
| Gambar 13 Kurva Standar.....                   | 76      |
| Gambar 14 Grafik Sampel .....                  | 76      |
| 3. Metode ASTM D 1687-92                       |         |
| a. Penentuan Limit Deteksi                     |         |

|  |    |
|--|----|
| Gambar 15 Kurva Standar Cr.....                | 76 |
| b. Verifikasi                                  |    |
| 1. Dengan Spektrosol                           |    |
| Gambar 16 Kurva Standar Cr.....                | 77 |
| Gambar 17 Grafik Sampel .....                  | 77 |
| 2. Dengan Uji Pungut Ulang                     |    |
| Gambar 18 Kurva Standar Cr.....                | 77 |
| Gambar 19 Grafik Sampel .....                  | 78 |
| c. Analisis Cr <sup>+6</sup> dalam ATR Kartini |    |
| Gambar 20 Kurva Standar.....                   | 78 |
| Gambar 21 Grafik Sampel .....                  | 78 |



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **A. Latar Belakang Masalah**

Kimia air merupakan komponen penting untuk ditangani, terutama pada reaktor penelitian yang telah dioperasikan dalam jangka waktu lama. Hal ini disebabkan air yang tidak memenuhi persyaratan kualitas akan menjadi substansi yang korosif. Air bebas mineral yang digunakan dalam suatu reaktor penelitian, ditampung dalam suatu tangki. Tangki air reaktor pada reaktor penelitian umumnya terbuat dari baja tahan karat 304 untuk tipe 104 dan Aluminium tipe AA 1050. Komposisi dari baja tahan karat 304 (%) adalah C = 0,08; Si = 0,99; Mn = 1,99; Cr = 19,99; Ni = 11,99; P = 0,04; S = 0,03; dan Fe = 64,89 sedangkan komposisi dari aluminium tipe AA 1050 (%) adalah Si = 1,00; Fe = 1,00; Cu = 0,20; Mn = 0,05; Zn = 0,10 dan Al = 97, 64 (Sutjipto, Lahagu, dan Sardjono, 1991).

Logam-logam yang merupakan komponen penyusun tangki reaktor pada suatu reaktor penelitian, seperti yang di reaktor penelitian Kartini dikondisikan dalam keadaan asam. Hal ini dapat menyebabkan terjadinya korosi pada bahan reaktor yang terbuat dari aluminium dan logam-logam campuran lainnya. Ion-ion logam hasil dari korosi akan larut dalam Air Tangki Reaktor (ATR) yang mengakibatkan paparan radiasi menjadi meningkat dan jika degradasi struktur material reaktor telah melampaui batas keselamatan maka umur operasi reaktor tidak dapat lagi diperpanjang (Sumijanto, 2003). Oleh karena itu keberadaan ion-ion logam dalam ATR harus selalu termonitor. Pada keadaan dioperasikan, kontrol dilakukan tiap bulannya. Khusus untuk logam Cr mempunyai nilai ambang yang relatif kecil. Data reaktor Kartini yang diperoleh setiap bulannya dengan metode spektrofotometri serapan atom (SSA) di laboratorium PTAPB BATAN Yogyakarta tidak dapat terdeteksi kandungan ion Cr dalam ATR, dimana limit deteksi metode spektrofotometri serapan atom reaktor Kartini yang digunakan adalah 0,03 ppm untuk Cr (Sumijanto, 2004) sehingga bisa dikatakan kandungan Cr dalam ATR dibawah 0,03 ppm (30 ppb). Menurut Basuki,

Sardjono, Sutjipto, Supriyanto, dan Sukarman (2003) nilai kritis ke tingkat bahaya kandungan Cr dalam ATR Kartini adalah 1 ppm. Sebelum mencapai nilai kritis tersebut, kandungan Cr sekecil apapun harus diwaspadai. Karena bila terdapat konsentrasi yang besar, maka korosi yang terjadi pada dinding tangki reaktor pun besar, sehingga tangki air reaktor perlu diganti. Di lain pihak telah diketahui bahwa metode spektrofotometri UV-VIS menunjukkan unjuk kerja yang lebih teliti dalam penentuan kandungan Al dalam ATR Kartini (Khasanah, 2005) dan penentuan kandungan Si dalam ATR Kartini (Rahmawati, 2005) dibandingkan dengan metode spektrofotometri serapan atom (SSA).

Peneliti mencoba menentukan kandungan Cr dalam ATR pada reaktor penelitian dengan metode spektrofotometri UV-VIS. Metode ini diharapkan dapat menentukan ion Cr yang terdapat dalam ATR yang konsentrasinya sangat kecil dengan nilai kisaran yang lebih pasti.

## **B. Perumusan Masalah**

### **1. Identifikasi Masalah**

Permasalahan yang timbul dalam penelitian ini adalah terletak pada metode penentuan Cr dalam ATR dimana dengan instrumen SSA keberadaan ion Cr tidak terdeteksi. Masalah-masalah yang perlu dikaji:

- a. Adanya proses operasi pendingin dalam reaktor yang berbeda-beda antara jenis reaktor dimungkinkan mempunyai perbedaan karakter perubahan kondisi misalnya kasus yang terjadi di reaktor penelitian Kartini di Yogyakarta, reaktor Triga Mark II di Bandung dan reaktor G.A Siwabessy di Serpong.
- b. Penggunaan metode spektrofotometri untuk penentuan ion Cr berada dalam Cr total harus melalui tahap yang rumit yaitu melalui tahap penghilangan unsur-unsur pengganggu seperti Mo, Va, Fe dan Cu kemudian dilanjutkan dengan pengoksidasian Cr(III). Ada beberapa metode yang sudah diterapkan dalam menentukan ion logam Cr diantaranya metode standar yang diakui secara internasional yaitu APHA

dan ASTM. Dalam metode standar perlu dilakukan verifikasi sedangkan metode non standar perlu dilakukan validasi.

## **2. Batasan Masalah**

Berdasarkan identifikasi masalah yang ada, maka batasan masalah pada penelitian ini adalah:

- a. Jenis Air Tangki Reaktor (ATR) yang digunakan untuk penentuan ion logam Cr adalah berasal dari ATR Kartini di Yogyakarta.
- b. Karena proses yang rumit, penentuan ion logam Cr dengan metode spektrofotometri hanya ditentukan ion Cr (VI). Metode spektrofotometri UV-VIS yang digunakan untuk menentukan kandungan Cr dalam ATR dari reaktor Kartini adalah metode standar APHA 3500-Cr dan ASTM D 1687-92 serta metode non standar APHA 3500-Cr modifikasi.
- c. Metode APHA 3500-Cr modifikasi merupakan metode APHA 3500-Cr yang diubah konsentrasi  $H_3PO_4$  dan  $H_2SO_4$  . Hal ini dilakukan untuk memastikan konsentrasi asam yang dalam metode aslinya dinyatakan dalam konsentrasi pekat.

## **3. Rumusan Masalah**

Rumusan masalah yang ada di penelitian ini adalah:

- a. Bagaimana kondisi optimum penentuan  $Cr^{+6}$  ATR Kartini dengan menggunakan metode APHA 3500-Cr modifikasi ?
- b. Apakah konsentrasi  $Cr^{+6}$  ATR Kartini dapat ditentukan dengan metode spektrofotometri UV-VIS ?
- c. Apakah metode APHA 3500-Cr modifikasi lebih efektif dibandingkan dengan metode standar APHA 3500-Cr dan metode ASTM D 1687-92 ?

## **C. Tujuan dan Manfaat Penelitian**

### **1. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah :

- a. Mengetahui kondisi optimum penentuan  $\text{Cr}^{+6}$  ATR Kartini dengan menggunakan metode APHA 3500-Cr modifikasi.
- b. Menentukan konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  ATR Kartini dengan menggunakan metode spektrofotometri UV-VIS.
- c. Mengetahui keefektifan metode APHA 3500-Cr dan modifikasinya serta metode ASTM D 1687-92 untuk menentukan konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  ATR Kartini.

### **2. Manfaat Penelitian**

- a. Memberikan suatu alternatif penentuan  $\text{Cr}^{+6}$  ATR Kartini.
- b. Secara teoritis dapat menentukan kondisi yang optimal penentuan  $\text{Cr}^{+6}$  ATR Kartini.

## **BAB II**

### **LANDASAN TEORI**

#### **A. Tinjauan Pustaka**

Pada bagian ini dikemukakan teori-teori atau penelitian yang telah dilakukan sebelumnya yang mendasari penelitian yang dilakukan.

##### 1. Penentuan Cr dalam Air

Cr dalam air dapat ditentukan dengan beberapa metode, salah satunya yaitu dengan metode spektrofotometri UV-VIS. Logam yang ditentukan dengan spektrofotometri UV-VIS harus dalam bentuk kompleks berwarna.

##### a. Metode Spektrofotometri UV-VIS

Ada beberapa metode untuk penentuan logam dalam air diantaranya metode APHA (*American Public Health Association*) dan ASTM (*American Society for Testing and Materials*). Kedua metode ini merupakan metode standar yang sudah diakui secara internasional dan banyak digunakan oleh dunia pendidikan, pemerintahan, dan kalangan industri. Dalam penentuan logam Cr digunakan APHA 3500-Cr dan ASTM D 1687-92.

##### 1). APHA 3500-Cr

Penentuan Cr dalam air dengan APHA 3500-Cr, digunakan Diphenylcarbazine sebagai pengompleks. Prinsip dari metode ini dapat diterangkan sebagai berikut: penentuan Cr dapat dilakukan dengan menambahkan pengompleks diphenylcarbazine pada pH asam sehingga nanti akan memberikan warna ungu violet. Intensitas warna yang terbentuk dipengaruhi oleh konsentrasi Cr, waktu reaksi, pH, dan volume pengompleks. Pengaruh dari ion-ion lain tidak dilakukan karena keberadaan Cr yang sangat kecil dalam sampel dan memerlukan cara yang cukup rumit (Clesceri, Greenberg, and Eaton, 1998).

##### 2). ASTM D 1687-92

Identik dengan metode APHA 3500-Cr, dalam metode ASTM D 1687-92 juga digunakan pengompleks Diphenylcarbazine. Prinsip dari metode ini yaitu penentuan Cr dilakukan dalam kondisi asam dengan menambahkan pengompleks

diphenylcarbazine. Pembentukan kompleks ditandai dengan pembentukan warna violet. Intensitas warna juga dipengaruhi oleh waktu kestabilan kompleks, pH, dan volume pengompleks. Metode ini dikhususkan untuk penentuan ion Cr (VI) (Storer, Cornillot, Fazio and Shupak, 1998).

### 3). APHA 3500-Cr Modifikasi

Metode standar APHA 3500-Cr dilakukan modifikasi dengan mengganti atau mengubah satu atau lebih konsentrasi pereaksinya tanpa mengubah prinsip kerja dari metode asli. Kemudian dalam metode ini dilakukan optimasi yang meliputi panjang gelombang, waktu kestabilan, pH, dan volume pengompleks. Optimasi dilakukan karena pengukuran menggunakan suatu alat spektrofotometri dapat menghasilkan hasil yang berbeda dengan harga asli karena kemungkinan-kemungkinan dibawah ini seperti resolusi yang berbeda, faktor manusia, dan faktor bahan.

#### b. Kromium (Cr)

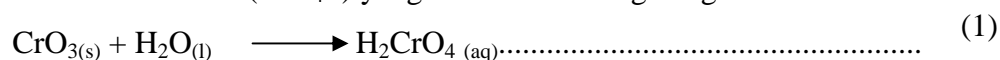
Krom merupakan zat yang bersifat toksik baik bagi kehidupan manusia maupun lingkungan perairan. Batas maksimum bagi  $\text{Cr}^{+6}$  adalah 0,1 mg/L sedangkan untuk Cr total adalah 0,5 mg/L untuk air limbah kegiatan industri (PERDA Jawa Tengah, no 10/2004).

Keberadaan logam ini biasanya berasal dari kegiatan rumah tangga, pembakaran mobilisasi bahan bakar serta air limbah industri seperti industri tekstil, cat, penyamakan kulit dan pelapisan logam (Palar, 1994).

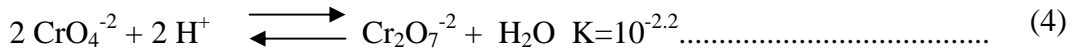
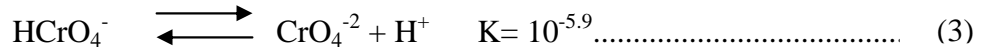
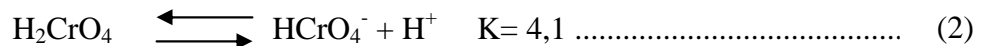
Krom yang berbahaya ini mempunyai beberapa bilangan oksidasi antara lain Cr (III) dan Cr(VI). Di perairan air tawar Cr (III) biasanya selalu berada sebagai kation  $\text{Cr}^{+3}$ , sedangkan Cr(VI) selalu berada sebagai anionnya yaitu kromat ( $\text{CrO}_4^{-2}$ ) dan bikromat ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$ ).

Krom mempunyai nomor atom 24, massa atom relatif 51,996 dan bilangan oksidasinya dari 0 sampai +6 tetapi hanya +3 dan +6 yang banyak dikenal dan berkaitan dengan kesehatan manusia (Russel, 1981).

Kromium (VI) biasanya berasal dari oksida  $\text{CrO}_3$  pada pH diatas 6 membentuk ion kromat ( $\text{CrO}_4^{-2}$ ) yang berwarna kuning dengan reaksi:



Pada pH antara 2 sampai 6 oksida krom tersebut membentuk  $\text{HCrO}_4^-$  yang berada dalam kesetimbangan dengan ion kromat  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  yang berwarna merah jingga. Pada pH di bawah 1, spesies utama dalam larutan ini adalah  $\text{H}_2\text{CrO}_4$ . Menurut Benefeld and Weard (1982) reaksi kesetimbangannya adalah

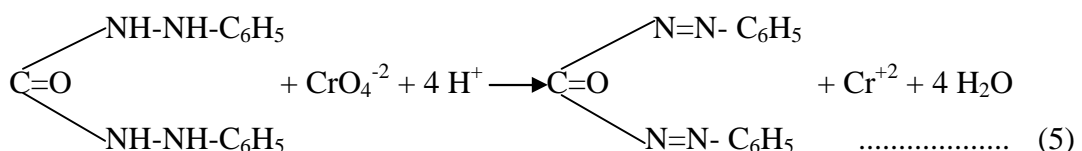


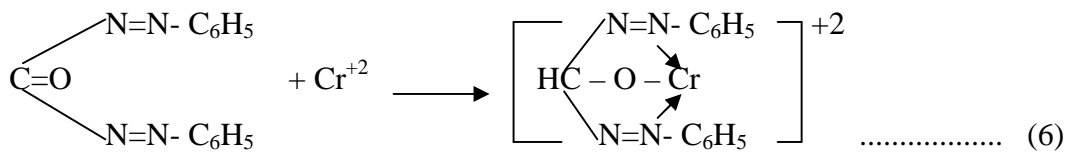
### c. Kompleks Cr

Salah satu cara yang banyak dilakukan dalam menganalisis suatu senyawa adalah dengan mereaksikan senyawa tersebut dengan suatu pereaksi sehingga akan terbentuk suatu senyawa/ion kompleks. Terbentuknya senyawa/ion kompleks inilah yang akan dianalisis. Ion kompleks tersusun dari satu ion/atom yang dikelilingi oleh ion-ion atau molekul-molekul netral yang disebut ligan. Banyaknya ligan yang mengelilingi atom/ion pusat disebut bilangan koordinasi. (Day and Underwood, 1994).

Ligan yang digunakan sebagai pereaksi pembentuk senyawa kompleks dengan ion logam Cr dalam penelitian ini adalah Diphenylcarbazide. Metode standard method 3500-Cr yang digunakan dalam penentuan Cr ATR pada reaktor penelitian Kartini, sangat dipengaruhi oleh pH. Sistem dibuat pH antara 0,5-2,5, agar kompleks  $\text{Cr}^{+6}$  dengan Diphenylcarbazide sebagai pengompleks dapat terjadi. Pada pH basa kompleks yang diinginkan tidak akan terjadi.

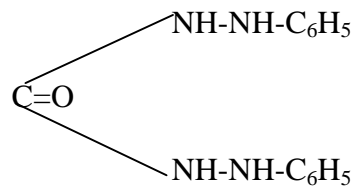
Menurut Vogel (1990), pada pengujian  $\text{Cr}^{+6}$  secara kuantitatif dapat dilakukan dengan metode kolometri yaitu mereaksikannya dengan Diphenylcarbazide dalam larutan asam.  $\text{Cr}^{+6}$  direduksi menjadi  $\text{Cr}^{+2}$  sehingga terbentuk Diphenylcarbazone, hasil reaksi seterusnya menghasilkan suatu kompleks berwarna violet dengan reaksi:





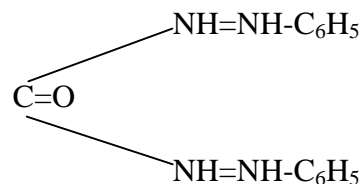
d. Pengompleks Diphenylcarbazine

Menurut Sandell (1959), diphenylcarbazine adalah suatu reagen yang sangat baik untuk penentuan kromium (VI), dalam suasana asam memberikan larutan berwarna merah violet. Diphenylcarbazine mempunyai rumus struktur :



Gambar 1. Struktur Diphenylcarbazine (Vogel, 1990)

Diphenylcarbazine akan membentuk diphenylcarbazone sebagai akibat reduksi dari  $\text{Cr}^{+6}$  menjadi  $\text{Cr}^{+2}$  dan selanjutnya akan memberikan warna merah violet. Reagen ini kurang baik untuk penentuan logam lain seperti merkuri kecuali kromium sebagai kromat. Diphenylcarbazone memiliki struktur :



Gambar 2 Struktur Diphenylcarbazone (Vogel, 1990)

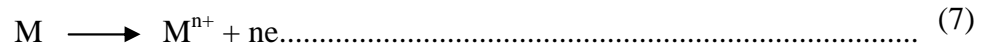
2. Air Tangki Reaktor (ATR)

Reaktor penelitian yang telah dioperasikan dalam jangka waktu lama, kimia air menjadi komponen penting untuk ditangani dengan lebih serius. Hal ini disebabkan air yang tidak memenuhi persyaratan kualitas akan menjadi substansi yang korosif. Korosi adalah peristiwa hilangnya elektron dari logam ke lingkungan (air dan  $\text{O}_2$ ), serta membentuk produk korosi yang berupa oksida pada permukaan logam tersebut atau rusaknya logam sebagai akibat reaksi dengan

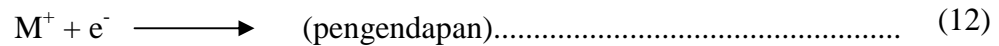
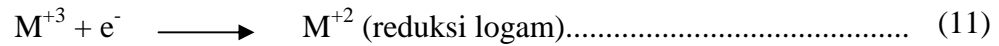
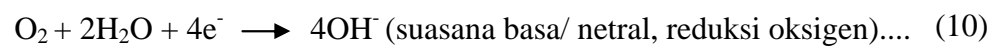
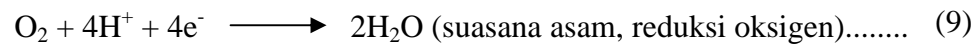


lingkungan. Proses korosi menyangkut reaksi oksidasi (terjadi pada anoda) dan reaksi reduksi (terjadi pada katoda). Secara umum proses korosi dapat ditulis sebagai berikut:

Anoda:



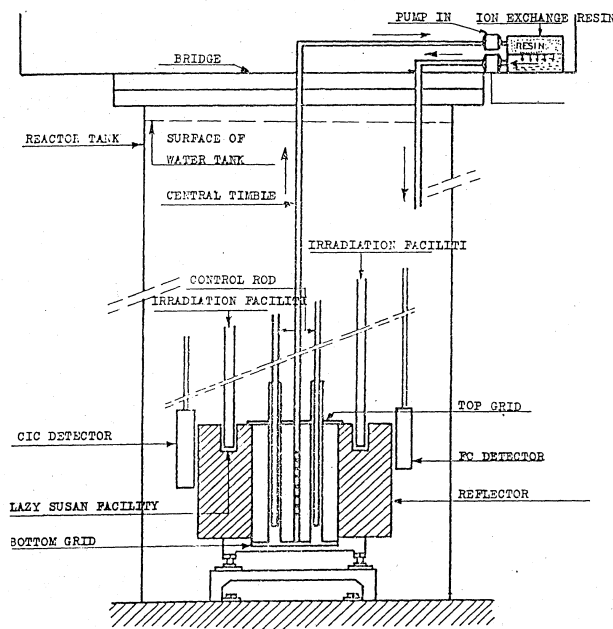
Katoda:



Air bebas mineral yang digunakan sebagai ATR pada reaktor penelitian Kartini dibuat dengan alat pemurnian air merk KOTERMAN yang menggunakan dua kolom resin penukaran ion yaitu kolom resin penukar kation dan penukar anion yang digunakan adalah jenis IRN 2000 dengan jumlah masing-masing 100 kg. Air bahan dasar yang diolah dalam sistem ini adalah air sumur/air tanah di sekitar lokasi reaktor yang mempunyai konduktivitas sekitar 200  $\mu\text{S/cm}$ . Kapasitas produksi sistem ini adalah 20 liter air bebas mineral/menit (1200 liter per jam). Produk air bebas mineral dari alat ini diukur konduktivitasnya yang harus lebih kecil dari 0.5  $\mu\text{S/cm}$ . Apabila tidak diperoleh hasil dengan kualitas tersebut, maka air disirkulasi terus hingga diperoleh konduktivitas yang diinginkan yaitu maksimal 0.5  $\mu\text{S/cm}$ . Jika cara ini tidak berhasil maka dilakukan regenerasi resin dengan menggunakan regeneran HCl 30 % untuk resin penukar kation dan NaOH 30 % untuk resin penukar anion, sedemikian hingga diperoleh hasil air dengan konduktivitas lebih kecil dari 0.5  $\mu\text{S/cm}$ . Kualitas air bebas mineral ini hanya dilihat dari parameter konduktivitas listrik yaitu lebih kecil dari 0.5  $\mu\text{S/cm}$  dan pH dalam rentang 5.5 s/d 6.5. Selanjutnya air bebas mineral ini digunakan sebagai air tangki reaktor Kartini.

Tangki reaktor pada reaktor penelitian Kartini terbuat dari bahan aluminium tipe AA 1050. Aluminium tipe AA 1050 ini mempunyai komposisi logam sebagai berikut : Si = 1.00 %; Fe = 1.00 %; Cu = 0.20 %; Mn = 0.05 %; Zn

= 0.10 % dan Al = 97.64 %. Struktur tangki reaktor ditunjukkan gambar 3 (Sutjipto, dkk; 1991).



Gambar 3. Struktur Tangki Reaktor (Sardjono, Syarip, dan Salman; 1989)

Kualitas ATR dikendalikan dengan menggunakan sistem purifikasi *mixed bed* pada laju aliran 10 % dari laju aliran pendingin primer. Jenis resin yang digunakan adalah IRN 150 sejumlah kurang lebih 150 liter. Kualitas air keluaran ditunjukkan dengan tahanan air tidak lebih dari 6.5 mega Ohm yang diukur dengan alat pengukur tahanan. Secara keseluruhan kualitas air tangki selama reaktor beroperasi seperti ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Persyaratan Kualitas Air Tangki Reaktor Kartini menurut Biro Pengawasan Tenaga Atom (Sumijanto, 2003)

| NO. | Parameter                                   | Syarat yang diminta             |
|-----|---|---------------------------------|
| 1.  | pH air tangki reaktor                       | 5.5-6.5                         |
| 2.  | Si, Mg, Ca, Na                              | < 1 ppm                         |
| 3.  | Konduktivitas air tangki reaktor            | 0.2-0.5 $\mu\text{S}/\text{cm}$ |
| 4.  | Tinggi air tangki reaktor dari bibir tangki | 10-20 cm                        |
| 5.  | Suhu air tangki reaktor                     | <40 $^{\circ}\text{C}$          |

Tabel 2. Persyaratan Air Pendingin Primer Reaktor Kartini dan Pemeriksaannya menurut Biro Pengawasan Tenaga Atom (Basuki, dkk : 21 April 2003)

| No | Metode        | Keselamatan | Monitoring                                |
|----|---------------|-------------|---|
| 1  | PH            | 5,5-6,5     | 5,5-6                                     |
| 2  | Konduktifitas | < 3,5 m mho | 0,300-0,33 m mho                          |
| 3  | Kadar unsur   |             | <b>(Metode F-AAS)</b>                     |
|    | Ca            | < 1 ppm     | 0,50 ± 0,10 (limit deteksi 0,16 ppm)      |
|    | Mg            | < 1 ppm     | 0,30 ± 0,02 (limit deteksi 0,05 ppm)      |
|    | Si            | < 1 ppm     | tidak terdeteksi (limit deteksi 6,51 ppm) |
|    | Na            | < 1 ppm     | tidak terdeteksi (limit deteksi 4,59 ppm) |
|    | Fe            | < 1 ppm     | 0,83 ± 0,03 (limit deteksi 0,04 ppm)      |
|    | Cr            | < 1 ppm     | tidak terdeteksi (limit deteksi 0,03 ppm) |
|    | Mn            | < 1 ppm     | tidak terdeteksi (limit deteksi 0,02 ppm) |

Akibat adanya reaksi pembelahan inti di dalam bahan bakar reaktor, maka akan timbul panas. Panas yang timbul ini harus diambil dari dalam teras reaktor agar tidak terjadi panas berlebih. Pada reaktor daya, panas ini dimanfaatkan untuk menghasilkan uap yang dipakai untuk memutar turbin sehingga menghasilkan daya listrik, sedangkan di reaktor penelitian panas ini harus dikeluarkan agar suhu air pendingin tidak semakin tinggi akibat akumulasi panas.

Untuk pengambilan panas tersebut digunakan zat alir, bisa berupa zat cair atau gas yang disebut zat pendingin atau coolant. Menurut Basuki dkk, 17 April 2003 untuk bisa dipakai zat pendingin di dalam reaktor, maka zat ini harus memenuhi beberapa persyaratan yaitu :

- a. Mempunyai kestabilan kimia yang cukup tinggi walaupun berada di dekat reaksi inti.
- b. Mempunyai kapasitas panas dan daya hantar panas yang tinggi.
- c. Tidak bersifat korosif terhadap bahan struktur reaktor dan kelongsong bahan bakar.
- d. Mempunyai penampang serapan neutron yang kecil.

Beberapa zat pendingin yang lazim dipakai dalam berbagai jenis reaktor adalah gas CO<sub>2</sub>, gas He, H<sub>2</sub>O, D<sub>2</sub>O dan natrium cair. Pemilihan zat pendingin tergantung pada jenis reaktor, bahan bakar dan moderator yang dipakai. Air berfungsi sebagai moderator, pendingin pelarut dan bahan perisai, karena air yang

terkena radiasi energi tinggi menyebabkan terdekomposisi menjadi hidrogen (H<sub>2</sub>), hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) dan oksida (O<sub>2</sub>). Pada reaktor Kartini zat pendingin yang digunakan adalah air bebas mineral dengan kualitas/spesifikasi teknis tertentu, sesuai dengan uraian di atas (Apriyanto dan Wijaya, 2002).

### 3. Metode Analisis Spektrofotometri

Metode analisis spektrofotometri banyak digunakan sebagai metode analisis kuantitatif disamping metode-metode analisis lain, seperti spektrografi emisi, spektrometri pendar sinar X. Analisis dengan metode spektrometri ini berdasarkan pengukuran spektrum sinar yang diserap oleh larutan. Larutan yang kurang peka, dapat ditingkatkan kepekaannya, dengan cara membentuk kompleks. Kompleks yang terbentuk biasanya berwarna dan menaikkan kepekaan sampai beberapa kali lipat. Intensitas sinar setelah melalui larutan diubah oleh fotosel menjadi tenaga listrik. Besar intensitas sinar tersebut bergantung pada konsentrasi unsur dalam larutan.

