

PENENTUAN KADAR KROMIUM DALAM LIMBAH INDUSTRI MELALUI PEMEKATAN DENGAN METODE KOPRESIPITASI MENGGUNAKAN Cu-PIROLIDIN DITHIOKARBAMAT

skripsi

disajikan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains

Program Studi Kimia

oleh

Devi Tataning Pratiwi

4350408031

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMUPENGETAHUANALAM
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

2013

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi dengan judul "Penentuan Kadar Kromium Dalam Limbah Industri Melalui Pemekatan Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Cu-Pirolidin Dithiokarbamat" telah disetujui oleh dosen pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

Semarang, 26 Februari 2013

Pembimbing I Pembimbing II

PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul:

Penentuan Kadar Kromium Dalam Limbah Industri Melalui Pemekatan Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Cu-Pirolidin Dithiokarbamat disusun oleh:

Nama : Devi Tataning Pratiwi

NIM : 4350408031

Telah dipertahankan dihadapan sidang panitia Ujian Skripsi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam pada tanggal 6 Maret 2013.

Panitia:

Ketua Sekretaris

<u>Prof. Dr. Wiyanto, M.Si</u>
NIP. 196310121988031001

<u>Dra. Woro Sumarni, M.Si</u>
NIP.196507231993032001

Ketua Penguji

<u>Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si</u> NIP. 196511111990031003

Anggota Penguji/ Anggota Penguji/

Pembimbing Utama Pembimbing Pendamping

<u>Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si</u>

NIP. 196904041994021001

Dra. Woro Sumarni, M.Si

NIP. 196507231993032001

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa yang tertulis dalam Skripsi ini benar-benar hasil karya sendiri, bukan jiplakan dari karya orang lain, baik sebagian maupun seluruhnya. Pendapat atau temuan orang lain yang terdapat dalam Skripsi ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah.

Semarang, 6 Maret 2013

Penulis

Devi Tataning Pratiwi NIM 4350408031

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

Motto:

Píntu kebahagíaan terbesar adalah do'a kedua orang tua. Berusahalah mendapatkan do'a itu dengan berbakti kepada mereka berdua agar do'a mereka menjadi benteng yang kuat yang menjagamu dari semua hal yang tidak disukai.

Ya Allah ya Tuhanku...

Pasrahkanlah aku dengan takdirMu

Sesungguhnya apa yang telah engkau takdirkan adalah yang terbaik untukku karena engkau Maha mengetahui segala yang terbaik untuk hambamu

Persembahan:

- Teruntuk Bapak, Ibu, dan seluruh keluargaku tercinta, terimakasih atas segala doa dan kasih sayangnya yang telah dan akan mengiringiku sampai saat ini dan seterusnya
- Sahabat-sahabatku tercinta, Linda, Ardi, dan Michael terimakasih untuk persaudaraan dan kebersamaan kita selama ini. You are my little family.
- **T** Teman-teman Kimia ku angkatan 2008.

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim

Alhamdulillahirrobil'alamin, segala puji bagi Allah SWT atas segala Kebesaran dan Kemurahan-Nya. Untaian syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah memberikna taufiq, hidayah, dan inayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Skripsi ini diajukan dalam rangka menyelesaikan Strata 1 (S1) pada Prodi Kimia FMIPA UNNES. Dalam penulisan skripsi ini penulis mengambil judul "Penentuan Kadar Kromium Dalam Limbah Industri Melalui Pemekatan Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Cu-Pirolidin Dithiokarbamat".

Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari kesulitan dan juga hambatan, namun berkat bimbingan dan motivasi dari berbagai pihak skripsi ini dapat diselesaikan dengan baik. Oleh karena itu, saya mengucapkan terimakasih dan penghargaan setinggi-tingginya kepada:

- 1. Rektor Universitas Negeri Semarang.
- Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
- Ketua Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
- 4. Agung Tri Prasetya, S.Si, M. Si., Dosen Pembimbing I atas bantuan, saran, dan bimbingannya kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
- 5. Dra. Woro Sumarni, M. Si, Dosen Pembimbing II atas bantuan, saran, dan bimbingannya kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
- 6. Drs. Eko Budi Susatyo. M.Si sebagai penguji utama yang telah memberikan motivasi, bimbingan dan pengarahanya dalam penyusunan Skripsi ini.
- 7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA UNNES yang memberikan bekal ilmu kepada penulis selama menjalani studi.
- 8. Segenap karyawan dan staf laboratorium Kimia UNNES yang telah memberikan pengalaman dan membantu dalam penelitian Skripsi ini.

9. Ayah dan Ibu atas kasih sayang, doa dan segalanya yang telah beliau beriakan, adik tercinta yang selalu menjadi sahabat dan memberikan yang terbaik.

10. Teman-teman Kimia angkatan 2008, terima kasih atas semangatnya, persaudaraan, dan kebersamaanya.

11. Semua pihak yang telah membantu, baik secara langsung maupun tidak langsung yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Akhir kata penulis berharap semoga skripsi ini bermanfaat bagi penulis sendiri pada khususnya dan para pembaca pada umumnya.

Semarang, 6 Maret 2013

Penulis

ABSTRAK

Pratiwi, D. T. 2013. Penentuan Kadar Kromium Dalam Limbah Industri Melalui Pemekatan Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Cu-Pirolidin Dithiokarbamat.Skripsi. Jurusan Kimia, Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing I: Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si, Pembimbing II: Dra. Woro Sumarni, M.Si.

Kata Kunci: Kopresipitasi, APDC, Cr(VI)

Salah satu jenis industri yang menggunakan bahan berbahaya dan beracun (B3) pada proses produksi adalah industri penyamakan kulit yang menggunakan kromium (Cr). Peneliti mencoba analisis krom di dalam limbah industri dengan metode kopresipitasi menggunakan Cu(PDC)₂. Variasi yang dilakukan meliputi varisi pH dari 3-8, volume APDC dari 1-6 mL, waktu pengadukan dari 10-25 menit dan dipelajari pengaruh adanya ion logam Cd(II) sebagai interferensi terhadap hasil analisis Cr(VI). Hasil optimasi yang diperoleh yaitu pH larutan optimum dicapai pada pH 4, volume APDC optimal 6 mL, waktu pengadukan optimal 20 menit dan besar % recovery variasi konsentrasi Cr(VI) pada kondisi optimum sebesar 94,2%. Sebagai interferensi, Cd(II) dapat menggangu Cr dengan perbandingan 1:1. Kondisi optimum diaplikasikan dalam limbah industri dan diperoleh kadar krom sebesar 1,5454 ppm.Metode analisis Cr(VI) menggunakan metode kopresipitasi hanya cocok untuk kadar Cd(II) yang lebih rendah dari pada kadar Cr(VI) atau harus dilakukan pemisahan terlebih dahulu.

ABSTRACT

Pratiwi, Devi Tataning. 2013. "Determination of Content chromium(VI) In waste industry with Concentration With Coprecipitation Method Using Cu-pyrolidine Dithiocarbamat".. A thesis, Chemistry Department, Chemistry Stud Program, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. 1st Advisor: Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si, And 2nd Advisor: Dra. Woro Sumarni, M.Si.

Keywords: Coprecipitation, APDC, Cr(VI)

One of the industries that use hazardous and toxic (B3) on the production process is leather tannery industry with chromium (Cr). Researcherstried to analysis chromiumin the waste industry by coprecipitation method using Cu(PDC)₂. Variations ar emade include, variations of pH3-8, 1-6 mL volume of APDC, stirring time of 10-25 minutes and studied the influence of the metalion Cd(II) as the interference analysis results Cr(VI). Optimization results obtained by the solution pH optimum is achieved at pH 4, the volume of 6 mL APDC optimal, optimal stirring time at 20 minutes and the % reccovery variations of consentration Cr(VI) at optimum condition as 94,2%. As interference, Cd(II) can interference Cr (VI) with comparison 1:1. Optimum condition sapplied in industrial waste and chromium level sobtained at 1.5454 ppm. Cr(VI) analysis method using coprecipitatio nmethod is suitable only for Cd(II) level slower than levels Cr(VI) or separation must be done first.

DAFTAR ISI

Halan	
PERSETUJUAN PEMBIMBING	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	X
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB	
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Permasalahan	3
1.3 Tujuan	4
1.4 Manfaat	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Logam Kromium (Cr)	5
2.1.1Sifat-Sifat Kromium	5
2.1.2Keracunan dan Dampak kontaminasi Kromium	7
2.2 Limbah Industri Penyamakan Kulit	8
2.3 Metode Kopresipitasi	9
2.4 Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC)	11
2.5 Interaksi Logam Cr dengan Ligan APDC	11
2.6 Kajian Interferensi	12
2.7 Analisis Unsur Cr yang Pernah Dilakukan	13
2.8 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	14

3. METODE PENELITIAN	16
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian	16
3.2 Sampel	16
3.3 Variabel Penelitian	16
3.3.1 Variabel Bebas	16
3.3.2 Variabel Terikat	16
3.3.3 Variabel Terkendali	17
3.4 Prosedur Penelitian	17
3.4.1 Alat dan Bahan	17
3.4.2 Cara Kerja	18
3.4.2.1 Cara Penyiapan Pereaksi	18
3.4.2.2Optimasi pH Larutan dalam Proses kopresipitasi	18
3.4.2.3Optimasi Volume APDC	19
3.4.2.4Optimasi Waktu Pengadukan	19
3.4.2.5Kajian Interferensi Cd(II)	19
3.4.2.6Penentuan Kadar Krom dalam Limbah Industri	20
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	22
4.1 Optimasi pH larutan dalam Proses kopresipitasi	22
4.2 Optimasi Volume APDC	23
4.3 Optimasi Waktu Pengadukan	25
4.4 Kajian interferensi Cd(II)	26
4.5 Pengaruh variasi konsetrasi Cr(VI) dalam Kondisi optimum	28
4.6Penentuan Kadar Krom dalam limbah Industri dengan Metode Kopresip	oitasi
Menggunakan Cu(PDC) ₂	29
5. PENUTUP	32
5.1 Simpulan	32
5.2 Saran	32
DAFTAR PUSTAKA	34
LAMPIRAN	36
DOKUMENTASI	51

