

**UJI KROM HEKSAVALEN (Cr(VI)) SECARA EKSTRAKSI
DAN PENENTUANNYA DENGAN SPEKTROFOTOMETRI
SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

Oleh

**SUMARNI
0606040500**



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN KIMIA
DEPOK
2009**

**SKRIPSI : UJI KROM HEKSAVALEN (Cr(VI)) SECARA EKSTRAKSI
DAN PENENTUANNYA DENGAN
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

NAMA : SUMARNI

NPM : 0606040500

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI

DEPOK, JUNI 2009

Drs. Sunardi, M.Si.
PEMBIMBING I

Dr. rer. nat. Agustino Zulys, M.Sc
PEMBIMBING II

Tanggal Lulus Ujian Sidang Sarjana: Juni 2009

Penguji I : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi

Penguji II : Drs. Sri Handayani M, Biomed

Penguji III : Drs. Ismunaryo M, M.Phil

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dari semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan benar

Nama : Sumarni
NPM : 0606040500
Tanda Tangan :
Tanggal : 19 Juni 2009

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT karena atas berkah dan karunia-NYA penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Skripsi yang berjudul "*Uji Krom Heksavalen (Cr(VI)) Secara Ekstraksi dan Penentuannya dengan Spektrofotometri Serapan Atom*" ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains.

Dalam penulisan skripsi ini begitu banyak bantuan yang diberikan. Oleh karena itu dengan segala kerendahan hati penulis ingin mengucapkan rasa terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada Ibu yang sangat peduli, mendukung, dan tak pernah lelah memberi sehingga segala kebaikan apa pun penulis tidak pernah mungkin bisa untuk membalasnya. "Terimakasih banyak untuk semuanya karena tak seorang pun pernah memberi kasih sayang dan dukungan tanpa syarat sebesar yang ibu berikan kepadaku, semoga Allah SWT selalu melindungi, menyayangi, menjaga, dan mengasihimu selamanya. Amin".

Penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Drs. Sunardi, M.Si selaku pembimbing I dan Bapak Dr. rer. nat. Agustino Zulys, M.Sc selaku pembimbing II yang dengan sabar membimbing dan memberikan masukan, saran, arahan, serta diskusi yang sangat berarti bagi penulis selama penelitian berlangsung sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
2. Bapak Drs. Erzi Rizal Azwar selaku pembimbing akademis yang telah banyak memberikan saran, arahan, dan masukan kepada penulis.
3. Bapak Dr. Endang Saepudin selaku ketua program ekstensi dan Bapak Dr. Asep Saefumillah selaku sekretaris program ekstensi, atas saran, arahan, dan masukan yang telah diberikan kepada penulis.
4. Bapak Dr. Ridla Bakri, M.Phil selaku ketua Departemen Kimia.
5. Dr. rer. nat. Widajanti Wibowo selaku ketua KBI Kimia Fisik dan Dra. Susilowati, Msc selaku manajer laboratorium penelitian.
6. Bapak dan Ibu dosen yang telah memberikan wawasan dan ilmu pengetahuan kepada penulis.
7. Bapak Ir. Hedi Surahman, M.Si atas peminjaman alat-alat gelas.

8. Mbak Ati, Mbak Indri, Mbak Cucu, dan Mbak Ina.
9. Bapak Edi, Bapak Marji, Bapak Supri, Bapak Kiri, serta seluruh karyawan dan karyawan Departemen Kimia FMIPA UI.
10. Rased, Arya, Novi, Alvin, Roye, Puji, Ijul, dan Arpan atas bantuan selama penelitian.
11. Mbak Tari dan Ratih Andalusi atas saran dan idenya.
12. Arie dan Faisal yang sudah banyak membantu mencari bahan untuk penulisan.
13. Teman-teman kelompok belajar jeruk, Dila, Imel, Weri, Riza, Ina, Hesti, dan Lia.
14. Pak Iman Abdullah & Irwan_acha yang telah memberikan masukan dan saran.
15. Teman-teman senasib dan sepenanggungan lantai 3 dan 4, Ratih, Wulan, Puri, Visti, Andi, Alex, Redi, Bibah, Ana, serta teman-teman ekstensi angkatan 2006 yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Pada skripsi ini penulis menyadari masih banyak kekurangan karena keterbatasan kemampuan, namun dengan usaha dan kesungguhan serta dukungan moril maupun saran-saran dari berbagai pihak skripsi ini dapat terselesaikan. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita di masa sekarang dan masa yang akan datang.

Juni 2009

Penulis

ABSTRAK

Pada penelitian ini, dilakukan pengujian metode *Uji Krom Heksavalen (Cr(VI)) Secara Ekstraksi dan Penentuannya dengan Spektrofotometri Serapan Atom*. Penentuan Cr(VI) dalam metode ini melalui pembentukan kompleks dengan ligan amonium pirolidin ditiokarbamat (APDC). Senyawa kompleks yang terbentuk dipisahkan dengan cara ekstraksi menggunakan metil isobutil keton (MIBK) yang kemudian diukur menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Hasil yang didapat dari penelitian ini, pada uji limit deteksi (LoD) dan limit kuantisasi (LoQ) untuk analisis Cr(VI) diperoleh limit deteksi alat SSA PERKIN ELMER 3110 sebesar 0,05 ppm dan limit kuantisasi sebesar 0,17 ppm. Dari uji pH optimum diperoleh pH optimum reaksi Cr(VI) dengan APDC pada pH 3. Pada uji akurasi diperoleh persen temu balik untuk masing-masing kadar contoh uji Cr(VI) 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm yaitu masing-masing sebesar 19,71; 18,23; 18,02%. Pada uji linieritas diperoleh nilai regresi linier (R^2) sebesar 0,9908. Dari uji presisi diperoleh nilai SD sebesar 11,1658 dan RSD 37,59%. Dari uji selektifitas pengaruh adanya Cr(III) pada reaksi Cr(VI) dengan APDC dihasilkan persen temu balik untuk masing-masing kadar contoh uji Cr(VI) 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm yaitu masing-masing sebesar 35,44; 33,44; 32,64%. Pada uji selektifitas pengaruh adanya logam Cd^{2+} , Pb^{2+} dan Cu^{2+} , diperoleh persen temu balik untuk masing-masing kadar contoh uji Cr(VI) 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm yaitu masing-masing sebesar 27,69; 21,37; 20,86%. Dari semua parameter validasi yang dilakukan dalam penelitian, disimpulkan metode penentuan Cr(VI) dengan cara ekstraksi tidak memenuhi semua kriteria yang diinginkan dalam validasi metode sehingga metode ini tidak dinyatakan valid.

Kata kunci:

APDC, Cr(VI), ekstraksi, MIBK, SSA

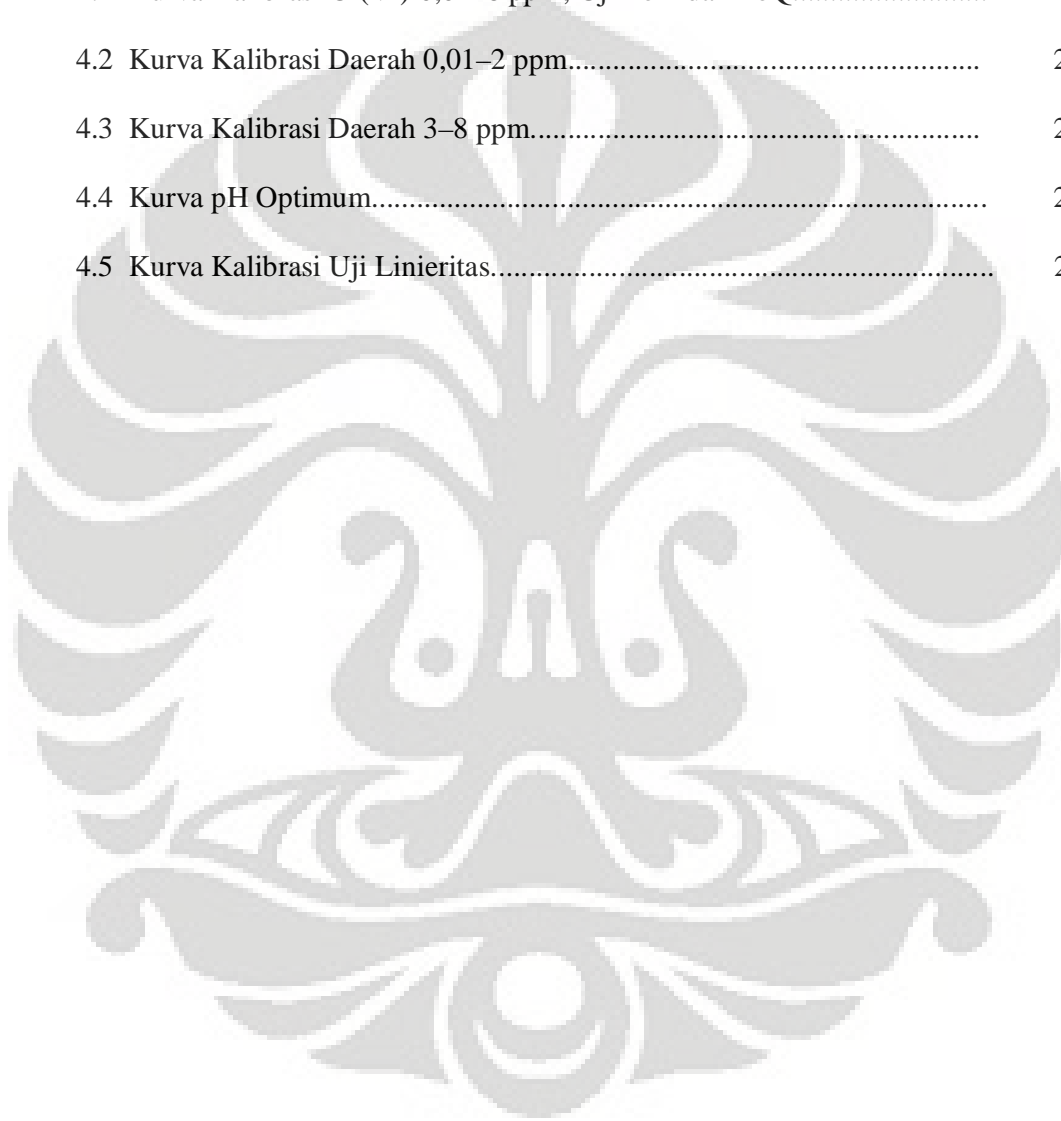
DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR	i
ABSTRAK	iii
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
BAB I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	2
1.2. Masalah.....	2
1.3 Tujuan	2
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Validasi	3
2.2 Krom.....	6
2.3 Amonium Pirolidin Ditiokarbamat.....	7
2.4 Ekstraksi.....	8
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	11
3.1 Alat dan Bahan	11
3.1.1 Alat.....	11
3.1.2 Bahan	11
3.2 Cara Kerja	11
3.2.1 Uji Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantitasi (LoQ).....	12
3.2.2 Variasi Jumlah Optimum MIBK.....	13
3.2.3 Penentuan pH Optimum.....	14
3.2.4 Uji Akurasi (Persen Temu Balik).....	14
3.2.5 Uji Linieritas.....	15
3.2.6 Uji Selektifitas	16
3.2.7 Uji Presisi.....	17
3.2.8 Uji Persen Temu Balik dengan Empat Tahap Ekstraksi.....	17

3.2.9 Uji Pembuktian Kurangnya Kelarutan Kompleks	
Cr-PDC dalam MIBK.....	18
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	19
4.1 Limit Deteksi (LoD) dan Lmit Kuantitasi (LoQ)	19
4.2 Uji Stabilitas Instrumen.....	23
4.3 Variasi Jumlah Optimum MIBK.....	24
4.4 Penentuan pH Optimum.....	25
4.5 Persen Temu Balik.....	27
4.6 Uji Linieritas.....	28
4.7 Uji Selektifitas	29
4.7.1 Pengaruh Cr Berbilangan Oksidasi Berbeda	29
4.7.2 Pengaruh Logam Lain Selain Cr(VI)	31
4.8 Uji Presisi	32
4.9 Uji Persen Temu Balik dengan Empat Tahap Ekstraksi.....	34
4.10 Uji Pembuktian Kurangnya Kelarutan Kompleks	
Cr-PDC dalam MIBK	35
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	37
5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran	38
DAFTAR PUSTAKA	39
LAMPIRAN	41

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur APDC.....	7
4.1 Kurva Kalibrasi Cr(VI) 0,01–8 ppm, Uji LoD dan LoQ.....	20
4.2 Kurva Kalibrasi Daerah 0,01–2 ppm.....	21
4.3 Kurva Kalibrasi Daerah 3–8 ppm.....	21
4.4 Kurva pH Optimum.....	25
4.5 Kurva Kalibrasi Uji Linieritas.....	28



DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1.1 KEPMENLH Tentang Baku Mutu Limbah Cair.....	1
3.1 Kondisi Optimum Operasi Peralatan SSA.....	12
4.1 Larutan Standar (0,0001–8 ppm) Untuk Penentuan Limit Deteksi.....	19
4.2 Nilai Absorbansi Pengukuran Standar Cr(VI) 0,2 ppm.....	22
4.3 Hasil Uji Stabilitas Respon Instrumen SSA.....	23
4.4 % Temu Balik Uji Variasi Jumlah Optimum MIBK.....	24
4.5 Nilai Absorbansi Uji pH Optimum.....	25
4.6 Persen Temu Balik Cr(VI), Fase Organik Langsung Diukur.....	27
4.7 Persen Temu Balik Cr(VI), <i>Back-Extraction</i> Dengan HNO ₃ 4N.....	27
4.8 Hasil Uji Linieritas.....	28
4.9 Pengamatan Persen Temu Balik Cr(VI) Dengan Pengaruh Cr(III).....	30
4.10 Hasil Temu Balik Cr(VI) Dengan Pengaruh Logam Lain.....	32
4.11 Hasil Analisis Presisi.....	33
4.12 % Temu Balik 4 Tahap Ekstraksi.....	34
4.13 Hasil Uji Destruksi Fase Air.....	35

