



**Analisis Krom (III) Dengan Metode Kopesipitasi  
Menggunakan Nikel Dibutilditiokarbamat Secara  
Spektrofotometri Serapan Atom**

skripsi

disajikan sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
Program Studi Kimia

oleh

**Aurelia Anggit WM**

**4350407037**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

**2013**

## **PERNYATAAN**

Penulis menyatakan bahwa yang tertulis di dalam Skripsi ini benar-benar hasil karya penulis sendiri, bukan plagiat dari karya tulis orang lain, baik sebagian atau seluruhnya. Pendapat atau temuan orang lain yang terdapat dalam Skripsi ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah.

Semarang, 24 Juli 2013

Penulis

Aurelia Anggit WM  
NIM. 4350407037

## PERSETUJUAN PEMBIMBING

Tugas Akhir II ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.

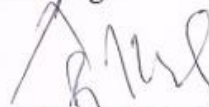
Semarang, 24 Juli 2013

Pembimbing I



M. Alauhdin, S.Si, M.Si  
NIP 198101082005011002

Pembimbing II



Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si  
NIP 196904041994021001

## PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Analisis Krom (III) Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Nikel

Dibutilditiokarbamat Secara Spektrofotometri Serapan Atom

disusun oleh

Nama : Aurelia Anggit WM


NIM : 4350407037

telah dipertahankan di hadapan Sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA Universitas

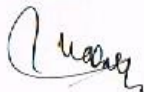
Negeri Semarang pada tanggal 11 Juni 2013.




Ketua Panitia:

  
Prof. Dr. Wiyanto, M.Si  
NIP. 196310121988031001

Sekretaris

  
Dra. Woro Sumarni, M.Si  
NIP. 196507231993032001

Ketua Penguji

  
Drs. Kasmui, M.Si  
NIP. 196602271991021001

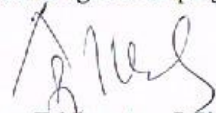
Anggota Penguji/

Pembimbing Utama

  
Mohammad Alauhdin, S.Si, M.Si  
NIP. 198101082005011002

Anggota Penguji/

Pembimbing Pendamping

  
Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si  
NIP. 196904041994021001

## **MOTTO DAN PERSEMBAHAN**

### **MOTO**

1. Janganlah mengejar kesuksesan, tapi jadilah orang besar maka kesuksesan akan datang padamu.
2. Sebaik-baiknya manusia adalah manusia yang bisa memberikan manfaatnya bagi orang lain.
3. *Stay hungry, stay ridicuolus* (Steve Job).

### **PERSEMBAHAN**

Karyaku ini kupersembahkan kepada :

1. Ayahku sebagai penyemangat dan teladanku yang selalu memberikan semua hal yang terbaik untukku
2. Ibuku tercinta yang senantiasa mencurahkan doa, kasih sayang, dan semangat agar selalu bangkit di setiap waktu
3. Kakakku yang senantiasa mendoakan dan memberi dukungan
4. Teman-temanku yang selalu mendukung dan memberi semangat untuk terus maju

## **PRAKATA**

Puji syukur penulis haturkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas limpahan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi dengan judul "Analisis Krom (III) dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Nikel Dibutilditiokarbamat Secara Spektrofotometri Serapan Atom".

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu, baik dalam penelitian maupun penyusunan Tugas Akhir ini. Ucapan terima kasih terutama disampaikan kepada:

1. Rektor Universitas Negeri Semarang.
2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengrtahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
3. Ketua Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
4. Mohammad Alauhdin, S.Si, M.Si. selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan ilmu, arahan dan bimbingan dengan penuh kesabaran sehingga Tugas Akhir II ini dapat terselesaikan.
5. Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si. selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan pengarahan dan motivasi sehingga Tugas Akhir II ini menjadi lebih baik.
6. Drs. Kasmui, M.Si. selaku penguji utama yang telah memberikan motivasi, bimbingan dan pengarahannya dalam penyempurnaan Tugas Akhir II ini.

7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA UNNES yang memberikan bekal ilmu kepada penulis selama menjalani studi.
8. Semua pihak yang terkait yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, yang telah membantu dalam penyusunan Tugas Akhir II ini.
9. Staf Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang yang telah membantu dalam penyediaan bahan dan peralatan selama penelitian berlangsung.
10. Keluargaku dan saudara-saudaraku yang senantiasa memanjatkan doa dan memberi motivasi dalam penyelesaian Tugas Akhir ini.
11. Teman-teman seperjuangan Kimia 2007 atas segala motivasi dan bantuannya selama ini.
12. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu, yang telah membantu dalam penelitian, penyusunan Tugas Akhir dan segala hal kepada penulis.