DAFTAR TABEL

	Tabel Ha	laman
1.	Data Pengamatan variasi konsentrasi Cr(VI)	. 29
2.	Data Pengamatan Kadar Krom dalam Limbah Industri dengan Metode	
	Kopresipitasi	. 30

DAFTAR GAMBAR

	Gambar Halar	man
1.	Struktur Ligan APDC	11
2.	Kurva Hasil Optimasi pH Larutan dalam Proses Kopresipitasi	23
3.	Kurva Hasil Optimasi Volume APDC	24
4.	Kurva Hasil Optimasi Waktu Pengadukan	25
5.	Kurva Hasil Kajian Interferensi Cd(II) Terhadap Cr(VI)	27
6.	Kurva Kalibrasi Larutan Standart Cr(VI)	28
7.	Kurva kalibrasi Larutan Standart Cr(VI)	30

DAFTAR LAMPIRAN

	Lampiran	nan
1.	Diagram Kerja Optimasi pH Larutan	36
2.	Diagram Kerja Optimasi Volume APDC	37
3.	Diagram Kerja Optimasi Waktu Pengadukan	38
4.	Diagram Kerja Kajian Interferensi Cd(II)	39
5.	Diagram Kerja variasi konsentrasi Cr(VI) pada Kondisi Optimum	40
6.	Diagram Kerja Penentuan Kadar Krom dalam Limbah Industri	41
7.	Perhitungan Larutan Standart	42
8.	Tabel Pengamatan	44
9.	Perhitunganvariasi konsentrasi Cr(VI) pada kondisi optimum	47
10.	Perhitungan Kadar Cr(VI) dalam Limbah Industri dengan Menggunakan Mete	ode
	Kopresipitasi	49

BABI

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan sektor industri menyebabkan peningkatan berbagai kasus pencemaran terhadap sumber air, tanah, dan udara. Banyak industri yang tidak menyadari bahwa limbah yang mereka hasilkan berbahaya jika tidak dilakukan pengolahan terlebih dahulu terhadap limbah yang akan dibuang ke lingkungan. Limbah yang dikeluarkan industri-industri seperti industri tekstil, penyamakan kulit, dan elektronik biasanya mengandung logam berat yang dihasilkan dari berbagai proses industri.

Keberadaan logam-logam berat dalam kadar berlebih dapat menimbulkan masalah bagi kelangsungan hidup makhluk hidup, baik itu tanaman, hewan, maupun manusia. Hal ini disebabkan oleh sifat logam berat yang tidak dapat terurai dan dapat terakumulasi di dalam organ tubuh.

Kromium merupakan salah satu logam berat yang mencemari lingkungan karena bersifat toksik dalam kadar yang berlebih. Di lingkungan, kromium terdapat dalam tiga bentuk teroksidasi, yaitu Cr(II), Cr(III)dan Cr(VI) (Slamet, 2003). Dalam penyamakan kulit, limbah padat dan cair mengandung Cr(III)dan Cr(VI). Hexavalent chromium (Cr(VI)) lebih bersifat toksik daripada trivalent chromium Cr(III). Di alam logam krom dapat mengalami transformasi bila kondisi lingkungannya sesuai (Triatmojo, S, 2001).

Dalam analisis kimia selalu melibatkan proses pelarutan sampel padatan, penyaringan, pra pemisahan, dan pemekatan kadar. Proses pemekatan kadar suatu larutan kompleks seringkali dilakukan dengan cara kopresipitasi, ekstraksi, kromatografi dan pengendapan. Proses pemekatan kadar dilakukan dengan tujuan untuk meningkatkan ketelitian sehingga hasil yang diperoleh mendekati harga yang sebenarnya. Salah satu proses pemekatan yang digunakan untuk pembentukan kompleks yaitu dengan penambahan ligan. Ligan-ligan yang sering digunakan dalam proses kopresipitasi antara lain seperti dialkilditiokarbamat, pirolidin ditiokarbamat, ditizon dan masih banyak lagi lainnya (Snell and Effrey: 1976). Ligan-ligan tersebut dapat membentuk senyawa kompleks dengan logam transisi seperti Cr(VI), Cd(II), Cu(II), Pb(II), Ni(II), Co(II), dan Fe(III).

Menurut Leyva, D, *et al* (2011) salah satu ligan pengompleks yang dapat bereaksi dengan ion logam adalah APDC. APDC jika direaksikan dengan Cr(VI) akan membentuk kompleks [Cr(PDC)₆], [Cr(PDC)₅]⁺, [Cr(PDC)₄]²⁺, [Cr(PDC)₃]³⁺, [Cr(PDC)₂]⁴⁺ atau [Cr(PDC)]⁵⁺, atau tergantung dari konsentrasi Cu dengan ligannya. Sedangkan jika direaksikan dengan Cu(II) akan membentuk kompleks Cu(PDC)₂.

Metode analisis krom yang pernah dilakukan oleh Sunaryo (1993) yaitu menggunakan proses biofiltrasi menggunakan tanaman eceng gondok, Eddy Sapto Hartanto (2002) menggunakan khitosan, Rini (2004) dengan menggunakan tanaman kayambang. Salah satu metode analisis krom secara kopresipitasi melalui pembentukan kompleks dengan menggunakan APDC. Akan tetapi, ligan tersebut

juga dapat bereaksi dengan Cd(II) sehingga akan menyebabkan interferensi (Sang, Young, et al. 1999).

Beberapa faktor yang mempengaruhi proses kopresipitasi adalah pengaruh variasi pH, variasi waktu pengadukan, dan keberadaan logam-logam transisi seperti Cd(II) dengan konsentrasi tinggi sebagai interferensi. Variasi pH berpengaruh dalam proses kopresipitasi karena variasi pH akan menyebabkan perubahan harga absorbansi senyawa kompleks. Waktu pengadukan juga berpengaruh dalam proses kopresipitasi, semakin lama waktu pengadukan maka hasilnya semakin sempurna (Ristiani, Juwita: 2010). Keberadaan logam Cd(II) sebagai interferensi karena di dalam limbah industri penyamakan kulit selain mengandung krom juga dapat mengandung kadmium.

Berdasarkan uraian diatas maka penulis mengambil judul "Penentuan Kadar Kromium Dalam Limbah Industri Melalui Pemekatan Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Cu- Pirolidin Dithiokarbamat".

1.2Permasalahan

Berdasarkan hal-hal yang diungkapkan diatas, dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

- Bagaimana pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, volume
 APDC, dan waktu pengadukan terhadap hasil analisis krom?
- 2. Pada konsentrasi berapakah logam Cd(II) berpengaruh terhadap hasil pengendapan krom?
- 3. Berapa besar % temu balik variasi konsentrasi Cr(VI) pada kondisi optimum?
- 4. Berapa besar kadar krom dalam limbah industri?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai pada penelitian ini antara lain:

- Mengetahui pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, volume APDC, dan waktu pengadukan terhadap hasil analisis krom.
- 2. Mengetahui pada konsentrasi berapa logam Cd(II) berpengaruh terhadap hasil pengendapan krom.
- 3. Mengetahui besar % temu balik variasi konsentrasi Cr(VI) pada kondisi optimum.
- 4. Mengetahui besar kadar Cr(VI) dalam limbah industri.

1.4Manfaat Penelitian

Manfaat yang ingin dicapai pada penelitian ini adalah:

- Manfaat yang diharapkan dari segi ilmu pendidikan adalah mengetahui pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, volume APDC, dan waktu pengadukan kopresipitasi.
- Memahami pada konsentrasi berapa logam Cd(II) berpengaruh terhadap hasil pengendapan krom.
- Memahami besar % temu balik variasi konsentrasi Cr(VI) pada kondisi optimum.
- 4. Mengurangi adanya limbah logam berat pada bahan-bahan yang ada disekitar kita.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Logam Kromium (Cr)

Salah satu logam yang termasuk dalam golongan transisi adalah kromium. Kata kromium berasal dari bahasa Yunani (= Chroma) yang berarti warna. Dalam struktur kimia, kromium dilambangkan dengan simbol "Cr".

2.1.1 Sifat-sifat Kromium

Kromium adalah logam non ferro yang dalam tabel periodik termasuk grup VIB dan lebih mulia dari besi. Mempunyai sifat-sifat sebagai berikut :

- 1. Berat atom : 52,01 amu
- 2. Nomor atom: 24
- 3. Titik cair : 1920 ⁰C
- 4. Valensi: 2; 3; 6;
- 5. Titik didih: 2260 °C
- 6. Koef. Muai panas: 6,20 in/⁰C
- 7. Daya hantar panas : 38,5 Cal/m jam

Sifat lain yang sangat menonjol adalah mudah teroksidasi dengan udara membentuk lapisan kromium oksida pada permukaan. Lapisan tersebut bersifat kaku, tahan korosi, tidak berubah warna terhadap pengaruh cuaca. Tetapi larut dalam asam klorida, sedikit larut dalam asam sulfat dan tidak larut dalam asam nitrat. Karena sifat-sifat tersebut, maka dalam pemakaiannya banyak digunakan

sebagai bahan paduan untuk meningkatkan ketahanan korosi sebagai bahan pelapis. Proses pelapisan krom dikenal secara luas pada industri-industri logam sebagai pengerjaan akhir (*final finishing*) sejak tahun 1930, karena ketahanan korosi dan tampak rupa lapisannya yang baik.