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Kriteria Penerimaan Hasil Validasi Metode Penetapan Kadar Cr(VI) Secara Ekstraksi	41
2. Nilai Absorbansi Pengukuran Larutan Standar (0,0001–8 ppm).....	42
3. Hasil Pengamatan dan Perhitungan Data Validasi Penetapan LoD dan LoQ Instrumen PERKIN ELMER 3110.....	43
4. Hasil Pengamatan dan Perhitungan Data Validasi Penetapan Variasi Jumlah MIBK.....	44
5. Hasil Pengamatan dan Perhitungan Data Validasi Penetapan pH Optimum.....	45
6. Hasil Pengamatan dan Perhitungan Data Validasi Penetapan Uji Akurasi dengan Ligan APDC 4%.....	46
7. Hasil Pengamatan dan Perhitungan Data Validasi Penetapan Uji Selektifitas Pengaruh Adanya Cr(III).....	48
8. Hasil Pengamatan dan Perhitungan Data Validasi Penetapan Uji Selektifitas Pengaruh Adanya Logam Lain.....	49
9. Hasil Pengamatan dan Perhitungan Data Validasi Penetapan Uji Presisi.....	50
10. Hasil Pengamatan dan Perhitungan Data Validasi Penetapan Uji Akurasi dengan Empat Tahap Ekstraksi.....	56
11. Hasil pengamatan dan perhitungan Uji Akurasi dengan Ligan APDC 4%, Fase Air Didestruksi dengan HNO ₃ & HClO ₄ pekat	57

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Air merupakan salah satu sumber daya alam yang paling dibutuhkan oleh manusia, tetapi air tersebut mudah tercemar jika pengelolaan lingkungan pada pembangunan sektor industri, domestik, pertanian, pertambangan, dan sektor lainnya tidak diperhatikan. Mengingat pentingnya peranan air untuk kehidupan, maka kualitas air harus dijaga dari pencemaran. Upaya yang dapat dilakukan berupa pengurangan beban limbah yang masuk ke dalam sungai atau lingkungan dengan memperketat aturan baku mutu limbah, penegakan hukum yang konsisten, serta peningkatan partisipasi masyarakat untuk menjaga lingkungan.¹

Salah satu contoh zat pencemar air yang berbahaya adalah logam berat, sehingga penentuan dan penanganan logam berat merupakan kebutuhan penting dalam berbagai penelitian lingkungan. Contoh logam berat yang berbahaya adalah logam krom (Cr). Cr merupakan logam toksik yang mempunyai beberapa tingkat oksidasi, tetapi yang paling stabil berada di alam adalah Cr(III) dan Cr(VI). Logam Cr telah mendapat perhatian besar dalam komunitas ilmiah terkait sifat toksik Cr(VI) yang relatif lebih besar dari Cr(III). Keberadaan logam Cr(VI) di dalam air dipertimbangkan karena sangat beracun dan karsinogenik sehingga berbahaya untuk kesehatan manusia.²

Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup nomor KEP-51/MENLH/10/1995 tentang baku mutu limbah cair untuk parameter krom heksavalen pada kegiatan industri dapat dilihat pada Tabel 1.1.

Tabel 1.1. KEPMENLH tentang baku mutu limbah cair Cr(VI).³

Baku Mutu Limbah Cair	Kadar Maksimum (mg/L) Cr(VI)	Beban Pencemaran Maksimum (mg/L)
Industri Pelapisan Logam	0,1	0,02
Industri Cat	0,2	0,1

Menurut keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 907/MENKES/SK/VII/2002 tanggal 22 Juli 2002 tentang bahan-bahan anorganik yang memiliki pengaruh langsung pada kesehatan, kadar Cr(VI) maksimum yang diperbolehkan yaitu 0,05 ppm.⁴ Di dalam SNI 19-1132-1989 untuk penentuan logam Cr(VI) menggunakan pengukuran dengan spektrofotometer UV, sedangkan batas deteksi metode spektrometri UV tidak cukup untuk menganalisis kadar yang ditetapkan KLH dan MENKES pada baku mutu limbah cair Cr(VI). Untuk mengatasi hal ini, perlu dilakukan penelitian untuk mencari metode penentuan kadar Cr(VI) yang kadarnya rendah.

1.2 Masalah

Penentuan kadar Cr(VI) umumnya banyak dilakukan dengan menggunakan ligan difenil karbazin dan dideteksi dengan UV-Vis, sedangkan batas deteksi UV tidak sensitif untuk Cr(VI) yang kadarnya rendah. Untuk mengatasi hal ini, perlu dicari atau dilakukan pengujian metode penentuan Cr(VI) dengan kadar rendah.

1.3 Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah pengujian metode penentuan kadar Cr(VI) secara ekstraksi dalam sistem APDC/MIBK yang diukur dengan SSA serta menentukan selektifitas reaksi Cr(VI) dengan APDC terhadap pengaruh pengganggu Cr(III) dan logam lain selain Cr(VI).

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Validasi

Validasi adalah proses evaluasi produk atau metode analisis untuk menjamin persyaratan suatu produk atau metode analisis berfungsi dengan baik serta membuktikan kebenaran fungsi instrumen dan metode analisis.⁵

Tujuan dilakukannya validasi adalah membuktikan bahwa prosedur analisis yang dilakukan sesuai dengan tujuan yang ingin dicapai, menjamin bahwa prosedur penetapan kadar yang digunakan dapat dipercaya hasil analisisnya, dan menjamin keterulangan prosedur penetapan kadar. Dengan tujuan tersebut, manfaat yang diharapkan dari suatu validasi adalah terjaminnya mutu dari suatu produk evaluasi atau metode analisis yang divalidasi.⁶

2.1.1 Validasi metode

Validasi metode adalah proses penilaian terhadap parameter analitik tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi syarat untuk tujuan penggunaannya. Di dalam proses validasi metode penentuan parameter-parameter unjuk kerja dilakukan menggunakan peralatan yang memenuhi spesifikasi, bekerja dengan baik, dan terkalibrasi secara memadai. Selain itu operator yang melakukannya harus kompeten dan mempunyai pengetahuan yang cukup tentang pekerjaannya, sehingga mampu mengambil keputusan yang tepat terhadap apa yang diamati selama proses tersebut berjalan.⁷

Penting tidaknya dilakukan validasi metode pengujian bergantung kepada status metode yang bersangkutan. Beberapa metode yang memerlukan validasi antara lain:

- Metode yang baru dikembangkan untuk suatu permasalahan yang khusus
- Perbaikan metode yang selama ini sudah rutin, yang bertujuan untuk suatu pengembangan atau perluasan untuk memecahkan suatu permasalahan analisis yang baru

2.1.2 Cara validasi metode analisis

Dalam validasi, selain pengujian dan kalibrasi yang dilakukan oleh personil yang berkualitas dengan menggunakan peralatan dan instrumen yang telah dikalibrasi serta sumber daya laboratorium yang mendukung, penggunaan metode yang benar memegang peranan yang sangat penting untuk mendapatkan data yang terpercaya. Dengan metode yang benar, akan dapat diketahui tingkat akurasi dan presisi suatu data hasil pengujian.⁷ Berdasarkan SNI 19-17025-2000 yang berisi tentang ketertelusuran pengukuran dan validasi metode, ada beberapa kriteria yang dapat dijadikan pedoman dalam validasi metode yaitu sebagai berikut:⁸

1. Limit deteksi dan limit kuantisasi

Limit deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi, yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas, sedangkan limit kuantisasi atau disebut juga limit pelaporan (*limit of reporting*) merupakan parameter pada analisis renik yang diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.⁷ Cara menentukan limit deteksi dan limit kuantisasi yaitu sebagai berikut:

$$\text{Limit deteksi (LoD)} = 3 \text{ SD}$$

$$\text{Limit kuantisasi (LoQ)} = 10 \text{ SD}$$

SD = standar deviasi (simpangan baku) dari blanko contoh

Cara ini dapat diaplikasikan apabila pengukuran blanko contoh memberikan nilai SD yang tidak sama dengan nol.⁵

2. Akurasi

Akurasi didefinisikan sebagai kesesuaian antara hasil analisis dengan nilai benar analit (atau nilai acuan analit yang dapat diterima). Nilai hasil analisis untuk menguji akurasi dapat diperoleh dengan dua cara. Pertama, dengan membandingkan hasil metode yang diuji dengan hasil metode pembanding sehingga tidak terjadi kesalahan sistematik dalam metode yang diuji. Kedua, akurasi dapat diukur dengan menambahkan senyawa pembanding ke dalam matriks sampel.⁷

Jika metode yang digunakan dalam analisis adalah metode ekstraksi, setelah diekstraksi dan ditentukan kadarnya, persen temu balik diperoleh dengan membandingkan respon dari matriks sampel dengan respon bahan pembanding dalam pelarut murni. Efisiensi ekstraksi dari matriks sampel yang dinyatakan sebagai persentase respon baku murni yang tidak mendapatkan perlakuan dinyatakan sebagai temu balik absolut. Temu balik relatif diukur dengan membandingkan respon matrik dengan respon pelarut murni.

Persen temu balik yang baik adalah:⁵

- 95-105% (untuk konsentrasi menengah)
- 90-110% (untuk konsentrasi rendah)
- Untuk analisis renik tidak jarang persen temu balik yang diperoleh lebih kecil (80-85%)

3. Linieritas

Linieritas metode adalah kemampuan untuk memberikan hasil uji secara langsung atau setelah melalui transformasi matematika, yang proporsional dengan konsentrasi zat aktif dalam rentang tertentu. Uji linieritas dilakukan menggunakan satu seri larutan baku yang terdiri atas konsentrasi yang berbeda dari rentang kerja yang diharapkan. Respon kerja alat harus linier terhadap konsentrasi baku. Setelah menggunakan persamaan regresi linier, garis yang diperoleh harus mempunyai perpotongan tidak berbeda secara bermakna dengan titik nol. Jika diperoleh garis yang tidak melalui titik nol, maka harus dibuktikan tidak akan mempengaruhi akurasi metode. Kurva yang tidak melalui titik nol ini dapat diperbaiki menggunakan larutan blanko.⁶ Syarat yang ditetapkan adalah koefisien korelasi ($R^2 \geq 0,995$)⁸

4. Presisi

Presisi atau ketelitian adalah ukuran kedekatan antara hasil analisis individu dalam serangkaian pengukuran terhadap suatu contoh homogen dengan pengambilan contoh berganda menurut prosedur yang telah ditetapkan. Ketelitian diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variansi). Ketelitian dapat dinyatakan sebagai ketelusuran (*repeatibility*), ketertiruan (*reproducibility*), dan presisi yang terarah (*intermediate precision*). Keterulangan atau presisi intra penetapan kadar adalah presisi yang diperoleh dari hasil

pengulangan metode yang sedang diuji atau metode yang sama dengan menggunakan analisis dan peralatan laboratorium dalam waktu yang sama atau dalam jangka waktu yang dekat.⁷ Ketertiruan adalah presisi yang dihitung dari hasil penetapan ulang dengan menggunakan metode yang sama namun dilakukan dengan peralatan, analisis, laboratorium, dan waktu yang berbeda. Presisi antara atau presisi antar penetapan kadar adalah uji yang dilakukan pada laboratorium yang sama dengan menggunakan peralatan, pereaksi, analisis, dan hari yang berbeda. Syarat terpenuhinya presisi adalah nilai simpangan baku (SD) $\leq 2\%$ dan RSD $\leq 15\%$ untuk konsentrasi analit rendah.⁶

5. Selektifitas

Selektifitas adalah kemampuan suatu metode analisis untuk mengukur secara akurat suatu analit dengan adanya komponen lain selain analit yang mungkin ada dalam matriks sampel.⁹ Selektifitas dapat juga didefinisikan sebagai pembuktian bahwa penentuan kadar mampu mendeteksi, mengukur secara tepat dan spesifik zat aktif yang murni meskipun tercampur dengan bahan lain, zat tak murni dan produk uraian.

Uji selektifitas dilakukan terhadap sampel yang mengandung bahan lain berupa cemaran, hasil urai, senyawa sejenis hasil degradasi, senyawa asing lainnya atau pengaruh placebo dan dibandingkan terhadap hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan. Syarat terpenuhinya selektifitas adalah nilai bias antara -15% sampai 15%. Persen bias diperoleh dari persamaan berikut ini:

$$\text{Bias(\%)} = \frac{\text{Kadar yang diperoleh} - \text{Kadar sebenarnya}}{\text{Kadar sebenarnya}} \times 100$$

2.2 Krom

Krom (Cr) merupakan logam massif berwarna putih perak. Dalam keadaan murni krom berbentuk lunak dan merupakan salah satu logam berat dengan massa jenis 7,19 g/mL, nomor atom 24, dan massa atom 51,996. Dalam tabel periodik krom terletak pada golongan VIB, periode keempat. Sumber utama kromium di alam yaitu senyawa *chromite* (FeO-Cr₂O₃) dan *chromic oxide* (Cr₂O₃).¹⁰

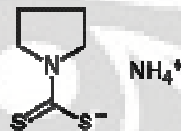
Kromium merupakan logam toksik yang mempunyai beberapa tingkat oksidasi, tetapi yang paling stabil berada di alam adalah Cr(III) dan Cr(VI). Cr(VI) dianggap paling toksik karena Cr(VI) lebih mudah diserap oleh tubuh dibandingkan Cr(III). Keracunan krom dapat menyebabkan iritasi terhadap kulit dan mata, gangguan pencernaan, hati, ginjal, dan sistem pembekuan darah.¹¹

Logam Cr banyak digunakan di industri-industri seperti industri besi baja, pelapisan logam (*electroplating*), fotografi, dan industri pigmen. Pada industri yang menggunakan sistem uap air panas (*boiler*), Cr(VI) digunakan sebagai bahan anti korosif pada bagian dalam dinding *boiler*.²

2.3. Amonium Pirolidin Ditiokarbamat (APDC)

Amonium pirolidin ditiokarbamat ($C_5H_8NS_2 \cdot NH_4^+$) merupakan padatan berwarna putih dengan berat molekul 164,29. APDC stabil dalam suhu dibawah $50^\circ C$ dan sensitif dengan adanya cahaya atau panas. Tempat penyimpanan APDC adalah pada suhu dibawah $50^\circ C$ dan harus disimpan di dalam wadah tertutup rapat. APDC mudah terdekomposisi sehingga harus dihindari kontak langsung dengan bahan pengoksidasi (asam kuat dan basa kuat) dan pemanasan di atas suhu $50^\circ C$. Jika APDC terdekomposisi, produk berbahaya yang dihasilkan yaitu CO, CO₂, NO, dan SO₂.