#### a. Antaraksi Energi Cahaya dengan Molekul

Teori gelombang (dari) cahaya menjelaskan banyak gejala optis, seperti pemantulan, pembiasan dan lenturan (difraksi), namun ada hasil-hasil eksperimen seperti efek fotolistrik, yang paling baik ditafsirkan menurut gagasan bahwa seberkas cahaya adalah aliran paket-paket energi butiran yang disebut foton. Masing-masing partikel memiliki energi yang karakteristik yang dihubungkan dengan frekuensi cahaya oleh persamaan

$$E = h \cdot \nu = h \cdot \frac{c}{\lambda} \dots\dots\dots(13)$$

dimana E : energi cahaya

H : konstanta planck (6,626 x 10<sup>-34</sup> J.s)

ν : frekuensi (Hz)

c : kecepatan cahaya (3 x 10<sup>8</sup> m/s)

λ : panjang gelombang (m)

Cahaya dengan frekuensi tertentu (atau panjang gelombang tertentu) dikaitkan dengan foton-foton, yang masing-masing memiliki kuantitas energi yang

terpastikan. Seperti diterangkan di bawah, kuantitas energi yang dimiliki foton inilah yang menetapkan apakah suatu spesies molekul tertentu akan menyerap ataukah meneruskan cahaya dengan panjang gelombang padanannya.

#### b. Teori Spektrofotometri

Bila seberkas sinar melalui suatu medium, maka sebagian sinar datang akan diserap oleh medium, ada yang diteruskan dan ada yang dipantulkan. Bila intensitas sinar datang dinyatakan dengan  $I_0$ , intensitas sinar yang diserap dengan  $I_a$ , sedang yang diteruskan  $I_t$  dan yang dipantulkan  $I_r$  maka:

$$I_0 = I_a + I_t + I_r \dots\dots\dots (14)$$

$I_r$  pada umumnya dapat diabaikan dengan menggunakan medium pembanding sehingga diperoleh:

$$I_0 = I_a + I_t \dots\dots\dots (15)$$

Hukum Lambert menyatakan: apabila sinar monokromatis melalui suatu medium yang tembus cahaya maka kecepatan berkurangnya intensitas terhadap tebal medium sebanding dengan berkurangnya intensitas sinar datang. Dengan kata lain intensitas sinar yang dipancarkan berkurang secara eksponensial sesuai dengan bertambahnya ketebalan medium penyerap secara aritmatik.

$$-dI/dt = kI \dots\dots\dots (16)$$

$$-dI = kI dt \dots\dots\dots (17)$$

Persamaan ini diintegrasikan dan diambil  $I_0$  untuk  $t = 0$ , maka diperoleh:

$$\ln I_0/I_t = k.t \dots\dots\dots (18)$$

$$I_t = I_0 e^{-k.t} \dots\dots\dots (19)$$

dimana :

$I_0$  : intensitas sinar datang

$I_t$  : intensitas sinar yang diteruskan

$K$  : tetapan (pada panjang gelombang dan medium yang diteruskan)

Persamaan (19) dapat ditulis:

$$I_t = I_0 10^{-0,4343 k.t} \dots\dots\dots (20)$$

$$I_t = I_0 10^{-k.t} \dots\dots\dots (21)$$

dimana  $K = k/2,3026$  disebut tetapan ekstingsi

$I_t/I_0 = T$ , transmitasi

$\text{Log } I_0/I_t = \log 1/T = -\log T = A$ , absorbansi

Sedangkan Beer merumuskan hubungan antara intensitas sinar yang diteruskan dengan konsentrasi komponen berwarna suatu larutan, yaitu intensitas suatu berkas sinar monokromatis berkurang secara eksponensial setelah melalui medium (larutan) sesuai dengan bertambahnya konsentrasi medium secara aritmatik.

$$I_t = I_0 e^{-k'c} \dots\dots\dots (22)$$

$$I_t = I_0 10^{-0,4343 k' \cdot c} \dots\dots\dots (23)$$

$$I_t = I_0 10^{-k' \cdot c} \dots\dots\dots (24)$$

dari persamaan (21) dan (24) diperoleh:

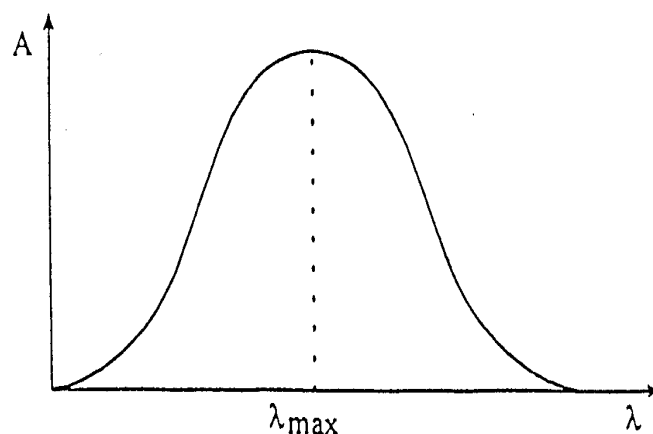
$$I_t = I_0 10^{-\epsilon \cdot c \cdot t} \dots\dots\dots (25)$$

$$\text{Log } I_0/I_t = \epsilon \cdot c \cdot t \dots\dots\dots (26)$$

$$A = \epsilon \cdot c \cdot t \dots\dots\dots (27)$$

dimana  $\epsilon$  adalah tetapan absorbansi molar (tetapan ekstingsi molar).

Persamaan (27) diatas merupakan persamaan dasar dalam spektrofotometri dan umum disebut hukum Lambert-Beer (Day and Underwood : 1994).

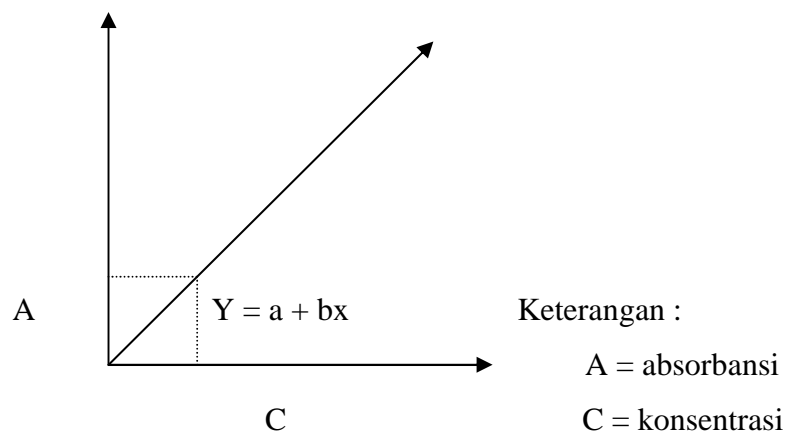


A = Absorbansi  
 $\lambda$  = Panjang Gelombang

Gambar 4 Spektrum serap (Day and Underwood : 1994)

c. Pemakaian Hukum Lambert-Beer

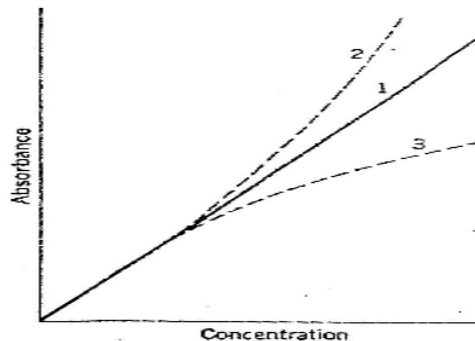
Dari persamaan (27) dapat dilihat bahwa jika tebal medium tetap maka konsentrasi akan sebanding dengan absorbansi. Dengan menggambar A sebagai ordinat dan konsentrasi (C) sebagai absis, seperti pada Gambar 5, akan diperoleh suatu kurva standar yang dapat digunakan untuk analisis kuantitatif dari senyawa atau unsur yang sama.



Gambar 5. Kurva standar (Day and Underwood : 1994)

d. Keabsahan Hukum Beer

Kondisi berikut adalah sahnya hukum Beer. Cahaya yang digunakan harus monokromatis, bila tidak demikian maka akan diperoleh dua nilai absorbansi pada dua panjang gelombang. Hukum tersebut tidak diikuti oleh larutan yang pekat. Konsentrasi lebih tinggi untuk beberapa garam tidak berwarna justru mempunyai efek absorpsi yang berlawanan. Larutan yang bersifat memencarkan pendar-flour atau suspensi tidak selalu mengikuti hukum Beer. Jika selama pengukuran pada larutan encer terjadi reaksi kimia seperti polimerisasi, hidrolisis, asosiasi atau disosiasi, maka hukum Beer tidak berlaku. Jika suatu sistem mengikuti hukum Beer, grafik antara absorbansi terhadap konsentrasi (Gambar 6) akan menghasilkan garis lurus melalui (0,0). Jika hukum Beer benar-benar diikuti maka grafik tersebut dapat disebut sebagai kurva kalibrasi. Arah dari grafik tersebut adalah ab dapat digunakan untuk menghitung absorbtivitas molar.



Gambar 6. Hukum Beer (1) sesuai, (2) deviasi positif, dan (3) deviasi negatif (Day and Underwood : 1994)

e. Galat dalam Spektrofotometri

Galat dalam pengukuran spektrofotometer dapat timbul dari beberapa sebab antara lain dari instrumentasi. Sel sampel harus bersih. Bekas jari dapat menyerap radiasi ultraviolet. Penempatan sel dalam berkas harus dapat diulang (*reproduksibel*). Gelembung gas tidak boleh ada dalam jalan optis. Kalibrasi panjang gelombang instrumen hendaknya kadang-kadang diperiksa dan hanyutan (*drift*) atau ketidakstabilan dalam rangkaian harus dikoreksi. Tidak boleh diandaikan bahwa hukum Beer berlaku untuk sistem kimia yang belum teruji. Ketidakstabilan sampel dapat menimbulkan galat jika pengukuran tidak ditentukan waktunya dengan seksama.

Konsentrasi spesies penyerap sangat penting dalam menetapkan galat setelah galat lain yang dapat dikembalikan itu diminimalkan. Secara intuitif masuk akal bahwa larutan yang akan diukur tidak boleh menyerap praktis semua radiasi atau hampir tak menyerap apapun. Maka dapat diharapkan bahwa galat dalam menetapkan konsentrasi secara spektrofotometri akan minimal pada suatu nilai absorbansi ditengah-tengah yang jauh dari dua ujung skala. Suatu rumus dapat diturunkan dari hukum Beer yang menunjukkan dimana terdapat galat minimal.

$$A = \log \frac{P_0}{P} = \frac{1}{2,3} \ln \frac{P_0}{P} = e bc \dots \dots \dots (28)$$

dimana A : absorbansi

$P_0$  : intensitas sinar datang

P : intensitas sinar yang diteruskan



$e$  : tetapan ekstingsi molar

$b$  : tebal medium

$c$  : konsentrasi medium

Diambil galat relatif konsentrasi sebagai  $dc/c = dA/A$ . Dengan diferensiasi hukum Beer,  $A = (1/2,3)\ln(P_0/P)$ , diperoleh:

$$dA = \frac{1}{2,3} d \ln \frac{P_0}{P} = \frac{(-P_0/P^2)dP}{2,3(P_0/P)} \dots\dots\dots (29)$$

pembagi dan pembilang dibagi dengan  $P_0/P$ , menghasilkan:

$$dA = -\frac{(1/P) dP}{2,3} = -\frac{dP}{2,3P} \dots\dots\dots (30)$$

kedua ruas dibagi dengan  $A$ , diperoleh:

$$\frac{dA}{A} = -\frac{dP}{2,3PA} \dots\dots\dots (31)$$

dari hukum Beer,  $P = P_0 \times 10^{-A}$ , substitusi kedalam rumus diatas:

$$\frac{dA}{A} = -\frac{dP}{2,3AP_0 \times 10^{-A}} = \frac{dc}{c} \dots\dots\dots (32)$$

Persamaan (32) dinormalisasi dengan mengambil  $P_0 = 1$ , yang berpadanan dengan operasi nyata yang lazim dari penyetelan instrumen ke 100% T, atau nol absorbans dengan larutan pembanding ada dalam berkas cahaya. Ini memberikan:

$$\frac{dc}{c} = -\frac{dP}{2,3A \times 10^{-A}} \dots\dots\dots (33)$$

Minimum dalam  $dc/c$  akan terjadi bila  $A \times 10^{-A}$  maksimum. Untuk mencari maksimum ini, diferensiasikan dan turunannya disamakan dengan nol.

$$\frac{d(A \times 10^{-A})}{dA} = 10^{-A} - 2,3A \times 10^{-A} = 0 \dots\dots\dots (34)$$

atau

$$10^{-A}(1-2,3A) = 0 \dots\dots\dots (35)$$

Jika  $10^{-A}$  nol,  $A$  tak terhingga dan galat juga tak terhingga. Jika faktor yang lain disamakan dengan nol, dihasilkan:

$$1 - 2,3A = 0 \dots\dots\dots (36)$$

$$2,3A = 1 \dots\dots\dots (37)$$

$$A = \frac{1}{2,3} = 0,43 \dots \dots \dots (38)$$

suatu absorbans sebesar 0,43 berpadanan dengan 36,8% transmitrans.

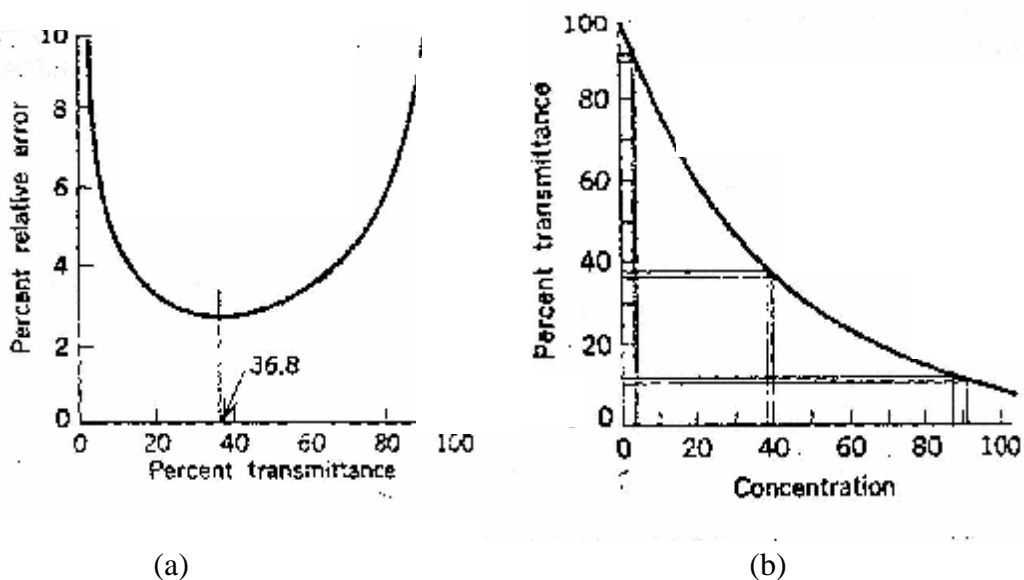
Faktor  $dP$  dalam persamaan diatas, dengan mengikuti praktek yang lazim dalam kalkulus, dapat diambil sebagai pendekatan dari  $\Delta P$ , galat dalam  $P$ . Seringkali ini disebut galat fotometrik, dan untuk maksud menyatakan ketidakpastian dalam membaca skala instrumen. Ketidakpastian ini dianggap tetap dalam, dan agaknya secara kasar dengan demikian instrumen-instrumen yang nyata. Untuk menemukan galat relatif konsentrasi sebagai fungsi fotometrik pada konsentrasi yang optimal, masukkan 0,43 sebagai ganti  $A$  dalam persamaan diatas untuk  $dc/c$ :

$$\frac{dc}{c} = -\frac{dP}{2,3 \times 0,43 \times 10^{-0,43}} = -2,72 dP \dots \dots \dots (39)$$

jadi jika dibuat galat 1% dalam pembacaan instrumen, maka galat relatif dalam  $c$  paling baik adalah 2,27%, dengan nilai absorbans diatas dan dibawah 0,43, galat itu akan lebih besar dari 2,27%. Galat fotometrik dapat berjangka dari 0,1% ke beberapa persen, bergantung pada instrumen yang digunakan.

Galat relatif dari konsentrasi yang diakibatkan oleh galat fotometrik 1% dialurkan terhadap transmittan persen dalam Gambar 7. Kurvanya mendekati takterhingga baik pada 0%  $T$  maupun 100%  $T$ , melewati suatu minimum pada 36,8%  $T$ , namun sebenarnya dalam suatu jangka yang cukup lebar, katakan 10-80%  $T$ , nilai itu tidak jauh dari nilai minimal (nilai absorbans antara kira-kira 0,1 ke 1,0). Galat tertentu dalam mengukur %  $T$  akan mengakibatkan galat  $\Delta c$  yang kecil dalam konsentrasi pada konsentrasi yang sangat rendah karena kurva %  $T$  lawan  $c$  sangat curam. Namun dimana  $c$  sangat kecil, galat  $c$  yang kecil akan memberikan galat relatif  $\Delta c/c$  yang besar. Pada konsentrasi tinggi galat %  $T$  yang sama akan memberikan galat mutlak (dari) yang jauh lebih besar karena kurva %  $T$  lawan  $c$  jauh lebih datar. Pada daerah diantara keduanya, akan terdapat titik dimana kedua efek ini bertemu dan memberikan galat relatif  $\Delta c/c$  yang minimal. Kebetulan ini terjadi pada 36,8%  $T$ .

Dalam pembahasan tersebut diatas, diandaikan bahwa galat dalam mengukur transmitans itu konstan, tak bergantung pada nilai transmitan, galat itu dianggap seluruhnya timbul dari ketidakpastian dalam membaca skala instrumen. Sebaliknya dalam beberapa dari instrumen modern yang terbaik, faktor pembatas kecermatan terletak dilain tempat, biasanya dalam tingkat bisingan rangkaian detektor. Dalam kasus-kasus semacam itu,  $dP$  tidaklah konstan, dan diperoleh fungsi galat yang berbeda, yang bernilai minimal tidak pada 36,8% T, melainkan pada nilai T yang lebih rendah. Sebenarnya, dengan suatu instrumen yang rumitpun, sukar untuk memutuskan faktor mana yang membatasi kecermatan. Jadi bagaimana  $dP$  akan berubah dengan perubahan P mungkin tidak jelas, dan mungkin tidak sah untuk menghitung nilai % T yang sesuai dengan galat minimal. Dengan instrumen UV-Vis berkualitas tinggi yang modern, galat relatif terkecil agaknya terletak pada absorbansi didekat 0.86 (~14% T) (Day and Underwood : 1994).



Gambar 7. (a) Grafik kesalahan relatif sebagai fungsi transmitansi, (b) Hukum Beer, diplotkan sebagai transmitansi versus konsentrasi (Day and Underwood : 1994)

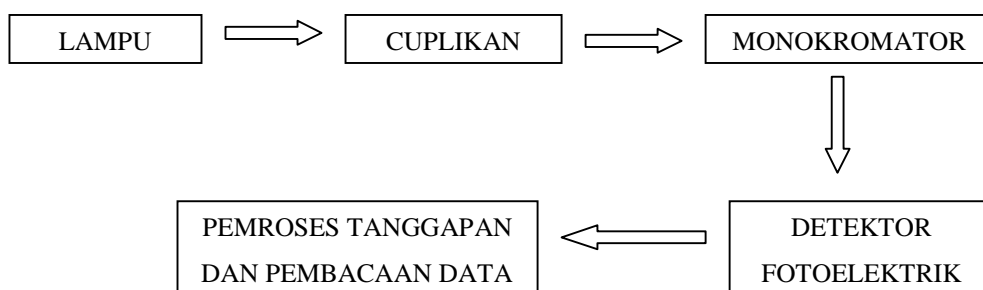
#### f. Instrumentasi Untuk Spektrofotometri

Spektrofotometer sesuai dengan namanya adalah alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Jadi spektrofotometer digunakan untuk mengukur energi cahaya secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direflaksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang. Kelebihan spektrofotometer dibandingkan fotometer, adalah panjang gelombang sinar dapat lebih terseleksi, karena sebelumnya sinar diurai dengan alat pengurai, seperti prisma, kisi (grating) ataupun celah optik. Pada fotometer, sinar dengan panjang gelombang yang diinginkan diperoleh dengan menggunakan filter dari berbagai warna, yang mempunyai spesifikasi panjang gelombang tertentu. Pada fotometer filter, tidak mungkin diperoleh panjang gelombang yang benar-benar monokromatis, melainkan suatu trayek dengan panjang gelombang 30-40 nm. Sedangkan pada spektrofotometer panjang gelombang yang benar-benar terseleksi dapat diperoleh dengan bantuan alat pengurai cahaya seperti prisma. Suatu spektrofotometer tersusun dari sumber spektrum sinar tampak yang sinambung, dan monokromatis. Sel pengabsorpsi untuk mengukur perbedaan absorpsi antara cuplikan dengan blanko ataupun pembanding.

Semua metode pengukuran yang berdasarkan pada spektrum sinar, dinamakan metode spektrofotometri, sedang instrumennya disebut spektrofotometer. Spektrofotometer yang digunakan untuk pengukuran di daerah ultra violet dan di daerah tampak, disebut spektrofotometer UV-VIS (Ultra Violet-Visible). Semua metode spektrofotometri berdasarkan pada serapan sinar oleh senyawa yang ditentukan, sinar yang digunakan adalah sinar yang semonokromatis mungkin. Dikatakan semonokromatis mungkin karena sangat sulit memperoleh sinar monokromatis dengan intensitas yang mencukupi untuk spektrofotometri. Sinar monokromatis dapat diperoleh dengan cara menguraikan sinar menjadi spektrum sinar dengan berbagai panjang gelombang ( $\lambda$ ). Sinar polikromatis diuraikan oleh sebuah pengurai menjadi berbagai sinar dengan

panjang gelombang yang berlainan. Dengan menggunakan peralatan khusus akan dapat diperoleh pita sinar dengan kisaran panjang gelombang tertentu yang diinginkan., keseluruhan sistem yang menghasilkan pita cahaya tertentu tersebut dinamakan monokromator.

Semua monokromator untuk radiasi ultra violet, tampak, maupun infra merah mempunyai konstruksi teknik yang sama. Secara umum terdiri atas celah (slit), lensa, cermin, jendela, dan prisma atau kisi sebagai pengurai sinar, susunan lensa untuk memfokuskan sinar yang diinginkan kearah celah keluaran pita sinar. Untuk melindungi sistem optik, maka celah masuk dan celah keluar ditempatkan dalam satu jendela. Misalnya suatu sinar terdiri atas dua panjang gelombang setelah melewati celah masuk menuju ke lensa kolimat masih dalam keadaan menyebar, setelah melewati lensa kolimat sinar yang semula menyebar akan disejajarkan, kemudian masuk kedalam pengurai yang berbentuk prisma atau kisi, lalu menuju ke lensa pemfokus dan terjadilah penguraian sinar menjadi spektrum sinar, dengan berbagai panjang gelombang. Monokromator dengan menggunakan prisma relatif lebih murah harganya daripada dengan menggunakan kisi, tetapi hasil penguraian monokromator dengan kisi lebih baik. Pada pengembangan lebih lanjut sekarang sudah ada spektrofotometer yang tidak lagi menggunakan monokromator, tapi sinar langsung diterima oleh detektor yang di dalamnya dipasang sederetan diode, setiap diode hanya bisa mendeteksi sinar dengan panjang gelombang tertentu. Detektor ini dikenal sebagai *Diode Array Detector*. Secara umum diagram instrumen spektrometer dapat dilihat dalam gambar berikut



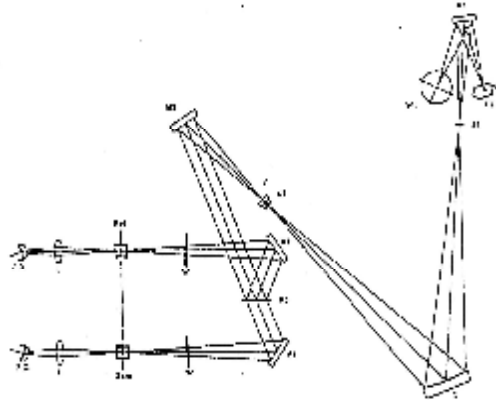
Gambar 8. Diagram Sederhana Instrumen Spektrofotometri

Sebagai sumber sinar digunakan lampu tungsten, wadah cuplikan (kuvet) dibuat dari plastik atau yang lebih baik dari gelas kuarsa. Gelas kuarsa bersifat transparan untuk daerah ultra violet sampai daerah tampak, sehingga tidak akan mengurangi intensitas sinar masuk ke dalam cuplikan. Monokromator lebih banyak menggunakan kisi karena daya pisahnya lebih baik. Detektor fotoelektrik biasanya menggunakan sel *Barrier Layer* yaitu suatu sel yang dapat mengubah tenaga radiasi menjadi tenaga listrik (Ridhayani, 1998).

Pada penelitian ini digunakan spektrofotometer UV-1601PC Shimadzu. Spektrofotometer UV-1601PC Shimadzu ini mempunyai spesifikasi sebagai berikut (Shimadzu,1996):

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| Range panjang gelombang              | 190 - 1100 nm   |
| Lebar pita spectra (lebar celah)     | 2 nm  |
| Resolusi                             | 0,1 nm  |
| Akurasi panjang gelombang            | +/- 0,5 nm  |
| Pengulangan panjang gelombang        | +/- 0,1 nm  |
| Kecepatan scanning panjang gelombang | Dalam kasusnya seting panjang gelombang :<br>Goto WL : Ca. 6000 nm/min<br><i>Fast</i> : Ca. 2800 nm/min (dengan interval sampling AUTO)<br><i>Middle</i> : Ca. 500 nm/min<br><i>Slow</i> : Ca. 300 nm/min<br><i>Very slow</i> : Ca.200 nm/min |
| Sistem fotometri                     | Berkas ganda  |
| Range fotometri                      | Absorbansi: -0,5 – 3,99 Abs<br>Transmitasi: 0 – 300 T%  |
| Akurasi fotometri                    | +/- 0,001 Abs pada 0,5Abs<br>+/- 0,004 Abs pada 1Abs  |

## Sistem Optik



Gambar 9. Skema Optik UV-1601PC

- D2 : Lampu deuterium
- WI : Lampu halogen
- F : Filter
- G : Grating
- S1 : Celah masuk
- S2 : Celah keluar
- W : lubang
- M1~M5 : Cermin (M3 setengah cermin)
- L : Lensa
- Sam : Sel untuk berkas sampel
- Ref : Sel untuk berkas blangko
- PD : Photo diode dector

Sinar yang diemisikan dari sumber (lampu deuterium, D<sub>2</sub> atau lampu halogen, WI) direfleksikan melalui cermin M<sub>1</sub> dan diproyeksikan ke monokromator. Sumber sinar dipilih secara otomatis tergantung panjang gelombang yang digunakan seperti berikut ini :

D<sub>2</sub> : sumber sinar untuk panjang gelombang 190-340 nm

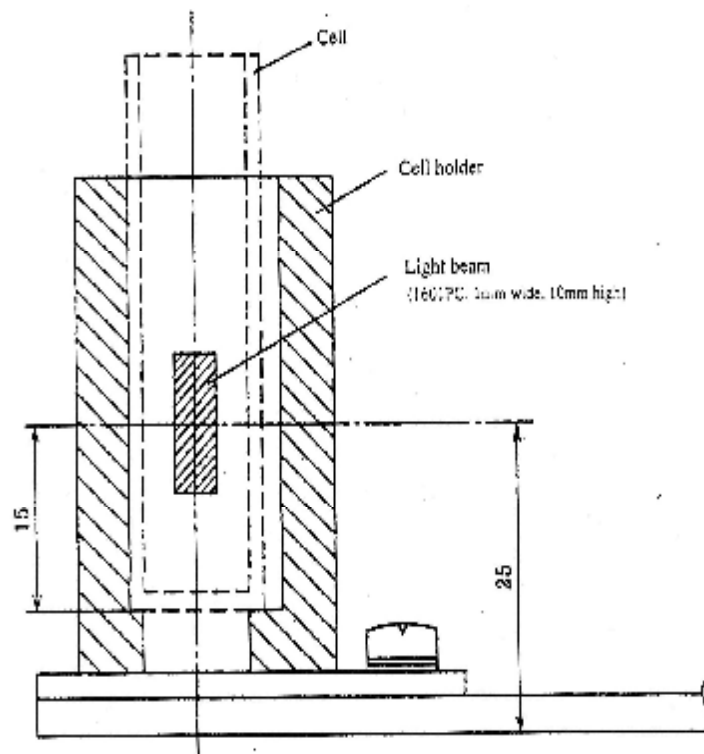
WI : Sumber sinar untuk panjang gelombang 340-1100 nm

Semua elemen optik kecuali sumber sinar tertutup dari udara dengan lubang W, untuk menjaga bebas dari debu. Lebar celah 2 nm. Desain shimadzu

grating holografi dengan panjang 900/mm memberikan energi optik yang tinggi dengan titik aberasi kecil. Berkas sinar keluar melewati monokromator menuju filter sinar F, berkas direfleksikan melalui cermin  $M_2$  dan terbagi ke berkas sampel dan blangko oleh setengah cermin  $M_3$ . Setelah keluar melewati sel sampel dan blangko, kedua berkas dideteksi oleh photodiode (PD).