2.1.1.1 Kromium (VI)

Kromium (VI) oksida (CrO₃) bersifat asam sehingga dapat bereaksi dengan basa membentuk kromat. Jika larutan ion kromat diasamkan akan dihasilkan ion dikromat yang berwarna jingga. Dalam larutan asam, ion kromat atau ion dikromat adalah oksidator kuat.

Sesuai dengan tingkat valensi yang dimilikinya ion-ion kromium yang telah membentuk senyawa mempunyai sifat yang berbeda-beda sesuai dengan tingkat ionisasinya. Senyawa yang terbentuk dari Cr(II) akan bersifat basa, Cr(III) bersifat amfoter, dan senyawa yang terbentuk dari Cr(VI) bersifat asam.

Senyawa kromium umumnya dapat berbentuk padatan (CrO₃, Cr₂O₃), larutan, dan gas (uap dikromat). Kromium dalam larutan biasanya berbentuk trivalen Cr(III) dan ion hexavalent Cr(VI). Dalam larutan yang bersifat basa dengan pH 8 sampai pH 10 terjadi pengendapan, Cr dalam bentuk Cr(OH)₃. Sebenarnya kromium dalam bentuk trivalen tidak begitu berbahaya dibandingkan dengan bentuk hexavalent, akan tetapi apabila bertemu dengan oksidator dan kondisinya memungkinkan untuk Cr(III) tersebut akan berubah menjadi sama bahaya dengan Cr(VI) (Asmadi, 2009).

2.1.2 Keracunan dan Dampak Kontaminasi Kromium

Sebagai logam berat, krom termasuk logam yang mempunyai daya racun tinggi. Daya racun yang dimiliki oleh logam krom ditentukan oleh valensi ionnya. Ion Cr(VI) merupakan bentuk logam krom yang paling dipelajari sifat racunnya, bila dibandingkan dengan ion-ion Cr(II) dan Cr(III). Sifat racun yang dibawa oleh logam ini juga dapat mengakibatkan terjadinya keracunan akut dan keracunan kronis.

Keracunan yang disebabkan oleh senyawa-senyawa ion krom pada manusia ditandai dengan kecenderungan terjadinya pembengkakan pada hati. Tingkat keracunan krom pada manusia diukur melalui kadar atau kandungan krom dalam urine, kristal asam khromat yang sering digunakan sebagai obat untuk kulit. Akan tetapi penggunaan senyawa tersebut seringkali mengakibatkan keracunan yang fatal.

Kegiatan industri disamping bertujuan untuk meningkatkan kesejahteraan ternyata mempunyai dampak samping berupa pencemaran lingkungan perairan dan udara. Limbah cair yang dibuang keperairan umumnya mengotori badan limbah (Tandjung, 1994).

Dalam badan perairan, krom dapat masuk melalui dua cara, yaitu secara alamiah dan non alamiah. Masuknya krom secara alamiah dapat terjadi disebabkan oleh beberapa faktor fisika, seperti erosi atau pengikisan yang terjadi pada batuan mineral. Disamping itu debu-debu dan partikel-partikel krom yang diudara akan dibawa turun oleh air hujan. Masuknya krom yang terjadi secara non alamiah lebih merupakan dampak atau efektivitas yang dilakukan manusia.

Sumber-sumber krom yang berkaitan dengan aktivitas manusia dapat berupa limbah atau buangan industri sampai buangan rumah tangga (Heryando, Palar, 2004).

2.2 Limbah Industri Penyamakan Kulit

Limbah adalah buangan yang kehadirannya pada suatu saat dan tempat tertentu tidak dikehendaki lingkungannya karena tidak mempunyai nilai ekonomi. Limbah yang mengandung bahan polutan yang memiliki sifat racun dan berbahaya dikenal dengan limbah B3 (Bahan Berbahaya dan Beracun), yang dinyatakan sebagai bahan yang dalam jumlah relatif sedikit tetapi berpotensi untuk merusak lingkungan hidup dan sumberdaya alam (Ginting, 2007).

Menurut UPT (1997) secara garis besar limbah industri penyamakan kulit dapat dikelompokkan menjadi limbah padatan dan lumpur, cair dan gas (bau). Limbah cair atau bahan pencemar yang dihasilkan industri penyamakan kulit antara lain krom total (Cr), TSS(*Total Suspended Solid*), Amoniak (NH₃), Chemical Oxigen Demand (COD) dan Biological Oxygen Demand (BOD).

Komponen-komponen yang terdapat pada limbah cair tesebut rata-rata tinggi dan akan terus terakumulasi bila dibuang begitu saja. Menurut Anonim (1996), bahan kimia yang digunakan dalam industri penyamakan kulit yang termasuk bahan berbahaya adalah : bahan korosif, bahan beracun, oksidator, dan cairan mudah terbakar. Apabila bahan tersebut terbawa bersama air buangan, akan menimbulkan pencemaran terhadap lingkungan.

2.3 Metode Kopresipitasi

Menurut Indrajaya (2010), kopresipitasi dibedakan menjadi 2 jenis yaitu yang pertama adalah berkaitan dengan adsorpsi pada permukaan partikel yang terkena larutan, dan yang kedua adalah yang berhubungan dengan oklusi zat asing sewaktu proses pertumbuhan kristal dari partikel-partikel primer.

Mengenai adsorpsi permukaan (adsorpsi adalah suatu proses yang terjadi ketika suatu fluida, cairan maupun gas, terikat kepada suatu padatan atau cairan (adsorben) dan akhirnya membentuk suatu lapisan tipis (adsorbat) pada permukaannya), umumnya akan paling besar pada endapan yang mirip gelatin dan paling sedikit pada endapan dengan sifat makro-kristalin yang menonjol.

Jenis kopresipitasi yang kedua terjadi sewaktu endapan dibangun dari partikel-partikel primernya. Partikel primer ini akan mengalami adsorpsi permukaan sampai tingkat tertentu dan sewaktu partikel-partikel ini saling bergabung, zat pengotor akan hilang sebagian jika terbentuk kristal-kristal tunggal yang besar dan prosesnya berlangsung lambat (Indrajaya, 2010).

Menurut Indrajaya (2010) meminimalkan kopresipitasi:

- Metode penambah dari kedua reagen. Jika diketahui bahwa baik sampel maupun endapan mengandung suatu ion yang mengotori, larutan yang mengandung ion ini dapat ditambah larutan lain. Dengan cara ini, konsentrasi pengotor dijaga serendah mungkin selama tahap-tahap awal pengendapan.
- Pencucian. Pengotor-pengotor yang teradsorpsi dapat dihilangkan dengan mencuci kecuali mereka yang terkepung.

- Pencernaan. Teknik ini bermanfaat sekali bagi endapan kristalin, cukup bermanfaat bagi endapan mirip dadih, tetapi tidak digunakan bagi endapan yang bersifat gelatin.
- 4. Pengendapan kembali. Jika zatnya bisa dilarutkan kembali (seperti garam yang berasal dari asam lemah dan basa kuat), maka setelah disaring, dilarutkan kembali dan diendapkan kembali. Ion pengotor akan berada dalam suatu konsentrasi yang rendah selama pengendapan kedua, dan karenanya jumlah yang lebih kecil akan dikopresipitasi.
- 5. Pemisahan. Pengotor itu bisa dipisahkan atau sifat kimiawinya diubah dengan suatu reaksi tertentu sebelum endapan terbentuk.

Kopresipitasi adalah pengendapan ikutan. Proses di mana suatu zat yang biasanya larut, ikut tersangkut mengendap selama pengendapan zat yang diinginkan (Underwood dan Day, 1989).

Beberapa hal yang perlu diperhatikan agar diperoleh endapan yang baik antara lain:

- 1. Pengendapan dilakukan dalam larutan encer.
- 2. Pereaksi pengendap ditambahkan perlahan-lahan sambil diaduk.
- Pengendapan dilakukan pada daerah pH yang akan membentuk endapan secara kuantitatif (Hermawanti, 2008).

2.4 Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC)

Ligan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dengan nama dagang 1-Pyrrolidine –Dithiocarboxylic Acid Ammonium Salt merupakan kristal putih yang dapat larut dalam air. Mempunyai berat molekul 164,29 g/mol dengan rumus struktur $C_5H_{12}N_2S_2$ (Ariani, F, 2004).

$$S$$
 SNH_4

Gambar 1. Struktur ligan APDC

Ligan ammonium pirolidin dithiokarbamat digunakan sebagai pengompleks dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah antara lain besi, kobalt, nikel, vanadium, tembaga, arsen, timbal, dan krom. Selain itu APDC juga dapat digunakan untuk menentukan bismuth dalam baja dengan EDTA dan KCN sebagai zat penopang (Stary dan Irving, 1964).

2.5 Interaksi Logam Cr dengan Ligan APDC

Logam krom merupakan unsur golongan VI B dimana salah satu sifat unsur ini adalah dapat membentuk kompleks yang berwarna spesifik. Logam krom dikomplekkan dengan APDC. APDC digunakan sebagai pengompleks karena APDC mampu membentuk kompleks dan mengendap pada kisaran pH yang besar dengan sejumlah logam pada konsentrasi rendah.