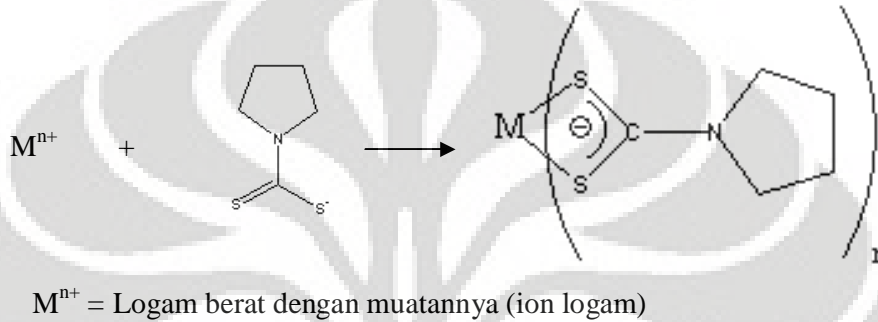
APDC larut dengan mudah dalam aquades.¹² Struktur molekul APDC dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2.1. Struktur molekul APDC

APDC merupakan bahan kimia yang cukup berbahaya karena dapat menyebabkan iritasi pada mata, sistem pernafasan, dan kulit jika terjadi kontak langsung dengan tubuh.

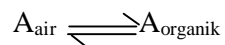
APDC umumnya digunakan sebagai agen pengkompleks ion logam karena APDC merupakan ligan bidentat, yang dapat mendonorkan pasangan elektron dari dua atom S,¹³ membentuk ikatan dua donor pasangan elektron kepada ion logam (ikatan sigma), sehingga APDC mempunyai kemampuan cukup untuk berinteraksi membentuk kelat dengan beberapa ion logam berat.¹⁴ Struktur kompleks yang terbentuk antara logam dengan APDC pada kondisi optimum (pH larutan optimum dan jumlah APDC berlebih) adalah sebagai berikut:



Reaksi ion logam berat dengan APDC dapat membentuk kompleks kelat yang stabil dan bermuatan netral, yang larut dalam fase organik, sehingga untuk pemisahannya dapat dilakukan dengan metode ekstraksi. Fase organik hasil ekstraksi dapat langsung diukur dengan SSA atau dilakukan proses *back-extraction* dengan HNO_3 atau HCl yang bertujuan untuk memecah kompleks logam berat-APDC sehingga berbentuk ion dan larut dalam fase air, kemudian fase airnya diukur dengan SSA menggunakan nyala pembakar udara-asetilen.¹⁵

2.4 Ekstraksi Pelarut

Ekstraksi cair-cair merupakan pemisahan komponen kimia di antara dua fase pelarut yang tidak saling bercampur, sebagian komponen larut pada fase pertama dan sebagian larut pada fase kedua.¹⁶ Pemisahan dengan cara ekstraksi pelarut didasarkan pada distribusi zat terlarut antara dua pelarut (fase) yang tak tercampur. Suatu zat terlarut A, yang terdistribusi antara fase air dan organik, akan mengalami keadaan keseimbangan sebagai berikut:¹⁷



Pada keadaan seimbang ini, perbandingan konsentrasi zat terlarut dalam fase organik dan dalam fase air pada suhu tertentu dinyatakan dengan koefisien distribusi (K_D).

$$K_D = \frac{[A]_{org}}{[A]_{air}}$$

Dengan,

$[A]_{org}$ = Konsentrasi zat terlarut dalam pelarut organik

$[A]_{air}$ = Konsentrasi zat terlarut dalam pelarut air

Nilai K_D tidak bergantung pada konsentrasi total zat terlarut pada kedua fase tersebut. Bila konsentrasi total zat di dalam kedua fase diperhitungkan, maka digunakan istilah perbandingan distribusi (D),

$$D = \frac{\text{Konsentrasi Total Fase Organik}}{\text{Konsentrasi Total fase Air}}$$

Bila tidak terjadi asosiasi, disosiasi, atau polimerisasi pada fase-fase tersebut dan keadaannya ideal, maka harga $K_D = D$. Untuk tujuan praktis, sebagai ganti harga K_D atau D sering digunakan istilah E (% ekstraksi). Hubungan D dan E dinyatakan oleh persamaan berikut ini.

$$D = \frac{(V_{air} / V_{org}) \cdot E}{(100 - E)}$$

Dengan,

V_{air} = Volume fase air

V_{org} = Volume fase organik

Jika $V_{air} = V_{org}$ maka,

$$D = \frac{E}{100 - E}$$

Ekstraksi dianggap kuantitatif, jika harga $E=100$ atau persen ekstraksinya 100 % jadi semua zat dalam contoh uji terekstrak. Kesimpulannya, semakin besar harga D berarti ekstraksi semakin baik.

Ekstraksi pelarut banyak digunakan pada pemisahan ion-ion logam. Ion-ion ini lebih senang berada dalam pelarut polar, jadi ion logam lebih larut dalam air. Agar ion logam dapat terekstrak ke dalam fase organik, maka ion logam ini

harus diubah menjadi suatu spesi yang menyerupai zat organik. Hal ini dapat dilakukan dengan mereaksikan ion logam tadi menjadi suatu kompleks yang menyerupai zat organik, dengan cara pembentukan kompleks tidak bermuatan sehingga larut dalam fase organik. Pembentukan kompleks tidak bermuatan dapat dibantu melalui proses pembentukan kelat, solvasi, dan pembentukan pasangan ion. Dimana sistem ekstraksinya adalah sebagai berikut:¹⁶

1. Ekstraksi kelat

Ekstraksi kelat adalah ekstraksi ion logam yang berlangsung melalui mekanisme pembentukan kompleks kelat.

Contoh ekstraksi kelat yaitu ekstraksi kompleks Cr-PDC. Kompleks kelat Cr-PDC terbentuk dari reaksi ion Cr(VI) dengan APDC. Kompleks ini bersifat stabil, bermuatan netral, dan larut dalam fase organik, sehingga untuk pemisahannya dapat dilakukan dengan metode ekstraksi.¹⁵

2. Ekstraksi solvasi

Ekstraksi solvasi adalah ekstraksi zat yang diekstraksi disolvasikan ke fase organik. Contoh ekstraksi solvasi yaitu ekstraksi Fe(III) dari asam klorida dengan dietil eter atau ekstraksi uranium dari media asam nitrat dengan tributyl fosfat. Kedua ekstraksi ini dapat terjadi karena solvasi logam ke fase organik.

3. Ekstraksi netralisasi

Ekstraksi ini berlangsung melalui pembentukan senyawa netral (yang tidak bermuatan) kemudian diekstraksi ke fase organik, contohnya yaitu ekstraksi scandium atau uranium dengan trioktil amina. Pada ekstraksi ini terbentuk senyawa netral antara uranium atau scandium dalam larutan asam dengan amina yang mempunyai berat molekul besar.

BAB III

PERCOBAAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas yang biasa digunakan di dalam laboratorium, seperti corong pisah 250 mL; pipet volumetrik 1 mL; 5 mL dan 10 mL; labu ukur 100 mL; gelas piala 250 mL; spektrofotometer serapan atom; neraca analitik dengan ketelitian 0,0001 g; dan pH meter.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu air bebas mineral, larutan induk Cr(VI) 100 ppm, larutan HNO₃ (1:1), HNO₃ 1N, HNO₃ 4N, NaOH 1N, larutan amonium pirolidin ditiokarbamat (APDC) 4 %, metil iso butil keton (MIBK), Cr(NO₃)₃·9H₂O, CdSO₄, Pb(NO₃)₂, dan Cu(NO₃)₂.

3.2 Persiapan Pengujian

3.2.1 Pembuatan larutan induk logam Cr(VI) 100 ppm

Kristal K₂Cr₂O₇ dipanaskan pada suhu 150 °C selama 1 jam, kemudian didinginkan dalam desikator. Sebanyak 0,1415 g K₂Cr₂O₇ dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 500 mL, kemudian diencerkan sampai tanda tera.

3.2.4 Pembuatan larutan baku logam Cr(VI) 10 ppm

Larutan baku Cr(VI) 10 ppm dibuat dengan cara memipet larutan induk Cr(VI) 100 ppm sebanyak 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu 1000 mL, kemudian ditambahkan 20 mL HNO₃(1:1) dan diencerkan sampai tanda tera

dengan aquades. Larutan tersebut ditempatkan dalam botol polypropilen dan disimpan di lemari es.

3.2.3 Pelarutan amonium pirolidin ditiokarbamat (APDC) 4%

APDC 4 % dibuat dengan melarutkan 8 g APDC dalam 200 mL air bebas mineral. Larutan ini diekstrak dengan MIBK dengan volume yang sama selama 30 detik. Fase airnya (lapisan bawah) diambil dan disimpan dalam botol polyetilen.

3.3 Validasi Metode

Prosedur validasi metode ini mengacu pada SNI 19-17025-2000, yang berisi tentang ketertelusuran pengukuran dan validasi metode.

Pengukuran dilakukan dengan menggunakan alat spektrofotometer serapan atom (SSA) dengan sistem nyala udara-asetilen. Kondisi optimum operasi peralatan SSA yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 3.1

Tabel 3.1 Kondisi optimum operasi peralatan SSA

Parameter	Unsur Logam Cr(VI)
Panjang Gelombang (nm)	357,9
Kuat arus lampu (mA)	15
INT.TIME (second)	1
Celah/Slit (nm)	0,2
Tinggi nyala (mm)	0,8
Udara (L/menit)	4
Asetilen (L/menit)	2
Pengulangan pengukuran	5 kali

3.3.1 Uji Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantitasi (LoQ)

Uji limit deteksi (LoD) dilakukan untuk menentukan limit deteksi alat SSA, sedangkan limit kuantisasi (LoQ) untuk menentukan batas konsentrasi contoh uji terendah yang masih bisa dideteksi atau terbaca nilai absorbansinya oleh alat tersebut.

Nilai LoD dan LoQ dihitung dengan mengukur standar Cr(VI) dalam pelarut aquades dengan konsentrasi yang masih bisa dideteksi oleh alat SSA. Uji larutan standar Cr(VI) dicoba mulai dari kadar Cr(VI) 0,1 ppb; 0,5 ppb; 0,9 ppb; 5 ppb; 8 ppb; 10 ppb; 20 ppb; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; 4 ppm; 5 ppm; 6 ppm; 7 ppm; dan 8 ppm.

Dari uji coba pengukuran larutan standar 0,1 ppb–8 ppm, dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi larutan standar dengan nilai absorbansi untuk menentukan daerah liniernya. Daerah linier dicari dengan memilih nilai regresi linier yang mendekati satu, pada rentang konsentrasi tersebut.

Untuk penentuan nilai LoD dan LoQ, dilakukan pengulangan pengukuran sebanyak 10 kali dari larutan standar Cr(VI) yang mulai bisa dideteksi oleh SSA.

Konsentrasi terkecil yang mulai terbaca oleh SSA, dihitung dengan cara mengkalibrasi nilai absorbansi larutan standar Cr(VI) dari 10 kali pengukuran ke dalam kurva standar yang nilai regresi liniernya mendekati satu. Konsentrasi yang diperoleh dari 10 kali pengukuran tersebut dihitung SDnya dan ditentukan nilai LoD dan LoQnya dengan menggunakan rumus:

$$\text{LoD} = 3 \text{ SD}$$

$$\text{LoQ} = 10 \text{ SD}$$

SD = Simpangan deviasi (simpangan baku) konsentrasi kadar Cr(VI) terendah yang bisa terdeteksi oleh SSA.

3.3.2 Variasi jumlah optimum MIBK

Uji variasi jumlah optimum MIBK, bertujuan untuk mengetahui jumlah optimum MIBK yang dibutuhkan dalam proses ekstraksi. Uji tersebut dilakukan dengan menguji kadar Cr(VI) 0,2 ppm sebanyak 100 mL pada pH=3 (nilai tengah dari pH 2-4 pada prosedur RSNI). Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan 1 mL APDC 4%, dikocok satu menit. Setelah homogen ditambahkan MIBK dengan variasi volume masing-masing 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, dan 25 mL, diekstraksi satu menit dan dibiarkan sampai terjadi pemisahan fase. Fase organik ditampung dalam labu ukur sesuai dengan penambahan variasi jumlah MIBK. Untuk mengganti MIBK yang hilang dalam

proses ekstraksi ditambahkan MIBK kembali pada masing-masing labu sampai tanda tera, kemudian dikocok dan diukur menggunakan SSA.

Jumlah optimum volume MIBK ditentukan dengan melihat persen temu balik dari masing-masing variasi volume MIBK. Persen temu balik diperoleh dengan menggunakan persamaan:

$$\% \text{ Temu balik} = \frac{\text{mg kadar yang diperoleh}}{\text{mg kadar sebenarnya}} \times 100$$

3.3.3 Penentuan pH optimum

Uji penentuan pH optimum, bertujuan untuk mengetahui kondisi pH optimum reaksi Cr(VI) dengan APDC. Penentuan pH optimum dilakukan menggunakan larutan Cr(VI) 0,2 ppm sebanyak 100 mL, yang diatur pada variasi pH 1, 2, 3, 4, 9, 12 dengan menggunakan HNO₃ 1N atau NaOH 1N. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan 1 mL APDC 4%, dikocok satu menit. Contoh uji sebanyak enam variasi pH tersebut masing-masing diekstrak selama satu menit dengan jumlah optimum volume MIBK sesuai percobaan 3.3.2, kemudian dibiarkan sampai terjadi pemisahan fase. Fase organik ditampung dalam labu ukur sesuai dengan jumlah optimum penambahan MIBK dan ditepatkan sampai tanda batas dengan MIBK untuk mengganti fase organik yang menguap, dikocok dan diukur menggunakan SSA.

Kondisi pH optimum ditentukan dengan melihat nilai absorbansi yang paling tinggi dari masing-masing pH.

3.3.4 Uji Akurasi (persen temu balik)

Uji ini dilakukan untuk mengetahui berapa besar kadar Cr(VI) yang dapat membentuk kompleks dengan APDC dan terekstrak dengan MIBK.