Tampilan dari celah keluar  $S_2$  difokuskan pada posisi dekat sel. Gambar 9 menunjukkan hubungan antara posisi sel dan berkas sinar.. Letak menyilang dari berkas sinar pada sel lebar 1 mm dan panjang 10 mm.

Ketika sel mikro digunakan, ini direkomendasikan bahwa jenis tempat sel dengan tutup (P/N 204-06896) atau jenis tempat sel super mikro (P/N 206-14334) digunakan. Tutup hitam sel ada untuk mengurangi pengaruh radias

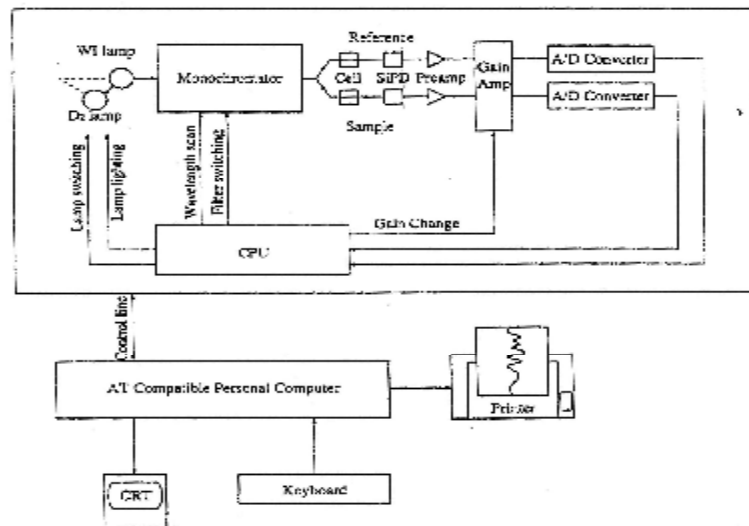


Gambar 10. Tempat Sel/Tempat Berkas Sinar Relatif



Berkas Elektrik

Gambar 11 menunjukkan sistem elektrik untuk UV-1601PC. Berkas sampel dan berkas blangko dideteksi oleh photodiode silikon. Hasil keluaran dari detektor diubah ke voltase pre-amplifier dan diatur oleh gain amplifier. Sinyal menuju ke pengubah A/D dan dibaca oleh microprocessor.



Gambar 11. Sistem Elektrik UV-1601PC

4. Evaluasi Data Analitik

a. Kesalahan Analisis Kimia

Kesalahan adalah selisih nilai pengamatan dan nilai sebenarnya (*true value*) pada setiap analisis kimia yang dihubungkan dengan suatu persamaan

$$E = (O-T) \dots\dots\dots (40)$$

dimana E = kesalahan mutlak, O = nilai pengamatan, T = nilai sebenarnya.

Biasanya kesalahan pengukuran adalah kebalikan dari ukuran akurasi (ketepatan) suatu pengukuran, yaitu makin kecil kesalahan, makin besar akurasi analisis. Kesalahan pada umumnya dinyatakan secara relatif sebagai:

$$\text{perseratus} \left( \frac{E}{T} \times 100 \right) = \% \text{ kesalahan} \dots\dots\dots (41)$$

$$\text{perseribu} \left( \frac{E}{T} \times 1000 \right) = \text{ppt} \dots\dots\dots (42)$$

## b. Validasi Metode

Tujuan utama yang harus dicapai oleh suatu laboratorium pengujian adalah dihasilkannya data hasil uji yang absah (*valid*). Secara sederhana hasil uji yang absah dapat digambarkan sebagai hasil uji yang mempunyai akurasi dan presisi yang baik. Metode uji memegang peranan yang sangat penting dalam memperoleh hasil uji yang memiliki akurasi dan presisi yang baik. Metode uji mempunyai atribut-atribut tertentu yang meliputi presisi, akurasi (persen *recovery*), bias, batas deteksi (MDL), persen D, persen RSD.

### 1) Presisi

Presisi adalah tingkat kedapat ulangan suatu set hasil uji diantara hasil-hasil itu sendiri. Presisi dicari dari persamaan 43:

$$\text{Presisi} = \sqrt{\frac{\sum \Delta^2}{n-1}} \dots\dots\dots (43)$$

dimana:  $\Delta$  = selisih nilai sebenarnya dengan nilai hasil penelitian

n = jumlah data

### 2) Akurasi (persen *recovery*)

Akurasi adalah kedekatan sebuah hasil uji atau rata-rata hasil uji ke nilai yang sebenarnya (*true value*). Persen *recovery* dalam validasi yang dapat diterima antara 80-120% serta 50-150% untuk MDL. Akurasi (persen *recovery*) dapat dihitung dengan persamaan 44:

$$\text{Persen } recovery = \frac{\text{harga hasil}}{\text{harga sebenarnya}} \times 100\% \dots\dots\dots (44)$$

### 3) Bias

Bias adalah tetapan deviasi harga pengukuran dari harga sebenarnya, karena kesalahan sistematik dalam prosedur. Bias dapat dihitung dengan persamaan 45:

$$\text{Bias} = \frac{\sum \Delta}{n} \dots\dots\dots (45)$$

dimana:  $\Delta$  = selisih nilai sebenarnya dengan nilai hasil penelitian

n = jumlah data

#### 4) Batas Deteksi (MDL)

Batas deteksi atau limit deteksi adalah suatu besaran yang menyatakan konsentrasi terkecil analit yang dapat memberikan respon yang secara signifikan dapat dibedakan dari variabilitas pengukuran blanko.

#### 5) Persen D

Persen D merupakan selisih nilai sebenarnya dengan nilai hasil penelitian dikalikan 100%.

$$\text{Persen D} = \frac{\text{harga sebenarnya} - \text{harga hasil}}{\text{harga sebenarnya}} \times 100\% \dots \dots \dots (46)$$

#### 6) Persen RSD

Persen RSD adalah standar deviasi dibagi nilai rata-rata hasil penelitian dikalikan 100%. Persen RSD yang dapat diterima adalah  $\leq 20\%$ .

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \dots \dots \dots (47)$$

dimana:  $\bar{x}$  = rata-rata

s = standar deviasi

### c. Ketidakpastian Pengukuran

*ISO Guide* mendefinisikan ketidakpastian pengukuran sebagai hasil pengukuran yang mengkarakterisasi dispersi nilai-nilai yang dapat dikenakan pada besaran ukur. Naskah aslinya berbunyi : “*Uncertainty of measurement is the parameter, associated with the result of a measurement, which characterizes the dispersion of the values that could reasonably be attributed to the measurand.*”

*ISO Guide* juga mendefinisikan ketidakpastian baku (standard uncertainty) sebagai ketidakpastian hasil pengukuran yang dinyatakan sebagai sebuah simpangan baku (*standard deviation*).

*ISO Guide* mendefinisikan dua jenis atau kategori komponen ketidakpastian, tipe A dan tipe B, yang dibedakan menurut metode evaluasinya.

Tipe A dievaluasi dengan menggunakan metode statistik baku untuk menganalisis satu himpunan atau sejumlah himpunan pengukuran, dan mencakup kesalahan-kesalahan acak. Kesalahan-kesalahan ini dikarakterisasikan dengan taksiran variansi atau simpangan baku, nilai rata-rata dan derajat kebebasan.

Tipe B dievaluasi dengan cara selain analisis statistik pada sejumlah pengamatan. Ketidakpastian ini mencakup kesalahan-kesalahan sistematis. Dalam mengevaluasinya, perlu dicari besaran yang diambil sebagai variansi (keberadaanya diasumsikan). Kesalahan-kesalahan ini dikarakterisasikan dengan taksiran variansi atau simpangan baku, nilai rata-rata (yang mungkin nol) dan derajat kebebasan.

Penerapan *ISO Guide* mempunyai besaran-besaran tertentu meliputi simpangan baku (*s*), banyaknya pengukuran (*n*), ketidakpastian baku (*u<sub>i</sub>*), derajat kebebasan (*v<sub>i</sub>*), koefisien sensitivitas (*c<sub>i</sub>*), ketidakpastian baku gabungan (*u<sub>c</sub>*), dan ketidakpastian terentang (*U*) (PPI-KIM, 2005).

- 1). Simpangan baku (*s*)

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{(n - 1)}} \dots\dots\dots (48)$$

- 2). Banyaknya pengukuran (*n*)

- 3). Ketidakpastian baku (*u<sub>i</sub>*)

Tipe A

$$u_i = \frac{s}{\sqrt{n}} \dots\dots\dots (49)$$

Tipe B

$$u_i = \frac{a_i}{D} \dots\dots\dots (50)$$

- 4). Derajat kebebasan (*v<sub>i</sub>*)

$$v_i = n - 1 \dots\dots\dots (51)$$

- 5). Koefisien sensitifitas (*c<sub>i</sub>*)

$$c_i = \partial y / \partial x_i \text{ atau } c_i = \Delta y / \Delta x_i \dots\dots\dots (52)$$

- 6). Ketidakpastian baku gabungan

$$u_c = \sqrt{\sum c_i^2 u_i^2} \dots\dots\dots (53)$$

- 7). Ketidakpastian terentang (54)

$$U = t.u_c \dots\dots\dots$$

t = factor- t student

d. Uji Signifikan

Hipotesis adalah asumsi atau dugaan mengenai sesuatu hal yang dibuat untuk menjelaskan hal itu yang sering dituntut untuk melakukan pengecekannya. Jika asumsi atau dugaan itu dikhususkan mengenai nilai-nilai parameter populasi, maka hipotesis itu disebut hipotesis statistik (Sudjana, 1992).

Menurut Santoso (2001), uji perbedaan lebih dari dua sampel, yang biasa disebut dengan ANOVA, dapat digunakan untuk :

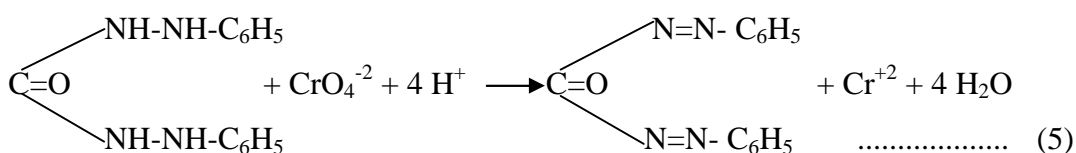
1. Menguji apakah rata-rata lebih dari dua sampel berbeda secara signifikan ataukah tidak.
2. Menguji apakah dua sampel atau lebih, mempunyai varians populasi yang sama ataukah tidak.

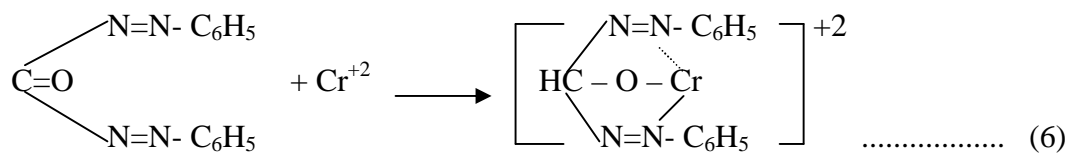
Sebenarnya uji ANOVA sama dengan uji T, hanya disini jumlah sampel untuk uji t maksimal dua buah, sedangkan uji ANOVA dapat lebih dari dua sampel.

## B. Kerangka Pemikiran

Kadar Cr yang kecil dalam ATR dapat ditentukan dengan spektrofotometer sinar tampak. Metode ini diharapkan dapat menurunkan limit deteksi, sehingga keberadaan Cr dalam ATR dapat terdeteksi. Syarat utama penentuan unsur dengan spektrofotometer sinar tampak memiliki syarat penting yaitu larutan uji harus berwarna, yang dapat dihasilkan dari reaksi antara ion logam dengan pengompleks. Pengomplek yang digunakan dalam penelitian ini adalah Diphenylcarbazide.

Pada pengujian  $\text{Cr}^{+6}$  secara kuantitatif dapat dilakukan dengan metode kolometri yaitu mereaksikannya dengan Diphenylcarbazide dalam larutan asam.  $\text{Cr}^{+6}$  direduksi menjadi  $\text{Cr}^{+2}$  sehingga terbentuk Diphenylcarbazon, hasil reaksi seterusnya menghasilkan suatu kompleks berwarna violet dengan reaksi:





Metode yang digunakan dalam penentuan Cr ATR pada reaktor penelitian Kartini adalah metode APHA 3500-Cr , metode APHA 3500-Cr modifikasi serta metode ASTM D1687 sebagai perbandingan. Ketiga metode ini memiliki prinsip yang sama yaitu menggunakan pengompleks Diphenylcarbazine pada suasana asam agar kompleks  $\text{Cr}^{+6}$  dengan Diphenylcarbazine sebagai pengompleks dapat terjadi. Pada pH basa kompleks yang diinginkan tidak akan terjadi.

Pada metode APHA 3500-Cr modifikasi, modifikasi dilakukan dengan mengubah konsentrasi pereaksi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  , selanjutnya dilakukan optimasi panjang gelombang, waktu kestabilan, pH, dan volume pengompleks. Karena modifikasi hanya dilakukan dengan mengubah konsentrasi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  , hasil optimasi diasumsikan sama dengan metode asli APHA 3500-Cr. Metode APHA 3500-Cr dan modifikasinya yang digunakan dalam analisis Cr ATR dibandingkan keefektifannya dengan metode ASTM D 1687-92.

### C. Hipotesis

Berdasarkan kerangka pemikiran diatas, maka hipotesis dari penelitian ini adalah:

1. Panjang gelombang maksimum pada 540 nm, waktu kestabilan kompleks terjadi antara 5-10 menit, pH optimum antara 1,6-2,2 nm dan volume pengompleks optimum pada 2,0 mL.
2. Konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  ATR pada reaktor penelitian Kartini dapat ditentukan dengan Metode Spektrofotometri UV-VIS.
3. Metode APHA 3500-Cr modifikasi merupakan metode yang efektif untuk menentukan  $\text{Cr}^{+6}$  ATR pada reaktor penelitian Kartini.

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Metode Penelitian**

Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimental laboratorium. Prosedur dasar penelitian ini mengacu pada metode APHA 3500-Cr B. *Colorimetric Method*, kemudian dibandingkan dengan metode lain yaitu metode ASTM Designation : D 1687- 92 *Photometric Diphenylcarbohydrazide*. Tahap-tahap yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi: verifikasi metode standar APHA 3500-Cr dan ASTM D 1687 - 92 dan validasi metode APHA 3500-Cr modifikasi seperti: penentuan kondisi optimum yang meliputi panjang gelombang optimum, waktu kestabilan kompleks, optimasi pH, dan optimasi volume pengompleks, penentuan limit deteksi metode, penentuan validasi metode. Kemudian dilanjutkan dengan analisis sampel air tangki reaktor nuklir Kartini.

#### **B. Tempat dan Waktu Penelitian**

##### 1. Tempat Penelitian

Tempat penelitian ini dilakukan di Sub-Lab Kimia Pusat MIPA Universitas Sebelas Maret Surakarta, untuk penentuan kondisi optimum yaitu panjang gelombang, waktu kestabilan, optimasi pH dan optimasi volume pengompleks serta penentuan limit deteksi metode, verifikasi, validasi metode dan analisa sampel ATR nuklir Kartini.

##### 2. Waktu Penelitian

Waktu penelitian di mulai bulan November 2004 sampai Maret 2006

### C. Alat dan Bahan

#### 1. Alat

- a. Satu unit spektrofotometer UV-Vis *Double Beam* Shimadzu 1601 dengan resolusi 0,1 nm dan akurasi panjang gelombang  $\pm 0,5$  nm.
- b. pH meter Corning 430
- c. Neraca Sartorius tipe BP 110, dengan load maximum 110 g dan load minimum 0 g dengan  $d = 0,001$  g.
- d. Peralatan volumetrik:
  - 1) Labu ukur  $25 \pm 0,08$  mL
  - 2) Labu ukur  $50 \pm 0,05$  mL
  - 3) Labu ukur  $100 \pm 0,20$  mL
  - 4) Labu ukur  $250 \pm 0,15$  mL
  - 5) Labu ukur  $1000 \pm 0,80$  mL
  - 6) Pipet volume  $50 \pm 0,04$  mL
  - 7) Pipet ukur  $0,5 \pm 0,005$  mL
  - 8) Pipet ukur  $1 \pm 0,01$  mL
  - 9) Pipet ukur  $2 \pm 0,01$  mL
  - 10) Pipet ukur  $5 \pm 0,05$  mL
  - 11) Pipet ukur  $10 \pm 0,1$  mL
  - 12) Gelas beker 50mL, 100mL, 600mL
- e. Botol plastik
- f. *Timer*
- g. *Magnetic Stirrer* Cole Parner Model 4658
- h. Pipet tetes
- i. *Drug ball*
- j. Kaca arloji
- k. Botol semprot



## 2. Bahan

- a. Larutan standar Cr 1000 ppm (*Standard solution for Absorption Spectrom* BDH Chemicals Ltd Poole England)
- b.  $K_2Cr_2O_7$  p.a E. Merck
- c.  $KMnO_4$  p.a E. Merck
- d.  $NaN_3$  p.a E. Merck
- e. Diphenylcarbazide p.a E. Merck
- f. Sampel ATR nuklir Kartini, yang masih digunakan dalam reaktor
- g.  $H_2SO_4$  p.a E. Merck
- h.  $H_3PO_4$  85% p.a E. Merck
- i.  $NH_4OH$  p.a E. Merck
- j. Asetone p.a E. Merck
- k. Akuades buatan Sub Lab Kimia Pusat MIPA UNS

## D. **Prosedur Penelitian**

### 1. Persiapan Analisis : Pembuatan Larutan

#### a. Larutan Pereaksi Cr

##### 1). Larutan pereaksi Cr 500 ppm sebagai larutan induk.

Dilartukan 0,1414 gram  $K_2Cr_2O_7$  dalam akuades, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dengan labu ukur 100 mL.

Konsentrasi(ppm) dihitung dengan persamaan:

$$\text{ppm} = \frac{w \times n \times Ar}{V \times Mr} \dots\dots\dots (55)$$

Dimana: w = berat (gram)

n = jumlah atom

Ar = massa atom relatif (gr/mol)

Mr = massa molekul relatif (gr/mol)

2). Larutan pereaksi Cr 5 ppm

Diambil 1 mL larutan pereaksi dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dengan labu ukur 100 mL.

Konsentrasi akhir ( $M_2$ ) dihitung dengan persamaan:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2 \dots\dots\dots (56)$$

Dimana :  $M_1$  = konsentrasi awal (ppm)

$V_1$  = volume awal (mL)

$M_2$  = konsentrasi akhir (ppm)

$V_2$  = volume akhir (mL)

3). Larutan pereaksi Cr 1 ppm

Diambil 20 mL larutan pereaksi dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dengan labu ukur 100 mL.

b. Larutan pereaksi  $H_2SO_4$  0,938 M

Diambil 2,5 mL larutan  $H_2SO_4$  pekat 18,76 M lalu diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dengan labu ukur 50 mL.

c. Larutan pereaksi  $H_3PO_4$  0,8725 M

Diambil 2,5 mL larutan  $H_3PO_4$  pekat 85 % lalu diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dengan labu ukur 50 mL.

d. Larutan pereaksi  $H_3PO_4$  (1+1)

Diambil 25 mL larutan  $H_3PO_4$  pekat 85 % lalu diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dengan labu ukur 50 mL.

e. Larutan pengompleks Diphenylcarbazine

1) Diambil 0,25 gram larutan pengompleks lalu diencerkan dengan aseton 50 ml (metode APHA 3500-Cr)

2) Diambil 0,25 gram larutan pengompleks lalu diencerkan dengan aseton 100ml (metode ASTM)

f. Larutan pereaksi  $KMnO_4$ 

Diambil 0,4 gram  $KMnO_4$  dilarutkan dalam 10 mL akuades

g. Larutan pereaksi  $\text{NaN}_3$

Diambil 0,05 gram  $\text{NaN}_3$  dalam 10 mL akuades

h. Oksidasi spektrosol Cr 1ppm

Diambil 0,1 mL larutan spektrosol 1000 ppm dalam gelas beker 100 ml lalu ditambahkan beberapa tetes indikator metil orange kemudian ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sampai berubah kuning. Kemudian ditambahkan tetesan 1+1  $\text{H}_2\text{SO}_4$  plus 1 mL. Volume diatur hingga 40 mL kemudian dididihkan. Ditambahkan 2 tetes  $\text{KMnO}_4$  untuk memberikan warna merah tua. Jika warna pudar kembali ditambahkan  $\text{KMnO}_4$ . Kemudian dididihkan lagi selama 2 menit. Ditambahkan 1 ml  $\text{NaN}_3$  kemudian dididihkan lagi sampai warna menjadi bening kembali. Kemudian ditepatkan dalam labu ukur 100 mL hingga batas.

i. Perlakuan pra cuplikan untuk metode ASTM D 1687-92

Sampel disaring kemudian pH diatur antara 8 sampai 8,5, jika lebih besar dari 8,5 ditambahkan beberapa tetes  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (1+19).

## 2. Cara Kerja

Pada dasarnya penelitian yang dilakukan ini untuk menentukan efektifitas metode analisis ion  $\text{Cr}^{+6}$  dalam ATR. Metode yang digunakan adalah metode APHA 3500-Cr dan ASTM D 1687-92. Metode APHA 3500-Cr dimodifikasi dengan mengubah konsentrasi pereaksi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  kemudian dilanjutkan dengan optimasi kondisi percobaan yang meliputi panjang gelombang, waktu kestabilan kompleks, pH, dan volume pengompleks. Selanjutnya hasil dari modifikasi metode dibandingkan dengan metode standar APHA 3500-Cr dan ASTM D 1687-92.

a. Metode APHA 3500-Cr

1). Prosedur Standar Metode APHA 3500-Cr

Prosedur standar metode APHA 3500-Cr meliputi :

a). Pembuatan Kurva Kalibrasi

Diambil seri larutan kromium divariasikan pada volume 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, dan 5 mL larutan  $K_2Cr_2O_7$  1 ppm untuk memberikan standar kromium.

b). Persiapan Sampel

Jika sampel sudah disaring atau hanya kromium (VI) yang diinginkan, prosedur dilanjutkan ke langkah e. Tetapi jika diinginkan total kromium dan terdapat logam-logam pengganggu maka prosedur dilanjutkan dengan langkah c.

c). Penghilangan molibdenum, vanadium, besi, dan tembaga dengan cupferron.

Diambil sampel dalam alat gelas kemudian dilarutkan dengan 40 mL akuades dan diletakkan dalam *ice bath*. Ditambahkan 5 mL cupferron dingin, diaduk, dan dibiarkan selama 1 menit. Diekstraksi 3 kali dengan 5 mL  $CHCl_3$ , dan dipisahkan. Larutan ekstraksi dididihkan selama 5 menit untuk menguapkan  $CHCl_3$  kemudian didinginkan. Tambahkan 5 mL  $HNO_3$  dan 3 mL  $H_2SO_4$  lalu larutan dididihkan sampai kelihatan uap  $SO_3$ . Dididihkan, dengan hati-hati ditambahkan 5 mL  $HNO_3$  dan dididihkan hingga terlihat uap untuk melengkapi dekomposisi materi organik. Didinginkan dan kembali dididihkan, diasumsikan penghilangan semua  $HNO_3$ . Didinginkan dan ditambahkan 25 mL akuades.

d). Oksidasi kromium (III)

Diambil sejumlah sampel dalam gelas beker 100 mL lalu ditambahkan beberapa tetes indikator metil orange kemudian ditambahkan  $NH_4OH$  sampai berubah kuning. Kemudian ditambahkan tetesan 1+1  $H_2SO_4$  plus 1 mL. Volume diatur hingga 40 mL kemudian dididihkan. Ditambahkan 2 tetes  $KMnO_4$  untuk memberikan warna merah tua. Jika warna pudar kembali ditambahkan  $KMnO_4$ . Kemudian dididihkan lagi selama 2 menit. Ditambahkan 1 mL  $NaN_3$  kemudian dididihkan lagi sampai warna menjadi bening kembali. Kemudian ditepatkan dalam labu ukur 100 mL hingga batas.

e). Pembentukan warna dan pengukuran

Ditambahkan 0,25 mL  $\text{H}_3\text{PO}_4$  85%. Larutan diatur pHnya menjadi pH 1,8 dengan menambahkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,2 N . Dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Kepada masing-masing larutan ditambahkan 2,0 mL larutan Diphenylcarbazide kemudian didiamkan hingga 5 menit lalu larutan diukur serapannya dengan panjang gelombang 540 nm. Dibuat kurva absorbansi kompleks versus konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$ , dan diperoleh persamaan regresinya.

Persamaan regresi kurva standar

$$A = a.C + b \dots\dots\dots (57)$$

A = absorbansi

a = slope

C = konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$

b = intersep

2). Verifikasi

a). Dengan Spektrosol Cr

Cara kerja seperti point 2.a.1.a) kemudian dilanjutkan dengan point 2.a.1.e) hanya saja seri larutan standar diganti dengan 2 mL *spektrosol* Cr 1 ppm. Percobaan dilakukan sebanyak 5 kali. Serapan larutan standar *spectrosol* Cr diinterpolasi kedalam kurva standar, sehingga diperoleh konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  dalam larutan dengan persamaan (57).

b). Metode Uji Pungut Ulang

Cara kerja seperti point 2.a.1.a) kemudian dilanjutkan dengan point 2.a.1.e) hanya saja seri larutan standar diganti dengan konsentrasi terkecil dan terbesar lalu masing-masing ditambahkan 50 mL sampel. Percobaan dilakukan sebanyak 5 kali. Serapan larutan dikurangi dengan standar kemudian diinterpolasi kedalam kurva standar, didapat konsentrasi sampel dengan persamaan (57).

c). Penentuan Limit Deteksi Metode APHA 3500-Cr

1). Penentuan Limit Deteksi Alat (IDL)

Cara kerja seperti point 2.a.1.a) kemudian dilanjutkan dengan point 2.a.1.e) hanya saja seri larutan standar diganti dengan akuades. Percobaan dilakukan sebanyak 7 kali. Serapan larutan blanko diinterpolasi kedalam kurva standar, sehingga diperoleh konsentrasi Cr dalam larutan blanko. Hasil interpolasi digunakan untuk mencari harga IDL sesuai dengan persamaan 58.

*Instrumen Detection Level (IDL)*

$$IDL = 3 \times s \dots\dots\dots (58)$$

2). Penentuan Limit Deteksi Metode (MDL)

Cara kerja seperti point 2.a.1.a) kemudian dilanjutkan dengan point 2.a.1.e) hanya saja seri larutan standar diganti dengan larutan *spike*. Percobaan dilakukan sebanyak 7 kali. Serapan larutan *spike* diinterpolasi kedalam kurva standar, sehingga diperoleh konsentrasi Cr<sup>+6</sup> dalam larutan *spike*. Hasil interpolasi digunakan untuk mencari harga MDL sesuai dengan persamaan 60.