Dalam Air, APDC akan terdisosiasi dengan melepaskan NH_4^+ . Anion akan berikatan dengan ion Cr(VI) dan kemungkinan dapat membentuk senyawa kompleks $[Cr(PDC)_6]$, $[Cr(PDC)_5]^+$, $[Cr(PDC)_4]^{2+}$, $[Cr(PDC)_3]^{3+}$, $[Cr(PDC)_2]^{4+}$, atau $[Cr(PDC)]^{5+}$.

Dalam penelitian ini juga menggunakan Cu(II) sebagai kopresipitan dan Cd(II) sebagai interferensi. Hubungan antara Cu(II) dan Cd(II) dengan APDC yaitu Cu(II) dengan APDC akan membentuk senyawa kompleks Cu(PDC)₂ yang berupa endapan. Sedangkan Cd(II) dengan APDC akan membentuk senyawa kompleks Cd(II) yang berupa larutan.

2.6 Kajian Interferensi

Uji interferensi / gangguan adanya unsur lain pada analisis krom juga perlu dilakukan. Keberadaan unsus-unsur lain bersama dengan analit didalam sampel dapat menyebabkan absorbansi dari analit yang ditentukan menjadi lebih besar atau lebih kecil daripada absorbansi yang seharusnya (Prasetya, 2001).

Di dalam penelitian ini dilakukan uji interferensi Cd(II) terhadap Cr(VI). Kadmium(II) dipilih karena kadmium(II) sangat mengganggu dalam analisis krom(VI). Cd(II) dan Cr(VI) sama-sama membentuk kompleks dengan APDC. Dengan adanya logam pengganggu ini di takutkan Cr (VI) yang mengendap sedikit, sehingga sulit dalam melakukan analisisnya. Agar hal tersebut tidak terjadi, maka ditambah dengan Cu(II) yang bereaksi dengan APDC. Fungsi dari penambahan Cu(II) yaitu untuk menarik Cr(VI) agar dapat mengendap serta mencegah agar komponen-komponen dalam larutan tidak mengganggu dalam

suatu analisis tanpa melakukan pemisahan secara fisika. Cu(II) dipilih karena Cu(II) merupakan logam yang paling banyak mengendap dengan ligan APDC.

2.7 Analisis Logam Cr yang Pernah Dilakukan

Tanaman air ternyata mempunyai peranan yang besar dalam menurunkan kadarbahan pencemar di lingkungan. Beberapa tumbuhan air yang dapat menyerap logam-logam berat antara lain kayu apu, eceng gondok, kayambang, teratai dan lainnya. Tumbuhan air ini mampu menurunkan kadar logam berat termasuk logam krom (Cr) yang ada pada perairan (Ulfin, 2001).

Seperti yang pernah diteliti oleh Sunaryo (1993) yaitu menggunakan tanaman ecenggondok sebagai filter biologis pada pengolahan limbah cair penyamakan kulit, dimanaterjadi penurunan COD 2,50-41,00%, Cl 14,00-63,50%, S 44,00-87,00%, dan Cr total55,50-77,00%. Eddy Sapto Hartanto (2002) menggunakan khitosan untuk mengurangi 98,80% kekeruhan, 97,90% bentuk padatan, 84,00% COD serta 100,00% kandungankrom dalam air limbah.

Rini (2004) telah meneliti pengaruh konsentrasi, waktu detensi dan pH optimum dalam penyerapan logam krom dalam larutan dengan menggunakan tanaman Kayambang (*Salvinia molesta*) dengan hasil bahwa pada konsentrasi 5 ppm Cr yang terserap sebanyak 96,14 %, waktu detensi optimun pada penyerapan selama 6 hari dan pH optimumnya pada pH 7. Aplikasi pada limbah penyamakan kulit menunjukkan serapan sebesar 93,79 % pada konsentrasi 5 ppm dan 53,99% pada limbah dengan konsentrasi 23,74 ppm.

Dari uraian diatas, maka akan dilakukan penelitian penentuan kadar krom dalam limbah penyamakan kulit melalui pemekatan dengan metode kopresipitasi

menggunakan Cu-Pirolidin Dithiokarbamat. Penelitian ini digunakan untuk membandingkan penentuan kadar krom limbah penyamakan kulit yang telah dilakukan dengan metode-metode yang berbeda.

2.8 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometer Serapan Atom adalah metode analisis yang berdasarkan pada pengukuran radiasi cahaya yang diserap bebas. Analisis menggunakan SSA ini mempunyai keuntungan berupa analisisnya sangat peka, teliti, dan cepat, pengerjaannya relatif sederhana serta tidak perlu dilakukan pemisahan unsur logam dalam pelaksanaannya.

Dalam penentuan kadar krom dalam limbah industri melalui pemekatan dengn metode kopresipitasi menggunakan Cu-Pirolidin Dithiokarbamat yaitu dengan menggunakan alat SSA. Analisis Cr dengan SSA menggunakan $\lambda = 357,9$ nm. Penyerapan kromium dalam nyala gas asitilen dapat terganggu dengan adanya logam besi dan nikel dalam larutan. Penambahan Ammonium klorida 2% (NH₄Cl) untuk sampel dan standart merupakan solusi mengendalikan gangguan yang disebabkan oleh zat besi. Kelebihan fosfat juga akan mengganggu dalam analisis kromium dan dapat diatasi dengan penambahan kalsium.

Menurut Jamaludin (2005) apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada dalam sel.

Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari:

- Hukum Lambert : Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorbsi.
- 2. Hukum Beer: Intensitas sinar yang diteruskan secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan:

$$A = -Log I_t / I_o = \varepsilon bC$$
 Atau $A = a b c$

Dimana : I_0 = Intensitas sumber cahaya,

 I_t = Intensitas sinar yang diteruskan,

 ε = Absortivitas molar,

b = Panjang medium,

c = Konsentrasi atom yang menyerap sinar (ppm),

C = Konsentrasi atom yang menyerap sinar (Molar),

A = Absorbansi,

a = Absortivity.

Dari persamaan di atas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day & Underwood, 1989).

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Analitik dan Fisik Jurusan Kimia FMIPA UNNES untuk penentuan kadar kromium dalam limbah industri. Penelitan ini dilakukan selama 3 bulan.

3.2 Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cair industri penyamakan kulit.

3.3 Variabel Penelitian

3.3.1 Variabel Bebas

Variabel bebas yaitu variabel yang diselidiki pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, variasi volume APDC 2%, dan waktu pengadukan terhadap hasil analisis krom.

3.3.2 Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang menjadi titik pusat penelitian. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah hasil absorbansi Cr(VI) yang terendapkan melalui proses kopresipitasi.

3.3.3 Variabel Terkendali

Variabel terkendali adalah faktor-faktor yang dikendalikan agar tidak mempengaruhi hasil absorbansi Cr(VI) seperti kecepatan pengadukan, dan alat yang digunakan.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Alat dan Bahan

Alat – alat yang dipakai dalam penelitian ini adalah:

- 1. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) merk Perkin Elmer Aanalyst-100.
- 2. Neraca analitik, merk Ohaus Explorer dengan ketelitian 0,1 mg.
- 3. pH meter, merk Cyberscan pH 110.
- 4. Stirrer, LAB-LINE model 1262-1.
- Alat-alat gelas (Erlenmeyer, Labu takar, Gelas kimia, corong, Pipet volume).
 Bahan bahan yang dipakai dalam penelitian ini adalah:
- 1. Kadmium nitrat, Cd(NO₃)₂. 9H₂O 99% buatan E Merck.
- 2. Kalium dikromat, K₂Cr₂O₇ 99% buatan E Merck.
- 3. Tembaga nitrat, Cu(NO₃)₂. 3H₂O 99% buatan E Merck.
- 4. APDC [(CH₂)₄CNS₂NH₄] 2% buatan E Merck.
- 5. Asan nitrat (HNO₃) buatan E Merck (kadar: 65%, ρ: 1,41 kg/ L, M=14,54).
- 6. Asam klorida (HCl) buatan E Merck (kadar: 37%, densitas: 1,19 kg/L, M = 12,06).
- 7. Natrium hidroksida, NaOH 99% buatan E Merck (M = 40.00 g/mol).
- 8. Aquademin.
- 9. Sampel cair limbah industri.

3.4.2 Cara Kerja

3.4.2.1 Cara Penyiapan Pereaksi

Bahan pereaksi yang relatif pekat disiapkan sebagai larutan induk, sedang bahan pereaksi yang encer disiapkan dengan mengencerkan larutan induk tersebut. Bahan- bahan pereaksi tersebut antara lain:

- 1. Larutan Cd(II) 1000 ppm, dibuat dengan melarutkan 0.8629 gram Cd(NO₃)₂. $9H_2O$, Mr = 388 gr/mol, dengan aquademin hingga volume 250 mL.
- 2. Larutan Cr(VI) 1000 ppm, dibuat dengan melarutkan 0,7071 gram, $K_2Cr_2O_7$ Mr = 294,11 gr/mol, dengan aquademin hingga volume 250 mL.
- Larutan induk APDC 2% 100 mL, dibuat dengan menimbang 5,102 gram APDC dan dilarutkan dengan aquademin hingga volumenya 250 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat dilakukan dengan mengencerkan sesuai kebutuhan.
- Larutan induk Cu(II) 1000 ppm, dibuat dengan melarutkan 0,9504 gram Cu(NO₃)₂.3H₂O dengan aquademin hingga volumenya 250 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat diencerkan sesuai kebutuhan.