Dibuat contoh uji Cr(VI) dengan konsentrasi 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm sebanyak masing-masing 100 mL pada pH 3 (pH 3 merupakan pH optimum dari percobaan 3.3.3). Selanjutnya larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan 1 mL APDC 4%, dikocok satu menit. Ke dalam larutan tersebut ditambahkan MIBK dengan jumlah optimum sesuai percobaan 3.3.2,

kemudian diekstrak satu menit dan dibiarkan sampai terjadi pemisahan fase. Fase organik ditampung dalam labu ukur sesuai dengan jumlah optimum penambahan MIBK dan ditepatkan sampai tanda batas dengan MIBK, dikocok dan dibagi dua.

Bagian pertama langsung dianalisis dengan SSA (tanpa *back-extraction* dengan HNO₃ 4N) dan 5 mL fase organik bagian kedua diekstrak dengan 5 mL HNO₃ 4N selama empat menit (*back-extraction* dengan HNO₃ 4N). Selanjutnya larutan tersebut dibiarkan fase air dan organiknya terpisah dan diukur fase airnya menggunakan SSA.

Persen temu balik diperoleh dengan menggunakan persamaan:

$$\% \text{ Temu balik} = \frac{\text{mg kadar yang diperoleh}}{\text{mg kadar sebenarnya}} \times 100$$

3.3.5 Uji Linieritas

Uji linieritas bertujuan untuk melihat perbandingan antara nilai absorbansi dengan peningkatan konsentrasi contoh uji.

Untuk penentuan uji linieritas, dibuat deret standar 100 mL Cr(VI) dengan konsentrasi 0,02 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm dari larutan baku induk Cr(VI) 10 ppm dengan cara pengenceran. Contoh uji sebanyak lima variasi konsentrasi tersebut diatur pHnya pada pH 3. Selanjutnya larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan 1 mL APDC 4%, dikocok satu menit. Setelah homogen ditambahkan MIBK dengan jumlah optimum sesuai percobaan 3.3.2, diekstrak satu menit dan dibiarkan sampai terjadi pemisahan fase. Fase organik ditampung dalam labu ukur sesuai dengan jumlah optimum penambahan MIBK dan ditepatkan sampai tanda batas dengan MIBK, dikocok dan dianalisis dengan SSA. Ditentukan koefisien korelasi (nilai R²) dari kurva hubungan kadar contoh uji dengan respon detektor (nilai absorbansinya).

3.3.6 Uji Selektifitas

Uji selektifitas ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan selektifitas metode analisis ini secara akurat dengan adanya komponen lain selain analit yang mungkin ada dalam matriks sampel. Analisis/uji ini dilakukan dengan menambahkan pengganggu logam lain selain Cr(VI) dan pengganggu adanya Cr(III) pada proses reaksi Cr(VI) dengan ligan APDC.

a. Pengamatan % temu balik Cr(VI) dengan adanya Cr(III)

Uji pengaruh Cr(III) dilakukan dengan menambahkan 10 mL larutan Cr(III) 10 ppm masing-masing ke dalam 0,2 mL; 10 mL; dan 20 mL Cr(VI) 10 ppm pada labu ukur 100 mL, kemudian ditepatkan sampai tanda tera. Contoh uji dari tiga variasi konsentrasi tersebut diatur pHnya pada pH 3, kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan 1 mL APDC 4%, dikocok satu menit. Setelah homogen larutan tersebut ditambahkan MIBK dengan jumlah optimum sesuai percobaan 3.3.2, diekstrak satu menit dan dibiarkan sampai terjadi pemisahan fase. Fase organik yang didapat ditampung dalam labu ukur sesuai dengan jumlah optimum penambahan MIBK dan ditepatkan sampai tanda batas dengan MIBK, kemudian dikocok dan dianalisis dengan SSA.

Persen temu balik diperoleh dengan menggunakan persamaan:

$$\% \text{ Temu balik} = \frac{\text{mg kadar yang diperoleh}}{\text{mg kadar sebenarnya}} \times 100$$

b. Pengamatan % temu balik kadar Cr(VI) dengan adanya logam lain.

Uji pengaruh adanya logam lain dilakukan dengan menambahkan campuran 10 mL larutan Cd(II) 10 ppm, 10 mL Pb(II) 10 ppm dan 10 mL Cu(II) 10 ppm ke dalam 0,2 mL; 10 mL; dan 20 mL Cr(VI) 10 ppm pada labu ukur 100 mL, kemudian ditepatkan sampai tanda tera. Contoh uji dari tiga variasi konsentrasi tersebut diatur pHnya pada pH 3, kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan 1 mL APDC 4%, dikocok satu menit. Setelah homogen ditambahkan MIBK dengan jumlah optimum sesuai percobaan 3.3.2, diekstrak satu menit dan dibiarkan sampai terjadi pemisahan fase. Fase organik yang didapat ditampung dalam labu ukur sesuai dengan jumlah

optimum penambahan MIBK dan ditepatkan sampai tanda batas dengan MIBK, kemudian dikocok dan dianalisis dengan SSA.

Persen temu balik diperoleh dengan menggunakan persamaan:

$$\% \text{ Temu balik} = \frac{\text{mg kadar yang diperoleh}}{\text{mg kadar sebenarnya}} \times 100$$

3.3.7 Uji presisi

Uji ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kesesuaian dari sekelompok hasil pengujian jika digunakan secara berulang pada hari yang berbeda.

Pada analisis ini digunakan contoh uji Cr(VI) 0,2 ppm sebanyak 100 mL pada pH 3, kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan 1 mL APDC 4%, dikocok satu menit. Setelah homogen larutan tersebut ditambahkan MIBK dengan jumlah optimum sesuai percobaan 3.3.2, diekstrak satu menit dan dibiarkan sampai terjadi pemisahan fase. Fase organik yang didapat ditampung dalam labu ukur sesuai dengan jumlah optimum penambahan MIBK dan ditepatkan sampai tanda batas dengan MIBK, kemudian dikocok dan dianalisis dengan SSA. Uji presisi ini dilakukan pada hari berbeda, sebanyak enam kali pengulangan.

Persen temu balik diperoleh dengan menggunakan persamaan:

$$\% \text{ Temu balik} = \frac{\text{mg kadar yang diperoleh}}{\text{mg kadar sebenarnya}} \times 100$$

3.3.8 Uji Persen Temu Balik dengan Empat Tahap Ekstraksi

Uji ini bertujuan untuk melihat persen temu balik dengan empat tahap ekstraksi. Kadar Cr(VI) yang digunakan yaitu 0,2 ppm dan 2 ppm sebanyak masing-masing 100 mL pada pH 3. Larutan tersebut dimasukkan dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan 1 mL APDC 4%, dikocok satu menit. Setelah homogen ditambahkan 25 mL MIBK, diekstrak satu menit, kemudian dibiarkan sampai terjadi pemisahan fase (ekstraksi tahap 1). Fase organik yang didapat ditampung dalam labu ukur 100mL, sedangkan fase airnya diekstraksi kembali

dengan 25 mL MIBK selama satu menit (ekstraksi tahap 2). Fase organik yang didapat dicampurkan ke dalam fase organik hasil ekstraksi pertama pada labu ukur 100 mL. Fase air hasil ekstraksi kedua diekstrak kembali dengan 25 mL MIBK selama satu menit (tahap 3). Fase organik yang didapat dicampurkan ke dalam campuran fase organik hasil ekstraksi pertama dan kedua. Fase air hasil ekstraksi ketiga diekstrak kembali dengan 25 mL MIBK selama satu menit (tahap 4). Fase organik yang didapat dicampurkan ke dalam campuran fase organik hasil ekstraksi ketiga. Untuk mengganti MIBK yang hilang dalam proses ekstraksi ditambahkan MIBK kembali sampai tanda tera, kemudian dikocok dan diukur menggunakan SSA.

3.3.10 Uji Pembuktian Kurangnya Kelarutan Kompleks Cr-PDC dalam MIBK

Kadar contoh uji Cr(VI) yang digunakan dalam uji ini yaitu 1 ppm dan 2 ppm sebanyak masing-masing 100 mL pada pH 3. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan 1 mL APDC 4%, dikocok satu menit. Setelah homogen ditambahkan MIBK dengan jumlah optimum sesuai percobaan 3.3.2, diekstrak satu menit dan dibiarkan sampai terjadi pemisahan fase. Fase organik yang didapat ditampung dalam labu ukur sesuai dengan jumlah optimum penambahan MIBK dan ditepatkan sampai tanda batas dengan MIBK, kemudian dikocok. Fase organik dan fase air yang diperoleh dari hasil ekstraksi dianalisis dengan SSA.

Untuk membuktikan kurangnya kelarutan kompleks Cr-PDC dalam MIBK, dilakukan pemecahan kompleks Cr-PDC yang terdapat dalam fase air dengan cara destruksi sampai kompleks Cr-PDC terdekomposisi dan larut dalam fase air. Uji ini dilakukan dengan cara menguapkan fase air hasil ekstraksi Cr(VI) 1 ppm dan 2 ppm sampai kering dalam cawan penguap. Kemudian didestruksi dengan HNO₃ pekat dan HClO₄ pekat (1:1) sebanyak 6 mL sampai kompleks Cr-PDC terdekomposisi dan larut dalam air. Setelah didestruksi dilarutkan dalam 100 mL aquades dan dianalisis dengan SSA.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan suatu validasi metode penetapan kadar krom heksavalen (Cr(VI)) secara ekstraksi dan penentuannya dengan spektrofotometri serapan atom. Validasi yang dilakukan meliputi uji LoD dan LoQ, uji akurasi, uji linieritas, uji presisi, serta dilakukan juga uji selektifitas reaksi Cr(VI) dengan APDC yang meliputi penentuan pH optimum, pengaruh pengganggu Cr(III) dan logam lain pada reaksi Cr(VI) dengan APDC.

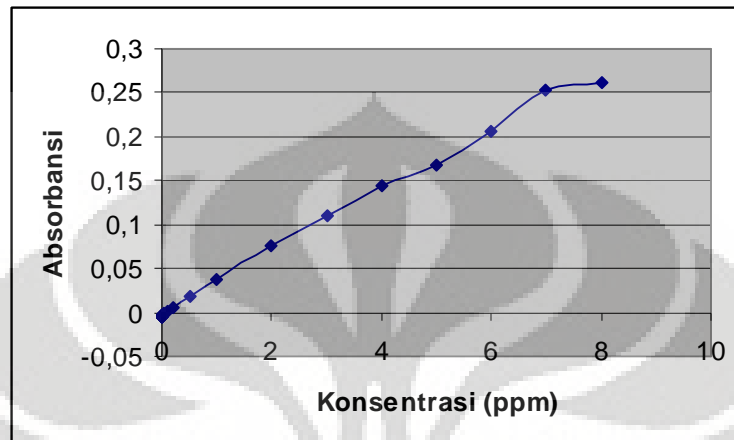
4.1 Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantitasi (LoQ)

Dari uji coba pengukuran larutan standar Cr(VI) 0,0001–8 ppm, instrumen PERKIN ELMER 3110 mulai memberikan respon berupa pembacaan nilai absorbansi pada kadar Cr(VI) 0,1 ppm dengan nilai absorbansi sebesar 0,0006 (Tabel 4.1).

Tabel 4.1 Nilai absorbansi pengukuran larutan standar 0,0001–8 ppm:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi rata-rata 3 kali pengukuran
0	-0,0026
0,0001	-0,0050
0,0005	-0,0060
0,0009	-0,0050
0,005	-0,0050
0,008	-0,0050
0,01	-0,0040
0,02	0,0000
0,1	0,0006
0,2	0,0056
0,5	0,0180
1	0,0376
2	0,0766
3	0,1100
4	0,1450
5	0,1680
6	0,2060
7	0,2530
8	0,2610

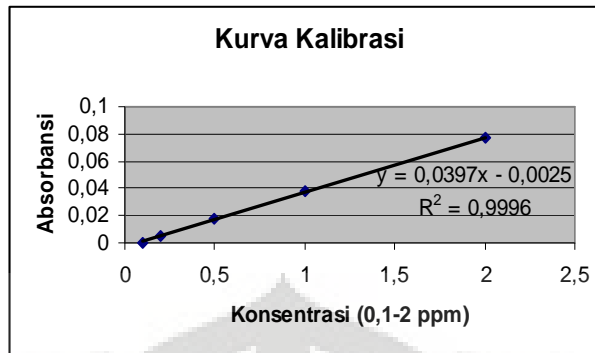
Dari data pengukuran larutan standar Cr(VI) 0,0001–8 ppm, dibuat kurva kalibrasi dengan mengalurkan nilai konsentrasi dan nilai absorbansi larutan standar tersebut (Gambar 4.1).



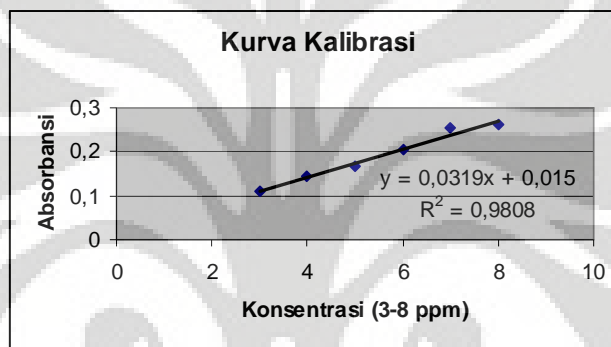
Gambar 4.1 Kurva kalibrasi Cr(VI) 0,0001–8 ppm untuk uji LoD dan LoQ

Untuk mengetahui rentang daerah kerja yang baik dari kurva kalibrasi larutan standar, dicari rentang konsentrasi dari larutan standar Cr(VI) yang mempunyai nilai regresi mendekati satu. Jika persamaan regresi liniernya mendekati satu, rentang daerah standar tersebut baik dijadikan sebagai daerah kerja, karena nilai konsentrasi dari rentang standar tersebut berbanding secara proporsional dengan nilai absorbansinya.