Konsentrasi Larutan *Spike*

$$[spike] = 2 \times IDL \dots\dots\dots (59)$$

*Method Detection Level (MDL)*

$$MDL = 3,14 \times s \dots\dots\dots (60)$$

3). Penentuan Cr<sup>+6</sup> dalam ATR Kartini

Cara kerja seperti point 2.a.1.a) kemudian dilanjutkan dengan point 2.a.1.e) hanya saja seri larutan standar diganti dengan 50 mL sampel ATR Kartini. Percobaan dilakukan sebanyak 5 kali. Nilai absobansi larutan sampel diinterpolasi kedalam kurva standar, sehingga diperoleh konsentrasi Cr<sup>+6</sup> dalam sampel ATR Kartini dengan persamaan (57).

b. Metode ASTM D 1687-92

1). Pembuatan Kurva Kalibrasi

Diambil 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, dan 5 mL larutan  $K_2Cr_2O_7$  1 ppm, ditempatkan dalam 5 labu ukur 100 mL Kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Masing-masing larutan diambil 50 mL. Dari larutan yang masih ada kemudian masing-masing ditambahkan dengan 2 mL larutan diphenylcarbazine lalu diaduk dengan cara dibalik sebanyak 6 kali. Kemudian ditambahkan 5,0 mL  $H_3PO_4$  1 + 1. Larutan didiamkan hingga 15 menit kemudian larutan diukur serapannya 30 menit setelah dicampurkan dengan pengompleks pada panjang gelombang 540 nm. Diperoleh kurva antara absorbansi kompleks versus konsentrasi  $Cr^{+6}$ , dan dari persamaan 57 didapat persamaan regresi.

2). Verifikasi

a). Dengan spektrosol Cr

Cara kerja seperti 2.b.1) diatas hanya saja seri larutan standar diganti dengan 2 mL larutan *spectrosol* Cr 1 ppm. Percobaan dilakukan sebanyak 5 kali. Serapan larutan standar *spectrosol* Cr diinterpolasi kedalam kurva standar, sehingga diperoleh konsentrasi  $Cr^{+6}$  dalam larutan dengan persamaan (57).

b). Metode Uji Pungut Ulang

Cara kerja seperti 2.b.1) diatas hanya saja seri larutan standar diganti dengan konsentrasi terkecil dan terbesar lalu masing-masing ditambahkan 50 mL sample. Percobaan dilakukan sebanyak 5 kali. Serapan larutan dikurangi dengan standar kemudian diinterpolasi kedalam kurva standar, didapat konsentrasi sampel dengan persamaan (57).

c). Penentuan Limit Deteksi Metode ASTM D 1687-92

1). Penentuan Limit Deteksi Alat (IDL)

Cara kerja seperti 2.b.1) diatas hanya saja seri larutan standar diganti dengan 50 mL akuades. Percobaan dilakukan sebanyak 7 kali. Serapan larutan blangko diinterpolasi kedalam kurva standar, sehingga diperoleh konsentrasi Cr dalam larutan

blanko. Hasil interpolasi digunakan untuk mencari harga IDL sesuai dengan persamaan 58.

### 2). Penentuan Limit Deteksi Metode (MDL)

Cara kerja seperti 2.b.1) diatas hanya saja seri larutan standar diganti dengan larutan *spike*. Percobaan dilakukan sebanyak 7 kali. Serapan larutan *spike* diinterpolasi kedalam kurva standar, sehingga diperoleh konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  dalam larutan *spike*. Hasil interpolasi digunakan untuk mencari harga MDL sesuai dengan persamaan 60.

### 3). Penentuan $\text{Cr}^{+6}$ dalam ATR Kartini

Cara kerja seperti 2.b.1) diatas hanya saja seri larutan standar diganti dengan 50 mL sampel ATR Kartini. Percobaan dilakukan sebanyak 5 kali. Nilai absobansi larutan sampel diinterpolasi kedalam kurva standar, sehingga diperoleh konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  dalam sampel ATR Kartini dengan persamaan (57).

## c. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi

### 1). Penentuan Kondisi Optimum

#### a). Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Diambil 8 mL larutan standar Cr 5 ppm, ditempatkan dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan 0,25 mL larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  0,8725 M. Larutan tersebut diatur pHnya menjadi pH 1 dengan menggunakan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,938 M kemudian ditepatkan hingga tanda batas. Ditambahkan 2,0 mL larutan Diphenylcarbazine lalu didiamkan selama 5 menit. Larutan tersebut diukur diantara panjang gelombang 400-800 nm sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum. Percobaan dilakukan sebanyak 5 kali sehingga dihasilkan panjang gelombang maksimum rata-rata.

#### b). Penentuan waktu kestabilan kompleks Cr

Diambil 8 mL larutan standar Cr 5 ppm, ditempatkan dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan 0,25 mL larutan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  0,8725 M. Larutan tersebut diatur pHnya menjadi pH 1 dengan menggunakan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,938 M kemudian ditepatkan hingga tanda batas. Ditambahkan 2,0 mL larutan Diphenylcarbazine,



kemudian larutan diukur serapannya untuk setiap selang waktu 1 menit, dimulai pada menit ke-1 sampai 35 menit pada panjang gelombang maksimum sesuai hasil pada point c.1.a) di atas. Percobaan dilakukan sebanyak 5 kali, kemudian dibuat grafik antara absorbansi rata-rata versus waktu dan ditentukan waktu kestabilan kompleks dari harga absorbansi yang stabil.

c). Optimasi pH

Prosedur kerja sama seperti pada point c.1.a) diatas, namun dilakukan variasi pH yaitu pH 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 . Larutan diukur serapannya pada panjang gelombang dan waktu kestabilan optimum sesuai hasil pada point c.1.a) dan c.1.b) di atas. Percobaan dilakukan sebanyak 5 kali, kemudian dari pH optimum dipersempit lagi range pH dari orde 0,5 menjadi orde 0,2 yaitu pH 1,6; 1,8; 2,0; 2,2; dan 2,4. Larutan diperlakukan lagi sesuai point c.1.a) dan c.1.b) kemudian dibuat grafik antara absorbansi rata-rata kompleks versus pH.

d). Optimasi volume pengompleks Diphenylcarbazine

Prosedur kerja sama seperti pada point c.1.a) di atas, namun volume Diphenylcarbazine divariasikan yaitu 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 mL untuk dioptimasi. Larutan diukur serapannya pada panjang gelombang, waktu kestabilan dan pH yang optimum sesuai hasil pada point c.1.a), c.1.b), dan c.1.c) di atas. Percobaan dilakukan sebanyak 5 kali, kemudian dibuat grafik antara absorbansi rata-rata kompleks versus konsentrasi pengompleks.

2). Pembuatan Kurva Kalibrasi

Cara kerja mengacu pada metode APHA 3500-Cr yaitu point 2.a.1.a). Perbedaan kedua metode yaitu pada metode modifikasi digunakan larutan  $H_2SO_4$  0,938 M dan  $H_3PO_4$  0,8725 M serta panjang gelombang, waktu kestabilan, pH, dan volume pengompleks adalah hasil optimasi.

### 3). Validasi

#### a). Spektrosol Cr

Prosedur mengacu pada point 2.a.2.a) dengan menggunakan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,938 M dan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  0,8725 M serta panjang gelombang, waktu kestabilan, pH, dan volume pengompleks diset pada hasil optimasi.

#### b). Metode Uji Pungut Ulang

Prosedur mengacu pada point 2.a.2.b) dengan menggunakan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,938 M dan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  0,8725 M serta panjang gelombang, waktu kestabilan, pH, dan volume pengompleks diset pada hasil optimasi.

#### c). Penentuan Limit Deteksi

Penentuan limit deteksi mengacu pada point 2.a.2.c.1) dan 2.a.2.c.2) dengan menggunakan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,938 M dan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  0,8725 M serta panjang gelombang, waktu kestabilan, pH, dan volume pengompleks diset pada hasil optimasi.

### 4). Penentuan $\text{Cr}^{+6}$ dalam ATR Kartini

Cara kerja mengacu pada point 2.a.3) dengan menggunakan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,938 M dan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  0,8725 M serta panjang gelombang, waktu kestabilan, pH, dan volume pengompleks diset pada hasil optimasi.

## **E. Teknik Pengumpulan dan Analisa Data**

### 1. Teknik Pengumpulan Data

Pada penelitian ini diperoleh data sebagai berikut: absorbansi kompleks, panjang gelombang, waktu kestabilan, pH, volume pengompleks, MDL, konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$ , persen *recovery*, persen RSD, persen D, bias, dan presisi serta ketidakpastian pengukuran.

Data yang diperoleh, dikelompokkan sesuai dengan Tabel 3

Tabel 3. Variabel Bebas dan Terikat pada Teknik Pengumpulan Data

| No | Optimasi  | Variabel  |  |
|----|---|---|--|
|    |   | Bebas   | Terikat  |
| 1  | Optimasi Penelitian:<br>a. Panjang Gelombang<br>b. Waktu kestabilan<br>c. pH<br>d. Volume pengompleks | Panjang gelombang<br>Waktu kestabilan<br>pH<br>Volume pengompleks | Absorbansi<br>Absorbansi<br>Absorbansi<br>Absorbansi   |
| 2  | Validasi metode   | Konsentrasi Cr standar  | Persen recovery<br>Persen RSD<br>Persen D<br>Bias<br>Presisi<br>MDL                              |
| 3  | Analisa Sampel ATR Kartini  | Konsentrasi Cr standar  | Konsentrasi Cr <sup>+6</sup><br>Persen Rsd<br>Ketidakpastian<br>Pengukuran :<br>Tipe A<br>Tipe B |

Tabel 4. Bentuk Tabulasi Data Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks

| No | Waktu (menit) | A <sub>1</sub> | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> | Arata-rata (Σ A/ n) | s <sup>(*)</sup> | 2s/ A <sub>rata-rata</sub> |
|----|---------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|---------------------|------------------|----------------------------|
|    |               |                |                |                |                |                |                     |                  |                            |

\* Standar deviasi (s)

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{(n-1)}} \dots\dots\dots (48)$$

Tabel 5. Bentuk Tabulasi Data Penentuan pH

| No | pH | A <sub>1</sub> | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> | s | A <sub>rata-rata</sub> ± 2s |
|----|----|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|---|-----------------------------|
|    |    |                |                |                |                |                |   |                             |

Tabel 6. Bentuk Tabulasi Data Penentuan Volume Pengompleks

| No | Volume pengompleks (mL) | A <sub>1</sub> | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> | s | A <sub>rata-rata</sub> ± 2s |
|----|-------------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|---|-----------------------------|
|    |                         |                |                |                |                |                |   |                             |

Tabel 7. Bentuk Tabulasi Data Konsentrasi Cr Standar

| No | Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> (ppb) | A |
|----|------------------------------------|---|
|    |                                    |   |

Tabel 8. Bentuk Tabulasi Data Larutan Blangko

| No Blangko | A | Konsentrasi Cr <sup>+6</sup> (ppb) |
|------------|---|------------------------------------|
|            |   |                                    |

Konsentrasi Cr<sup>+6</sup> dihitung dengan persamaan:

$$A = a.C + b \dots\dots\dots (57)$$

A = Absorbansi                      a = slope

C = konsentrasi                      b = intersep

Tabel 9. Bentuk Tabulasi Data Larutan *Spike*

| No <i>Spike</i> | A | Konsentrasi (ppb) |
|-----------------|---|-------------------|
|                 |   |                   |

Tabel 10. Bentuk Tabulasi Data Konsentrasi Sampel ATR

| No | A | Konsentrasi (ppb) |
|----|---|-------------------|
|    |   |                   |

## 2. Teknik Analisis Data

Berdasarkan data yang diperoleh dapat dilakukan analisis sebagai berikut:

### a. Optimasi kondisi percobaan

#### 1). Optimasi panjang gelombang

Berdasarkan kurva absorbansi kompleks Cr versus panjang gelombang, panjang gelombang dimana absorbansi rata-rata paling besar dinyatakan sebagai panjang gelombang maksimum.

#### 2). Optimasi waktu kestabilan

Data absorbansi (A) versus waktu kestabilan dibagi menjadi 3 kelompok, berturut-turut : 1-10, 11-20, dan 25-35 menit. Masing-masing kelompok dihitung harga  $A_{\text{rata-rata}}$ , standar deviasi (s) dan harga  $2s/A_{\text{rata-rata}}$ . Waktu kestabilan yang digunakan adalah yang mempunyai harga  $2s/A_{\text{rata-rata}}$  paling kecil, hal ini menunjukkan bahwa pada kelompok tersebut tidak menunjukkan perbedaan harga absorbansi yang terlalu signifikan.

#### 3). Optimasi pH

pH optimum ditentukan dengan memilih pH dimana absorbansi cuplikan paling besar.

#### 4). Optimasi volume pengompleks

Berdasarkan grafik antara absorbansi rata-rata versus volume pengompleks, dapat ditentukan konsentrasi pengompleks yang optimum yaitu dari harga absorbansi kompleks Cr yang paling besar.

### b. Verifikasi dan Validasi metode

Verifikasi dan validitas metode penentuan  $\text{Cr}^{+6}$ , dilakukan menggunakan *spectrosol* Cr. Verifikasi dan validasi juga dilakukan menggunakan sampel ATR yang diperkaya dengan larutan standar (uji pungut ulang). Dalam metode ini digunakan larutan standar yang dibuat dari  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Harga persen *recovery*, persen RSD, persen D, bias, dan presisi dari kedua uji tersebut dibandingkan. Uji diterima jika harga *recovery* antara 80 sampai 120% dan harga persen RSD  $\leq 20\%$ . Limit

deteksi metode ini dapat dilihat dari harga MDL (*Method Detection Level*). Harga MDL diperoleh melalui harga IDL (*Instrument Detection Level*).

c. Penggunaan metode dalam sampel ATR nuklir Kartini

Berdasarkan hasil interpolasi absorbansi larutan sampel ATR nuklir Kartini, diperoleh konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  rata-rata dalam larutan sampel, kemudian dihitung persen RSD dan ketidakpastian pengukurannya. Dari masing-masing metode dibandingkan keefektifannya dengan uji Anova.

## BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

### A. Hasil Penelitian

Analisis Cr dalam penelitian ini dilakukan dengan metode APHA 3500-Cr dan modifikasinya serta metode ASTM D 1687-92. Pemaparan hasil penelitian dari ketiga metode tersebut terdiri atas 3 data yaitu :

1. Optimasi kondisi percobaan
2. Verifikasi dan validasi metode
3. Analisis Cr<sup>+6</sup> ATR

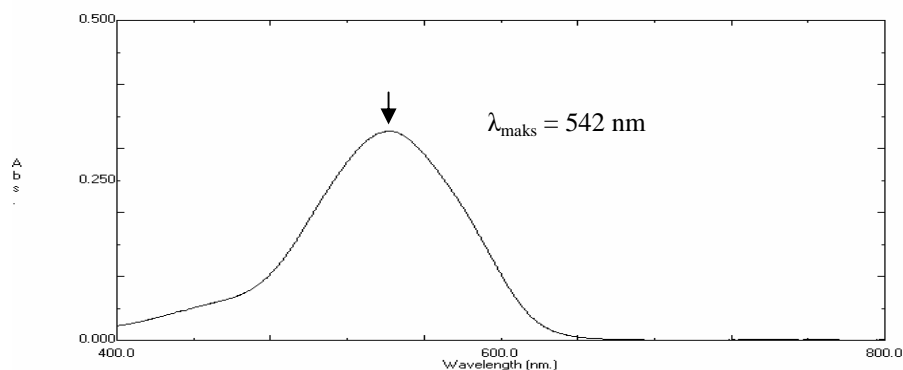
Masing-masing data dapat dijabarkan sebagai berikut :

#### 1. Optimasi Kondisi Pengukuran

Metode APHA 3500-Cr modifikasi dilakukan optimasi kondisi percobaan yang meliputi panjang gelombang, waktu kestabilan, pH, volume pengompleks. Optimasi dilakukan secara bertahap. Untuk optimasi panjang gelombang dan waktu kestabilan dilakukan secara bersamaan.

##### a. Panjang Gelombang

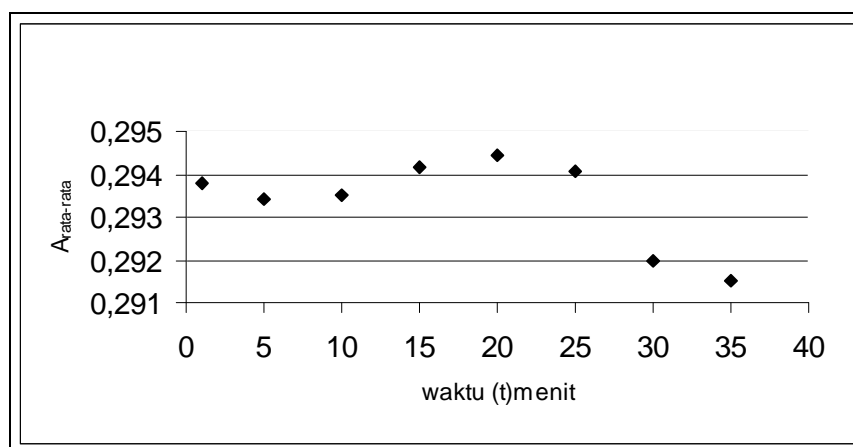
Pengukuran kompleks Krom-diphenylcarbazon pada panjang gelombang 400-800 nm menghasilkan nilai absorbansi (A) maksimum yang merupakan panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{maks}$ ). Hasil rata-rata dari 5 kali penyapuan diperoleh A maksimum pada panjang gelombang 542 nm. Gambar 12 menunjukkan kurva kompleks Krom-diphenylcarbazon.



Gambar 12. Spektra kompleks Krom-diphenylcarbazon

b. Waktu Kestabilan Kompleks Krom-diphenylcarbazon

Penentuan waktu kestabilan kompleks optimum adalah waktu yang ditentukan pada saat absorbansi tidak mengalami perbedaan yang terlalu signifikan, hal ini menunjukkan kompleks Krom-diphenylcarbazon stabil dimana kompleks menjadi berwarna merah. Hasil rata-rata dari 5 kali percobaan menunjukkan absorbansi kompleks pada 542 nm mulai stabil setelah 5 menit dari saat pemberian larutan pengompleks Diphenylcarbazon. Gambar 13 menunjukkan grafik absorbansi rata-rata kompleks Krom-diphenylcarbazon versus waktu. Absorbansi rata-rata tiap waktu pengukuran ditunjukkan oleh Tabel 11.



Gambar 13. Absorbansi rata-rata kompleks Cr-diphenylcarbazon versus waktu

Tabel 11. Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi Waktu Kestabilan

| Waktu(menit) | A <sub>1</sub> | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> | A <sub>rata-rata</sub> | s       |
|--------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|------------------------|---------|
| 1            | 0.2906         | 0.2972         | 0.2935         | 0.2948         | 0.2929         | 0.29380                | 0.00243 |
| 2            | 0.2896         | 0.2971         | 0.2936         | 0.2957         | 0.2869         | 0.29258                | 0.00425 |
| 3            | 0.2917         | 0.2979         | 0.2915         | 0.2987         | 0.2883         | 0.29362                | 0.00449 |
| 4            | 0.2913         | 0.2969         | 0.2926         | 0.2957         | 0.2884         | 0.29298                | 0.00342 |
| 5            | 0.2909         | 0.2967         | 0.2911         | 0.2961         | 0.2923         | 0.29342                | 0.00278 |
| 6            | 0.2897         | 0.2971         | 0.2927         | 0.2964         | 0.2916         | 0.29350                | 0.00317 |
| 7            | 0.2894         | 0.2978         | 0.2906         | 0.2966         | 0.2910         | 0.29308                | 0.00383 |
| 8            | 0.2909         | 0.2967         | 0.2927         | 0.2961         | 0.2912         | 0.29352                | 0.00272 |
| 9            | 0.2906         | 0.2953         | 0.2915         | 0.2942         | 0.2917         | 0.29266                | 0.00199 |
| 10           | 0.2982         | 0.2949         | 0.2906         | 0.2944         | 0.2894         | 0.29350                | 0.00354 |



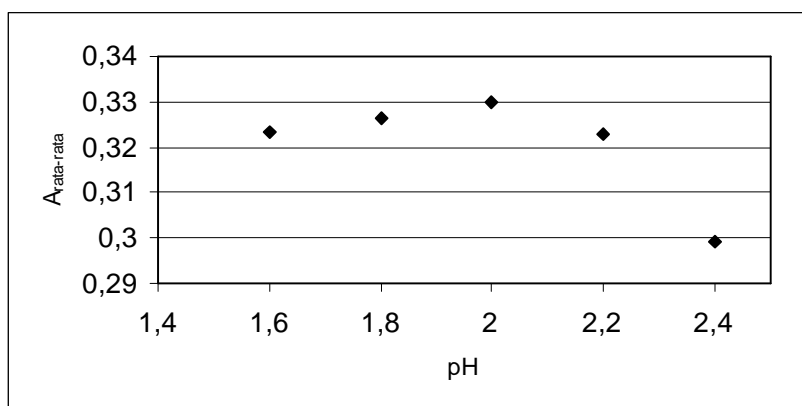
|    |        |        |        |        |        |         |         |
|----|--------|--------|--------|--------|--------|---------|---------|
| 11 | 0.2904 | 0.2968 | 0.2977 | 0.2963 | 0.2898 | 0.29420 | 0.00378 |
| 12 | 0.2891 | 0.2996 | 0.2887 | 0.2961 | 0.2913 | 0.29296 | 0.00474 |
| 13 | 0.2907 | 0.2970 | 0.2941 | 0.2959 | 0.2941 | 0.29436 | 0.00239 |
| 14 | 0.2898 | 0.2970 | 0.2927 | 0.2971 | 0.2893 | 0.29318 | 0.00376 |
| 15 | 0.2911 | 0.2980 | 0.2919 | 0.2943 | 0.2956 | 0.29418 | 0.00280 |
| 20 | 0.2919 | 0.2956 | 0.2996 | 0.2938 | 0.2922 | 0.29462 | 0.00315 |
| 25 | 0.2898 | 0.2969 | 0.2962 | 0.2972 | 0.2903 | 0.29408 | 0.00370 |
| 30 | 0.2869 | 0.2969 | 0.2912 | 0.2932 | 0.2918 | 0.29200 | 0.00361 |
| 35 | 0.2880 | 0.2960 | 0.2893 | 0.2945 | 0.2896 | 0.29148 | 0.00353 |

Tabel 12. Penentuan Waktu Kestabilan

| Kelompok          | $A_{\text{rata-rata}}$ | $s (10^{-4})$ | $2s/A_{\text{rata-rata}} (10^{-3})$ |
|-------------------|------------------------|---------------|-------------------------------------|
| I (1-10 menit)    | 0,29327                | 4,1666        | <b>2,8415</b>                       |
| II (11-20 menit)  | 0,29392                | 6,7805        | 4,6138                              |
| III (25-35 menit) | 0,29252                | 13,7394       | 9,4065                              |

### c. Optimasi pH

Optimasi pH dilakukan dengan variasi pH 0,5 ; 1,0 ; 1,5 ; 2,0 ; dan 2,5. Kemudian orde pH yang didapat diperkecil menjadi 1,6 ; 1,8 ; 2,0 ; 2,2 ; dan 2,4. pH yang optimum didapatkan dari harga absorbansi kompleks Krom-diphenylcarbazon yang paling besar. Hasil rata-rata dari 5 kali percobaan, diperoleh pH yang paling optimum yaitu 2,0. Gambar 14 menunjukkan grafik absorbansi rata-rata kompleks Krom-diphenylcarbazon versus konsentrasi pH. Absorbansi rata-rata pada variasi pH ditunjukkan oleh Tabel 13.



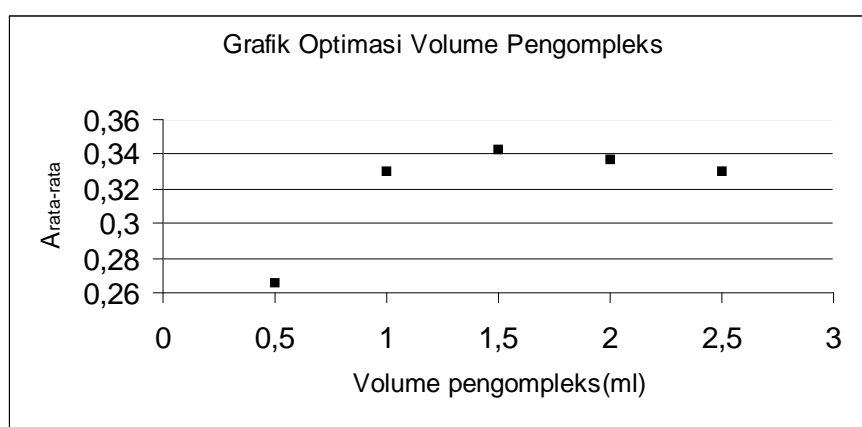
Gambar 14. Grafik absorbansi rata-rata kompleks Cr-diphenylcarbazon versus pH

Tabel 13. Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi pH

| No. | pH         | A <sub>1</sub> | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> | S (10 <sup>-3</sup> ) | A <sub>rata-rata</sub> ± 2s |
|-----|------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-----------------------|-----------------------------|
| 1   | 1,6        | 0,3218         | 0,3155         | 0,3235         | 0,3272         | 0,3294         | 5,371                 | 0,32348 ± 0,01074           |
| 2   | 1,8        | 0,3250         | 0,3180         | 0,3257         | 0,3306         | 0,3325         | 5,654                 | 0,32636 ± 0,01131           |
| 3   | <b>2,0</b> | 0,3294         | 0,3188         | 0,3291         | 0,3318         | 0,3396         | 7,444                 | <b>0,32974 ± 0,01489</b>    |
| 4   | 2,2        | 0,3264         | 0,3164         | 0,3199         | 0,3211         | 0,3304         | 5,545                 | 0,32284 ± 0,01109           |
| 5   | 2,4        | 0,2896         | 0,3053         | 0,2787         | 0,3051         | 0,3167         | 14,922                | 0,29908 ± 0,02984           |

d. Optimasi Volume Pengompleks ((NH)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>CO)

Optimasi volume pengompleks dilakukan dengan variasi volume pengompleks Diphenylcarbazine ((NH)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>CO) 0,5 ; 1,0 ; 1,5 ; 2,0 ; dan 2,5 ml. Volume pengompleks yang optimum didapatkan dari harga absorbansi kompleks Krom-Diphenylcarbazine yang paling besar. Hasil rata-rata dari 5 kali percobaan diperoleh volume pengompleks yang paling optimum yaitu 1,5 ml. Gambar 15 menunjukkan grafik absorbansi rata-rata kompleks Krom-Diphenylcarbazine versus volume pengompleks. Absorbansi rata-rata pada variasi volume pengompleks ditunjukkan oleh Tabel 14.



Gambar 15. Grafik absorbansi rata-rata kompleks Cr-diphenylcarbazine versus volume pengompleks

Tabel 14. Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi Volume Pengompleks

| No       | Volume Pengompleks (mL) | A <sub>1</sub> | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> | A <sub>rata-rata</sub> ± 2s |
|----------|-------------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-----------------------------|
| 1        | 0,5                     | 0,2648         | 0,2539         | 0,2528         | 0,2851         | 0,2711         | 0,26554 ± 0,02668           |
| 2        | 1,0                     | 0,3265         | 0,3292         | 0,3364         | 0,3347         | 0,3228         | 0,32992 ± 0,01130           |
| <b>3</b> | <b>1,5</b>              | 0,3445         | 0,3446         | 0,3377         | 0,3527         | 0,3335         | <b>0,34260 ± 0,01471</b>    |
| 4        | 2,0                     | 0,3428         | 0,3436         | 0,3321         | 0,3340         | 0,3260         | 0,33570 ± 0,01493           |
| 5        | 2,5                     | 0,3396         | 0,3379         | 0,3251         | 0,3350         | 0,3151         | 0,33054 ± 0,02059           |

## 2. Verifikasi dan Validasi Metode

Penggunaan suatu metode uji mempertimbangkan nilai-nilai tertentu seperti presisi, akurasi, sensitivitas, dan batas deteksi. Verifikasi dan validasi metode uji merupakan konfirmasi bahwa suatu metode memenuhi persyaratan yang ditentukan dengan cara menguji metode dan melengkapi dengan bukti-bukti yang obyektif. Verifikasi dilakukan pada kedua metode standar yaitu APHA 3500-Cr dan ASTM D 1687-92, sedangkan validasi dilakukan pada metode non standar yaitu APHA 3500-Cr modifikasi. Nilai-nilai yang dihasilkan dalam verifikasi dan validasi meliputi bias, presisi, akurasi (persen *recovery*), persen RSD, persen D, dan limit deteksi. Untuk verifikasi dan validasi digunakan Cr dan K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> yang diperkaya sampel (uji pungut ulang). Hasil dari verifikasi dan validasi ditunjukkan tabel 15.