3.4.2.2 Optimasi pH Larutan dalam Proses Kopresipitasi

Diambil 50 mL Cr(VI) 2 ppm, 5 mL Cu(II) 100 ppm dan 1 mL APDC 2% pHnya diatur menjadi 3. Kemudian larutan diaduk sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aquademin. Endapan dilarutkan dengan HNO₃ pekat, sehingga endapan larut dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aquademin sampai volume 10 mL, kemudian diukur

absorbansinya dengan SSA. Ulangi cara kerja diatas dengan mengatur pH menjadi 4, 5, 7, dan 8.

3.4.2.3 Optimasi Volume APDC

Diambil 50 mL Cr(VI) 2 ppm, 5 mL Cu(II) 100 ppm, 2 mL APDC 2%, pH optimal dari percobaan sebelumnya, kemudian larutan diaduk selama 5 menit sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aquademin. Endapan dilarutkan dengan HNO₃ pekat, sehingga endapan larut dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aquademin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya menggunakan SSA. Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi volume APDC sebanyak 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 mL.

3.4.2.4 Optimasi Waktu Pengadukan

Diambil 50 mL Cr(VI) 2 ppm, 5 mL Cu(II) 100 ppm, APDC 2% optimal dan pH optimal dari percobaan sebelumnya, kemudian larutan diaduk selama 10 menit sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aquademin. Endapan dilarutkan dengan HNO₃ pekat, sehingga endapan larut dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aquademin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya menggunakan SSA. Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi waktu sebanyak 15, 20, dan 25 menit.

3.4.2.5 Kajian Interferensi Cd (II)

Diambil 50 mL Cr(VI) 2 ppm, 5 mL Cu(II) 100 ppm, APDC 2% optimal, pH optimal dari percobaan sebelumnya ditambah 1 mL Cd(II) 10 ppm, kemudian larutan diaduk pada waktu optimal sampai terjadi endapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aquademin. Endapan dilarutkan dengan HNO₃ pekat,

sehingga endapan larut dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aquademin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya menggunakan SSA. Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi konsentrasi Cd(II) 1 mL sebanyak 20, 30, 40, dan 50 ppm.

3.4.2.5.1 Penentuan Kadar Krom dalam Limbah Industri

3.4.2.5.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Sebelum dilakukan penentuan kadar Cr(VI) dalam limbah industri terlebih dahulu dibuat kurva kalibrasi standar Cr(VI) yaitu dengan membuat larutan seri standar dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, dan 20 ppm. Selanjutnya membuat grafik hubungan antara konsentrasi standar dengan absorbansi. Larutan sampel dapat dicari setelah absorbansi larutan sampel diukur dan diintrapolasi ke persamaan regresi linier yang diperoleh pada kurva kalibrasi.

3.4.2.5.3 Variasi konsentrasi Cr(VI) Pada Kondisi Optimum

Variasi konsentrasi Cr(VI) dilakukan pada kondisi optimum dengan menambahkan 50 mL Cr(VI) 2 ppm, 5 mL Cu(II) 100 ppm, APDC 2% optimal dan pH optimal, waktu pengadukan optimal sampai terjadi pengendapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan aquademin. Endapan dilarutkan dengan HNO₃ pekat, sehingga endapan larut dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aquademin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya. Absorbansi yang diperoleh diplotkan ke dalam persaman regresi dari kurva kalibrasi. Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi konsentrasi Cr(VI) menjadi 4 dan 6 ppm.

3.4.2.5.4 Penentuan Kadar Krom Dalam Limbah Industri Dengan SSA

Penentuan kadar krom dalam limbah industri di analisis dengan cara diambil 50 mL sampel limbah industri, 0 mL larutan standart Cr(VI) 25 ppm, Cu(II) 100 ppm optimal, volume APDC 2% optimal, pH optimal, kemudian masing-masing larutan diaduk pada waktu optimal sampai terjadi pengendapan. Endapan dilarutkan dengan HNO₃ pekat, sehingga endapan larut dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan aquademin sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA. Selanjutnya ditentukan kadar krom sampel limbah industri dengan cara absorbansi yang diperoleh diintrapolasokan pada persamaan regresi linier kurva kalibrasi standar Cr(VI). Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi volume standart Cr(VI) menjadi 5 dan 10 mL.

BAB 4

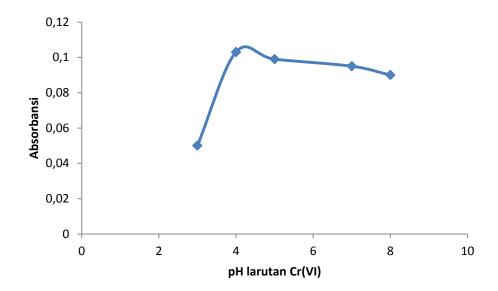
HASIL DAN PEMBAHASAN

Telah dilakukan penelitian yang bertujuan untuk mengetahui pH optimal larutan dalam proses kopresipitasi, volume APDC optimal, waktu pengadukan optimal, pengaruh keberadaan logam Cd(II) sebagai interferensi, variasi konsentrasi Cr(VI) pada kondisi optimum, serta mengetahui besar kadar Cr(VI) dalam limbah industri.

Penelitian dilakukan di laboratorium Analitik dan Fisik Jurusan Kimia FMIPA UNNES dan dilakukan selama ± 3 bulan. Adapun hasil yang telah diperoleh dan pembahasannya sebagai berikut:

4.1 Optimasi pH Larutan dalam Proses Kopresipitasi

pH merupakan faktor yang sangat mempengaruhi interaksi Cr(VI) saat mengalami kopresipitasi dengan Cu(PDC)₂. Optimasi pH dalam proses kopresipitasi ini bertujuan untuk mengetahui pada pH berapa Cr(VI) akan terkopresipitasi dengan Cu(PDC)₂ dan terbentuk secara optimal serta berada dalam keadaan yang stabil. Variasi pH yang dilakukan dalam kopresipitasi Cr(VI) dengan Cu(PDC)₂ adalah pH 3, 4, 5, 7, dan 8. Hasil optimasi pH dapat dilihat selengkapnya pada Gambar 2. Dari Gambar 2 menunjukkan kurva hasil dari absorbansi Cr(VI) yang terukur pada pelarutan endapan yang terbentuk.



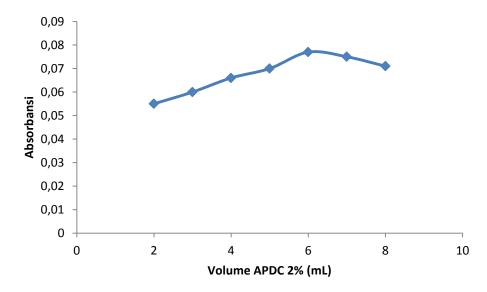
Gambar 2. Kurva hasil optimasi pH larutan dalam proses kopresipitasi

Berdasarkan Gambar 2 harga absorbansi optimum Cr(VI) yang terkopresipitasi dengan Cu(PDC)₂ terbentuk pada pH 4. Hal ini berarti pada pH 4 Cr(VI) dengan Cu(PDC)₂ berada dalam keadaan stabil. Pada pH 3 sampai pH 4 terlihat absorbansi naik. Sedangkan pada pH lebih dari 4 atau dari pH 4 sampai pH 8 absorbansinya mulai turun tetapi cenderung stabil. Maka untuk analisis selanjutnya dengan berbagai variasi digunakan pH 4 sebagai pH optimal.

4.2 Optimasi Volume APDC

APDC merupakan senyawa pengompleks, dikenal dapat digunakan untuk mengekstrak ion-ion logam dalam larutan. Disini APDC digunakan sebagai pengompleks baik dengan Cr(VI) maupun dengan Cu(II) dengan memvariasi volume APDC. Namun, Cr(VI) dengan APDC dapat larut, sedangkan Cu(II) dengan APDC dapat mengendap. Optimasi volume APDC bertujuan untuk mengetahui Cr(VI) yang ada dalam larutan dapat mengendap seluruhnya melalui

proses kopresipitasi dengan Cu(PDC)₂. Optimasi volume APDC divariasi dari volume 2 mL sampai 8 mL. Hasil optimasi volume APDC diperoleh hasil seperti Gambar 3.



Gambar 3. Kurva hasil optimasi volume APDC

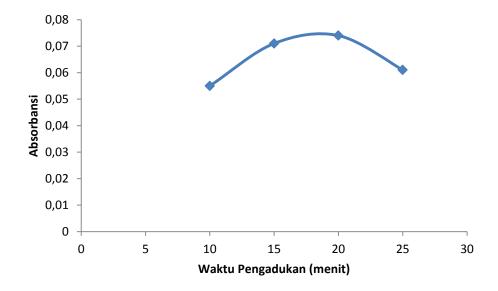
Berdasarkan Gambar 3 terlihat bahwa semakin besar volume APDC 2% yang ditambahkan akan menghasilkan absorbansi semakin besar pula dan mencapai maksimal pada penambahan volume APDC 6 mL. Sedangkan pada penambahan volume 7 dan 8 mL absorbansi mulai menurun.Dengan demikian keadaan optimal terbentuk pada penambahan volume APDC 2% 6 mL.