Dari kurva kalibrasi deret larutan standar Cr(VI) 0,0001–8 ppm di atas, daerah linier dicari dengan mencoba dua rentang konsentrasi yaitu pada daerah 0,1–2 ppm dan 3–8 ppm dan terlihat daerah linier terjadi pada rentang 0,1–2 ppm, sedangkan pada kadar 3–8 ppm garis linieritasnya mengalami pembengkokan. Gambar kurva kalibrasi dapat dilihat pada Gambar 4.2 dan Gambar 4.3:



Gambar. 4.2 Kurva kalibrasi daerah 0,1–2 ppm



Gambar. 4.3 Kurva kalibrasi daerah 3–8 ppm

Pada rentang konsentrasi 0,1–2 ppm nilai regresi liniernya mendekati 1 ($R^2=0,9996$). Artinya konsentrasi pada daerah kerja 0,1–2 ppm mempunyai hubungan yang proporsional dengan nilai absorbansinya, sehingga memenuhi syarat untuk dijadikan daerah standar kerja pengujian untuk memperkecil kesalahan dalam analisis, seperti terlihat pada Gambar 4.2.

Pada rentang konsentrasi Cr(VI) 3–8 ppm nilai regresi liniernya turun ($R^2=0,9808$), maka rentang daerah tersebut mempunyai hubungan yang kurang linier antara konsentrasi dengan nilai absorbansinya karena nilai regresi liniernya kurang dari persyaratan regresi linier yang ditetapkan SNI yaitu sebesar $R^2 \geq 0,995$.

Setelah diperoleh daerah linier kerja pada rentang konsentrasi Cr(VI) 0,1–2 ppm, selanjutnya dilakukan uji nilai LoD dan LoQ dengan mengukur larutan standar Cr(VI) yang mulai terdeteksi atau terbaca nilai absorbansinya oleh SSA dan berada pada daerah linier kerja Cr(VI) 0,1–2 ppm, yaitu pada kadar

Cr(VI) 0,2 ppm. Untuk menentukan nilai LoD dan LoQ, larutan standar Cr(VI) 0,2 ppm diukur sebanyak 10 kali. Data pengukuran Cr(VI) 0,2 ppm sebanyak 10 kali, dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Nilai absorbansi pengukuran larutan standar 0,2 ppm untuk menentukan nilai LoD & LoQ

Pengulangan pengukuran	Absorbansi tiap pengukuran	Konsentrasi pengukuran Cr(VI) (ppm)	SD	LoD (ppm)	LoQ (ppm)
1	0,006	0,21	0,01702	0,05	0,17
2	0,006	0,21			
3	0,005	0,18			
4	0,005	0,18			
5	0,005	0,18			
6	0,005	0,18			
7	0,005	0,18			
8	0,004	0,16			
9	0,005	0,18			
10	0,006	0,21			
Rata-rata		0,187			

Konsentrasi tiap pengukuran dicari dengan cara mengalurkan nilai absorbansi standar Cr(VI) 0,2 ppm tiap pengukuran ke dalam persamaan regresi linier pada rentang kadar 0,1–2 ppm, kemudian konsentrasi yang diperoleh dari sepuluh kali pengukuran kadar Cr(VI) 0,2 ppm, dihitung SDnya dan ditentukan nilai LoD dan LOQnya.

Dari hasil percobaan pada Tabel 4.2, nilai LoD instrumen PERKIN ELMER 3110 yang diperoleh sebesar 0,05 ppm. Nilai LoD sebesar 0,05 ppm artinya konsentrasi terendah dari analit contoh yang dapat terdeteksi alat SSA PERKIN ELMER 3110 sebesar 0,05 ppm.

Nilai LoQ instrumen PERKIN ELMER 3110 yang diperoleh sebesar 0,17 ppm. Nilai LoQ 0,17 ppm merupakan kadar terendah yang dapat ditetapkan

secara kuantitatif dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima. Jika kadar yang akan dianalisis di bawah nilai LoQ maka untuk pelaporannya dianggap tidak terdeteksi atau tidak terbaca oleh SSA atau juga data dianggap tidak akurat. Sebaiknya jika akan melakukan analisis logam Cr(VI) dengan alat SSA PERKIN ELMER 3110 konsentrasi contoh uji harus di atas kadar 0,17 ppm.

Validasi metode ini sebenarnya dimulai untuk kadar Cr(VI) 0,02 ppm sesuai ketentuan KLH untuk beban pencemaran maksimum baku mutu limbah cair pada industri pelapisan logam, tapi karena nilai LoD dan LoQ dari instrumen SSA PERKIN ELMER 3110 di atas 0,02 ppm yaitu LoD sebesar 0,05 ppm dan LoQ 0,17 ppm, maka untuk analisis contoh uji Cr(VI) dilakukan mulai kadar 0,2 ppm supaya data yang dihasilkan akurat dan dapat dipercaya.

4.2 Uji Stabilitas Respon Instrumen

Sebelum dilakukan analisis, instrumen SSA yang akan digunakan diuji stabilitasnya dengan melakukan pembacaan terhadap standar Cr(VI) sebanyak 10 kali dan diperoleh hasil sebagai berikut:

Tabel 4.3 Hasil uji stabilitas respon instrumen SSA

Pengulangan pengukuran	Absorbansi Cr(VI) 0,2 ppm	Absorbansi Cr(VI) 0,5 ppm	Absorbansi Cr(VI) 1 ppm	Absorbansi Cr(VI) 2 ppm	Absorbansi Cr(VI) 3 ppm
1	0,006	0,018	0,037	0,078	0,11
2	0,006	0,018	0,038	0,077	0,11
3	0,005	0,018	0,038	0,075	0,11
4	0,005	0,017	0,038	0,074	0,106
5	0,005	0,017	0,036	0,071	0,107
6	0,005	0,017	0,037	0,071	0,108
7	0,005	0,016	0,036	0,075	0,111
8	0,004	0,016	0,036	0,077	0,113
9	0,005	0,016	0,035	0,077	0,116
10	0,006	0,017	0,036	0,075	0,115
Rata-rata	0,0052	0,017	0,0367	0,075	0,1106
SD	0,0006	0,0008	0,0010	0,0024	0,0032
RSD	11,53	4,70	2,72	3,20	2,89

Dari hasil uji stabilitas respon instrumen PERKIN ELMER 3110 untuk kadar 0,2 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm; 1,5 ppm; dan 2 ppm. Diperoleh kesimpulan bahwa instrumen SSA PERKIN ELMER 3110 cukup stabil jika digunakan untuk analisis validasi metode pada rentang kadar 0,2–2 ppm karena nilai simpangan deviasi (SD) dan persen relatif simpangan deviasi (RSD) dari 10 kali pengukurannya relatif kecil. Nilai RSD yang diperoleh memenuhi syarat sesuai ketentuan yang berlaku yaitu $\leq 15\%$ dan $SD \leq 2\%$.

4.3 Variasi Jumlah Optimum MIBK

Uji variasi jumlah optimum MIBK, bertujuan untuk mengetahui jumlah volume MIBK yang dibutuhkan dalam proses ekstraksi. Hasil analisis uji variasi jumlah optimum MIBK dapat dilihat pada Tabel 4.4 berikut ini:

Tabel 4.4. Persen temu balik uji variasi jumlah optimum MIBK

Volume MIBK (mL)	% Temu balik
5	5,54
10	6,03
15	7,29
20	6,81
25	7,79

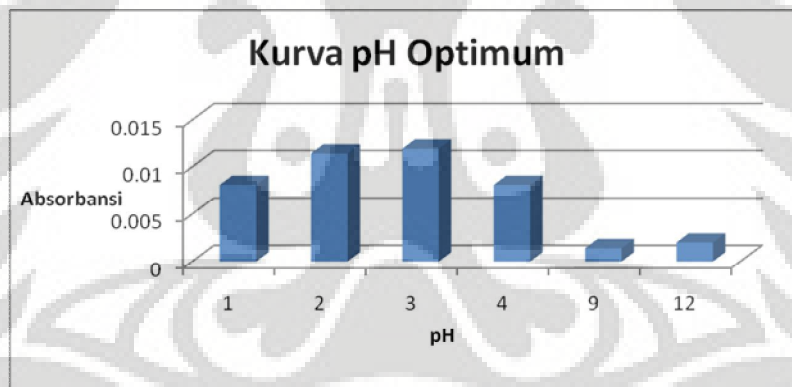
Dari data yang diperoleh pada Tabel 4.4, diperoleh % temu balik tertinggi pada volume MIBK 25 mL, namun yang digunakan dalam proses ekstraksi adalah 10 mL karena % temu balik volume MIBK diatas 10 mL tidak mengalami peningkatan secara berarti dan terjadi fruktuasi, sehingga untuk tujuan efisiensi digunakan volume MIBK 10 mL sesuai prosedur SNI.

4.4 Penentuan pH optimum

Uji penentuan pH optimum, bertujuan untuk mengetahui kondisi pH optimum reaksi Cr(VI) dengan APDC. Hasil analisis uji pH optimum dapat dilihat pada Tabel 4.5 dan Gambar 4.4.

Tabel 4.5 Nilai absorbansi uji pH optimum

pH	Absorbansi
1	0,0081
2	0,0114
3	0,0119
4	0,0081
9	0,0014
12	0,0020



Gambar 4.4 Kurva pH optimum

Dari hasil percobaan penentuan pH optimum (Lampiran 5), dihasilkan pH optimum pada pH asam yaitu pH=3, karena nilai Absorbansi pada pH=3 paling tinggi dibandingkan nilai absorbansi pH yang lainnya.

Produk reaksi kompleks antara Cr(VI) dan ion ditiokarbamat bukan kompleks Cr(VI) melainkan kompleks Cr(III), sehingga proses yang terjadi adalah reduksi dari Cr(VI) menjadi Cr(III).^{18,19} APDC akan mengalami oksidasi dalam bentuk OPDC, karena produk yang terjadi dari reaksi Cr(VI) dengan APDC

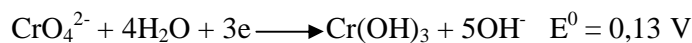
adalah tris[-pyrrolidine-1-dithioato-S,S']-Cr(III) atau kompleks Cr(PDC)₃ dan bis[pyrrolidine-1-dithioato-S,S']-pyrrolidine-1-peroxydithioato-O,S]-Cr(III) atau Cr(PDC)₂(OPDC).¹¹ Oleh karena itu, dibutuhkan spesi Cr(VI) dalam bentuk HCrO₄⁻ karena sifatnya yang mudah direduksi agar reaksi Cr(VI) dengan APDC dapat terjadi secara optimal.

Didalam larutan Cr(VI) mampu berada dalam bentuk spesi CrO₄²⁻ dan HCrO₄⁻. Distribusi spesi Cr(VI) dalam bentuk CrO₄²⁻ dan HCrO₄⁻ bergantung pada pH.¹⁸ Diatas pH=6, Cr(VI) ada dalam ion kromat (CrO₄²⁻), sedangkan antara pH=2 dan pH=6, ion HCrO₄⁻ dan ion dikromat (Cr₂O₇²⁻) ada dalam kesetimbangan seperti terlihat pada reaksi kesetimbangan di bawah ini:



Cr₂O₇²⁻ di dalam air akan mengalami kesetimbangan dengan HCrO₄⁻ (persamaan 1), karena HCrO₄⁻ akan berdisosiasi menjadi CrO₄²⁻ dan H⁺ (persamaan 2). Spesi Cr(VI) optimum dalam bentuk HCrO₄⁻ jika dalam keadaan asam karena pada suasana asam kesetimbangan pada persamaan 2 akan bergeser ke arah kiri. Jadi reaksi Cr(VI) dengan APDC optimum pada pH asam karena spesi yang ada dari Cr(VI) adalah HCrO₄⁻ yang bersifat mudah direduksi, sedangkan CrO₄²⁻ dominan pada pH basa dan kurang sifat pengoksidasinya.¹⁰

HCrO₄⁻ bersifat lebih mudah direduksi dari pada CrO₄²⁻. Hal ini didukung juga dari nilai potensial reduksinya. Cr(VI) dalam bentuk HCrO₄⁻ mempunyai potensial reduksi lebih besar dari CrO₄²⁻, sehingga HCrO₄⁻ lebih mudah direduksi menjadi bentuk Cr(III) dari pada CrO₄²⁻. Nilai potensial reduksi dapat dilihat dalam persamaan reaksi berikut ini:¹⁸



4.5 Pengamatan Hasil Temu Balik Cr(VI)

Setelah diperoleh kondisi pH optimum pada reaksi ion logam Cr(VI) dengan ligan APDC dan jumlah volume MIBK yang cukup mewakili dalam proses ekstraksi, maka perlu dilakukan pengujian metode dengan cara mengamati hasil persen temu balik pada berbagai kadar Cr(VI), data dapat dilihat pada Lampiran 6 dan Tabel 4.6:

Tabel 4.6 Persen temu balik Cr(VI), fase organik langsung diukur

Kadar Cr(VI) (ppm)	% Temu balik
0,2	19,71
1	18,23
2	18,02

Tabel 4.7 Persen temu balik Cr(VI), *back-extraction* dengan HNO₃ 4N

Kadar Cr(VI) (ppm)	% Temu balik
0,2	17,95
1	16,71
2	17,92

Dari perhitungan analisis uji akurasi ini didapatkan persen temu balik 19,71% untuk kadar Cr(VI) 0,2 ppm, 18,23% untuk kadar Cr(VI) 1 ppm dan 18,02% untuk kadar Cr(VI) 2 ppm pada perlakuan fase organik langsung diukur. Pada perlakuan *back-extraction* dengan HNO₃ 4N didapatkan persen temu balik 17,95% untuk kadar Cr(VI) 0,2 ppm, 16,71% untuk kadar Cr(VI) 1 ppm dan 17,92% untuk kadar Cr(VI) 2 ppm.

Persen temu balik yang diperoleh pada perlakuan fase organik langsung diukur sangat kecil dan tidak memenuhi persyaratan yang ditetapkan SNI 19-17025-2000, yaitu 90-110% untuk konsentrasi rendah. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan pada analisis ini tidak memiliki ketepatan atau

derajat kesamaan antara hasil yang didapat dengan nilai yang sebenarnya, sehingga metode ini dapat dikatakan tidak handal dan tidak akurat.