Tabel 15. Hasil Verifikasi dan Validasi Metode ASTM D 1687-92, APHA 3500-Cr, dan APHA 3500-Cr Modifikasinya

| Hasil Verifikasi dan Validasi | ASTM D 1687-92 | APHA 3500-Cr | APHA 3500-Cr Modifikasi |
|-------------------------------|----------------|--------------|-------------------------|
| <i>Spektrosol</i> :           |                |              |                         |
| • Bias                        | -0,3993        | -0,9954      | -0,2113                 |
| • Presisi                     |                |              |                         |
| • Persen Recovery/(%)         | 0,7069         | 1,3693       | 0,5665                  |
| • Persen D/(%)                | 98,01          | 95,02        | 98,94                   |
| • Persen RSD/(%)              | 1,99           | 4,98         | 1,06                    |
|                               | 2,80           | 4,20         | 2,60                    |
| Uji Pungut Ulang:             |                |              |                         |
| • Bias                        | -0,2221        | -0,5010      | 0,2134                  |

|                             |        |        |        |
|-----------------------------|--------|--------|--------|
| • Presisi                   | 0,7458 | 0,8467 | 0,9260 |
| • Persen Recovery/(%)       | 95,45  | 89,51  | 104,19 |
| • Persen D/(%)              | 4,55   | 10,49  | -4,19  |
| • Persen RSD/(%)            | 15,21  | 15,47  | 16,91  |
| Penentuan Limit Deteksi     |        |        |        |
| • Limit Deteksi (MDL)/(ppb) | 0,505  | 0,386  | 0,536  |
| • Persen Recovery/(%)       | 83,89  | 82,57  | 91,31  |
| • Persen RSD/(%)            | 10,22  | 19,83  | 9,42   |

### 3. Analisis $\text{Cr}^{+6}$ dalam ATR Kartini

Untuk menganalisis Cr dibuat kurva kalibrasi dan diukur absorbansi dari ATR dengan menggunakan *fixed mode* pada  $\lambda$  540 nm untuk metode standar APHA 3500-Cr dan ASTM D 1687-92, sedangkan untuk metode APHA 3500-Cr digunakan *fixed mode* pada  $\lambda$  542 nm. Hasil analisis dari ketiga metode ditunjukkan tabel 16.

Tabel 16. Hasil Analisis  $\text{Cr}^{+6}$  ATR Kartini

| Hasil Analisis                      | Metode              |                     |                         |
|-------------------------------------|---------------------|---------------------|-------------------------|
|                                     | ASTM D 1687-92      | APHA 3500-Cr        | APHA 3500-Cr Modifikasi |
| Konsentrasi $\text{Cr}^{+6}$ /(ppb) | 4,8771 $\pm$ 1,2472 | 4,7778 $\pm$ 1,3604 | 5,0975 $\pm$ 0,7512     |
| Persen RSD/(%)                      | 12,79               | 14,24               | 7,37                    |

Dari hasil analisis konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  sampel ATR Kartini dilakukan evaluasi ketidakpastian pengukuran berdasarkan *ISO Guide* yang memberikan metode universal yang diakui secara internasional. Pada tabel 17 menunjukkan hasil pengukuran ketidakpastian dari ketiga metode.

Tabel 17. Hasil Pengukuran Ketidakpastian Konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  dalam ATR Kartini

| Hasil pengukuran                | Metode       |                         |              |
|---------------------------------|--------------|-------------------------|--------------|
|                                 | APHA 3500-Cr | APHA 3500-Cr Modifikasi | ASTM 1687-92 |
| Rata-rata konsentrasi/(ppb)     | 4,7778       | 5,0975                  | 4,8771       |
| Ketidakpastian/(ppb)            | $\pm$ 0,7154 | $\pm$ 0,3975            | $\pm$ 0,6577 |
| Dengan tingkat kepercayaan 95 % |              |                         |              |

## **B. Pembahasan**

### **1. Optimasi Kondisi Pengukuran**

#### **a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**

Kompleks Cr-Diphenylcarbazone memiliki panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{\text{maks}}$ ) yaitu 540 nm (Clesceri, et al; 1998), sedangkan dalam metode ini menghasilkan  $\lambda_{\text{maks}}$  sebesar 542 nm seperti pada gambar 12. Perbedaan yang dihasilkan tidak terlalu signifikan karena hanya selisih 2 nm. Kompleks Cr-Diphenylcarbazone mempunyai  $\lambda_{\text{maks}}$  sebesar 542 nm dimana terjadi absorpsi maksimum. Pada pengukuran harus dipilih panjang gelombang maksimum karena pada panjang gelombang ini kepekaan tertinggi dan kurva baku akan tetap lurus (memenuhi hukum lambert beer)(Mulja dan Syahrani, 1990).

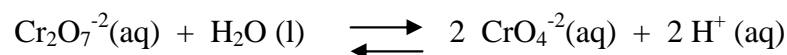
#### **b. Optimasi Waktu Kestabilan Kompleks Cr-diphenylcarbazone**

Waktu kestabilan yang digunakan adalah yang mempunyai harga  $2s/A_{\text{rata-rata}}$  paling kecil, hal ini menunjukkan bahwa pada kelompok tersebut tidak menunjukkan perbedaan harga absorbansi yang terlalu signifikan. Berdasarkan hasil penelitian, kelompok waktu kestabilan kompleks Cr-Diphenylcarbazone adalah 1-10 menit, hal ini mengindikasikan bahwa waktu kestabilan kompleks cepat terbentuk.

Pada kelompok pertama harga  $2s/A_{\text{rata-rata}}$  paling kecil, ini menunjukkan bahwa kompleks pada menit 1-10 diasumsikan sudah mencapai keadaan stabil, pada menit ini terlihat nilai absorbansi yang hampir sama dan juga tampak warna violet yang tampak terlihat stabil. Pembentukan kompleks Cr-Diphenylcarbazone menunjukkan waktu yang cepat karena dipengaruhi oleh pelarut yang tepat dan karakteristik larutan diphenylcarbazine yang cepat teroksidasi dalam keadaan asam menjadi diphenylcarbazone. Pada kelompok kedua dan ketiga terjadi kenaikan nilai absorbansi secara signifikan dan perubahan warna violet yang semakin pudar. Pada gambar 13, dapat dilihat bahwa kompleks terlihat stabil pada menit 5-10 menit. Dari hal diatas dapat diambil kesimpulan waktu kestabilan yang paling baik untuk penentuan analisis selanjutnya adalah pada menit ke 5. Pada waktu ini sesuai dengan kisaran waktu pada metode standar APHA 3500-Cr.

c. Optimasi pH

Metode standar APHA 3500-Cr sangat dipengaruhi oleh pH. Sesuai dengan Achmad (1992), di dalam larutan terjadi kesetimbangan antara  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$  dan  $\text{CrO}_4^{-2}$  yang bergantung pada pH larutan.



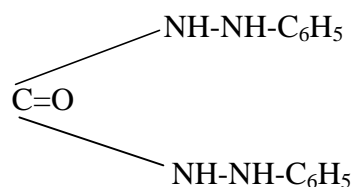
Sistem dibuat pada pH asam agar kompleks  $\text{Cr}^{+6}$  dengan Diphenylcarbazine sebagai pengompleks dapat terjadi. Pada pH basa kompleks yang diinginkan tidak akan terjadi.

Berdasarkan hasil penelitian, pembentukan kompleks Cr-Diphenylcarbazone sempurna pada pH optimum 2,0, sedangkan dalam metode standar APHA 3500-Cr, pH optimum berkisar antara 1,6 – 2,2. Ini menunjukkan bahwa pH hasil optimasi sama dengan pH metode standar APHA 3500-Cr.

d. Optimasi Volume Pengompleks

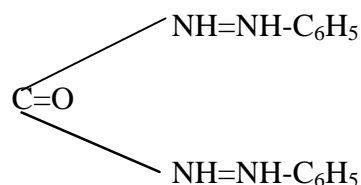
Diphenylcarbazine adalah suatu reagen yang sangat baik untuk penentuan kromium (VI), dalam suasana asam memberikan larutan berwarna merah violet.

Diphenylcarbazine mempunyai rumus struktur :



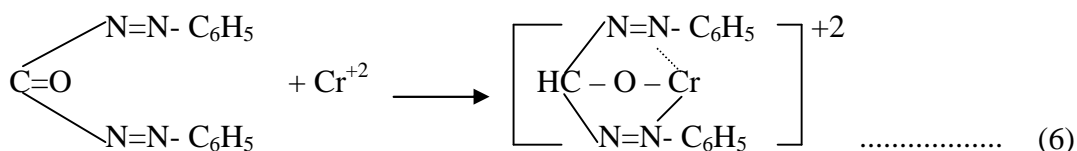
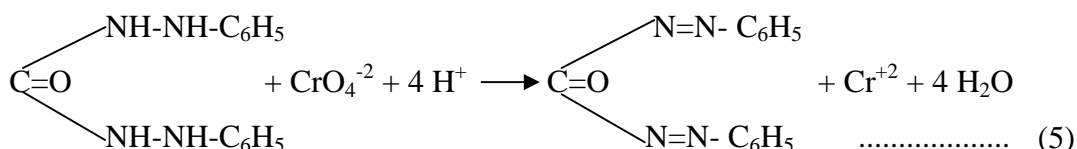
Gambar 1. Struktur Diphenylcarbazine

Diphenylcarbazine akan membentuk diphenylcarbazone sebagai akibat reduksi dari  $\text{Cr}^{+6}$  menjadi  $\text{Cr}^{+2}$  dan selanjutnya akan memberikan warna merah violet. Reagen ini kurang baik untuk penentuan logam lain seperti merkuri kecuali kromium sebagai kromat. Diphenylcarbazone memiliki struktur :



Gambar 2. Struktur Diphenylcarbazone

Pada pengujian  $\text{Cr}^{+6}$  secara kuantitatif dapat dilakukan dengan metode kolometri yaitu mereaksikannya dengan Diphenylcarbazine dalam larutan asam.  $\text{Cr}^{+6}$  direduksi menjadi  $\text{Cr}^{+2}$  sehingga terbentuk Diphenylcarbazon, hasil reaksi seterusnya menghasilkan suatu kompleks berwarna violet dengan reaksi:



Berdasarkan hasil penelitian diperoleh volume pengompleks yang paling optimum 1,5 mL, hal ini menunjukkan bahwa pengompleks dengan volume 1,5 ml sudah mampu membentuk kompleks dengan  $\text{Cr}^{+6}$  secara sempurna. Ion Diphenylcarbazon bertindak sebagai donor elektron dan ion Cr sebagai akseptor elektron, dan ikatan yang terjadi adalah ikatan kovalen koordinasi.

## 2. Verifikasi dan Validasi Metode

Metode standar ASTM D 1687-92, APHA 3500-Cr dan modifikasinya dapat ditentukan efektifitasnya dengan menentukan harga bias, presisi, persen RSD, persen D, dan persen *recovery* (akurasi). Metode dikatakan lebih efektif jika nilai bias, presisi, persen RSD, dan persen D lebih kecil serta nilai persen *recovery* lebih besar. Bias, presisi, persen RSD, dan persen D menunjukkan besar selisih (deviasi) hasil validasi yang diperoleh dengan nilai sebenarnya. Sehingga semakin besar nilai bias, presisi, persen RSD, dan persen D, maka semakin besar pula perbedaan hasil verifikasi dan validasi dengan nilai sebenarnya. Dari tabel 15, dapat dilihat hasil verifikasi dan validasi dari ketiga metode. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, metode APHA 3500-Cr modifikasi memberikan hasil validasi (*spektrosol* dan limit deteksi) dengan nilai bias, presisi, persen RSD dan

persen D lebih kecil dari kedua metode standar APHA 3500-Cr dan ASTM D 1687-92. Sedangkan untuk persen *recovery*, metode modifikasi lebih besar dari metode standar. Untuk hasil verifikasi dan validasi dengan uji pungut ulang, nilai-nilai presisi, persen RSD, persen D dan persen *recovery* metode APHA 3500-Cr modifikasi lebih besar dari kedua metode standar. Sedangkan bias dan persen D memberikan hasil lebih kecil dari kedua metode standar. Dari data hasil validasi dan verifikasi tersebut dapat disimpulkan bahwa metode APHA 3500-Cr modifikasi lebih efektif untuk analisa  $\text{Cr}^{+6}$ .

### 3. Analisis $\text{Cr}^{+6}$ dalam ATR

Saat ini persyaratan kualitas kimia ATR di reaktor Kartini untuk kandungan unsur kelumit Cr, adalah kurang dari 1 ppm (Sumijanto, 2003). Dari hasil analisis air tangki reaktor, metode APHA 3500-Cr dapat menentukan keberadaan kandungan  $\text{Cr}^{+6}$  ATR sebesar 4,7778 ppb dengan persen RSD 14,24 %. Metode APHA 3500-Cr modifikasi dapat menentukan keberadaan kandungan  $\text{Cr}^{+6}$  ATR sebesar 5,0975 ppb dengan persen RSD 7,37 %. Sedangkan metode ASTM D 1687-92 dapat menentukan keberadaan kandungan  $\text{Cr}^{+6}$  ATR sebesar 4,8771 ppb dengan persen RSD 12,79 %. Dari ketiga metode tersebut metode APHA 3500-Cr modifikasi memberikan hasil yang lebih besar sehingga bisa disimpulkan bahwa metode ini lebih efektif daripada kedua metode yang lain.

Uji statistik dilakukan dari hasil konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  ATR. Uji statistik yang dilakukan adalah uji ANOVA karena sampel yang diuji berjumlah 3. Hasil uji ANOVA didapatkan bahwa dari rata-rata 3 sampel tidak berbeda secara signifikan. Jadi secara statistik bisa disimpulkan ketiga metode yaitu metode ASTM D 1687-92, APHA 3500-Cr dan modifikasinya tidak berbeda.

Dalam ketiga metode ini juga dilakukan pengukuran ketidakpastian menurut standar *ISO Guide* yang bersifat universal. Hal ini dimaksudkan agar setiap pengukuran yang dilakukan memperhatikan segala aspek kekeliruan yang mungkin terjadi saat pengukuran. Dari tabel 17 dapat dikatakan bahwa nilai ketidakpastian besarnya kira-kira dibawah 15 % dari nilai pengukurannya untuk masing-masing metode sehingga dapat dikatakan masih bagus.



Berdasarkan hasil penelitian pada tabel 16, kandungan  $\text{Cr}^{+6}$  ATR Kartini masih memenuhi persyaratan kualitas kimia ATR di reaktor nuklir Kartini, sehingga tidak menimbulkan masalah dalam operasi reaktor.

Suatu logam dianggap dalam keadaan terkorosi bila konsentrasi ion-ionnya dalam larutan lebih besar dari  $10^{-6}$  M (Konsep Marcel Pourbaix). Konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  dalam ATR pada metode APHA 3500-Cr sebesar  $9,1888 \cdot 10^{-8}$  M, metode APHA 3500-Cr modifikasi sebesar  $9,8036 \cdot 10^{-8}$  M, dan metode ASTM D sebesar  $9,3798 \cdot 10^{-8}$  M, jadi menurut Konsep Marcel Pourbaix dapat dikatakan tidak terjadi korosi  $\text{Cr}^{+6}$  dalam ATR.

Penentuan  $\text{Cr}^{+6}$  dapat untuk menentukan Cr total pada metode APHA 3500-Cr. Prosedur yang dilalui meliputi penghilangan unsur-unsur pengganggu seperti molybdenum, vanadium, besi, dan tembaga kemudian dilakukan oksidasi Cr (III). Dalam langkah penghilangan unsur-unsur pengganggu ini terdapat kendala dimana proses yang dihasilkan tidak seperti yang diharapkan yaitu kandungan Cr tidak terdeteksi. Kendala ini bisa disebabkan karena beberapa hal berikut: cupferron ikut menyerap kromium, ekstraksi yang kurang sempurna, dan penghilangan  $\text{HNO}_3$  yang kurang sempurna.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **A. Kesimpulan**

1. Hasil optimasi kondisi metode APHA 3500-Cr modifikasi:
  - a. Panjang gelombang maksimum metode APHA 3500-Cr modifikasi adalah 542 nm, sedangkan panjang gelombang maksimum metode asli APHA 3500-Cr adalah 540 nm. Perbedaan 2 nm tidak terlalu signifikan.
  - b. Waktu kestabilan kompleks metode APHA 3500-Cr modifikasi adalah 5 menit, sedangkan waktu kestabilan metode asli APHA 3500-Cr adalah 5-10 menit. Hasil yang didapat masih dalam range.
  - c. pH metode APHA 3500-Cr modifikasi adalah 2, sedangkan pH metode asli APHA 3500-Cr adalah 1,6-2,2. Hasil yang didapat masih dalam range.
  - d. Volume pengompleks metode APHA 3500-Cr modifikasi adalah 1,5 mL, sedangkan volume pengompleks metode asli APHA 3500-Cr adalah 2 mL. Hasil yang didapat berbeda dengan metode asli.
2. Metode spektrofotometri UV-VIS dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$  dalam ATR Kartini. Hasil pengukuran  $\text{Cr}^{+6}$  dalam ATR sebagai berikut : 4,8771 ppb (Metode ASTM D 1687-92), 4,7778 ppb (Metode APHA 3500-Cr), dan 5,0975 ppb (Metode APHA 3500-Cr modifikasi).
3. Uji statistik ANOVA menunjukkan keefektifan ketiga metode : ASTM D 1687-92, APHA 3500-Cr dan APHA 3500-Cr modifikasi adalah sama. Hasil yang diberikan dari metode APHA 3500-Cr modifikasi adalah konsentrasi pereaksi  $\text{H}_3\text{PO}_4$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang lebih jelas.

#### **B. Saran**

1. Perlu dikaji lebih dalam sejauh mana larutan cupferron dapat menghilangkan logam-logam seperti molybdenum, vanadium, besi dan tembaga.

2. Perlu dikaji lebih dalam sejauh mana ekstraksi dengan kloroform dapat mengikat semua cupferron.
3. Perlu dikaji lebih dalam bagaimana proses *digestion* dengan menggunakan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dapat mendekomposisi semua materi organik tanpa mempengaruhi atau menghilangkan keberadaan ion Cr.

**DAFTAR PUSTAKA**

- Achmad, Hiskia. 1992. *Kimia Unsur dan Radiokimia*. PT Citra Aditya Bakti. Bandung
- Apriyanto dan Wijaya. 2002. "Produksi Air Bebas Mineral Untuk Air Tangki Reaktor". *Prosiding Seminar Pengelolaan Perangkat Nuklir*. P3TM-BATAN. Yogyakarta.
- Basuki, K. T., Sarjono, Y., Sutjipto, Supriyanto, dan Sukarman, A., 2003, "Pemanfaatan Air Payau / Air Laut Untuk Pendingin Reaktor Daya", *Seminar Kimia Air-P2TKN Serpong Jakarta 17April 2003*, P3TM-BATAN, Yogyakarta
- Basuki, K. T., Sarjono, Y., Sutjipto, Supriyanto, dan Sukarman, A., 2003, "Kimia Air Reaktor Kartini di Yogyakarta", *Seminar Kimia Air-P2TKN Serpong Jakarta 21 April 2003*, P3TM-BATAN, Yogyakarta
- Benefeld and Weard, 1982, *Process Chemistry for Water and Wastewater Treatment*. Prentice Hall Inc.
- Clesceri, L. S., Greenberg, A. E., and Eaton, A. D., 1998, *Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater*, 20<sup>th</sup> Edition, American Public Assosiation, American Water Works Assosiation, Water Enviroment Federation
- Day, R. A. and Underwood, A. L., 1994, *Analisis Kimia Kuantitatif*, Edisi ke-4, Erlangga, Jakarta

- Khasanah, 2005, *Penentuan Kandungan Alumunium Dalam Air Tangki Reaktor Nuklir Kartini Dengan Metode Spektrofotometri UV-VIS* , Skripsi, FMIPA UNS
- Mulja, M dan Syahrani, A. 1990. *Aplikasi Analisis Spektrofotometri UV-VIS*. Mechipso Grafika. Surabaya
- Palar, H., 1994, *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Rineka Cipta. Jakarta
- Peraturan Daerah Propinsi Jawa Tengah No 10/2004 tentang Baku Mutu Air Limbah
- PPI-KIM, 2005, *Ketidakpastian Pengukuran* , Graha Widia Bakti Puspitek, Serpong
- Rahmawati, 2005, *Uji Unjuk Kerja Analisis Silika Reaktif Dalam ATR Kartini Menggunakan Metode Modifikasi Metode Standar 4500-SiO<sub>2</sub> D Heteropoly Blue Methode* , Skripsi, FMIPA UNS
- Ridhayani, 1998, Penentuan Kadar Uranium Dalam Fasa Organik Secara Spektrofotometri. *Laporan Kerja Lapangan Sekolah Menengah Analisis Kimia Ujung Pandang*. Departemen Perindustrian dan Perdagangan RI Pusat Pembinaan Pelatihan Ketrampilan dan Kejuruan Sekolah Menengah Analisis Kimia. Ujung Pandang
- Russel, 1981, *General Chemistry*, International Student Edition, Mc Graw-Hill
- Sandell, E.B., 1959. *Colorimetric determination of traces of metals*. 3<sup>rd</sup> Edition. Interscience Publishers. New York

- Santoso, S. dan Tjiptono, F., 2001, *Konsep Dan Aplikasi Dengan SPSS*, PT Elex Media Komputindo, Jakarta
- Sardjono, Y., Syarip, and Salman, 1989. "Identification of Corrosion Product from Triga Fuels Cladding and Reactor Component". *Second Asian Seminar On Research Reactors, 22-26 May 1989*. Jakarta. Indonesia
- Shimadzu, *Instruction Manual UV-1601PC User's System Guide*, Shimadzu Corporation, Analytical Instruments Division, Kyoto
- Storer, R.A., J.L Cornillot, P.C. Fazio-Fluerhr, and H.J. Shupak, 1998, *Water and Environmental Technology*, Annual Book of ASTM Standards, Easton, USA
- Sudjana, 1992, *Metoda Statistika*, Edisi kelima, Tarsito, Bandung
- Sumijanto, 2003, "Studi Pengaruh Ion Cl dan Cu Terhadap Integritas Tangki Reaktor Kartini", *Prosiding Seminar Nasional Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir*, P3TM BATAN, Yogyakarta
- \_\_\_\_\_, 2004, "Kontrol Kualitas Air dan Korosi Material Sistem Pendingin Primer Reaktor Nuklir", *Sigma Epsilon Buletin Ilmiah teknologi Keselamatan Nuklir*, Vol. 8. No. 1. Februari 2004, P2TKN BATAN, Yogyakarta
- Sutjipto, Lagalu, F., dan Sardjono, Y., 1991, "Penentuan Produk Korosi di Dalam Air Pendingin Primer Reaktor Kartini dengan Metode Analisis Pengaktifan Neutron", *Prosiding Pertemuan dan Pertemuan Ilmiah, Penelitian Dasar Ilmu pengetahuan dan Teknologi Nuklir*, PPNY-BATAN, Yogyakarta
- Vogel. 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif* . Edisi Lima. PT Media Pustaka Jakarta

## LAMPIRAN 1

### A. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi

#### 1. Optimasi Kondisi Percobaan

##### a. Penentuan Waktu kestabilan Kompleks Cr-Dipheylcarbazon

Tabel 1. Serapan Kompleks pada Cr-Dipheylcarbazon 1-35 menit

| Waktu (menit) | A <sub>1</sub> | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> |
|---------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 1             | 0.2906         | 0.2972         | 0.2935         | 0.2948         | 0.2929         |
| 2             | 0.2896         | 0.2971         | 0.2936         | 0.2957         | 0.2869         |
| 3             | 0.2917         | 0.2979         | 0.2915         | 0.2987         | 0.2883         |
| 4             | 0.2913         | 0.2969         | 0.2926         | 0.2957         | 0.2884         |
| 5             | 0.2909         | 0.2967         | 0.2911         | 0.2961         | 0.2923         |
| 6             | 0.2897         | 0.2971         | 0.2927         | 0.2964         | 0.2916         |
| 7             | 0.2894         | 0.2978         | 0.2906         | 0.2966         | 0.2910         |
| 8             | 0.2909         | 0.2967         | 0.2927         | 0.2961         | 0.2912         |
| 9             | 0.2906         | 0.2953         | 0.2915         | 0.2942         | 0.2917         |
| 10            | 0.2982         | 0.2949         | 0.2906         | 0.2944         | 0.2894         |
| 11            | 0.2904         | 0.2968         | 0.2971         | 0.2963         | 0.2898         |
| 12            | 0.2891         | 0.2996         | 0.2887         | 0.2961         | 0.2913         |
| 13            | 0.2907         | 0.2970         | 0.2941         | 0.2959         | 0.2941         |
| 14            | 0.2898         | 0.2970         | 0.2927         | 0.2971         | 0.2893         |
| 15            | 0.2911         | 0.2980         | 0.2919         | 0.2943         | 0.2956         |
| 20            | 0.2919         | 0.2956         | 0.2996         | 0.2930         | 0.2922         |
| 25            | 0.2898         | 0.2969         | 0.2962         | 0.2972         | 0.2903         |
| 30            | 0.2869         | 0.2969         | 0.2912         | 0.2932         | 0.2918         |
| 35            | 0.2880         | 0.2960         | 0.2893         | 0.2945         | 0.2896         |

Tabel 2. Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi Waktu Kestabilan

| Kelompok          | A <sub>rata-rata</sub> | s (10 <sup>-4</sup> ) | 2s/A <sub>rata-rata</sub> (10 <sup>-3</sup> ) |
|-------------------|------------------------|-----------------------|---|
| I (1-10 menit)    | 0,29327                | 4,1666                | <b>2,8415</b>                                 |
| II (11-20 menit)  | 0,29392                | 6,7805                | 4,6138  |
| III (25-35 menit) | 0,29252                | 13,7394               | 9,4065  |

## b. Penentuan pH Optimum

Tabel 3. Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi pH

| pH       | A <sub>1</sub> | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> | Arata-rata     |
|----------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 0.5      | 0.0777         | 0.0486         | 0.0572         | 0.0880         | 0.1233         | 0.07896        |
| 1        | 0.2803         | 0.2646         | 0.2515         | 0.2542         | 0.2679         | 0.26370        |
| 1.5      | 0.3234         | 0.3140         | 0.3152         | 0.3167         | 0.3207         | 0.31800        |
| <b>2</b> | 0.3319         | 0.3325         | 0.3261         | 0.3178         | 0.3324         | <b>0.32814</b> |
| 2.5      | 0.3342         | 0.2739         | 0.2974         | 0.3021         | 0.3261         | 0.30674        |

| No. | pH         | A <sub>1</sub> | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> | S (10 <sup>-3</sup> ) | A <sub>rata-rata</sub> ± 2s |
|-----|------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-----------------------|-----------------------------|
| 1   | 1,6        | 0,3218         | 0,3155         | 0,3235         | 0,3272         | 0,3294         | 5,371                 | 0,32348 ± 0,01074           |
| 2   | 1,8        | 0,3250         | 0,3180         | 0,3257         | 0,3306         | 0,3325         | 5,654                 | 0,32636 ± 0,01131           |
| 3   | <b>2,0</b> | 0,3294         | 0,3188         | 0,3291         | 0,3318         | 0,3396         | 7,444                 | <b>0,32974 ± 0,01489</b>    |
| 4   | 2,2        | 0,3264         | 0,3164         | 0,3199         | 0,3211         | 0,3304         | 5,545                 | 0,32284 ± 0,01109           |
| 5   | 2,4        | 0,2896         | 0,3053         | 0,2787         | 0,3051         | 0,3167         | 14,922                | 0,29908 ± 0,02984           |