Terjadinya peningkatan absorbansi Cr(VI) pada penambahan volume APDC 2% disebabkan karenan Cr(VI) yang terkopresipitasi terhadap Cu(PDC)₂ semakin banyak, hal ini dikarenakan Cu(PDC)₂ yang terbentuk juga semakin banyak.Setelah mencapai volume maksimal yaitu 6 mL, absorbansinya mulai menurun. Hal ini disebabkan karena terbentuknya Cu(PDC)₂sudah mencapai

maksimal. Sehingga, dengan adanya penambahan volume akan menyebabkan penurunan harga absorbansi.

4.3 Optimasi Waktu Pengadukan

Waktu pengadukan sangat mempengaruhi proses pembentukan kompleks yang terjadi dari suatu ion logam. Untuk meningkatkan proses kopresipitasi Cr(VI) dengan Cu(PDC)₂, optimasi waktu pengadukan divariasi dari 10 menit sampai 25 menit dengan kecepatan waktu pengadukan 2 rpm. Hasil optimasi waktu pengadukan diperoleh hasil seperti pada Gambar 4.



Gambar 4. Kurva hasil optimasi waktu pengadukan

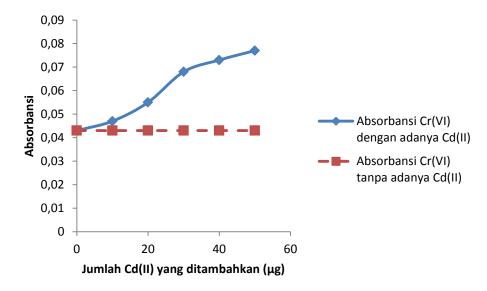
Dari Gambar 4 menunjukkan bahwa absorbansi meningkat dengan bertambahnya waktu pengadukan. Pada waktu 20 menit baru memberikan hasil optimum. Hal ini berarti proses kopresipitasi Cr(VI) dengan Cu(PDC)₂ berlangsung cukup lama.

Terjadinya peningkatan absorbansi Cr(VI) disebabkan karena Cr(VI) dan Cu(II) sama-sama membentuk kompleks dengan APDC. Setelah mencapai keadaan optimum harga absorbansi mengalami penurunan. Hal ini disebabkan kompleks Cr(VI) dan Cu(II) dengan APDC mulai teruarai..

4.4. Kajian Interferensi Cd(II)

Setelah diperoleh kondisi kopresipitasi Cr(VI) dengan Cu(PDC)₂yang optimum yaitu: pH larutan 4, volume ligan APDC 2% sebanyak 6 mL, dan waktu pengadukan selama 20 menit, maka agar metode kopresipitasi tersebut dapat diterapkan dalam sampel, perlu dilakukan kajian tentang efek keberadaan ion lain yang memberikan interferensi yaitu Cd(II). Cd(II) adalah unsur penyebab interferensi pada pengendapan Cr(VI).

Tujuan uji interferensi Cd(II) terhadap Cr(VI) adalah untuk mempengaruhi pengaruh adanya ion Cd(II) terhadap pengendapan Cr(VI). Kajian interferensi Cd(II) dilakukan dengan cara penambahan 1 mL Cd(II) dengan variasi konsentrasi dari 0 ppm - 50 ppm ke dalam sistem. Interferensi Cd(II) terhadap Cr(VI) diperoleh hasil seperti Gambar 5.



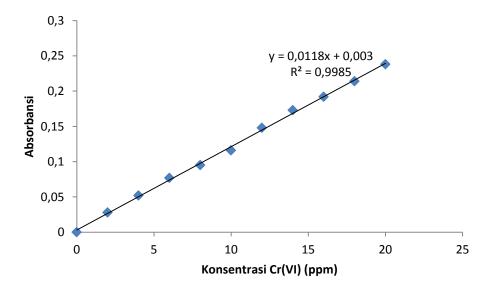
Gambar 5. Kurva hasil kajian interferensi Cd(II) terhadap Cr(VI)

Gambar 5 menunjukkan Interferensi atau gangguan dari logam Cd(II) terhadap logam Cr(VI) yang mulai mengganggu banyak pada titik ke- 3 yaitu pada penambahan 1 mL Cd(II) 20 ppm atau 20 µg dengan absorbansi sebesar 0,055. Selisih absorbansi pada titik ke- 3 yaitu titik absorbansi Cr(VI) dengan adanya Cd(II) dengan titik absorbansi Cr(VI) tanpa Cd(II) adalah sebesar 0,012.

Dengan adanya penambahan ion Cd(II) maka akan mengganggu keberadaan Cr(VI), sehingga menaikkan harga absorbansi Cr(VI). Hal ini terjadi karena selain dapat membentuk kompleks dengan Cr(VI), ligan APDC juga dapat membentuk kompeks dengan Cd(II) yang berupa larutan. Hal ini dikarenakan Cr(VI) dan Cd(II) memiliki sifat yang mirip, diantaranya yaitu: sifat logam krom dan kadmium yang mudah teroksidasi dengan udara, tidak larut dalam basa, larut dalam HCl, dan memiliki ketahanan korosi yang tinggi.

4.5 Pengaruh Variasi Konsentrasi Cr(VI)Dalam Kondisi Optimum

Pengaruh varisi konsentrasi Cr(VI) bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum konsentrasi Cr(VI). Dalam menentukan jumlah Cr(VI) yang mengendap, sebelumnya disiapkan kalibrasi larutan standart dengan mengalurkan ordinat (sumbu y) sebagai absorbansi dan absis (sumbu x) sebagai konsentrasi larutan standart. Konsentrasi larutan standart Cr(VI) divariasi yaitu 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, dan 20 ppm. Absorbansi larutan standart diukur menggunakan alat AAS. Hasil absorbansi larutan standart tersebut dibuat kurva kalibrasi dengan tujuan untuk mengetahui apakah hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi larutan standart tersebut linier atau tidak. Data absorbansi larutan standart Cr(VI) dapat dibuatkurva kalibrasi seperti Gambar 6:



Gambar 6. Kurva kalibrasi larutan standart Cr(VI)

Gambar 6 merupakan kurva kalibrasi larutan standart Cr(VI) dengan persamaan regresi linier y=0.011x+0.003 dengan $R^2=0.998$. Berdasarkan persamaan regresi linier tersebut maka dapat dihitung Cr(VI) yang terukur.

No	Cr(VI) (µg)	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% optimum (mL)	pH optimum	Waktu Pengadukan optimum (menit)	Kadar Cr(VI) (ppm)	% Temu Balik
1	100	5	6	4	20	2,1818	96,03
2	200	5	6	4	20	4,2727	95,95
3	300	5	6	4	20	6,0909	90,62

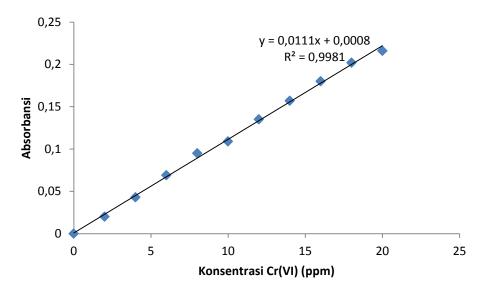
Tabel 1. Data pengamatan variasi konsentrasi Cr(VI)

Rata-rata % Temu Balik = 94,2%

Dari Tabel 1 telah diperoleh % temu balik variasi konsentrasi Cr(VI) sebesar 94,2%. Hasil perolehan % temu balik relatif tinggi, namun logam Cr(VI) tidak semuanya larut, sebagian masih berada dalam larutan sehingga akan mengurangi harga absorban. Hal ini berarti analisis Cr(VI) dengan metode kopresipitasi menggunakan Cu(PDC)₂ cukup baik.

4.6 Penentuan Kadar Krom Dalam Limbah Industri Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Cu(PDC)₂

Setelah dilakukan optimasi pH, volume APDC 2%, dan waktu pengadukan kemudian diaplikasikan dalam limbah industri. Dalam penentuan kadar krom tersebut, sebelumnya disiapkan kalibrasi larutan standart dengan mengalurkan ordinat (sumbu y) sebagai absorbansi dan absis (sumbu x) sebagai konsentrasi larutan standart. Konsentrasi larutan standart Cr(VI) divariasi yaitu 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, dan 20 ppm.



Gambar 7. Kurva kalibrasi larutan standart Cr(VI)

Berdasarkan persamaan regresi linier tersebut maka dapat dihitung kadar Cr(VI) dalam limbah industri yang dianalisis dengan metode kopresipitasi dengan menambahkan 0, 5, dan 10 mL Cr(VI) 25 ppm, 5 mL Cu(II) 100 ppm, volume APDC 2% optimal, pH optimal, dan waktu pengadukan optimal. Hasilnya dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Data pengamatan kadar krom dalam limbah industri dengan metode kopresipitasi

No.	Sampel (mL)	Standart Cr(VI) (µg)	Absorbansi	Cs (ppm)	Cp (ppm)
1	50	0	0,017	1,5454	0
2	50	125	0,041	3,7272	2,5
3	50	250	0,067	6,0909	5

Keterangan:

Cs = Konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

Cp = Konsentrasi standart yang ditambahkan pada larutan sampel

Dari Tabel 2 ditemukan kadar Cr(VI) dalam limbah industri sebesar 1,5454 ppm. Hal ini dikarenakandi dalam limbah industri banyak logam-logam lain yang menyebabkan interferensi, sehingga akan mengurangi harga absorbansi dan kadar Cr(VI).