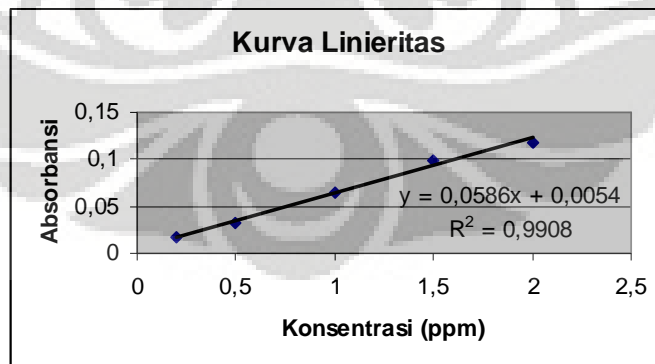
Pada perlakuan *back-extraction* dengan HNO₃ 4N juga diperoleh persen temu balik yang rendah. Hal ini disebabkan karena persen temu balik yang diperoleh dalam fase organik juga rendah, sehingga hasil proses pemecahan kompleks Cr-PDC dalam fase organik dengan HNO₃ 4N juga tidak akan tinggi.

4.6 Uji Linieritas

Analisis ini dilakukan dengan mengukur standar Cr(VI) dalam berbagai konsentrasi (0,2 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm; 1,5 ppm; dan 2 ppm). Hasil analisis linieritas dapat dilihat pada Tabel 4.8 dan Gambar 4.5 sebagai berikut:

Tabel 4.8 Hasil uji linieritas

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0035
0,2	0,0170
0,5	0,0320
1	0,0650
1,5	0,0995
2	0,1180



Gambar 4.5 Kurva kalibrasi uji linieritas

Pengujian linieritas dalam validasi menggambarkan kemampuan metode analisis untuk menunjukkan respon/hasil uji secara linier terhadap jumlah atau konsentrasi analit dalam sampel pada rentang tertentu. Semakin besar nilai *least square* atau R^2 maka metode yang digunakan semakin baik. Dalam analisis ini digunakan minimal lima konsentrasi yang berbeda pada standar.

Pada uji linearitas ini didapatkan nilai R^2 sebesar 0,9908, sehingga metode penetapan kadar Cr(VI) dengan cara ekstraksi ini tidak berada pada batas normal yang ditetapkan SNI yaitu $R^2 \geq 0,995$ dan dapat disimpulkan metode analisis ini tidak menunjukkan respon secara linier dengan jumlah atau konsentrasi analit dalam contoh uji pada rentang 0,2–2 ppm.

4.7 Uji Selektifitas

Uji selektifitas dilakukan dengan dua macam variasi yaitu pengamatan persen temu balik kadar Cr(VI) dengan pengaruh adanya Cr(III) dan pengaruh logam lain selain Cr(VI) pada proses reaksi Cr(VI) dengan ligan APDC.

4.7.1 Pengamatan persen temu balik kadar Cr(VI) dengan pengaruh adanya Cr(III)

Uji pengaruh Cr(III) dilakukan dengan menambahkan 1 ppm larutan Cr(III) masing-masing ke dalam 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm Cr(VI). Pencampuran Cr(III) 1 ppm pada masing-masing konsentrasi Cr(VI) 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm bertujuan untuk mengetahui perubahan persen temu balik pada variasi konsentrasi Cr(VI), sehingga diketahui pengaruh adanya Cr(III) dalam reaksi Cr(VI) dengan APDC.

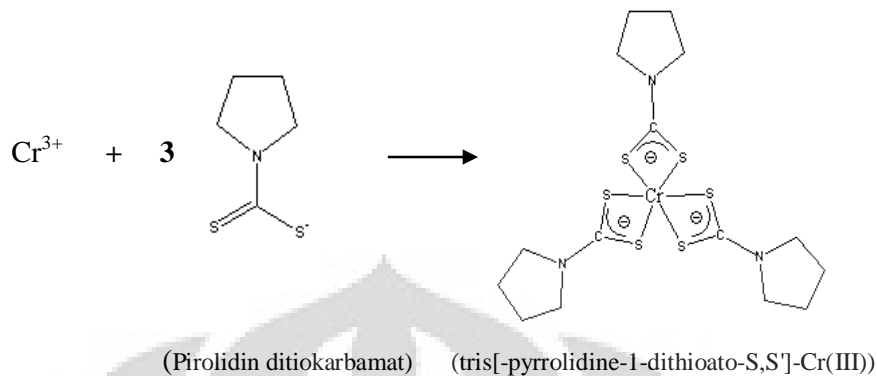
Di bawah ini merupakan hasil uji selektifitas penetapan persen temu balik kadar Cr(VI) dengan pengaruh adanya Cr(III):

Tabel 4.9 Persen temu balik Cr(VI) dengan pengaruh adanya Cr(III)

Kadar Cr(VI) (ppm)	% Temu balik
Blanko	
0,2	35,44
1	33,44
2	32,64

Uji selektifitas merupakan pembuktian bahwa metode yang digunakan mampu mendeteksi sampel secara tepat dan spesifik. Batasan selektifitas secara umum untuk cemaran/*impurity* yaitu bias yang dihasilkan sampel -15,0% sampai 15,0%.⁶ Hasil uji analisis ini diperoleh nilai bias yang tidak dapat ditentukan karena persen temu balik yang diperoleh sangat kecil atau tidak memenuhi syarat dengan persen temu balik yang ditetapkan sesuai SNI 19-17025-2000, yaitu 90–110% untuk konsentrasi rendah. Jika dibandingkan dengan hasil uji akurasi, persen temu balik pada uji selektifitas ini mengalami peningkatan sebesar $\pm 15\%$ untuk masing-masing kadar Cr(VI) 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm. Dimana pada uji akurasi kadar Cr(VI) 0,2 ppm diperoleh persen temu balik 19,71 %, sedangkan pada uji pengaruh Cr(III) diperoleh persen temu balik sebesar 35,44%. Begitu juga untuk kadar Cr(VI) 1 ppm pada uji akurasi diperoleh persen temu balik 18,23% sedangkan pada uji pengaruh Cr(III) sebesar 33,44% dan untuk kadar Cr(VI) 2 ppm pada uji akurasi diperoleh persen temu balik 18,02% sedangkan pada uji pengaruh Cr(III) sebesar 32,64%. Jadi kemungkinan ligan APDC dapat membentuk kompleks dengan Cr(III) disamping dengan Cr(VI).

Secara teoritis Cr(III) dapat bereaksi dengan APDC membentuk kompleks kelat tris[-pyrrolidine-1-dithioato-S,S']-Cr(III) atau kompleks $\text{Cr}(\text{PDC})_3$ yang stabil.^{2,20,21} Pada pH larutan optimum dan jumlah ADPC berlebih, kemungkinan reaksi antara Cr(VI) dengan APDC adalah sebagai berikut:



Ligan PDC^- menggantikan posisi ligan H_2O dan ion NO_3^- pada $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})](\text{NO}_3)_3$ membentuk kompleks kelat $[\text{Cr}(\text{PDC})_3]$ yang lebih stabil.

4.7.2 Pengamatan persen temu balik kadar Cr(VI) dengan pengaruh adanya Cd(II), Pb(II) dan Cu(II).

Pengujian ini dilakukan dengan menambahkan campuran 2 ppm larutan Cd(II), Pb(II) dan Cu(II) ke dalam masing-masing 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm Cr(VI).

Adanya logam lain dalam reaksi Cr(VI) dengan APDC, memberikan perbedaan warna pada larutan fase organik. Pada ekstraksi Cr(VI) murni dengan APDC 4%, larutan fase organik berwarna bening, sedangkan pada ekstraksi Cr(VI) dengan adanya pengaruh campuran logam Cd(II), Pb(II) dan Cu(II) warna larutan fase organik berubah menjadi berwarna *orange* pekat. Hal ini disebabkan karena logam yang ditambahkan sebagai logam pengganggu dapat membentuk kompleks dengan ligan APDC, sehingga warna *orange* pekat tersebut berasal dari perpaduan warna kompleks logam Cd(II), Pb(II) dan Cu(II) dengan ligan APDC. Di dalam standar metode untuk penentuan air dan air limbah disebutkan bahwa logam Cd dapat berkoordinasi optimal dengan APDC pada pH 1–6, Pb pada pH 0,1–6 dan Cu pada pH 0,1–8.²²

Di bawah ini merupakan hasil uji selektifitas penetapan persen temu balik kadar Cr(VI) dengan pengaruh adanya campuran logam Cd(II), Pb(II) dan Cu(II):

Tabel 4.10 Persen temu balik Cr(VI) dengan pengaruh adanya campuran logam Cd(II), Pb(II) dan Cu(II).

Kadar Cr(VI) (ppm)	% Temu balik
Blanko	
0,2	27,69
1	21,37
2	20,86

Nilai bias pada uji ini tidak dapat ditentukan karena persen temu balik yang diperoleh sangat kecil atau tidak memenuhi syarat dengan persen temu balik yang ditetapkan sesuai SNI 19-17025-2000, yaitu 90–110% untuk konsentrasi rendah. Persen temu balik pada uji selektifitas ini tidak mengalami perbedaan dengan persen temu balik pada uji akurasi. Pada uji akurasi untuk masing-masing kadar Cr(VI) 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm diperoleh % temu balik masing-masing sebesar 19,71; 18,23; 18,02%, sedangkan pada uji selektifitas terhadap pengaruh logam lain untuk masing-masing kadar Cr(VI) 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm diperoleh % temu balik masing-masing sebesar 27,69; 21,37; 20,86%. Jadi kemungkinan secara stoikiometri jumlah ligan APDC tersebut cukup untuk dapat membentuk kompleks dengan Cr(VI) dan juga logam Cd(II), Cu(II), Pb(II) yang ditambahkan dalam larutan contoh uji.

4.8 Uji Presisi

Pengujian ini dilakukan dengan membandingkan data yang diperoleh dari hasil pengukuran dalam waktu yang berbeda dengan pengulangan sebanyak enam kali. Hasil validasi presisi dapat dilihat pada Tabel 4.11 di bawah ini:

Tabel 4.11 Hasil analisis presisi

No	% Temu balik	
	Fase organik langsung diukur	back extraction dengan HNO ₃ 4N
1	42,43	11,62
2	20,14	12,08
3	19,17	12,06
4	20,00	14,46
5	35,15	13,33
6	41,33	14,50
Rata-rata	29,7033	13,0083
SD	11,1658	1,2747
RSD	37,59	9,79

Dari hasil pengolahan data validasi presisi di atas, dapat dilihat bahwa nilai RSD yang diperoleh sebesar 37,59% dan SD sebesar 11,1658 pada perlakuan fase organik langsung diukur, sedangkan pada perlakuan *back-extraction* dengan HNO₃ 4N diperoleh nilai RSD sebesar 9,79% dan SD sebesar 1,2747. Nilai RSD tersebut tidak memenuhi syarat untuk uji presisi yaitu $\leq 15\%$ dan nilai SD $\leq 2\%$. Dapat disimpulkan bahwa pengulangan metode pada waktu yang berbeda menghasilkan ketelitian yang berbeda, sehingga penentuan kadar Cr(VI) dengan menggunakan metode ini kurang diakui keandalannya.

Metode ekstraksi ini membutuhkan ketelitian tinggi dalam pengerjaannya karena banyak kemungkinan kesalahan yang disebabkan pada saat preparasi contoh uji. Sebagai contoh kesalahan yang disebabkan oleh kurang tepatnya pH larutan contoh uji pada saat pengaturan pH dengan pH meter karena reaksi Cr(VI) dengan ligan APDC sangat bergantung pada pH, sehingga pengaturan pH larutan contoh uji harus dilakukan dengan tepat sesuai kondisi pH optimum reaksi Cr(VI) dengan APDC. Kemungkinan kesalahan yang lainnya yaitu kesalahan perbedaan kekuatan pengocokan pada saat proses ekstraksi dan kesalahan pada saat pemisahan fase antara batas fase organik dari batas fase air yang tidak sama pada tiap perlakuan contoh uji. Kesalahan tersebut disebabkan karena proses ekstraksi dilakukan secara manual, sehingga sulit sekali untuk membuat kekuatan pengocokan dan pemisahan fasenya secara tetap atau konstan pada tiap perlakuan contoh uji. Jadi preparasi contoh uji harus dilakukan secara tepat dan seksama

sehingga kemungkinan kesalahan dapat diperkecil. Proses ekstraksi juga sebaiknya menggunakan *extractor* supaya kekuatan pengocokan dapat diatur dan konstan sehingga kondisi ekstraksi setiap perlakuan akan sama.

4.9 Uji Persen Temu Balik dengan Empat Tahap Ekstraksi

Untuk mengetahui penyebab persen temu balik yang diperoleh kecil, di dalam percobaan dilakukan uji empat tahap ekstraksi dengan 25 mL MIBK sehingga jumlah volume MIBK yang digunakan dalam ekstraksi sama dengan volume contoh uji Cr(VI) yaitu 100 mL. Uji empat tahap ekstraksi ini dilakukan untuk melihat persen temu balik dengan empat tahap ekstraksi karena kecilnya nilai persen temu balik yang diperoleh, kemungkinan disebabkan oleh adanya kompleks Cr-PDC yang belum terekstrak dalam MIBK. Kadar contoh uji Cr(VI) yang digunakan dalam uji ini yaitu 0,2 ppm dan 2 ppm, hasil analisis dapat dilihat pada tabel 4.12:

Tabel 4.12 Persen temu balik 4 tahap ekstraksi

Kadar Cr(VI) (ppm)	% Cr(VI) yang diperoleh		
	Fase organik	fase air	Cr(VI) yang hilang
0,2	47,29	0	52,71
2	28,72	7,96	63,32

Dari data pada Tabel 4.12, dapat disimpulkan bahwa secara stoikiometri APDC 4% cukup untuk membentuk kompleks dengan contoh uji Cr(VI) 0,2 ppm dan 2 ppm karena pada perlakuan uji coba empat tahap ekstraksi, persen Cr(VI) yang ada dalam fase air untuk contoh uji 0,2 ppm sebesar 0 % sedangkan untuk kadar 2 ppm sebesar 7,96%. Permasalahan yang ada dalam analisis ini yaitu % Cr(VI) yang hilang sangat besar, untuk kadar 0,2 ppm % Cr(VI) yang hilang sebesar 52,71% dan untuk kadar Cr(VI) 2 ppm % Cr(VI) yang hilang 63,32%.