## c. Penentuan Volume Pengompleks

Tabel 4. Nilai Absorbansi Rata-rata pada Optimasi Volume Pengompleks

| No       | Volume Pengompleks (mL) | A <sub>1</sub> | A <sub>2</sub> | A <sub>3</sub> | A <sub>4</sub> | A <sub>5</sub> | A <sub>rata-rata</sub> ± 2s |
|----------|-------------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-----------------------------|
| 1        | 0,5                     | 0,2648         | 0,2539         | 0,2528         | 0,2851         | 0,2711         | 0,26554 ± 0,02668           |
| 2        | 1,0                     | 0,3265         | 0,3292         | 0,3364         | 0,3347         | 0,3228         | 0,32992 ± 0,01130           |
| <b>3</b> | <b>1,5</b>              | 0,3445         | 0,3446         | 0,3377         | 0,3527         | 0,3335         | <b>0,34260 ± 0,01471</b>    |
| 4        | 2,0                     | 0,3428         | 0,3436         | 0,3321         | 0,3340         | 0,3260         | 0,33570 ± 0,01493           |
| 5        | 2,5                     | 0,3396         | 0,3379         | 0,3251         | 0,3350         | 0,3151         | 0,33054 ± 0,02059           |

2. Validasi Metode

## a. Penentuan Limit Deteksi

Tabel 5. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb | A      |
|----|-------------------------|--------|
| 1  | 0,0                     | 0,0000 |
| 2  | 2,0                     | 0,0018 |
| 3  | 4,0                     | 0,0032 |
| 4  | 6,0                     | 0,0049 |
| 5  | 8,0                     | 0,0065 |
| 6  | 10,0                    | 0,0081 |



Tabel 6. Nilai absorbansi dan Konsentrasi Cr<sup>+6</sup>  
Hasil Interpolasi Larutan Blangko

| Blangko | A               | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb |
|---------|-----------------|-------------------------|
| 1       | $7,333.10^{-4}$ | 0,835                   |
| 2       | $9.10^{-4}$     | 1,042                   |
| 3       | $8,667.10^{-4}$ | 1,001                   |
| 4       | $9,333.10^{-4}$ | 1,083                   |
| 5       | $9.10^{-4}$     | 1,042                   |
| 6       | $7,667.10^{-4}$ | 0,876                   |
| 7       | $8,333.10^{-4}$ | 0,959                   |

Tabel 7. Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr<sup>+6</sup>  
Hasil Interpolasi Larutan *Spike*

| Larutan <i>spike</i> | A( $10^{-3}$ ) | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb |
|----------------------|----------------|-------------------------|
| 1                    | 1,167          | 1,374                   |
| 2                    | 1,2            | 1,415                   |
| 3                    | 1,2            | 1,415                   |
| 4                    | 1,1            | 1,291                   |
| 5                    | 1,467          | 1,747                   |
| 6                    | 1,133          | 1,332                   |
| 7                    | 1,033          | 1,208                   |

## b. Validasi

### 1. *Spektrosol* Cr

Tabel 8. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0060 |
| 3  | 20       | 0,0117 |
| 4  | 30       | 0,0176 |
| 5  | 40       | 0,0262 |
| 6  | 50       | 0,0334 |

Tabel 9. Nilai absorbansi dan Konsentrasi Cr  
dalam larutan *Spektrosol* 20 ppb

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0121 | 19,4290 |
| 2  | 0,0122 | 19,5789 |
| 3  | 0,0128 | 20,4782 |
| 4  | 0,0126 | 20,1784 |
| 5  | 0,0120 | 19,2791 |

2.  $K_2Cr_2O_7$  + sampel (metode uji pungut ulang)

Tabel 10. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0067 |
| 3  | 20       | 0,0128 |
| 4  | 30       | 0,0190 |
| 5  | 40       | 0,0269 |
| 6  | 50       | 0,0338 |

Tabel 11. Nilai absorbansi dan Konsentrasi Cr + sampel

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0088 | 13,5213 |
| 2  | 0,0095 | 14,5604 |
| 3  | 0,0104 | 15,8962 |
| 4  | 0,0096 | 14,7087 |
| 5  | 0,0103 | 15,7470 |
| 6  | 0,0371 | 55,5273 |
| 7  | 0,0376 | 56,2694 |
| 8  | 0,0372 | 55,6757 |
| 9  | 0,0377 | 56,4179 |
| 10 | 0,0366 | 54,7851 |

3. Analisis  $Cr^{+6}$  dalam ATR

Tabel 12. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No | [ $Cr^{+6}$ ] ppb | A      |
|----|-------------------|--------|
| 1  | 0                 | 0,0000 |
| 2  | 10                | 0,0082 |
| 3  | 20                | 0,0160 |
| 4  | 30                | 0,0226 |
| 5  | 40                | 0,0314 |
| 6  | 50                | 0,0391 |

Tabel 13. Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Sampel

| No. | A      | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb |
|-----|--------|-------------------------|
| 1   | 0,0038 | 4,7111                  |
| 2   | 0,0039 | 4,8399                  |
| 3   | 0,0043 | 5,3552                  |
| 4   | 0,0045 | 5,6128                  |
| 5   | 0,0040 | 4,9687                  |

## B. Metode APHA 3500-Cr

## 1. Penentuan Limit Deteksi

Tabel 14. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb | A      |
|----|-------------------------|--------|
| 1  | 0,0                     | 0,0000 |
| 2  | 2,0                     | 0,0017 |
| 3  | 4,0                     | 0,0034 |
| 4  | 6,0                     | 0,0045 |
| 5  | 8,0                     | 0,0057 |
| 6  | 10,0                    | 0,0074 |

Tabel 15. Nilai absorbansi dan Konsentrasi Cr<sup>+6</sup>  
Hasil Interpolasi Larutan Blangko

| No. | A                     | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb |
|-----|-----------------------|-------------------------|
| 1   | $6,667 \cdot 10^{-4}$ | 0,645                   |
| 2   | $6,667 \cdot 10^{-4}$ | 0,645                   |
| 3   | $5,333 \cdot 10^{-4}$ | 0,459                   |
| 4   | $7 \cdot 10^{-4}$     | 0,692                   |
| 5   | $8 \cdot 10^{-4}$     | 0,832                   |
| 6   | $7 \cdot 10^{-4}$     | 0,692                   |
| 7   | $8,333 \cdot 10^{-4}$ | 0,878                   |

Tabel 16. Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr<sup>+6</sup>  
Hasil Interpolasi Larutan *Spike*

| No. | A(10 <sup>-3</sup> ) | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb |
|-----|----------------------|-------------------------|
| 1   | 1,067                | 1,205                   |
| 2   | 0,933                | 1,018                   |
| 3   | 1,167                | 1,344                   |
| 4   | 1,2                  | 1,391                   |
| 5   | 1,067                | 1,205                   |
| 6   | 1,133                | 1,297                   |
| 7   | 1,133                | 1,297                   |

## 2. Verifikasi

a. *Spektrosol Cr*

Tabel 17. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0082 |
| 3  | 20       | 0,0149 |
| 4  | 30       | 0,0212 |
| 5  | 40       | 0,0273 |
| 6  | 50       | 0,0355 |

Tabel 18. Nilai absorbansi dan Konsentrasi Cr dalam larutan *Spektrosol* 20 ppb

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0133 | 18,3949 |
| 2  | 0,0135 | 18,6852 |
| 3  | 0,0133 | 18,3949 |
| 4  | 0,0146 | 20,2820 |
| 5  | 0,0139 | 19,2659 |

b.  $K_2Cr_2O_7$  + sampel (metode uji pungut ulang)

Tabel 19. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0074 |
| 3  | 20       | 0,0135 |
| 4  | 30       | 0,0212 |
| 5  | 40       | 0,0281 |
| 6  | 50       | 0,0363 |

Tabel 20. Nilai absorbansi dan Konsentrasi Cr + sampel

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0099 | 14,0466 |
| 2  | 0,0096 | 13,6297 |
| 3  | 0,0095 | 13,4908 |
| 4  | 0,0111 | 15,7139 |
| 5  | 0,0103 | 14,6024 |
| 6  | 0,0389 | 54,3403 |
| 7  | 0,0387 | 54,0624 |
| 8  | 0,0385 | 53,7846 |
| 9  | 0,0388 | 54,2014 |
| 10 | 0,0393 | 54,8961 |

### 3. Analisa Cr<sup>+6</sup> dalam ATR

Tabel 21. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb | A      |
|----|-------------------------|--------|
| 1  | 0                       | 0,0000 |
| 2  | 10                      | 0,0062 |
| 3  | 20                      | 0,0128 |
| 4  | 30                      | 0,0200 |
| 5  | 40                      | 0,0273 |
| 6  | 50                      | 0,0345 |

Tabel 22. Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Sampel ATR

| No. | A      | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb |
|-----|--------|-------------------------|
| 1   | 0,0027 | 4,6914                  |
| 2   | 0,0020 | 3,6831                  |
| 3   | 0,0028 | 4,8354                  |
| 4   | 0,0031 | 5,2675                  |
| 5   | 0,0032 | 5,4115                  |

#### C. ASTM D 1687-92

##### 1. Penentuan Limit Deteksi

Tabel 23. Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Cr<sup>+6</sup>  
Hasil Interpolasi Larutan *Spike*

| No | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb | A      |
|----|-------------------------|--------|
| 1  | 0,0                     | 0,0000 |
| 2  | 2,0                     | 0,0017 |
| 3  | 4,0                     | 0,0035 |
| 4  | 6,0                     | 0,0048 |
| 5  | 8,0                     | 0,0062 |
| 6  | 10,0                    | 0,0076 |

Tabel 24. Nilai absorbansi dan Konsentrasi Cr<sup>+6</sup>  
Hasil Interpolasi Larutan *Blangko*

| No. | A                       | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb |
|-----|-------------------------|-------------------------|
| 1   | 1,1667.10 <sup>-3</sup> | 1,288                   |
| 2   | 1,2333.10 <sup>-3</sup> | 1,376                   |
| 3   | 1,0333.10 <sup>-3</sup> | 1,111                   |
| 4   | 1,2667.10 <sup>-3</sup> | 1,420                   |
| 5   | 1,033.10 <sup>-3</sup>  | 1,111                   |
| 6   | 1.233.10 <sup>-3</sup>  | 1,376                   |
| 7   | 1,1.10 <sup>-3</sup>    | 1,199                   |

Tabel 25. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No. | A( $10^{-3}$ ) | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb |
|-----|----------------|-------------------------|
| 1   | 1,6667         | 1,951                   |
| 2   | 1,6333         | 1,907                   |
| 3   | 1,4667         | 1,686                   |
| 4   | 1,4            | 1,597                   |
| 5   | 1,3333         | 1,589                   |
| 6   | 1,5            | 1,730                   |
| 7   | 1,4333         | 1,641                   |

## 2. Verifikasi

a. *Spektrosol Cr*

Tabel 26. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0074 |
| 3  | 20       | 0,0121 |
| 4  | 30       | 0,0179 |
| 5  | 40       | 0,0242 |
| 6  | 50       | 0,0315 |

Tabel 27. Nilai absorbansi dan Konsentrasi Cr dalam larutan *Spektrosol 20 ppb*

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0125 | 20,0593 |
| 2  | 0,0126 | 20,2230 |
| 3  | 0,0122 | 19,5679 |
| 4  | 0,0120 | 19,2404 |
| 5  | 0,0118 | 18,9128 |

b.  $K_2Cr_2O_7$  + sampel (metode uji pungut ulang)

Tabel 28. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No. | [Cr] ppb | A      |
|-----|----------|--------|
| 1   | 0        | 0,0000 |
| 2   | 10       | 0,0071 |
| 3   | 20       | 0,0137 |
| 4   | 30       | 0,0206 |
| 5   | 40       | 0,0276 |
| 6   | 50       | 0,0355 |

Tabel 29. Nilai absorbansi dan Konsentrasi Cr + sampel

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0103 | 14,8705 |
| 2  | 0,0111 | 16,0092 |
| 3  | 0,0098 | 14,1588 |
| 4  | 0,0104 | 15,0129 |
| 5  | 0,0096 | 13,8742 |
| 6  | 0,0387 | 54,0125 |
| 7  | 0,0376 | 53,7278 |
| 8  | 0,0386 | 55,1511 |
| 9  | 0,0385 | 55,0088 |
| 10 | 0,0383 | 54,7241 |

2. Analisis Cr<sup>+6</sup> dalam ATR

Tabel 30. Nilai Absorbansi Hasil Pengukuran Standar

| No | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb | A      |
|----|-------------------------|--------|
| 1  | 0                       | 0,0000 |
| 2  | 10                      | 0,0061 |
| 3  | 20                      | 0,0117 |
| 4  | 30                      | 0,0179 |
| 5  | 40                      | 0,0255 |
| 6  | 50                      | 0,0316 |

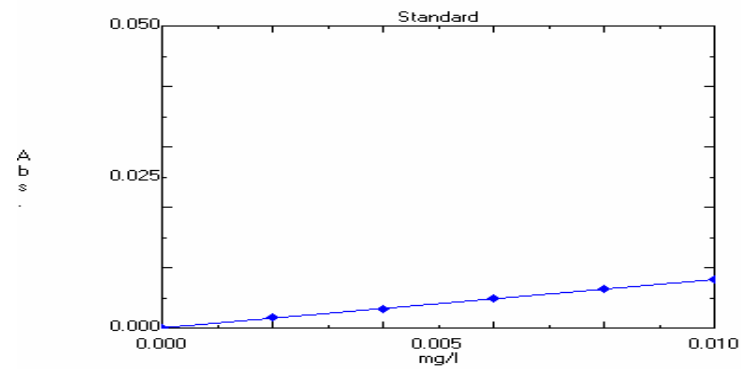
Tabel 31. Nilai Absorbansi dan Konsentrasi Sampel ATR Kartini

| No. | A      | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb |
|-----|--------|-------------------------|
| 1   | 0,0023 | 4,2791                  |
| 2   | 0,0033 | 5,8528                  |
| 3   | 0,0028 | 5,0659                  |
| 4   | 0,0026 | 4,7512                  |
| 5   | 0,0024 | 4,4364                  |