BAB 5

PENUTUP

5.1 SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

- Variasi pH larutan, volume APDC, dan waktu pengadukan sangat berpengaruh terhadap proses kopresipitasi krom. Kondisi optimum terjadi pada pH 4, volume APDC 2% sebesar 6 mL, dan waktu pengadukan selama 20 menit.
- Adanya ion Cd(II) menyebabkan interferensi terhadap hasil analisis Cr(VI).
 Ion Cd(II) mulai mengganggu pada saat penambahan 1 mL dengan konsentrasi 20 ppm dengan perbandingan 1:1.
- 3. Besar % temu balik variasi konsentrasi Cr(VI) pada kondisi optimum sebesar 94,2%.
- 4. Besar kadar Cr(VI) dalam limbah industri 1,5454 ppm.

5.2 SARAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka penulis dapat memberi saran antara lain:

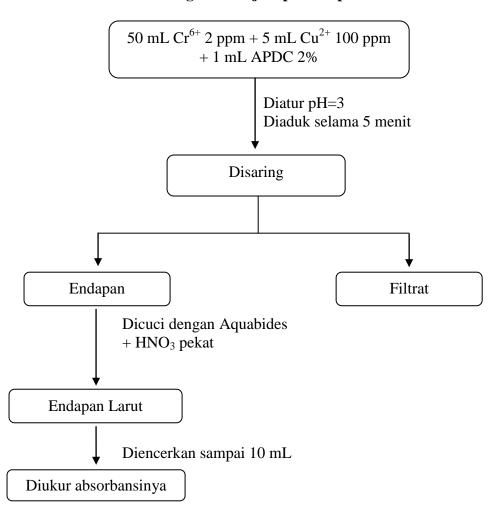
 Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang penggunaan metode kopresipitasi menggunakan ligan APDC untuk analisis logam berat yang lain. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan melibatkan ligan-ligan lain, sehingga dapat dipakai sebagai pembanding yang memungkinkan diperoleh ligan yang lebih baik dari ligan APDC.

DAFTAR PUSTAKA

- Ariani, F. 2004. Ekstraksi Nikel (II) dengan Ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dan Aplikasinya pada Analisis Kandungan Ni dalam Air Sungai Kaligarang Semarang. *Tugas Akhir II*. Semarang: FMIPA UNNES
- Asmadi. 2009. Pengurangan Chrom (Cr) Dalam Limbah Cair Industri Kulit Pada Proses Tannery Menggunakan Senyawa Alkali Ca(OH)₂, NaOH dan NaHCO₃. *JAI Vol 5. No.1*. Semarang
- Anonim. 1996. Teknologi Pengendalian Dampak Lingkungan Industri Penyamakan Kulit, Bapedal, Jakarta
- Day, R. A. Dan Underwood, A. L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Kelima*. Jakarta: Erlangga
- Ginting, Perdana. 2007. Sistem Pengelolaan Lingkungan Dan Limbah Industri, Cetakan pertama. Bandung: Yrama Widya
- Hermawanti, Galuh R. 2008. Analisis Tembaga Melalui Proses Kopresipitasi Menggunakan Nikel Dibutildtiokarbamat secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Tugas Akhir II*. Semarang: FMIPA UNNES
- Heryando, Palar. 2004. *Pencemaran dan Toksikologi logam Berat*. Edisi Kedua. Jakarta : PT Rineka Cipta
- Indrajaya, M.I. 2010. Kemurnian Endapan Kopresipitasi. Tambang Unhas
- Jamaludin Al Anshori. 2005. *Spektrometri Serapan Atom*. Bandung: Universitas Padjadjaran.
- Leyva, D, Esteves, J, and Montero, A. 2011. Separation and determination of selenium in water samples by the combination of APDC coprecipitation: X-ray fluorescence spectrometry. Akademiai Kiado, Budapest, Hungary
- Prasetya, A.T. 2001. Kajian Interferensi Aluminium dan Silikon pada Penentuan Besi dalam Mineral Laterit Secara SSA. *Tesis S2*. Yogyakarta: UGM
- Rini, Liza, Widya. 2004. Pengaruh Konsentrasi Krom, Waktu Detensi dan pH Media terhadap Penyerapan Krom dalam Larutan oleh Kayambang (Salvinia molesta, Mitchell). *Laporan Tugas Akhir*. Jurusan Kimia -FMIPA, ITS, Surabaya.

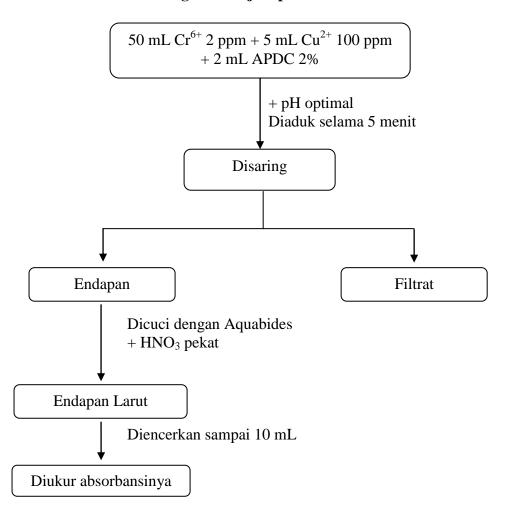
- Ristiani, Juwita. 2010. Analisis Timbel Dalam Limbah Industri Melalui Proses Kopresipitasi Menggunakan Nikel-Dietilditiokarbamat Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi*. Semarang: FMIPA UNNES
- Slamet, Riyadi. S., dan Wahyu. D. 2003. Pengolahan Limbah Logam Berat Chromium (Vi) Dengan Fotokatalis TiO2. MAKARA, TEKNOLOGI, *VOL. 7, NO. 1*
- Snell F.D and Effrey C. S. 1976. *Encyclopedia Of Industrial Chemical Analysis*, 2^{nd} ed. New York: John Wiley and Sons
- Stary, J & Irving, H. 1964. *The Solvent Extraction of Metal Chelates*. New York: Pergamon Press
- Sunaryo, Mulati, S., Sutyasmi, S. 1993. Pnurunan Bahan Pencemar Dalam Air Limbah Samak Krom Dengan Eceng Gondok. *Majalah BBKKP*, *No. 15*, *Vol VIII*. Yogyakarta
- Triatmojo, S., D.T.H. Sihombing, S. Djojowidagdo, T.R. Wiradarya. 2001. Biosorpsi Reduksi Krom Limbah Penyamakan Kulit Dengan Biomassa Fusarium sp Dan Aspergillus niger. *Manusia dan Lingkungan, Vol VIII*(2), 70-81. Pusat Studi Lingkungan Hidup. Yogyakarta: UGM
- Ulfin, I., 2001. Penurunan Kadar Cd dan Pb dalam Larutan dengan Kayu Apu: Pengaruh pH dan Jumlah Kayu Apu. *Prosiding Senaki III*. Kimia–FMIPA, ITS, Surabaya.
- Unit Pelayanan Teknis (UPT) Penyamakan Kulit Sukaregang. 1997. Synopsis Sentra Industri Kecil Penyamakan Kulit Sukaregang Kabupaten Garut. Deperindag. Garut

Diagram Kerja Optimasi pH Larutan



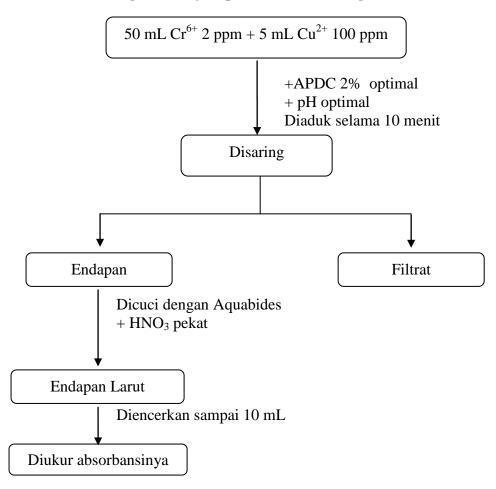
Keterangan: Dilakukan langkah yang sama pada pH 4, 5, 7, dan 8.

Diagram Kerja Optimasi Volume APDC



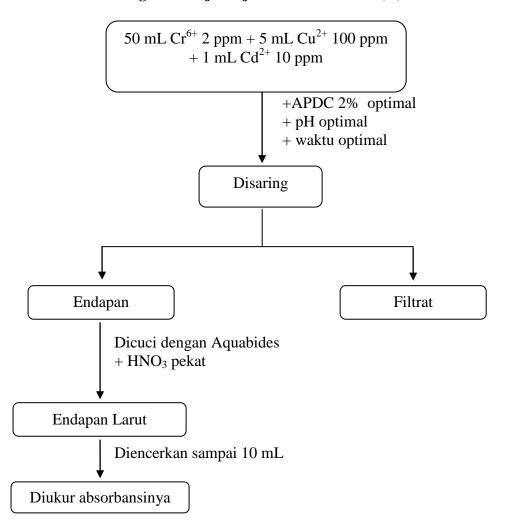
Keterangan: Di lakukan langkah yang sama pada volume 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 mL.

Diagram Kerja Optimasi Waktu Pengadukan



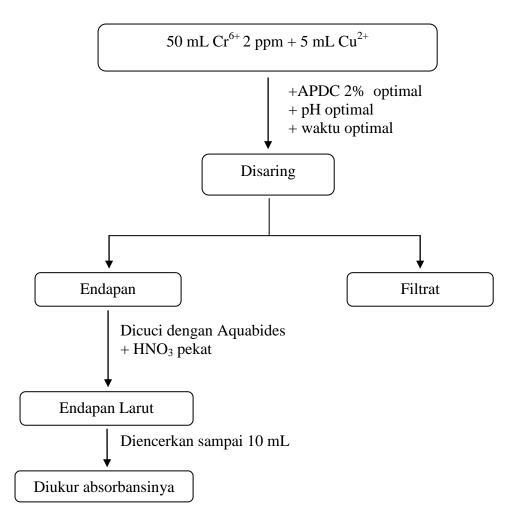
Keterangan: Dilakukan langkah yang sama dengan variasi waktu 15, 20, dan 25 menit.