4.10 Uji Pembuktian Kurangnya Kelarutan Kompleks Cr-PDC dalam MIBK

Dari pengamatan selama analisis, setelah fase air dipisahkan dari fase organik dalam proses ekstraksi, di atas larutan fase air terdapat padatan putih yang mengapung tidak larut dalam air. Padatan putih tersebut semakin banyak jumlahnya dengan meningkatnya kadar Cr(VI) yang diuji, sedangkan pada fase air blanko contoh uji tidak terdapat padatan putih tersebut. Jadi % Cr(VI) yang hilang cukup besar dalam proses ekstraksi, mungkin disebabkan oleh adanya sebagian padatan produk dari kompleks Cr-PDC tidak larut dalam MIBK atau kurangnya kelarutan kompleks Cr-PDC dalam MIBK.

Untuk membuktikan kurangnya kelarutan kompleks Cr-PDC dalam MIBK, dilakukan pemecahan kompleks Cr-PDC yang terdapat dalam fase air dengan cara destruksi menggunakan HNO₃ pekat dan HClO₄ pekat (1:1) sampai kompleks Cr-PDC terdekomposisi dan larut dalam fase air. Analisis pembuktian ini dilakukan dengan cara menguapkan fase air hasil ekstraksi contoh uji Cr(VI) 1 ppm dan 2 ppm sampai kering dalam cawan penguap, kemudian didestruksi dengan HNO₃ pekat dan HClO₄ pekat (1:1) sebanyak 6 mL. Hasil destruksi tersebut dilarutkan dalam 100 mL aquades dan dianalisis dengan SSA. Hasil analisis ini dapat dilihat pada Tabel 4.13:

Tabel 4.13 Hasil uji destruksi fase air

Kadar (ppm)	% Cr(VI) yang ada dalam:			
	Fase organik	Fase air	Cr(VI) yang hilang	% Cr(VI) yang ada pada fase air setelah didestruksi
1	41,24	20,80	37,96	43,22
2	38,31	19,34	42,35	45,98

Dari data pada Tabel 4.13, % Cr(VI) yang ada dalam fase air setelah didestruksi lebih besar dari % Cr(VI) dalam fase air sebelum didestruksi, sehingga dapat disimpulkan % temu balik dalam fase organik yang diperoleh rendah dan banyak Cr(VI) yang hilang dalam analisis, disebabkan oleh sebagian produk dari kompleks Cr-PDC yang berupa padatan putih ada yang tidak larut dalam MIBK. MIBK tidak cukup optimal untuk dapat melarutkan produk kompleks Cr-PDC

yang bersifat sangat nonpolar. Kelarutan MIBK di dalam air juga relatif tinggi sehingga dalam proses ekstraksi pemisahan fasenya lambat.²⁰ Kelarutan MIBK di dalam air sebesar 2,15 mL/100 mL air pada suhu 25 °C dan berubah seiring dengan perubahan temperatur.²³



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

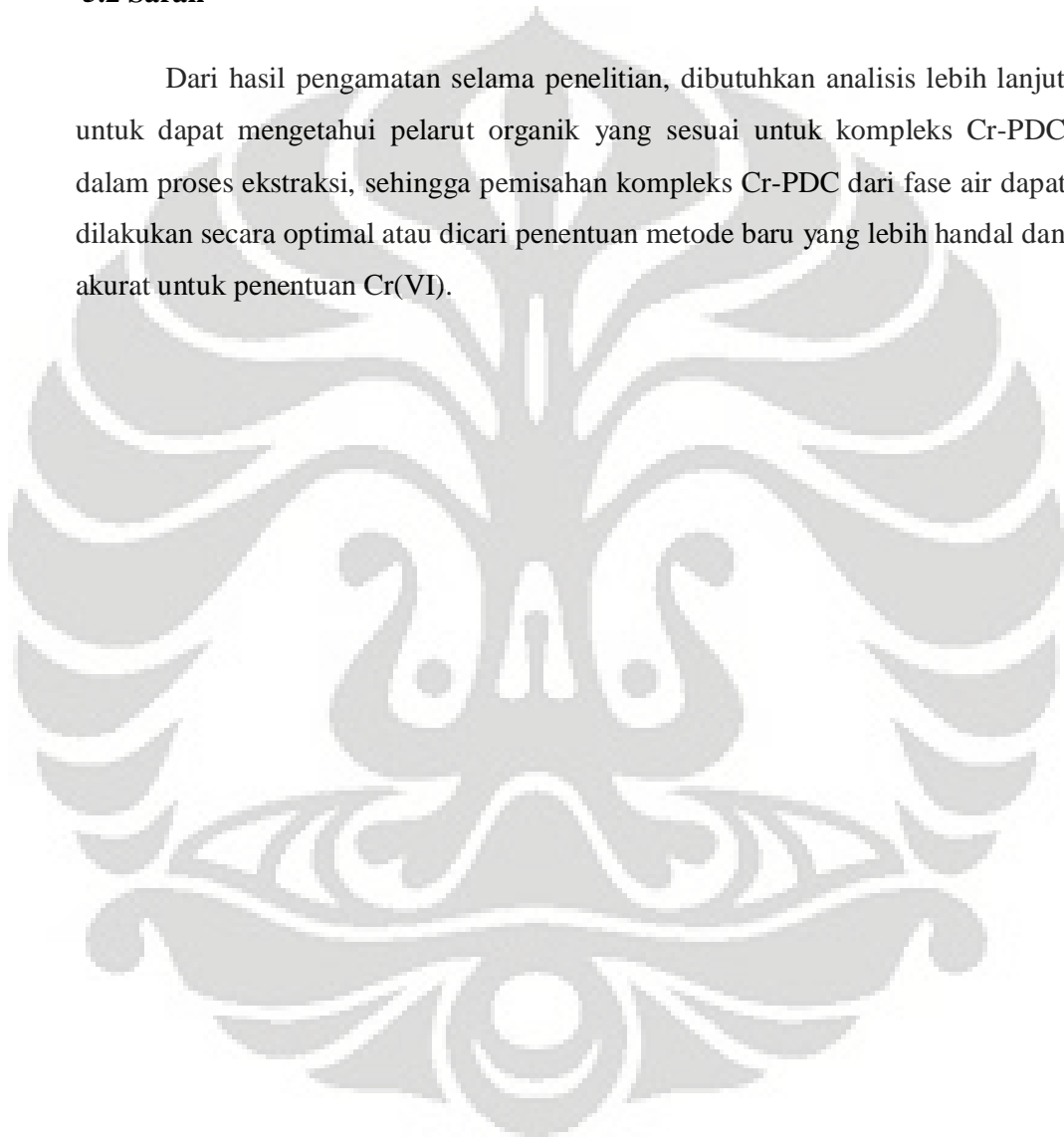
Kesimpulan yang dapat ditarik dari pengujian validasi metode penetapan kadar krom heksavalen (Cr(VI)) secara ekstraksi dan penentuannya dengan spektrofotometri serapan atom adalah sebagai berikut:

- Uji akurasi diperoleh % temu balik yang sangat rendah, untuk masing-masing kadar contoh uji Cr(VI) 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm diperoleh % temu balik masing-masing sebesar 19,71; 18,23; 18,02%. Nilai % temu balik tersebut tidak sesuai dengan ketentuan SNI 19-17025-2000 yaitu 90-110% untuk konsentrasi rendah, sehingga metode ini tidak dapat dikatakan handal dan akurat.
- Uji linieritas pada metode penentuan Cr(VI) dengan cara ekstraksi, diperoleh nilai R^2 sebesar 0,9908. Nilai R^2 tersebut kurang dari batas normal yang ditentukan oleh SNI yaitu $R^2 \geq 0,995$, sehingga metode analisis ini tidak menunjukkan respon secara linier dengan jumlah atau konsentrasi analit dalam contoh uji.
- Persen temu balik pada uji selektifitas pengaruh adanya Cr(III) mengalami peningkatan sebesar $\pm 15\%$ dari persen temu balik uji akurasi untuk semua kadar contoh uji. Pada uji akurasi untuk masing-masing kadar contoh uji Cr(VI) 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm diperoleh % temu balik masing-masing sebesar 19,71; 18,23; 18,02%, sedangkan pada uji selektifitas terhadap pengaruh Cr(III) untuk masing-masing kadar Cr(VI) 0,2 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm diperoleh % temu balik masing-masing sebesar 35,44; 33,44; 32,64%. Jadi kemungkinan ligan APDC dapat membentuk kompleks dengan Cr(III) disamping dengan Cr(VI) karena persen temu balik meningkat dengan adanya Cr(III).

- Metode penentuan Cr(VI) dengan cara ekstraksi tidak memenuhi semua kriteria yang diinginkan dalam validasi metode sehingga metode ini tidak dapat dinyatakan valid dan tidak dapat digunakan sebagai prosedur tetap.

5.2 Saran

Dari hasil pengamatan selama penelitian, dibutuhkan analisis lebih lanjut untuk dapat mengetahui pelarut organik yang sesuai untuk kompleks Cr-PDC dalam proses ekstraksi, sehingga pemisahan kompleks Cr-PDC dari fase air dapat dilakukan secara optimal atau dicari penentuan metode baru yang lebih handal dan akurat untuk penentuan Cr(VI).



LAMPIRAN

Lampiran 1. Kriteria penerimaan hasil validasi metode penetapan kadar Cr(VI) secara ekstraksi.

Akurasi

Persen temu balik contoh uji 90-110% untuk konsentrasi rendah

Linieritas

$R \geq 0,995$

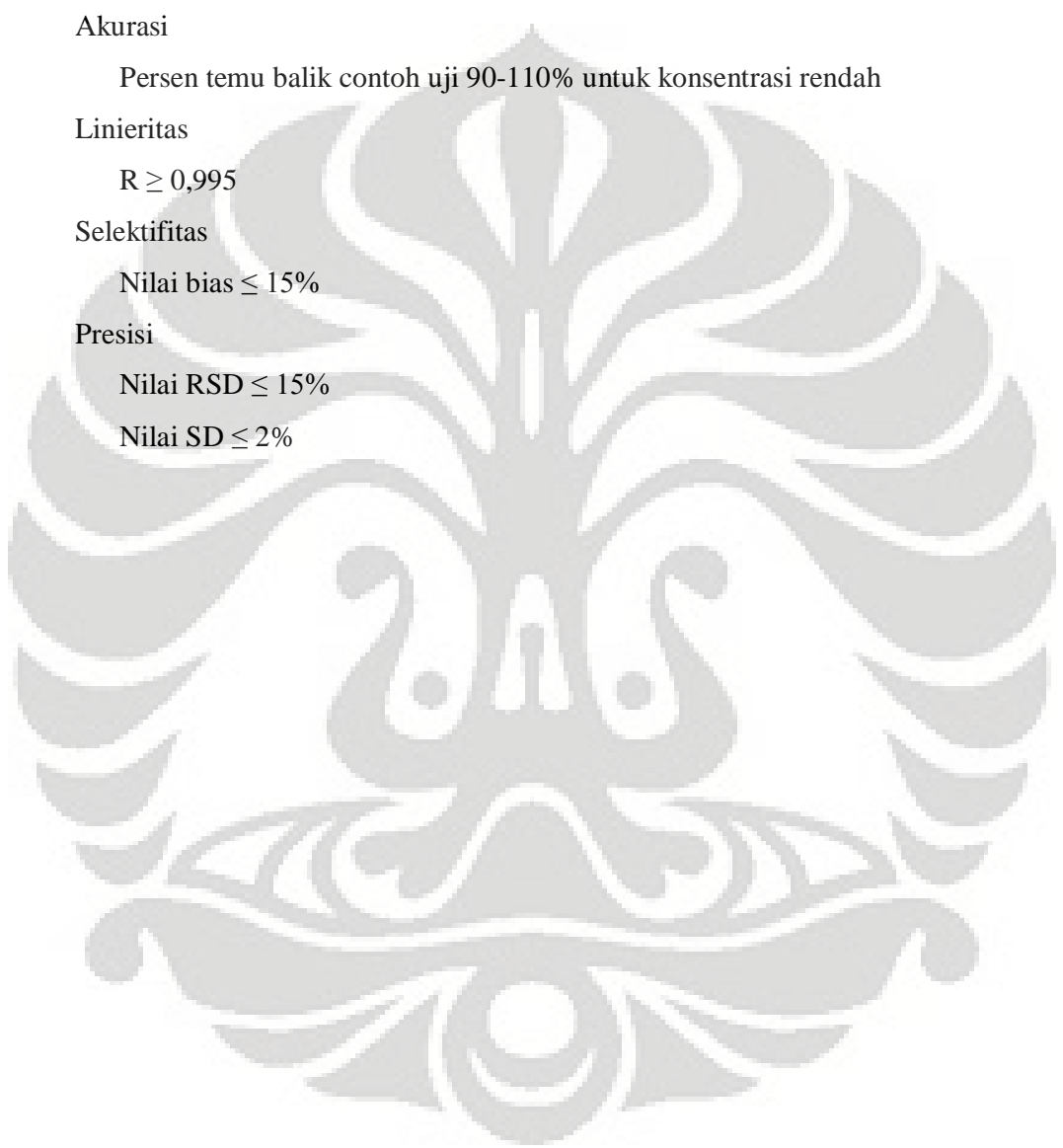
Selektifitas

Nilai bias $\leq 15\%$

Presisi

Nilai RSD $\leq 15\%$

Nilai SD $\leq 2\%$



Lampiran 2. Nilai absorbansi pengukuran larutan standar (0,0001–8 ppm)

Pengukuran 1	Pengukuran 2	Pengukuran 3	Absorbansi rata-rata 3 kali pengukuran
-0,002	-0,003	-0,003	-0,0026
-0,005	-0,005	-0,005	-0,0050
-0,006	-0,006	-0,006	-0,0060
-0,005	-0,005	-0,005	-0,0050
-0,005	-0,005	-0,005	-0,0050
0,005	-0,005	-0,005	-0,0050
-0,004	-0,004	-0,004	-0,0040
0,000	0,000	0,000	0,0000
0,000	0,001	0,001	0,0006
0,006	0,006	0,005	0,0056
0,018	0,018	0,018	0,0180
0,037	0,038	0,038	0,0376
0,078	0,077	0,075	0,0766
0,110	0,110	0,110	0,1100
0,147	0,146	0,142	0,1450
0,170	0,169	0,165	0,1680
0,200	0,208	0,210	0,2060
0,242	0,238	0,234	0,2530
0,260	0,264	0,259	0,2610

Lampiran 3. Hasil pengamatan dan perhitungan data validasi penetapan LoD dan LoQ Instrumen PERKIN ELMER 3110

Pengulangan pengukuran	Absorbansi tiap pengukuran	Konsentrasi pengukuran Cr(VI) (ppm)	SD	LoD (ppm)	LoQ (ppm)
1	0,006	0,21	0,01702	LoD=3SD LoD=3x0,01702 LoD=0,05	LoQ=10SD LoQ=10x0,01702 LoQ=0,17
2	0,006	0,21			
3	0,005	0,18			
4	0,005	0,18			
5	0,005	0,18			
6	0,005	0,18			
7	0,005	0,18			
8	0,004	0,16			
9	0,005	0,18			
10	0,006	0,21			
Rata-rata		0,187			

➤ Contoh perhitungan konsentrasi pengukuran:

Nilai Abs tiap pengukuran (y) disubstitusikan ke dalam persamaan regresi linier standar Cr(VI) 0,1–2 ppm ($y = 0,0397x - 0,0025$)

y pada pengukuran pertama = 0,006

$$0,006 = 0,0397x - 0,0025$$

$$x = 0,21$$

Lampiran 4. Hasil pengamatan dan perhitungan data validasi penetapan variasi jumlah MIBK.