## LAMPIRAN 2

### 1. Metode APHA 3500-Cr Modifikasi

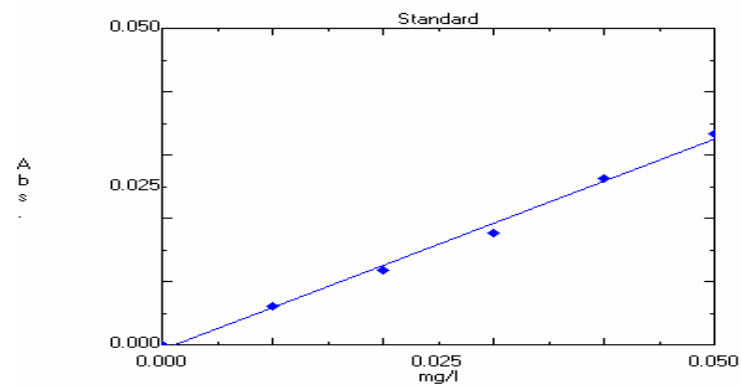
#### a. Penentuan Limit Deteksi



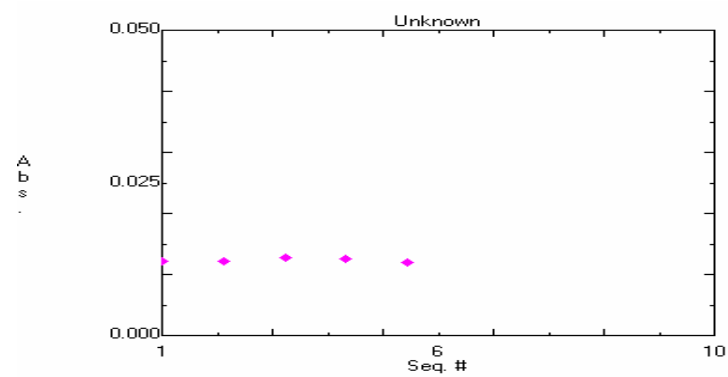
Gambar 1. Kurva Standar Cr

#### b. Validasi

##### 1. Dengan *spektrosol*



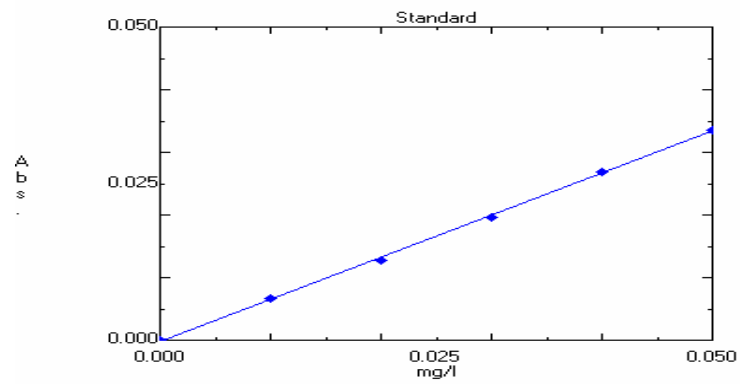
Gambar 2. Kurva standar



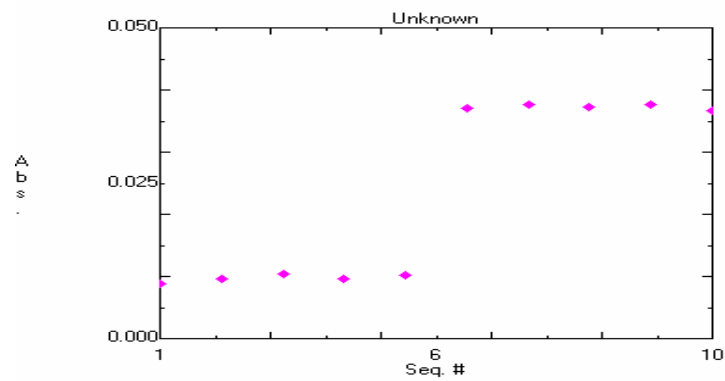
Gambar 3. Grafik sampel



2. Dengan metode uji pungut ulang

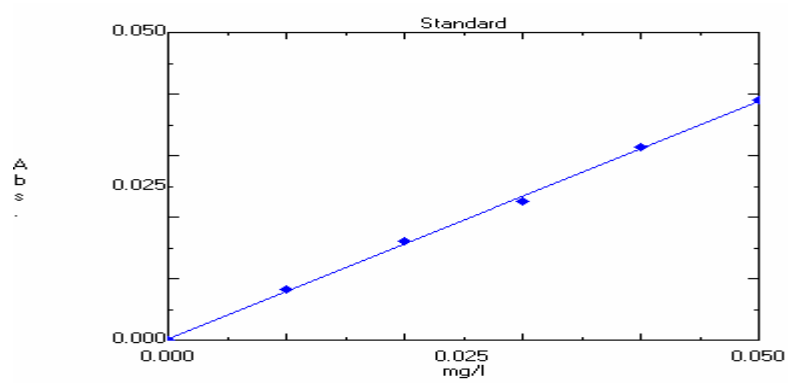


Gambar 4. Kurva standar

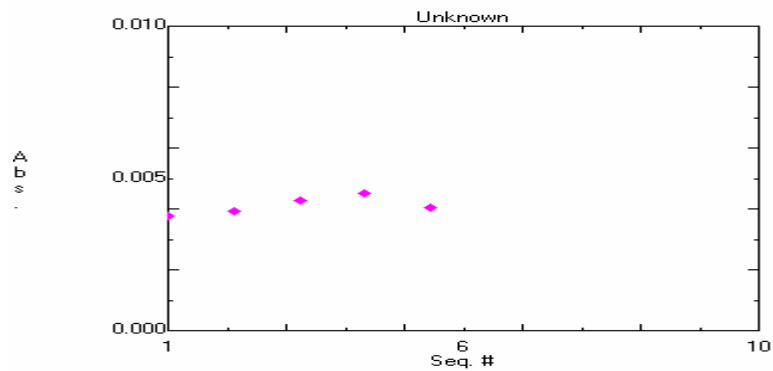


Gambar 5. Grafik sampel

c. Analisis  $\text{Cr}^{+6}$  dalam ATR Kartini



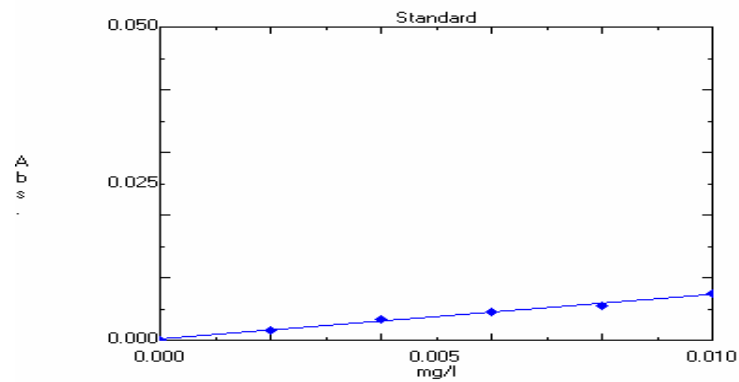
Gambar 6. Kurva standar



Gambar 7. Grafik sampel

## 2. Metode Standar APHA 3500-Cr

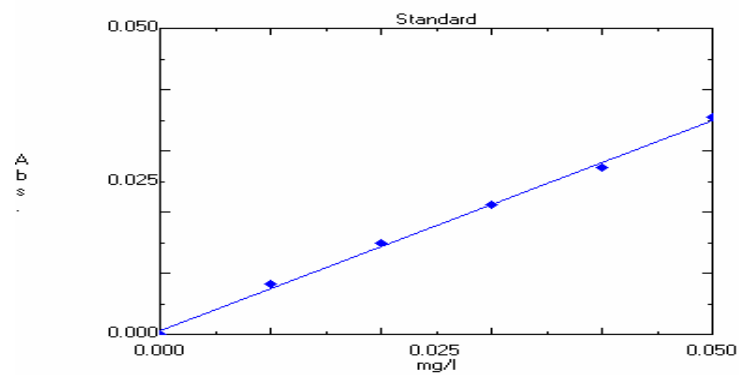
### a. Penentuan Limit deteksi



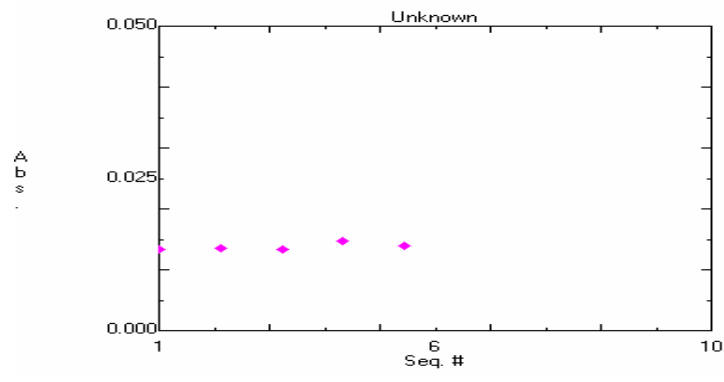
Gambar 8. Kurva standar

### b. Verifikasi

#### 1. Dengan *spektrosol*

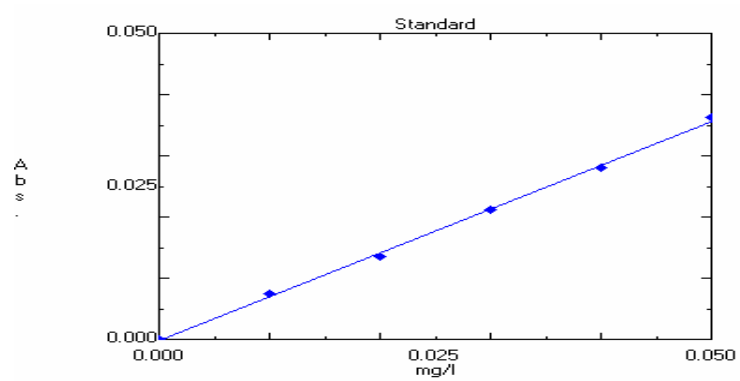


Gambar 9. Kurva standar

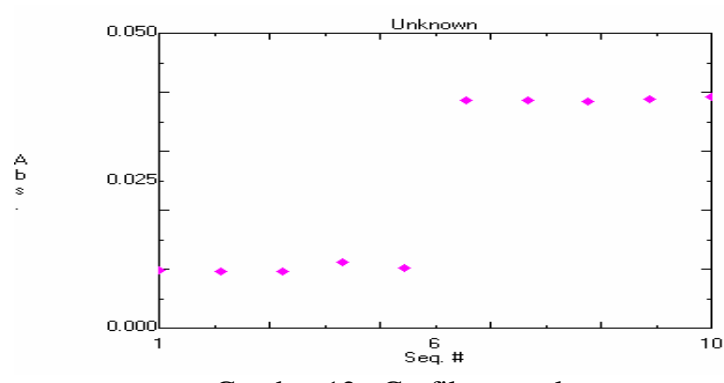


Gambar 10. Grafik sampel

2. Dengan metode uji pungut ulang

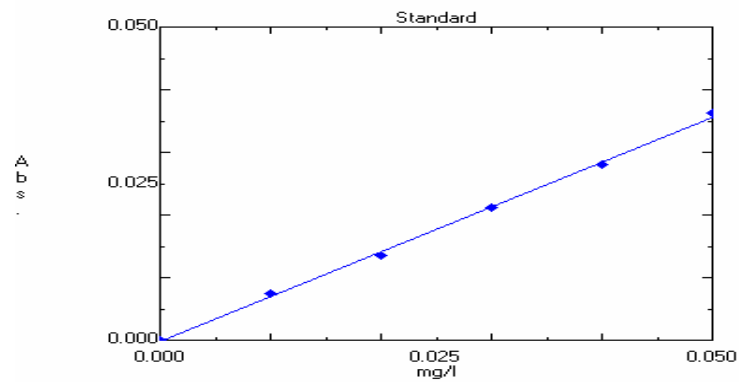


Gambar 11. Kurva standar

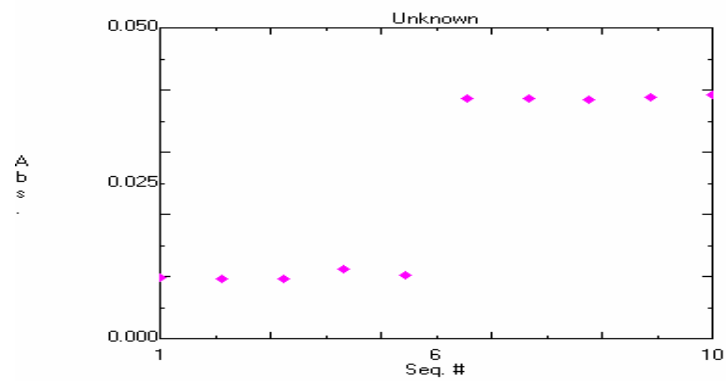


Gambar 12. Grafik sampel

### 3. Analisis $\text{Cr}^{+6}$ dalam ATR Kartini



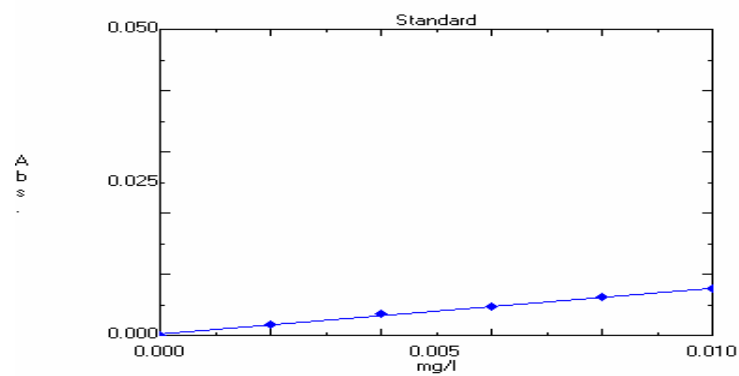
Gambar 13. Kurva standar



Gambar 14. Grafik sampel

## 2. Metode ASTM D 1687-92

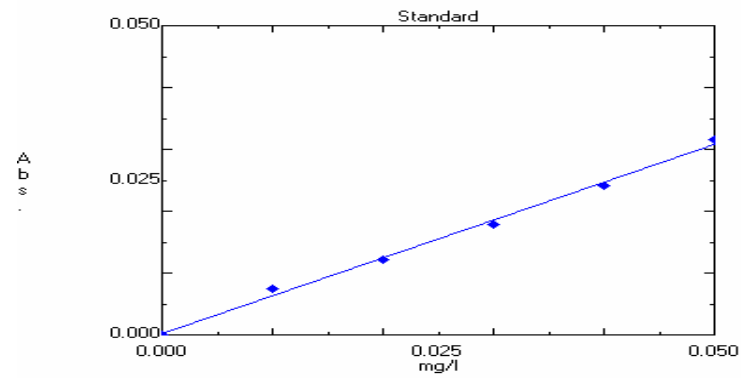
### a. Penentuan limit deteksi



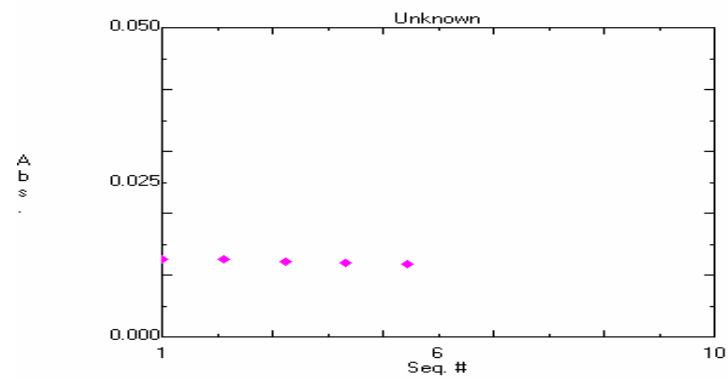
Gambar 15. Kurva standar

b. Validasi

1. Dengan *spektrosol*

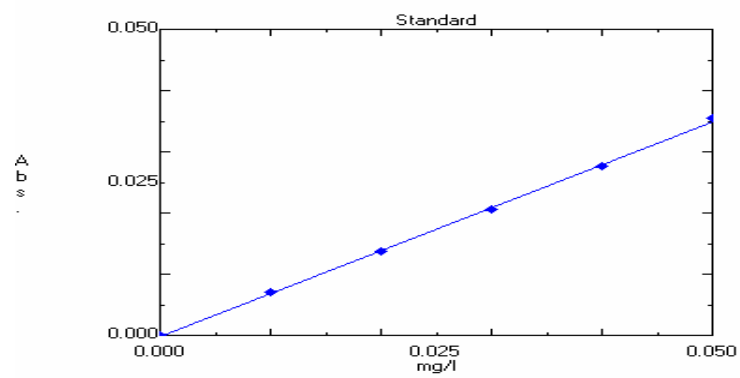


Gambar 16. Kurva standar

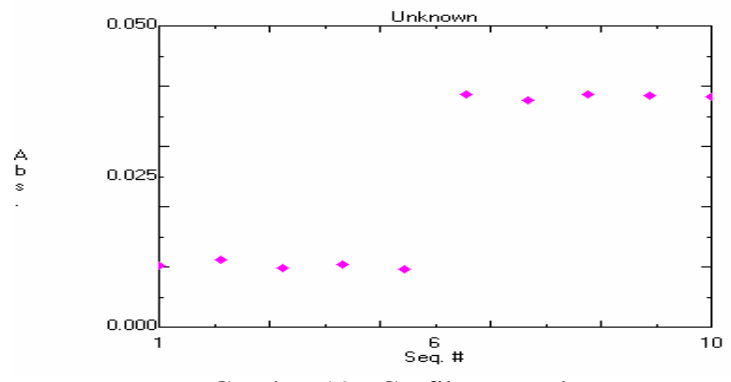


Gambar 17. Grafik sampel

2. Dengan uji pungut ulang

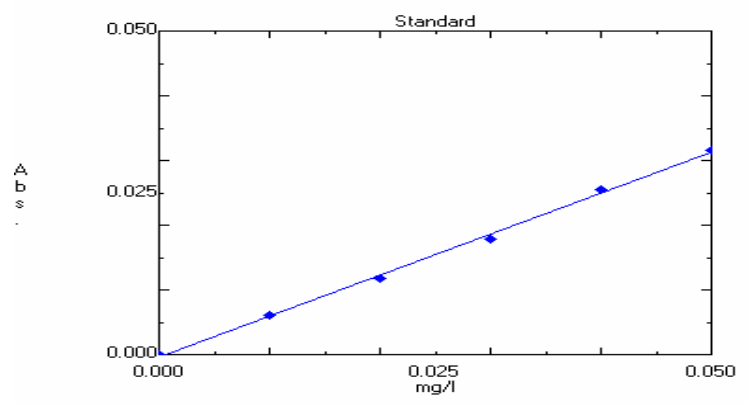


Gambar 18. Kurva standar

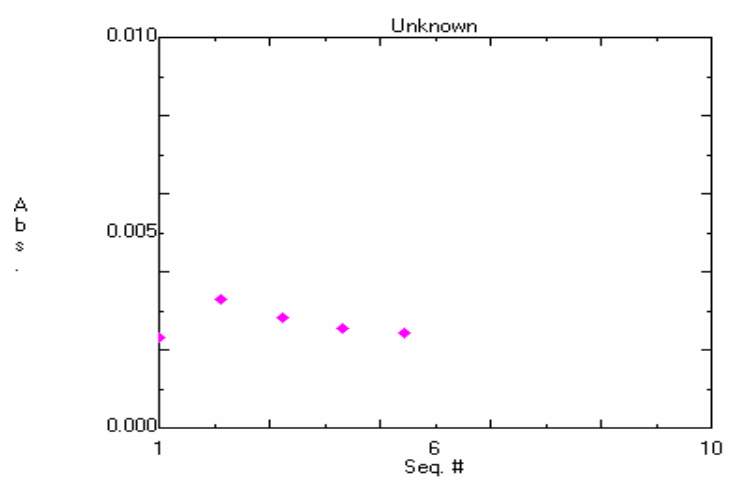


Gambar 19. Grafik sampel

c. Analisis Cr<sup>+6</sup> dalam ATR Kartini



Gambar 20. Kurva standar



Gambar 21. Grafik Sampel

**LAMPIRAN 3**

## Perhitungan untuk Pembuatan Larutan

1. Larutan pereaksi  $K_2Cr_2O_7$ a. Larutan  $K_2Cr_2O_7$  500 ppm

$$\text{ppm} = \frac{w \times n \times Ar}{V \times Mr} = \frac{141,4 \text{ mg} \times 2 \times 51,996 \text{ g/mol}}{0,1 \text{ L} \times 294,184 \text{ g/mol}} = 500 \text{ ppm}$$

b. Larutan  $K_2Cr_2O_7$  5 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$500 \text{ ppm} \times 1 \text{ mL} = M_2 \times 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 5 \text{ ppm}$$

c. Larutan  $K_2Cr_2O_7$  1 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$5 \text{ ppm} \times 20 \text{ mL} = M_2 \times 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 1 \text{ ppm}$$

2. Larutan pereaksi  $H_2SO_4$  0,938 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$18,76 \text{ M} \times 2,5 \text{ mL} = M_2 \times 50 \text{ mL}$$

$$M_2 = 0,938 \text{ M}$$

3. Larutan pereaksi  $H_3PO_4$  0,8725 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$17,45 \text{ mL} \times 2,5 \text{ mL} = M_2 \times 50 \text{ mL}$$

$$M_2 = 0,8725 \text{ M}$$

## 4. Larutan pereaksi Diphenylcarbazine

## a. Diphenylcarbazine 0,5 %

$$M = \frac{0,25}{50} \times 100\% = 0,5 \%$$

## b. Diphenylcarbazine 0,25 %

$$M = \frac{0,25}{100} \times 100\% = 0,25 \%$$

5. Larutan pereaksi  $\text{KMnO}_4$  0,025 M

$$M = \frac{g}{Mr \times V} = \frac{0,4 \text{ g}}{158,034 \text{ g/mol} \times 0,01 \text{ L}} = 0,025 \text{ M}$$

6. Larutan pereaksi  $\text{NaN}_3$  0,077 M

$$M = \frac{g}{Mr \times V} = \frac{0,05 \text{ g}}{65,0009 \text{ g/mol} \times 0,01 \text{ L}} = 0,077 \text{ M}$$

7. Larutan *spektrosol* Cr 1 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1000 \text{ ppm} \times 0,1 \text{ mL} = M_2 \times 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 1 \text{ ppm}$$



## LAMPIRAN 4

### VERIFIKASI DAN VALIDASI

#### A. METODE APHA 3500-Cr

##### 1. PENENTUAN LIMIT DETEKSI

Tabel 32. Serapan standar Cr

| No | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb | A      |
|----|-------------------------|--------|
| 1  | 0,0                     | 0,0000 |
| 2  | 2,0                     | 0,0017 |
| 3  | 4,0                     | 0,0034 |
| 4  | 6,0                     | 0,0045 |
| 5  | 8,0                     | 0,0057 |
| 6  | 10,0                    | 0,0074 |

Dari tabel tersebut dihitung :

$$\bar{X} = 5 \text{ ppb}$$

$$\bar{Y} = 0,00454$$

$$a = 2,048 \cdot 10^{-4}$$

$$b = 7,157 \cdot 10^{-4}$$

$$R = 0,997$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 7,157 \cdot 10^{-4} C + 2,048 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan blangko dan *spike*

$$X = \frac{A - 2,048 \cdot 10^{-4}}{7,157 \cdot 10^{-4}}$$

X = C = konsentrasi Cr terhitung

Tabel 33. Absorbansi dan Konsentrasi Cr<sup>+6</sup>

Hasil Interpolasi Larutan Blangko

| No | A                      | X     |
|----|------------------------|-------|
| 1  | 6,667.10 <sup>-4</sup> | 0,645 |
| 2  | 6,667.10 <sup>-4</sup> | 0,645 |
| 3  | 5,333.10 <sup>-4</sup> | 0,459 |
| 4  | 7.10 <sup>-4</sup>     | 0,692 |
| 5  | 8.10 <sup>-4</sup>     | 0,832 |
| 6  | 7.10 <sup>-4</sup>     | 0,692 |
| 7  | 8,333.10 <sup>-4</sup> | 0,878 |

Dari tabel tersebut dihitung:

$$\bar{X} = 0,6919$$

$$n = 7$$

$$s = 0,1372$$

$$\text{IDL} = 3 \times s = 3 \times 0,1372 = 0,4116 \text{ ppb}$$

$$\text{Konsentrasi standar (spike)} = 2 \times \text{spike} = 0,8232 \text{ ppb}$$

$$\text{Konsentrasi larutan sebenarnya} = \text{konsentrasi blangko} + \text{konsentrasi larutan spike}$$

$$= 0,6919 + 0,8232 = 1,5151 \text{ ppb}$$

Tabel 34. Absorbansi dan Konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$   
Hasil Interpolasi Larutan *Spike*

| No | A( $10^{-3}$ ) | X     |
|----|----------------|-------|
| 1  | 1,067          | 1,205 |
| 2  | 0,933          | 1,018 |
| 3  | 1,167          | 1,344 |
| 4  | 1,2            | 1,391 |
| 5  | 1,067          | 1,205 |
| 6  | 1,133          | 1,297 |
| 7  | 1,133          | 1,297 |

Dari tabel tersebut dihitung:

$$\bar{X} = 1,251$$

$$n = 7$$

$$s = 0,123$$

$$D = \text{nilai sebenarnya} - \text{nilai rata-rata} = 1,5151 - 1,251 = 0,2641$$

$$\text{Persen recovery} = \frac{\bar{X}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% = \frac{1,251}{1,5151} \times 100 \% \\ = 82,57 \%$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = \frac{0,123}{1,251} \times 100 \% \\ = 19,83 \%$$

$$\text{MDL} = 3,14 \times s = 3,14 \times 0,123 = 0,386 \text{ ppb}$$

## 2. PENENTUAN KONSENTRASI $\text{Cr}^{+6}$ dalam LARUTAN SPEKTROSOL

Tabel 35. Serapan standar Cr

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0082 |
| 3  | 20       | 0,0149 |
| 4  | 30       | 0,0212 |
| 5  | 40       | 0,0273 |
| 6  | 50       | 0,0355 |

Dari tabel dapat dihitung: :

$$\bar{X} = 25 \text{ ppb}$$

$$\bar{Y} = 0,01785$$

$$a = 6,2857 \cdot 10^{-4}$$

$$b = 6,8886 \cdot 10^{-4}$$

$$R=0,9987$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 6,8886 \cdot 10^{-4} C + 6,2857 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan spektrosol

$$X = \frac{A - 6,2857 \cdot 10^{-4}}{6,8886 \cdot 10^{-4}}$$

$X = C$  = konsentrasi Cr terhitung

Tabel 36. Serapan dan konsentrasi Cr dalam larutan *Spektrosol* 20 ppb

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0133 | 18,3949 |
| 2  | 0,0135 | 18,6852 |
| 3  | 0,0133 | 18,3949 |
| 4  | 0,0146 | 20,2820 |
| 5  | 0,0139 | 19,2659 |

Dari tabel tersebut dihitung :

$$\bar{X} = 19,0046$$

$$\text{Standar deviasi} = 0,7977$$

Tabel 37. Konsentrasi Cr spektrosol Hasil Lab dan Nilai sebenarnya

| [Cr] Hasil Lab (ppb) | [Cr]real | $\Delta(d)$ | $\Delta^2(d^2)$ | $([\text{Cr}] \text{ Hasil Lab} - [\text{Cr}] \text{ Hasil Lab rata-rata})^2$ |
|----------------------|----------|-------------|-----------------|---|
| 18,3949              | 20       | -1,6051     | 2,5763          | 0,3717  |
| 18,6852              | 20       | -1,3148     | 1,7287          | 0,1020  |
| 18,3949              | 20       | -1,6051     | 2,5763          | 0,3717  |
| 20,2820              | 20       | 0,2820      | 0,0795          | 1,6318  |
| 19,2659              | 20       | -0,7341     | 0,5389          | 0,0683  |
| 95,0230              |          | -4,9771     | 7,4997          | 2,5455  |

Dari tabel diatas dihitung:

$$\text{Bias} = \frac{\sum \Delta}{n} = \frac{-4,9771}{5} = -0,9954$$

$$\text{Presisi} = \sqrt{\frac{\sum \Delta^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{7,4997}{5-1}} = 1,3693$$

$$\text{Persen recovery} = \frac{\bar{X}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% = \frac{19,0046}{20} \times 100 \% = 95,02 \%$$

$$\text{Persen D} = \frac{\text{nilai sebenarnya} - \text{nilai rata - rata}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \%$$

$$= \frac{20 - 19,0046}{20} \times 100 \% = 4,98 \%$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = \frac{0,7982}{19,0046} \times 100 \% = 4,20 \%$$

### 3. PENENTUAN KONSENTRASI $\text{Cr}^{+6}$ dalam LARUTAN $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ DIPERKAYA SAMPEL (UJI PUNGUT ULANG)

Tabel 38. Serapan standar Cr

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0074 |
| 3  | 20       | 0,0135 |
| 4  | 30       | 0,0212 |
| 5  | 40       | 0,0281 |
| 6  | 50       | 0,0363 |

Dari tabel dapat dihitung :

$$\bar{X} = 25 \text{ ppb}$$

$$\bar{Y} = 0,01775$$

$$a = -2,0952 \cdot 10^{-4}$$

$$b = 7,1971 \cdot 10^{-4}$$

$$R = 0,9994$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 7,1971 \cdot 10^{-4} C - 2,0952 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan uji pungut ulang

$$X = \frac{A + 2,0952 \cdot 10^{-4}}{7,1971 \cdot 10^{-4}}$$

$X = C$  = konsentrasi Cr terhitung

Tabel 39. Serapan dan konsentrasi Cr + sampel

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0099 | 14,0466 |
| 2  | 0,0096 | 13,6297 |
| 3  | 0,0095 | 13,4908 |
| 4  | 0,0111 | 15,7139 |
| 5  | 0,0103 | 14,6024 |
| 6  | 0,0389 | 54,3403 |
| 7  | 0,0387 | 54,0624 |
| 8  | 0,0385 | 53,7846 |
| 9  | 0,0388 | 54,2014 |
| 10 | 0,0393 | 54,8961 |

Tabel 40. Konsentrasi Cr + sample Hasil Lab dan Nilai sebenarnya

| [Cr] + sampel (ppb) | [Cr] kurva standar | [sample] | [Sample] Hasil Analisis | $\Delta(d)$ | $\Delta^2(d^2)$ | $([\text{sampell Lab} - [\text{sampel Lab rata-rata}]^2)$ |
|---------------------|--------------------|----------|-------------------------|-------------|-----------------|---|
| 14,0466             | 10                 | 4,0466   | 4,7778                  | -0,7312     | 0,5347          | 0,0530  |
| 13,6297             | 10                 | 3,6297   | 4,7778                  | -1,1481     | 1,3181          | 0,4187  |

|         |    |         |        |         |        |        |
|---------|----|---------|--------|---------|--------|--------|
| 13,4908 | 10 | 3,4908  | 4,7778 | -1,2870 | 1,6564 | 0,6178 |
| 15,7139 | 10 | 5,7139  | 4,7778 | 0,9361  | 0,8763 | 2,0653 |
| 14,6024 | 10 | 4,6024  | 4,7778 | -0,1754 | 0,0308 | 0,1060 |
| 54,3403 | 50 | 4,3403  | 4,7778 | -0,4375 | 0,1914 | 0,0040 |
| 54,0624 | 50 | 4,0624  | 4,7778 | -0,7154 | 0,5118 | 0,0460 |
| 53,7846 | 50 | 3,7846  | 4,7778 | -0,9932 | 0,9864 | 0,2423 |
| 54,2014 | 50 | 4,2014  | 4,7778 | -0,5764 | 0,3322 | 0,0057 |
| 54,8961 | 50 | 4,8961  | 4,7778 | 0,1183  | 0,0140 | 0,3835 |
|         |    | 42,7682 |        | -5,0098 | 6,4521 | 3,9423 |

Dari tabel tersebut dihitung :

$$\bar{X} = 4,2768 \quad Sd = 0,6618$$

$$\text{Bias} = \frac{\sum \Delta}{n} = -0,5010$$

$$\text{Presisi} = \sqrt{\frac{\sum \Delta^2}{n-1}} = 0,8467$$

$$\text{Persen recovery} = \frac{\bar{X}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% = 89,51 \%$$

$$\begin{aligned} \text{Persen D} &= \frac{\text{nilai sebenarnya} - \text{nilai rata-rata}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% \\ &= 10,49 \% \end{aligned}$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = 15,47 \%$$

#### 4. PENENTUAN $\text{Cr}^{+6}$ dalam ATR KARTINI

Tabel 41. Absorbansi Kurva Standar

| No | $[\text{Cr}^{+6}]$ ppb | A      |
|----|------------------------|--------|
| 1  | 0                      | 0,0000 |
| 2  | 10                     | 0,0062 |
| 3  | 20                     | 0,0128 |
| 4  | 30                     | 0,0200 |
| 5  | 40                     | 0,0273 |
| 6  | 50                     | 0,0345 |

Dari tabel tersebut dihitung :

$$\bar{X} = 25 \text{ ppb}$$

$$\bar{Y} = 0,0168$$

$$a = -5,5714 \cdot 10^{-4}$$

$$b = 6,9429 \cdot 10^{-4}$$

$$R = 0,9995$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 6,9429 \cdot 10^{-4} C - 5,5714 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan sampel

$$X = \frac{A + 5,5714 \cdot 10^{-4}}{6,9429 \cdot 10^{-4}}$$

$X = C =$  konsentrasi Cr terhitung

Tabel 42. Absorbansi dan konsentrasi Sampel ATR Kartini

| No | A      | X      |
|----|--------|--------|
| 1  | 0,0027 | 4,6914 |
| 2  | 0,0020 | 3,6831 |
| 3  | 0,0028 | 4,8354 |
| 4  | 0,0031 | 5,2675 |
| 5  | 0,0032 | 5,4115 |

$$\bar{X} = 4,7778 \text{ ppb}$$

$$Sd = 0,6802$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = 14,24 \%$$

## B. METODE ASTM 1687-92

### 1. PENENTUAN LIMIT DETEKSI

Tabel 43. Serapan standar Cr

| No | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb | A      |
|----|-------------------------|--------|
| 1  | 0,0                     | 0,0000 |
| 2  | 2,0                     | 0,0017 |
| 3  | 4,0                     | 0,0035 |
| 4  | 6,0                     | 0,0048 |
| 5  | 8,0                     | 0,0062 |
| 6  | 10,0                    | 0,0076 |

Dari tabel tersebut dihitung :

$$\bar{X} = 5 \text{ ppb}$$

$$\bar{Y} = 0,00397$$

$$a = 1,952 \cdot 10^{-4}$$

$$b = 7,543 \cdot 10^{-4}$$

$$R = 0,9981$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 7,543 \cdot 10^{-4} C + 1,952 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan blangko dan *spike*

$$X = \frac{A - 1,952 \cdot 10^{-4}}{7,543 \cdot 10^{-4}}$$

$X = C$  = konsentrasi Cr terhitung

Tabel 44. Absorbansi dan Konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$   
Hasil Interpolasi Larutan Blangko

| No | A                      | X     |
|----|------------------------|-------|
| 1  | $1,1667 \cdot 10^{-3}$ | 1,288 |
| 2  | $1,2333 \cdot 10^{-3}$ | 1,376 |
| 3  | $1,0333 \cdot 10^{-3}$ | 1,111 |
| 4  | $1,2667 \cdot 10^{-3}$ | 1,420 |
| 5  | $1,033 \cdot 10^{-3}$  | 1,111 |
| 6  | $1,233 \cdot 10^{-3}$  | 1,376 |
| 7  | $1,1 \cdot 10^{-3}$    | 1,199 |

Dari tabel tersebut dihitung:

$$\bar{X} = 1,2687$$

$$n = 7$$

$$s = 0,12967$$

$$\text{IDL} = 3 \times s = 3 \times 0,12967 = 0,389 \text{ ppb}$$

$$\text{Konsentrasi standar (spike)} = 2 \times \text{spike} = 0,778 \text{ ppb}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi larutan sebenarnya} &= \text{konsentrasi blangko} + \text{konsentrasi larutan spike} \\ &= 1,2687 + 0,778 = 2,0467 \text{ ppb} \end{aligned}$$

Tabel 45. Absorbansi dan Konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$   
Hasil Interpolasi Larutan *Spike*

| No | A( $10^{-3}$ ) | X     |
|----|----------------|-------|
| 1  | 1,6667         | 1,951 |
| 2  | 1,6333         | 1,907 |
| 3  | 1,4667         | 1,686 |
| 4  | 1,4            | 1,597 |
| 5  | 1,3333         | 1,589 |
| 6  | 1,5            | 1,730 |
| 7  | 1,4333         | 1,641 |

Dari tabel tersebut dihitung:

$$\bar{X} = 1,717$$

$$n = 7$$

$$s = 0,1609$$

$$D = \text{nilai sebenarnya} - \text{nilai rata-rata} = 2,0467 - 1,717 = 0,3297$$

$$\text{Persen recovery} = \frac{\bar{X}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% = 83,89 \%$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = 10,22 \%$$

$$\text{MDL} = 3,14 \times s = 3,14 \times 0,1609 = 0,505 \text{ ppb}$$

## 2. PENENTUAN KONSENTRASI Cr<sup>+6</sup> dalam LARUTAN *SPEKTROSOL*

Tabel 46. Serapan standar Cr

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0074 |
| 3  | 20       | 0,0121 |
| 4  | 30       | 0,0179 |
| 5  | 40       | 0,0242 |
| 6  | 50       | 0,0315 |

Dari tabel dapat dihitung :  
 $\bar{X} = 25 \text{ ppb}$   
 $\bar{Y} = 0,01552$   
 $a = 2,5238 \cdot 10^{-4}$   
 $b = 6,1057 \cdot 10^{-4}$   
 $R = 0,9981$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 6,1057 \cdot 10^{-4} C + 2,5238 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan *spektrosol*

$$X = \frac{A - 2,5238 \cdot 10^{-4}}{6,1057 \cdot 10^{-4}}$$

X = C = konsentrasi Cr terhitung

Tabel 47. Serapan dan konsentrasi Cr dalam larutan *Spektrosol* 20 ppb

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0125 | 20,0593 |
| 2  | 0,0126 | 20,2230 |
| 3  | 0,0122 | 19,5679 |
| 4  | 0,0120 | 19,2404 |
| 5  | 0,0118 | 18,9128 |

Dari table tersebut dihitung :  
 $\bar{X} = 19,6007$   
Standar deviasi = 0,5481



Tabel 48. Konsentrasi Cr spektrosol Hasil Lab dan Nilai sebenarnya

| [Cr] Hasil Lab (ppb) | [Cr]real | $\Delta(d)$ | $\Delta^2(d^2)$ | $([Cr] Hasil Lab - [Cr] Hasil Lab rata-rata)^2$ |
|----------------------|----------|-------------|-----------------|---|
| 20,0593              | 20       | 0,0593      | 0,0035          | 0,2103  |
| 20,2230              | 20       | 0,2230      | 0,0497          | 0,3873  |
| 19,5679              | 20       | -0,4321     | 0,1867          | 0,0011  |
| 19,2404              | 20       | -0,7596     | 0,5770          | 0,1298  |
| 18,9128              | 20       | -1,0872     | 1,1820          | 0,4732  |
| 98,0034              |          | -1,9966     | 1,9989          | 1,2017  |

Dari tabel diatas dihitung:

$$\text{Bias} = \frac{\sum \Delta}{n} = -0,3993$$

$$\text{Presisi} = \sqrt{\frac{\sum \Delta^2}{n-1}} = 0,7069$$

$$\text{Persen recovery} = \frac{\bar{X}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% = 98,01 \%$$

$$\begin{aligned} \text{Persen D} &= \frac{\text{nilai sebenarnya} - \text{nilai rata-rata}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% \\ &= 1,99 \% \end{aligned}$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = 2,80 \%$$

### 3. PENENTUAN KONSENTRASI $\text{Cr}^{+6}$ dalam LARUTAN $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ DIPERKAYA SAMPEL (UJI PUNGUT ULANG)

Tabel 49. Serapan standar Cr

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0071 |
| 3  | 20       | 0,0137 |
| 4  | 30       | 0,0206 |
| 5  | 40       | 0,0276 |
| 6  | 50       | 0,0355 |

Dari tabel dapat dihitung :

$$\bar{X} = 25 \text{ ppb}$$

$$\bar{Y} = 0,01775$$

$$a = -1,4762 \cdot 10^{-4}$$

$$b = 7,0237 \cdot 10^{-4}$$

$$R = 0,9996$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 7,0237 \cdot 10^{-4} C - 1,4762 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan uji pungut ulang

$$X = \frac{A + 1,4762 \cdot 10^{-4}}{7,0237 \cdot 10^{-4}}$$

$X = C$  = konsentrasi Cr dihitung

Tabel 50. Serapan dan konsentrasi Cr + sampel

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0103 | 14,8705 |
| 2  | 0,0111 | 16,0092 |
| 3  | 0,0098 | 14,1588 |
| 4  | 0,0104 | 15,0129 |
| 5  | 0,0096 | 13,8742 |
| 6  | 0,0387 | 54,0125 |
| 7  | 0,0376 | 53,7278 |
| 8  | 0,0386 | 55,1511 |
| 9  | 0,0385 | 55,0088 |
| 10 | 0,0383 | 54,7241 |

Tabel 51. Konsentrasi Cr + sample Hasil Lab dan Nilai sebenarnya

| [Cr] + sampel (ppb) | [Cr] kurva standar | [sample] | [Sample] Hasil Analisis | $\Delta(d)$ | $\Delta^2(d^2)$ | $([\text{sampell Lab} - [\text{sample}] \text{Lab rata-rata}]^2)$ |
|---------------------|--------------------|----------|-------------------------|-------------|-----------------|---|
| 14,8705             | 10                 | 4,8705   | 4,8771                  | -0,0066     | 0,0000          | 0,0464  |
| 16,0092             | 10                 | 6,0092   | 4,8771                  | 1,1321      | 1,2817          | 1,8334  |
| 14,1588             | 10                 | 4,1588   | 4,8771                  | -0,7183     | 0,5160          | 0,2462  |
| 15,0129             | 10                 | 5,0129   | 4,8771                  | 0,1358      | 0,0184          | 0,1281  |
| 13,8742             | 10                 | 3,8742   | 4,8771                  | -1,0029     | 1,0058          | 0,6096  |
| 54,0125             | 50                 | 4,0125   | 4,8771                  | -0,8646     | 0,7475          | 0,4128  |
| 53,7278             | 50                 | 3,7278   | 4,8771                  | -1,1493     | 1,3209          | 0,8597  |
| 55,1511             | 50                 | 5,1511   | 4,8771                  | 0,2740      | 0,0751          | 0,2461  |
| 55,0088             | 50                 | 5,0088   | 4,8771                  | 0,1317      | 0,0173          | 0,1252  |
| 54,7241             | 50                 | 4,7241   | 4,8771                  | -0,1530     | 0,0234          | 0,0048  |
|                     |                    | 46,5499  |                         | -2,2211     | 5,0061          | 4,5123  |