Diagram Kerja Kajian Interferensi Cd(II)



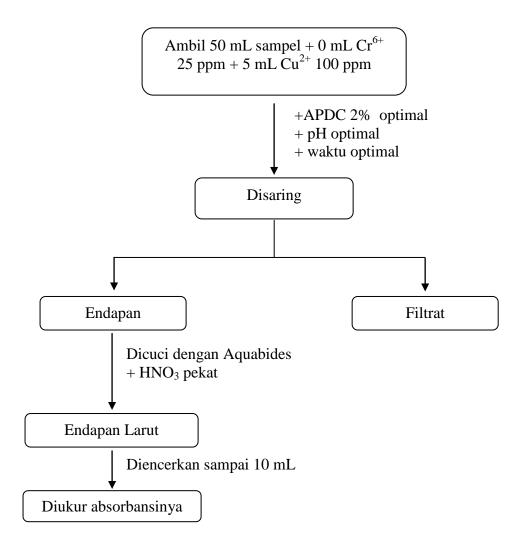
Keterangan: Dilakukan langkah yang sama dengan variasi 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm dan 50 ppm.

Variasi konsentrasi Cr(VI) Pada Kondisi Optimum



Keterangan: Diulangi cara kerja di atas dengan memvariasi konsentrasi Cr(VI) menjadi 4 dan 6 ppm.

Penentuan Kadar Krom dalam Limbah Industri



Keterangan: Diulangi cara kerja di atas dengan memvariasi volume standart Cr(VI) menjadi 5 dan 10 mL.

Perhitungan Larutan Standart

1. Cd(II) 1000 ppm

$$1000 \text{ mg} = 1000 \text{ mL}$$

$$250 \text{ mg} = 250 \text{ mL}$$

$$\frac{Mr\,Cd(NO_3)_2.9H_2O}{Ar\,Cd}\,x\,250\,mg = \frac{388}{112.4}\,x\,250\,= 862.9893\,mg = 0.8629\,gram$$

2. Cr(VI) 1000 ppm

$$\frac{Mr \text{ K2Cr2O7}}{Ar Cr} \times 250 \text{ mg} = \frac{294,11}{52 \times 2} \times 250 = 707,1311 \text{ mg} = 0,7071 \text{ gram}$$

3. Cu(II) 1000 ppm

$$\frac{Mr\,Cu(NO_3)_2.3H_2O}{Ar\,Cu}\,x\,250\,mg = \frac{241,60}{63,55}\,x250\,=950\,,4327\,mg = 0,9504\,gram$$

4. HCl 1 M

Mol HCl 37% =
$$\frac{0.37 \times 1.19 \times 1000}{36.5}$$
 = 12,06 mol

M HCl 37% per liter = 12,06 mol/L = 12,06 M

$$V1 . M1 = V2 . M2$$

$$100 \cdot 1 = V2 \cdot 12,06$$

$$V2 = 8,2919 \text{ mL}$$

5. NaOH 1 M

$$M = \frac{gr}{Mr} x \frac{1000}{V}$$

$$1 = \frac{gr}{40}x \, \frac{1000}{250}$$

$$gr = 10 gram$$

6. APDC 2%

$$V1 . M1 = V2 . M2$$

$$V1.98\% = 250.2\%$$

TABEL PENGAMATAN

1. Data Pengamatan Optimasi pH Larutan dalam Proses Kopresipitasi.

No	Cr(VI) 2 ppm (mL)	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% (mL)	рН	Abs
1	50	5	1	3	0,050
2	50	5	1	4	0,103
3	50	5	1	5	0,099
4	50	5	1	7	0,095
5	50	5	1	8	0,090

2. Data Pengamatan Optimasi Jumlah APDC 2%

No	Cr(VI) 2 ppm (mL)	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% (mL)	pH Optimum	Abs
1	50	5	2	4	0,055
2	50	5	3	4	0,060
3	50	5	4	4	0,066
4	50	5	5	4	0,070
5	50	5	6	4	0,077
6	50	5	7	4	0,075
7	50	5	8	4	0,071

3. Data Pengamatan Optimasi Waktu Pengadukan

No	Cr(VI) 2 ppm (mL)	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% (mL)	pH Optimum	Waktu Pengadukan (menit)	Abs
1	50	5	2	4	10	0,055
2	50	5	3	4	15	0,071
3	50	5	4	4	20	0,074
4	50	5	5	4	25	0,061

4. Kajian Interferensi Cd(II)

No	Cr(VI) 2 ppm (mL)	Cu(II) 100 ppm (mL)	Cd(II) 1 ml (ppm)	APDC 2% Optimum (mL)	pH Optimum	Waktu Pengadukan Optimum (menit)	Abs
1	50	5	0	6	4	20	0,043
2	50	5	10	6	4	20	0,047
3	50	5	20	6	4	20	0,055
4	50	5	30	6	4	20	0,068
5	50	5	40	6	4	20	0,073
6	50	5	50	6	4	20	0,077

5. Data Absorbansi variasi konsentrasi Cr(VI) pada Kondisi Optimum.

No	Cr(VI) 50 ml (ppm)	Cu(II) 100 ppm (mL)	APDC 2% Optimum (mL)	pH Optimum	Waktu Pengadukan Optimum (menit)	Abs
1	2	5	6	4	20	0,027
2	4	5	6	4	20	0,050
3	6	5	6	4	20	0,070

6. Data Pengamatan Absorbansi Cr(VI) dalam Limbah Industri

a. Pembuatan Kurva Kalibrasi Cr

No	Konsentrasi Cr(VI)	Abs
	(ppm)	
1	0	0
2	2	0,020
3	4	0,043
4	6	0,069
5	8	0,095
6	10	0,109
7	12	0,135
8	14	0,157
9	16	0,180
10	18	0,202
11	20	0,216

b. Data Pengamatan Kadar Krom Dalam Limbah Industri.

No.	Sampel (mL)	Standart Cr(VI) (µg)	Absorbansi	Cs (ppm)	Cp (ppm)
1	50	0	0,017	1,5454	0
2	50	125	0,041	3,7272	2,5
3	50	250	0,067	6,0909	5

Perhitungan variasi konsentrasi Cr(VI) pada kondisi optimum

1. Menentukan Konsentrasi Terukur

$$y = 0.011x + 0.003$$

Slope = 0,011

Intersep = 0.003

Sampel 1 dengan A = 0.027

$$0.027 = 0.011x + 0.003$$

0.024 = 0.011x

x = 2,1818 ppm

x = 2,1818 mg/1000 mL

x = 0.0218 mg dalam 10 mL

 $x = 21.8 \mu g$

Dengan cara yang sama sampel 2 diperoleh konsentrasi sebesar 4,2727 ppm atau 0,0427 mg atau 42,7 μg .

Dengan cara yang sama sampel 3 diperoleh konsentrasi sebesar 6,0909 ppm atau 0,0609 mg atau 60,9 μg .

2. Konsentrasi Standart

$$y = 0.011x + 0.003$$

Slope =
$$0.011$$

Intersep = 0.003

Standart 1 dengan A = 0.028

$$0.028 = 0.011x + 0.003$$

$$0.025 = 0.011x$$

$$x = 2,2727 \text{ ppm}$$

x = 2,1818 mg/1000 mL = 0,0227 mg dalam 10 mL

Dengan cara yang sama standart 2 diperoleh konsentrasi sebesar 4,4545 ppm atau 0,0445 mg.

Dengan cara yang sama standart 3 diperoleh konsentrasi sebesar 6,7272 ppm atau 0,0672 mg.

3.
$$\%$$
 Temubalik = $\frac{konsentrasi Terukur}{konsentrasi s tan dart} x 100 \%$

$$=\frac{0,0218}{0,0227}$$
 x 100 %

Dengan cara yang sama % temu balik 2 diperoleh sebesar 95,95%

Dengan cara yang sama % temu balik 3 diperoleh sebesar 90,62%

$$%TemubalikRata - rata = \frac{96,03\% + 95,95\% + 90,62\%}{3}$$

$$=\frac{282,6\%}{3}$$
$$=94,2\%$$

Perhitungan Kadar Cr(VI) Dalam Limbah Industri dengan Memggunakan Metode Kopresipitasi

1. Menentukan konsentrasi terukur

$$y = 0.011x + 0.000$$

$$Slope = 0.011$$

$$Intersep = 0.000$$

$$y = 0.011x + 0.000$$

$$0.017 = 0.011x + 0.000$$

$$0.017 = 0.011x$$

$$x = 1.5454 \text{ ppm}$$

$$x = 15.454 \text{ µg}$$

Dengan cara yang sama sampel 2 diperoleh konsentrasi sebesar 3,7272 ppm atau 37,272 μg .

Dengan cara yang sama sampel 3 diperoleh konsentrasi sebesar 6,0909 ppm atau $60,909~\mu g$.

DOKUMENTASI



Cr(VI) + Cu(II) + APDC 2%



Proses pengukuran pH



Hasil Penyaringan



 $Endapan + HNO_3 \\$



Pengenceran hingga 10 mL



Sampel siap diuji dengan AAS