Standar:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
2	0,0728

Fase organik langsung diukur:

Volume MIBK (mL)	Abs blanko	Abs contoh uji	Abs contoh uji-Abs blanko	% Temu balik
5	0,0091	0,0899	0,0808	5,54
10	0,0071	0,0510	0,0439	6,03
15	0,0069	0,0423	0,0354	7,29
20	0,0074	0,0322	0,0248	6,81
25	0,0074	0,0301	0,0227	7,79

❖ Contoh perhitungan % temu balik fase organik langsung diukur:

$$\begin{aligned} \text{mg/L kadar yang diperoleh} &= ((\text{Abs contoh uji-blanko contoh uji})/(\text{Abs standar-blanko standar})) \times \text{kadar standar} \\ &= (0,0899-0,0091)/(0,0738-0,000) \times 2 \text{ mg/L} \\ &= 2,2197 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{mg kadar yang diperoleh} &= \text{mg/L kadar yang diperoleh} \times \text{Volume MIBK (mL)} \\ &= 2,2197 \text{ mg/L} \times 5 \cdot 10^{-3} \text{ L} \\ &= 11,0985 \times 10^{-3} \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{mg kadar sebenarnya} &= \text{mg/L standar} \times \text{Volume contoh uji (100 mL)} \\ &= 2 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,2 \text{ mg} \end{aligned}$$

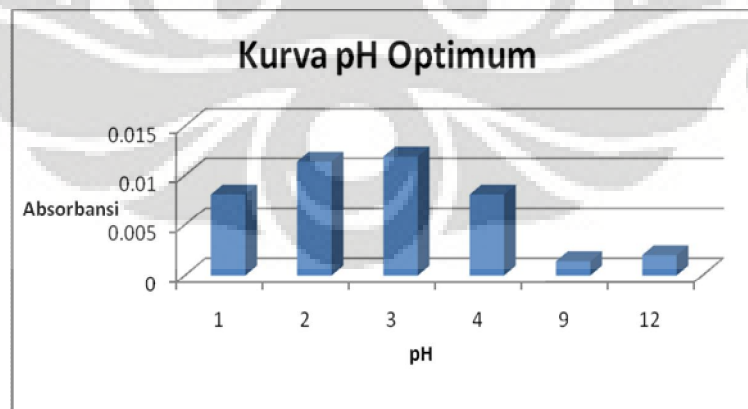
$$\begin{aligned} \% \text{ Temu balik} &= (\text{mg kadar yang diperoleh} / \text{mg kadar sebenarnya}) \times 100 \\ &= 11,0985 \times 10^{-3} \text{ mg} / 0,2 \text{ mg} \times 100 \\ &= 5,54 \end{aligned}$$

Lampiran 5. Hasil pengamatan dan perhitungan data validasi penetapan pH optimum.

Contoh uji Cr(VI) 0,2 ppm, fase organik langsung diukur:

pH larutan	Abs blanko	Abs contoh uji	Abs contoh uji-Abs blanko
1	0,0080	0,0161	0,0081
2	0,0047	0,0161	0,0114
3	0,0042	0,0161	0,0119
4	0,0061	0,0142	0,0081
9	0,0057	0,0071	0,0014
12	0,0065	0,0085	0,0020

pH	Absorbansi
1	0,0081
2	0,0114
3	0,0119
4	0,0081
9	0,0014
12	0,0020



Lampiran 6. Hasil pengamatan dan perhitungan data validasi penetapan uji akurasi dengan ligan APDC 4%.

Standar :

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,2	0,0071
1	0,0335
2	0,0662

Contoh uji fase organik langsung diukur:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0079	0,0079	0,0079	
0,2	0,0207	0,0231	0,0219	19,71
1	0,0694	0,0686	0,0690	18,23
2	0,1260	0,1284	0,1272	18,02

Contoh uji beck extraction dengan HNO₃ 4N:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0000	0,0000	0,0000	
0,2	0,0279	0,0231	0,0255	17,95
1	0,1164	0,1077	0,1120	16,71
2	0,2274	0,2473	0,2373	17,92

❖ Contoh perhitungan % temu balik fase organik langsung diukur:

mg/L kadar yang diperoleh = ((Abs contoh uji-blanko contoh uji)/(Abs standar-blanko standar))xkadar standar

$$= (0,0219-0,0079) / (0,0071-0,000) \times 0,2 \text{ mg/L}$$
$$= 0,3943 \text{ mg/L}$$

mg kadar yang diperoleh = mg/L kadar yang diperoleh x HNO₃ 4N (5 mL)

$$= 0,3943 \text{ mg/L} \times 10^{-2} \text{ L}$$
$$= 3,9430 \times 10^{-3} \text{ mg}$$

mg kadar sebenarnya = mg/L standar x Volume contoh uji (100 mL)

$$= 0,2 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$
$$= 0,02 \text{ mg}$$

% Temu balik = (mg kadar yang diperoleh/mg kadar sebenarnya) x 100

$$= 3,9430 \times 10^{-3} \text{ mg} / 0,02 \text{ mg} \times 100$$
$$= 19,71$$

❖ Contoh perhitungan % temu balik back extraction dengan HNO₃ 4N:

mg/L kadar yang diperoleh = ((Abs contoh uji-blanko contoh uji)/(Abs standar-blanko standar))xkadar standar

$$= (0,0255-0,0000) / (0,0071-0,000) \times 0,2 \text{ mg/L}$$
$$= 0,7183 \text{ mg/L}$$

mg kadar yang diperoleh = mg/L kadar yang diperoleh x HNO₃ 4N (5 mL)

$$= 0,7183 \text{ mg/L} \times 5 \cdot 10^{-3} \text{ L}$$
$$= 3,5915 \times 10^{-3} \text{ mg}$$

mg kadar sebenarnya = mg/L standar x Volume contoh uji (100 mL)

$$= 0,2 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$
$$= 0,02 \text{ mg}$$

% Temu balik = (mg kadar yang diperoleh/mg kadar sebenarnya) x 100

$$= 3,5915 \times 10^{-3} \text{ mg} / 0,02 \text{ mg} \times 100$$
$$= 17,95$$

Lampiran 7. Hasil pengamatan dan perhitungan data validasi penetapan uji selektifitas pengaruh adanya Cr(III).

Contoh uji fase organik langsung diukur:

Standar :

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,2	0,0090
1	0,0412
2	0,0750

Contoh uji fase organik:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0090	0,0096	0,0093	
0,2	0,0412	0,0412	0,0412	35,44
1	0,1365	0,1577	0,1471	33,44
2	0,2439	0,2643	0,2541	32,64

Lampiran 8. Hasil pengamatan dan perhitungan data validasi penetapan uji selektifitas pengaruh adanya logam lain (Cd(II), Pb(II), Cu(II)).

Standar :

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,2	0,0065
1	0,0415
2	0,0774

Contoh uji fase organik :

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0107	0,0113	0,0110	
0,2	0,0283	0,0297	0,0290	27,69
1	0,0987	0,1007	0,0997	21,37
2	0,1673	0,1777	0,1725	20,86

Lampiran 9. Hasil pengamatan dan perhitungan data validasi penetapan uji presisi.

➤ **Perlakuan hari pertama:**

Standar :

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,2	0,0074

Contoh uji fase organik :

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0074	0,0103	0,0088	
0,2	0,0415	0,0390	0,0402	42,43

Contoh uji beck extraction dengan HNO₃ 4N:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0000	0,0000	0,0000	
0,2	0,0163	0,0182	0,0172	11,62

➤ **Perlakuan hari kedua:**

Standar :

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,2	0,0067

Contoh uji fase organik :

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0045	0,0045	0,0045	
0,2	0,0180	0,0180	0,0180	20,14

Contoh uji beck extraction dengan HNO₃ 4N:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0000	0,0000	0,0000	
0,2	0,0162	0,0162	0,0162	12,08

➤ **Perlakuan hari ketiga:**

Standar :

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,2	0,0097

Contoh uji fase organik:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0016	0,0016	0,0016	
0,2	0,0210	0,0194	0,0202	19,17

Contoh uji beck extraction dengan HNO₃ 4N:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0000	0,0000	0,0000	
0,2	0,0226	0,0242	0,0234	12,06

➤ **Perlakuan hari keempat:**

Standar:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,2	0,0075

Contoh uji fase organik:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0060	0,0045	0,0052	
0,2	0,0195	0,0210	0,0202	20,00

Contoh uji beck extraction dengan HNO₃ 4N:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0014	0,0014	0,0014	
0,2	0,0238	0,0224	0,0231	14,46

➤ **Perlakuan hari kelima:**

Standar:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,2	0,0066

Contoh uji fase organik:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0033	0,0033	0,0033	
0,2	0,0259	0,0271	0,0265	35,15

Contoh uji beck extraction dengan HNO₃ 4N:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0000	0,0000	0,0000	
0,2	0,0154	0,0199	0,0176	13,33

➤ **Perlakuan hari keenam:**

Standar:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,2	0,0060

Contoh uji fase organik:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0015	0,0004	0,0009	
0,2	0,0255	0,0259	0,0257	41,33

Contoh uji beck extraction dengan HNO₃ 4N:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0000	0,0000	0,0000	
0,2	0,0180	0,0169	0,0174	14,50

Data keseluruhan hasil analisis presisi:

No	% Temu balik	
	Fase organik langsung diukur	back extraction dengan HNO ₃ 4N
1	42,43	11,62
2	20,14	12,08
3	19,17	12,06
4	20,00	14,46
5	35,15	13,33
6	41,33	14,50
Rata-rata	29,7033	13,0083
SD	11,1658	1,2747
RSD	37,59	9,79

Lampiran 10. Hasil pengamatan dan perhitungan data validasi penetapan uji akurasi dengan empat tahap ekstraksi.

Standar:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,2	0,0074

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
2	0,0665

Contoh uji fase organik:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi	% Temu balik
Blanko	0,0103	
0,2	0,0138	47,29

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi	% Temu balik
Blanko	0,0074	
2	0,0265	28,72

Fase air:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi	% Temu balik	% Cr(VI) yang hilang
Blanko	0,0014		
0,2	0,0014	0	52,71

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi	% Temu balik	% Cr(VI) yang hilang
Blanko	0,0010		
2	0,0063	7,96	63,32

Lampiran 11. Hasil pengamatan dan perhitungan uji akurasi dengan ligan APDC 4%, fase air didestruksi dengan HNO₃ pekat dan HClO₄ pekat.

Standar % temu balik fase organik:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
1	0,0500
2	0,1101

Data % temu balik fase organik langsung diukur:

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik Cr(VI)
Blanko	0	0		
1	0,2709	0,1416	0,2062	41,24
2	0,5791	0,2648	0,4219	38,31

% Cr(VI) dalam fase air

Kadar Cr(VI) (ppm)	Absorbansi simpo	Absorbansi duplo	Absorbansi rata-rata	% Temu balik
Blanko	0,0056	0,0073	0,0064	
1	0,0158	0,0178	0,0168	20,80
2	0,0276	0,0278	0,0277	19,34

% Cr(VI) yang hilang

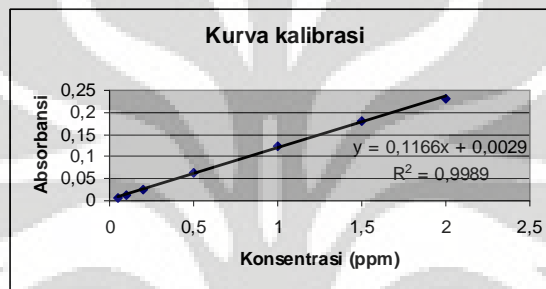
Kadar Cr(VI) (ppm)	% Cr(VI) yang hilang
1	37,96
2	42,35

Contoh perhitungan % Cr(VI) yang hilang:

$$\begin{aligned}
 \% \text{ Cr(VI) yang hilang} &= 100 - (\% \text{ temu balik fase organik} + \% \text{ Temu Balik Fase air}) \\
 &= 100 - (41,24 + 20,80) \\
 &= 37,96
 \end{aligned}$$

Standar % temu balik fase air setelah didestruksi:

Kadar (ppm)	Absorbansi
Blanko	0,0000
0,05	0,0070
0,1	0,0124
0,2	0,0257
0,5	0,0634
1	0,1227
1,5	0,1811
2	0,2317



Data hasil destruksi fase air:

Kadar (ppm)	Absorbansi simplo	Absorbansi duplo	Rata-rata Absorbansi	Kadar (ppm)	% Cr(VI) setelah destruksi
1	0,0422	0,0644	0,0533	0,4322	43,22
2	0,0863	0,134	0,1101	0,9193	45,98

- ❖ Cara perhitungan kadar Cr(VI) setelah destruksi dengan mengalurkan nilai Abs.rata-rata kedalam persamaan $y=0,1166x+0,0029$

$$0,0533=0,1166x+0,0029$$

$$x=0,4322$$

Data keseluruhan uji akurasi dengan ligan APDC 4%, fase air didestruksi dengan HNO₃ pkt dan HClO₄ pkt:

Kadar (ppm)	% Cr(VI) yang ada dalam:			
	Fase organik	Fase air	Cr(VI) yang hilang	% Cr(VI) yang ada pada fase air setelah didestruksi
1	41,24	20,80	37,96	43,22
2	38,31	19,34	42,35	45,98