Dari tabel tersebut dihitung :

$$\bar{X} = 4,6550 \quad Sd = 0,7081$$

$$\text{Bias} = \frac{\sum \Delta}{n} = -0,2221$$

$$\text{Presisi} = \sqrt{\frac{\sum \Delta^2}{n-1}} = 0,7458$$

$$\text{Persen recovery} = \frac{\bar{X}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% = 95,45 \%$$

$$\begin{aligned} \text{Persen D} &= \frac{\text{nilai sebenarnya} - \text{nilai rata-rata}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% \\ &= 4,55 \% \end{aligned}$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = 15,21 \%$$

#### 4. PENENTUAN Cr<sup>+6</sup> dalam ATR KARTINI

Tabel 52. Absorbansi Kurva Standar

| No | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb | A      |
|----|-------------------------|--------|
| 1  | 0                       | 0,0000 |
| 2  | 10                      | 0,0061 |
| 3  | 20                      | 0,0117 |
| 4  | 30                      | 0,0179 |
| 5  | 40                      | 0,0255 |
| 6  | 50                      | 0,0316 |

Dari tabel tersebut dihitung :

$$\bar{X} = 25 \text{ ppb}$$

$$\bar{Y} = 0,0155$$

$$a = -4,1905 \cdot 10^{-4}$$

$$b = 6,3543 \cdot 10^{-4}$$

$$R = 0,9989$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 6,3543 \cdot 10^{-4} C - 4,1905 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan sampel

$$X = \frac{A + 4,1905 \cdot 10^{-4}}{6,3543 \cdot 10^{-4}}$$

X = C = konsentrasi Cr terhitung

Tabel 53. Absorbansi dan konsentrasi Sampel ATR Kartini

| No | A      | X      |
|----|--------|--------|
| 1  | 0,0023 | 4,2791 |
| 2  | 0,0033 | 5,8528 |
| 3  | 0,0028 | 5,0659 |
| 4  | 0,0026 | 4,7512 |
| 5  | 0,0024 | 4,4364 |

$$\bar{X} = 4,8771 \text{ ppb} \quad Sd = 0,6236$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = 12,79 \%$$

### C. METODE APHA 3500-Cr MODIFIKASI

#### 1. PENENTUAN LIMIT DETEKSI

Tabel 54. Serapan standar Cr

| No | [Cr <sup>+6</sup> ] ppb | A      |
|----|-------------------------|--------|
| 1  | 0,0                     | 0,0000 |
| 2  | 2,0                     | 0,0017 |
| 3  | 4,0                     | 0,0035 |
| 4  | 6,0                     | 0,0048 |
| 5  | 8,0                     | 0,0062 |
| 6  | 10,0                    | 0,0076 |

Dari tabel tersebut dihitung :

$$\bar{X} = 5 \text{ ppb}$$

$$\bar{Y} = 0,00397$$

$$a = 6,190 \cdot 10^{-5}$$

$$b = 8,043 \cdot 10^{-4}$$

$$R = 0,9997$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 8,043 \cdot 10^{-4} C + 6,190 \cdot 10^{-5}$$

Uji kurva kalibrasi dengan blangko dan *spike*

$$X = \frac{A - 6,190 \cdot 10^{-4}}{8,043 \cdot 10^{-4}}$$

X = C = konsentrasi Cr terhitung

Tabel 55. Absorbansi dan Konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$   
Hasil Interpolasi Larutan Blangko

| No | A                     | X     |
|----|-----------------------|-------|
| 1  | $7,333 \cdot 10^{-4}$ | 0,835 |
| 2  | $9 \cdot 10^{-4}$     | 1,042 |
| 3  | $8,667 \cdot 10^{-4}$ | 1,001 |
| 4  | $9,333 \cdot 10^{-4}$ | 1,083 |
| 5  | $9 \cdot 10^{-4}$     | 1,042 |
| 6  | $7,667 \cdot 10^{-4}$ | 0,876 |
| 7  | $8,333 \cdot 10^{-4}$ | 0,959 |

Dari tabel tersebut dihitung:

$$\bar{X} = 0,977$$

$$n = 7$$

$$s = 0,092$$

$$\text{IDL} = 3 \times s = 3 \times 0,092 = 0,276 \text{ ppb}$$

$$\text{Konsentrasi standar (spike)} = 2 \times \text{spike} = 0,553 \text{ ppb}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi larutan sebenarnya} &= \text{konsentrasi blangko} + \text{konsentrasi larutan spike} \\ &= 0,977 + 0,553 = 1,53 \text{ ppb} \end{aligned}$$

Tabel 56. Absorbansi dan Konsentrasi  $\text{Cr}^{+6}$   
Hasil Interpolasi Larutan *Spike*

| No | A( $10^{-3}$ ) | X     |
|----|----------------|-------|
| 1  | 1,167          | 1,374 |
| 2  | 1,2            | 1,415 |
| 3  | 1,2            | 1,415 |
| 4  | 1,1            | 1,291 |
| 5  | 1,467          | 1,747 |
| 6  | 1,133          | 1,332 |
| 7  | 1,033          | 1,208 |

Dari tabel tersebut dihitung:

$$\bar{X} = 1,397$$

$$n = 7$$

$$s = 0,171$$

$$D = \text{nilai sebenarnya} - \text{nilai rata-rata} = 1,53 - 1,397 = 0,133$$

$$\text{Persen recovery} = \frac{\bar{X}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% = 91,31 \%$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = 9,42 \%$$

$$\text{MDL} = 3,14 \times s = 3,14 \times 0,171 = 0,536 \text{ ppb}$$

2. PENENTUAN KONSENTRASI Cr<sup>+6</sup> dalam LARUTAN SPEKTROSOL

Tabel 57. Serapan standar Cr

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0060 |
| 3  | 20       | 0,0117 |
| 4  | 30       | 0,0176 |
| 5  | 40       | 0,0262 |
| 6  | 50       | 0,0334 |

Dari tabel dapat dihitung :

$$\bar{X} = 25 \text{ ppb}$$

$$\bar{Y} = 0,01552$$

$$a = -8,6190 \cdot 10^{-4}$$

$$b = 6,6714 \cdot 10^{-4}$$

$$R=0,9970$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 6,6714 \cdot 10^{-4} C - 8,6190 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan spektrosol

$$X = \frac{A - 8,6190 \cdot 10^{-4}}{6,6714 \cdot 10^{-4}}$$

X = C = konsentrasi Cr dihitung

Tabel 58. Serapan dan konsentrasi Cr dalam larutan Spektrosol 20 ppb

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0121 | 19,4290 |
| 2  | 0,0122 | 19,5789 |
| 3  | 0,0128 | 20,4782 |
| 4  | 0,0126 | 20,1784 |
| 5  | 0,0120 | 19,2791 |

Dari table tersebut dihitung :

$$\bar{X} = 19,7887$$

$$\text{Standar deviasi} = 0,5148$$

Tabel 59. Konsentrasi Cr spektrosol Hasil Lab dan Nilai sebenarnya

| [Cr] Hasil Lab (ppb) | [Cr]real | $\Delta(d)$ | $\Delta^2(d^2)$ | $([\text{Cr}] \text{ Hasil Lab} - [\text{Cr}] \text{ Hasil Lab rata-rata})^2$ |
|----------------------|----------|-------------|-----------------|---|
| 19,4290              | 20       | -0,5710     | 0,3260          | 0,1294  |
| 19,5789              | 20       | -0,4211     | 0,1773          | 0,0440  |
| 20,4782              | 20       | 0,4782      | 0,2287          | 0,4754  |
| 20,1784              | 20       | 0,1784      | 0,0318          | 0,1519  |
| 19,2791              | 20       | -0,7209     | 0,5197          | 0,2597  |
| 98,9436              |          | -1,0564     | 1,2835          | 1,0604  |

Dari tabel diatas dihitung:

$$\begin{aligned} \text{Bias} &= -0,2113 & \% \text{ D} &= 1,06 \% \\ \text{Presisi} &= 0,5665 & \% \text{ R} &= 98,94 \% \\ \% \text{ RSD} &= 2,60 \% \end{aligned}$$

$$\text{Bias} = \frac{\sum \Delta}{n} = -0,2113$$

$$\text{Presisi} = \sqrt{\frac{\sum \Delta^2}{n-1}} = 0,5665$$

$$\text{Persen recovery} = \frac{\bar{X}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% = 98,94 \%$$

$$\begin{aligned} \text{Persen D} &= \frac{\text{nilai sebenarnya} - \text{nilai rata - rata}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% \\ &= 1,06 \% \end{aligned}$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = 2,60 \%$$

### 3. PENENTUAN KONSENTRASI $\text{Cr}^{+6}$ dalam LARUTAN $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ DIPERKAYA SAMPEL (UJI PUNGUT ULANG)

Tabel 60. Serapan standar Cr

| No | [Cr] ppb | A      |
|----|----------|--------|
| 1  | 0        | 0,0000 |
| 2  | 10       | 0,0067 |
| 3  | 20       | 0,0128 |
| 4  | 30       | 0,0190 |
| 5  | 40       | 0,0269 |
| 6  | 50       | 0,0338 |

Dari tabel dapat dihitung :

$$\bar{X} = 25 \text{ ppb}$$

$$\bar{Y} = 0,01653$$

$$a = -3,0952 \cdot 10^{-4}$$

$$b = 6,7371 \cdot 10^{-4}$$

$$R = 0,9991$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 6,7371 \cdot 10^{-4} C - 3,0952 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan uji pungut ulang

$$X = \frac{A + 3,0952 \cdot 10^{-4}}{6,7371 \cdot 10^{-4}}$$

$X = C =$  konsentrasi Cr terhitung

Tabel 61. Serapan dan konsentrasi Cr + sampel

| No | A      | X (ppb) |
|----|--------|---------|
| 1  | 0,0088 | 13,5213 |
| 2  | 0,0095 | 14,5604 |
| 3  | 0,0104 | 15,8962 |
| 4  | 0,0096 | 14,7087 |
| 5  | 0,0103 | 15,7470 |
| 6  | 0,0371 | 55,5273 |
| 7  | 0,0376 | 56,2694 |
| 8  | 0,0372 | 55,6757 |
| 9  | 0,0377 | 56,4179 |
| 10 | 0,0366 | 54,7851 |

Tabel 62. Konsentrasi Cr + sample Hasil Lab dan Nilai sebenarnya

| [Cr] + sampel (ppb) | [Cr] kurva standar | [Sample] Hasil Lab | [Sample] Hasil Analisis | $\Delta(d)$ | $\Delta^2(d^2)$ | $([\text{sampel}] \text{ Hasil Lab} - [\text{sampel}] \text{ Hasil Lab rata-rata})^2$ |
|---------------------|--------------------|--------------------|-------------------------|-------------|-----------------|---|
| 13,5213             | 10                 | 3,5213             | 5,0975                  | -1,5762     | 2,4844          | 3,2027  |
| 14,5604             | 10                 | 4,5604             | 5,0975                  | -0,5371     | 0,2885          | 0,5633  |
| 15,8962             | 10                 | 5,8962             | 5,0975                  | 0,7987      | 0,6379          | 0,3426  |
| 14,7087             | 10                 | 4,7087             | 5,0975                  | -0,3888     | 0,1512          | 0,3626  |
| 15,7470             | 10                 | 5,7470             | 5,0975                  | 0,6495      | 0,4219          | 0,1902  |
| 55,5273             | 50                 | 5,5273             | 5,0975                  | 0,4298      | 0,1847          | 0,0468  |
| 56,2694             | 50                 | 6,2694             | 5,0975                  | 1,1719      | 1,3733          | 0,9187  |
| 55,6757             | 50                 | 5,6757             | 5,0975                  | 0,5782      | 0,3343          | 0,1331  |
| 56,4179             | 50                 | 6,4179             | 5,0975                  | 1,3204      | 1,7434          | 1,2254  |
| 54,7851             | 50                 | 4,7851             | 5,0975                  | -0,3124     | 0,0976          | 0,2765  |
|                     |                    | 53,1090            |                         | 2,1340      | 7,7172          | 7,2619  |

Dari tabel tersebut dihitung :

$$\bar{X} = 5,3109$$

$$Sd = 0,8983$$

$$\text{Bias} = \frac{\sum \Delta}{n} = 0,2134$$



$$\text{Presisi} = \sqrt{\frac{\sum \Delta^2}{n-1}} = 0,9260$$

$$\text{Persen recovery} = \frac{\bar{X}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% = 104,19 \%$$

$$\begin{aligned} \text{Persen D} &= \frac{\text{nilai sebenarnya} - \text{nilai rata-rata}}{X_{\text{sebenarnya}}} \times 100 \% \\ &= -4,19 \% \end{aligned}$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = 16,91 \%$$

#### 4. PENENTUAN $\text{Cr}^{+6}$ dalam ATR KARTINI

Tabel 63. Absorbansi Kurva Standar

| No | $[\text{Cr}^{+6}]$ ppb | A      |
|----|------------------------|--------|
| 1  | 0                      | 0,0000 |
| 2  | 10                     | 0,0082 |
| 3  | 20                     | 0,0160 |
| 4  | 30                     | 0,0226 |
| 5  | 40                     | 0,0314 |
| 6  | 50                     | 0,0391 |

Dari tabel tersebut dihitung :

$$\begin{aligned} \bar{X} &= 25 \text{ ppb} \\ \bar{Y} &= 0,01955 \\ a &= 1,4286 \cdot 10^{-4} \\ b &= 7,7628 \cdot 10^{-4} \\ R &= 0,9995 \end{aligned}$$

Jadi persamaan regresinya :

$$A = 7,7628 \cdot 10^{-4} C + 1,4286 \cdot 10^{-4}$$

Uji kurva kalibrasi dengan sampel

$$X = \frac{A - 1,4286 \cdot 10^{-4}}{7,7628 \cdot 10^{-4}}$$

$X = C$  = konsentrasi Cr terhitung

Tabel 64. Absorbansi dan konsentrasi Sampel ATR Kartini

| No | A      | X      |
|----|--------|--------|
| 1  | 0,0038 | 4,7111 |
| 2  | 0,0039 | 4,8399 |
| 3  | 0,0043 | 5,3552 |
| 4  | 0,0045 | 5,6128 |
| 5  | 0,0040 | 4,9687 |

$$\bar{X} = 5,0975 \text{ ppb}$$

$$Sd = 0,3756$$

$$\text{Persen RSD} = \frac{s}{\bar{X}} \times 100 \% = 7,37 \%$$

## LAMPIRAN 5

### KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN

#### A. METODE APHA 3500-Cr

##### 1. Model pengukuran

Besaran ukur adalah rata-rata dari konsentrasi

##### 2. Sumber-sumber ketidakpastian

a. Variasi konsentrasi

b. Absorbansi

Tidak diperhitungkan

c. Pengambilan sampel

Digunakan pipet volum 50 mL  $\pm$  0,05 mL

d. Pengambilan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>

Digunakan pipet ukur 1 mL  $\pm$  0,006 mL untuk mengambil 0,25 mL

e. pH

Tidak diperhitungkan

f. Penimbangan pengompleks

Ditimbang 0,15 gr dengan neraca Bp 110

g. Pengenceran pengompleks

Digunakan pipet volume 10 ml  $\pm$  0,04 ml

h. Pengenceran akhir

Digunakan labu ukur 100 mL  $\pm$  0,2 mL

##### 3. Ketidakpastian baku

a. Tipe A

1. Rata-rata konsentrasi Cr<sup>+6</sup> = 4,7778 ppb

$$s = 0,6802$$

$$u_i = \frac{0,6802}{\sqrt{6}} = 0,2777 \text{ ppb}$$

$$\%u_i = \frac{0,2777}{4,7778} \times 100\% = 5,8123\%$$

## b. Tipe B

1. Pengambilan sampel 50 ml

$$a = \frac{1}{2} \times 0,05 = 0,025 \text{ ml}$$

$$u_2 = \frac{0,025}{\sqrt{3}} = 0,0144 \text{ ml}$$

$$\%u_2 = \frac{0,0144 \text{ ml}}{50 \text{ ml}} \times 100\% = 0,0288\%$$

2. Pengambilan  $\text{H}_3\text{PO}_4$  5 ml

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,006 = 0,003 \text{ ml}$$

$$u_3 = \frac{0,003}{\sqrt{3}} = 0,0017 \text{ ml}$$

diambil 0,25 ml

$$\%u_3 = 0,25 \times \frac{0,0017 \text{ ml}}{5 \text{ ml}} \times 100\% = 0,0043\%$$

3. Penimbangan pengompleks 0,15 gr

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,001 = 0,0005 \text{ gr}$$

$$u_4 = \frac{0,0005}{\sqrt{3}} = 0,0003 \text{ gr}$$

$$\%u_4 = \frac{0,0003 \text{ ml}}{0,15 \text{ gr}} \times 100\% = 0,2\%$$

4. Pengenceran pengompleks 3 x 10 ml

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,04 \text{ ml} = 0,02 \text{ ml}$$

$$u_5 = \frac{0,02}{\sqrt{3}} = 0,0115 \text{ ml}$$

$$\%u_4 = 3 \times \frac{0,0115 \text{ ml}}{10 \text{ ml}} \times 100\% = 0,345\%$$

5. Pengenceran akhir 100 ml

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,2 \text{ ml} = 0,1 \text{ ml}$$

$$u_6 = \frac{0,1}{\sqrt{3}} = 0,0577 \text{ ml}$$

$$\%u_6 = \frac{0,0577 \text{ ml}}{100 \text{ ml}} \times 100\% = 0,0577\%$$

6. Ketidakpastian gabungan

$$u_c = \sqrt{5,8123^2 + 0,0288^2 + 0,0043^2 + 0,2^2 + 0,345^2 + 0,0577^2}$$

$$= \sqrt{33,9460} = 5,8263\%$$

7. Ketidakpastian terentang

$$\%u = t \cdot u_c = 2,57 \times 5,8263\% = 14,9736\%$$

$$u = \frac{4,7778 \times 14,9763\%}{100\%} = 0,7154 \text{ ppb}$$

|             |  |                |
|-------------|--|----------------|
| Kesimpulan: | Rata-rata konsentrasi $\text{Cr}^{+6}$ | = 4,7778 ppb   |
|             | Ketidakpastian                         | = ± 0,7154 ppb |
|             | Dengan tingkat kepercayaan             | 95%            |

## B. METODE APHA 3500-Cr MODIFIKASI

### 1. Model pengukuran

Besaran ukur adalah rata-rata dari konsentrasi

### 2. Sumber-sumber ketidakpastian

a. Variasi konsentrasi

b. Absorbansi

Tidak diperhitungkan

c. Pengambilan sampel

Digunakan pipet volum 50 mL  $\pm$  0,05 mL

d. Pengambilan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>

Digunakan pipet ukur 1 mL  $\pm$  0,006 mL untuk mengambil 0,25 mL

e. pH

Tidak diperhitungkan

f. Penimbangan pengompleks

Ditimbang 0,15 gr dengan neraca Bp 110

g. Pengenceran pengompleks

Digunakan pipet volume 10 mL  $\pm$  0,04 mL

h. Pengenceran akhir

Digunakan labu ukur 100 mL  $\pm$  0,2 mL

### 3. Ketidakpastian baku

a. Tipe A

1. Rata-rata konsentrasi Cr<sup>+6</sup> = 5,0975 ppb

$$s = 0,3756$$

$$u_i = \frac{0,3756}{\sqrt{6}} = 0,1533 \text{ ppb}$$

$$\%u_i = \frac{0,1533}{5,0975} \times 100\% = 3,0074\%$$

## b. Tipe B

1. Pengambilan sampel 50 ml

$$a = \frac{1}{2} \times 0,05 = 0,025 \text{ ml}$$

$$u_2 = \frac{0,025}{\sqrt{3}} = 0,0144 \text{ ml}$$

$$\%u_2 = \frac{0,0144 \text{ ml}}{50 \text{ ml}} \times 100\% = 0,0288\%$$

2. Pengambilan H
- <sub>3</sub>
- PO
- <sub>4</sub>
- 5 ml

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,006 = 0,003 \text{ ml}$$

$$u_3 = \frac{0,003}{\sqrt{3}} = 0,0017 \text{ ml}$$

diambil 0,25 ml

$$\%u_3 = 0,25 \times \frac{0,0017 \text{ ml}}{5 \text{ ml}} \times 100\% = 0,0043\%$$

3. Penimbangan pengompleks 0,15 gr

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,001 = 0,0005 \text{ gr}$$

$$u_4 = \frac{0,0005}{\sqrt{3}} = 0,0003 \text{ gr}$$

$$\%u_4 = \frac{0,0003 \text{ ml}}{0,15 \text{ gr}} \times 100\% = 0,2\%$$

4. Pengenceran pengompleks 3 x 10 ml

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,04 \text{ ml} = 0,02 \text{ ml}$$

$$u_5 = \frac{0,02}{\sqrt{3}} = 0,0115 \text{ ml}$$

$$\%u_4 = 3 \times \frac{0,0115 \text{ ml}}{10 \text{ ml}} \times 100\% = 0,345\%$$

5. Pengenceran akhir 100 ml

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,2 \text{ ml} = 0,1 \text{ ml}$$

$$u_6 = \frac{0,1}{\sqrt{3}} = 0,0577 \text{ ml}$$

$$\%u_6 = \frac{0,0577 \text{ ml}}{100 \text{ ml}} \times 100\% = 0,0577\%$$

4. Ketidakpastian gabungan

$$u_c = \sqrt{3,0074^2 + 0,0288^2 + 0,0043^2 + 0,2^2 + 0,345^2 + 0,0577^2}$$

$$= \sqrt{9,2077} = 3,0344\%$$

5. Ketidakpastian terentang

$$\%u = t \cdot u_c = 2,57 \times 3,0344\% = 7,7984\%$$

$$u = \frac{5,0975 \times 7,7984\%}{100\%} = 0,3975 \text{ ppb}$$

|             |  |                |
|-------------|--|----------------|
| Kesimpulan: | Rata-rata konsentrasi $\text{Cr}^{+6}$ | = 5,0975 ppb   |
|             | Ketidakpastian                         | = ± 0,3975 ppb |
|             | Dengan tingkat kepercayaan             | 95%            |

## C. METODE ASTM D 1687-92

## 1. Model pengukuran

Besaran ukur adalah rata-rata dari konsentrasi

## 2. Sumber-sumber ketidakpastian

a. Variasi konsentrasi

b. Absorbansi

Tidak diperhitungkan

c. Pengambilan sample

Digunakan pipet volum 50 ml  $\pm$  0,05 ml

d. Pengambilan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>

Digunakan pipet ukur 5 ml  $\pm$  0,05 ml

e. Penambahan pengompleks

Ditimbang 0,075 gr dengan neraca Bp 110

f. Pengenceran pengompleks

Digunakan pipet volume 10 ml  $\pm$  0,04 ml

g. Pengenceran akhir

Digunakan labu ukur 100 ml  $\pm$  0,2 ml

## 3. Ketidakpastian baku

a. Tipe A

1. Rata-rata konsentrasi  $c_r^{+6} = 4,8771$  ppb

$$S = 0,6236$$

$$u_i = \frac{0,6236}{\sqrt{6}} = 0,2546 \text{ ppb}$$

$$\%u_i = \frac{0,2546}{4,0771} \times 100\% = 5,2199\%$$



## b. Tipe B

1. Pengambilan sampel 50 ml

$$a = \frac{1}{2} \times 0,05 = 0,025 \text{ ml}$$

$$u_2 = \frac{0,025}{\sqrt{3}} = 0,0144 \text{ ml}$$

$$\%u_2 = \frac{0,0144 \text{ ml}}{50 \text{ ml}} \times 100\% = 0,0288\%$$

2. Pengambilan
- $\text{H}_3\text{PO}_4$
- 5 ml

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,006 = 0,003 \text{ ml}$$

$$u_3 = \frac{0,003}{\sqrt{3}} = 0,0017 \text{ ml}$$

$$\%u_3 = \frac{0,0017 \text{ ml}}{5 \text{ ml}} \times 100\% = 0,034\%$$

3. Penimbangan pengompleks 0,075 gr

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,001 = 0,0005 \text{ ml}$$

$$u_4 = \frac{0,0005}{\sqrt{3}} = 0,0003 \text{ ml}$$

$$\%u_4 = \frac{0,0003 \text{ ml}}{0,075 \text{ gr}} \times 100\% = 0,4\%$$

## 4. Pengenceran pengompleks 30 ml

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,04 \text{ ml} = 0,02 \text{ ml}$$

$$u_5 = \frac{0,02}{\sqrt{3}} = 0,0115 \text{ ml}$$

$$\%u_4 = 3 \times \frac{0,0115 \text{ ml}}{10 \text{ ml}} \times 100\% = 0,345\%$$

## 5. Pengenceran akhir 100 ml

$$a = \frac{1}{2} \times R = \frac{1}{2} \times 0,2 \text{ ml} = 0,1 \text{ ml}$$

$$u_6 = \frac{0,1}{\sqrt{3}} = 0,0577 \text{ ml}$$

$$\%u_{64} = \frac{0,0577 \text{ ml}}{100 \text{ ml}} \times 100\% = 0,0577\%$$

## 6. Ketidakpastian gabungan

$$u_c = \sqrt{5,2199^2 + 0,034^2 + 0,4^2 + 0,345^2 + 0,0577^2}$$

$$= \sqrt{27,5317} = 5,2471\%$$

## 7. Ketidakpastian terentang

$$\%u = t \cdot u_c = 2,57 \times 5,2471\% = 13,4850\%$$

$$u = \frac{4,8771 \times 13,4850\%}{100\%} = 0,6577 \text{ ppb}$$

|             |  |                |
|-------------|--|----------------|
| Kesimpulan: | Rata-rata konsentrasi $\text{Cr}^{+6}$ | = 4,8771 ppb   |
|             | Ketidakpastian                         | = ± 0,6577 ppb |
|             | Dengan tingkat kepercayaan             | 95%            |

## LAMPIRAN 6

### Oneway

#### Descriptives

| Konsentrasi             |    |        |                |            |                                  |             |         |         |
|-------------------------|----|--------|----------------|------------|----------------------------------|-------------|---------|---------|
|                         | N  | Mean   | Std. Deviation | Std. Error | 95% Confidence Interval for Mean |             | Minimum | Maximum |
|                         |    |        |                |            | Lower Bound                      | Upper Bound |         |         |
| ASTM D 1687-92          | 5  | 4,8771 | ,6235598       | ,278864    | 4,1028                           | 5,6513      | 4,2791  | 5,8528  |
| APHA 3500-Cr            | 5  | 4,7778 | ,6801714       | ,304182    | 3,9332                           | 5,6223      | 3,6831  | 5,4115  |
| APHA 3500-Cr Modifikasi | 5  | 5,0975 | ,3755648       | ,167958    | 4,6312                           | 5,5639      | 4,7111  | 5,6128  |
| Total                   | 15 | 4,9175 | ,5501873       | ,142058    | 4,6128                           | 5,2222      | 3,6831  | 5,8528  |

#### Test of Homogeneity of Variances

##### Konsentrasi

| Levene Statistic | df1 | df2 | Sig. |
|------------------|-----|-----|------|
| ,397             | 2   | 12  | ,681 |

#### ANOVA

##### Konsentrasi

|                | Sum of Squares | df | Mean Square | F    | Sig. |
|----------------|----------------|----|-------------|------|------|
| Between Groups | ,268           | 2  | ,134        | ,405 | ,676 |
| Within Groups  | 3,970          | 12 | ,331        |      |      |
| Total          | 4,238          | 14 |             |      |      |