Penulis berharap Tugas Akhir II ini dapat bermanfaat bukan hanya untuk penulis semata namun juga untuk pembaca pula.

Semarang, 24 Juli 2013

Penulis

## ABSTRAK

Anggit Widya Munika, Aurelia. 2013. “**Analisis Krom (III) Dengan Metode Kopresipitasi Menggunakan Nikel Dibutilditiokarbamat Secara Spektrofotometri Serapan Atom**”. Tugas Akhir II. Jurusan Kimia FMIPA UNNES. Dosen Pembimbing I: Mohammad Alauhdin, S.Si, M.Si., Dosen Pembimbing II: Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si.

Kata Kunci: DBDTC, dibutilditiokarbamat, *electroplating*, kopresipitasi, krom,

Analisis krom yang tepat perlu dilakukan untuk mengetahui kadar krom yang sesungguhnya yang terkandung dalam suatu sampel. Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode yang banyak digunakan para peneliti untuk penentuan kadar ion-ion logam karena mudah, memiliki ketelitian yang cukup tinggi dan memerlukan waktu yang relatif singkat. Dalam penelitian ini digunakan ligan dibutilditiokarbamat(DBDTC) untuk analisis ion logam krom(III) dalam limbah elektroplating karena dapat membentuk senyawa kompleks yang netral dan cukup stabil. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kondisi optimum pada analisis krom (III), mengetahui pengaruh keberadaan ion Cu, serta untuk menentukan kadar krom dalam sampel limbah *electroplating*. Hasil optimasi pada  $\text{Cr}(\text{DBDTC})_3$  diperoleh  $\lambda$  maks pada 311 nm, pH optimum kopresipitasi adalah 9, konsentrasi DBDTC optimum 0,00665 ppm, dan konsentrasi nikel optimum 33,112 ppm. Keberadaan ion Cu(II) akan menyebabkan interferensi pada mulai konsentrasi 0,48 ppm. Rata-rata % krom yang terendapkan secara optimum sebesar 72,67 % dan untuk konsentrasi krom dalam sampel limbah *electroplating* sebesar 14,782 ppm.



## ABSTRACT

Anggit Widya Munika, Aurelia. 2013. “*Analysis of Chromium (III) Through Coprecipitation Method Using Nickel Dibutyldithiocarbamate In Atomic Absorption Spectrophotometry.*”. Final Project II, Chemistry Study Program, Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. Supervisor I: Mohammad Alauhdin, S.Si, M.Si., Supervisor II: Agung Tri Prasetya, S.Si, M.Si.

Keyword : Coprecipitation, chrome, DBDTC, dibutyldithiocarbamate, electroplating

Chromium analysis needs to be studied to determine the actual levels of chromium contained in a sample. Coprecipitation method is a method that is widely used by researchers for the determination of metal ions because they are easy, have a fairly high accuracy and require a relatively short time. In this research, the ligand dibutyldithiocarbamate (DBDTC) used for chromium (III) analysis in the electroplating waste because it can form neutral and fairly stable complex compound. The purpose of this research was to determine the optimum conditions for the analysis of chromium (III), determine the effect of the existence of Cu ions, as well as to determine the levels of chromium in the electroplating waste samples. The optimization results on Cr (DBDTC)<sub>3</sub> gained  $\lambda$  max at 311 nm, pH optimum coprecipitation was 9, the optimum concentration of DBDTC 0,00665 ppm, and the optimum concentration of nickel 33,112 ppm. The existence of Cu (II) start to interfere at concentrations of 0.48 ppm. Average of % chrome optimum precipitation by 72.67% and for concentration chromium contained in electroplating waste sampel was 14,782 ppm.

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>PERNYATAAN</b> .....	ii
<b>PERSETUJUAN PEMBIMBING</b> .....	iii
<b>PENGESAHAN</b> .....	iv
<b>MOTTO DAN PERSEMBAHAN</b> .....	v
<b>PRAKATA</b> .....	vi
<b>ABSTRAK</b> .....	viii
<b>ABSTRACT</b> .....	ix
<b>DAFTAR ISI</b> .....	x
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xiii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xiv
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xvi
<b>BAB</b>	
<b>1. PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Penelitian .....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
<b>2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Tinjauan Umum Tentang Krom .....	5
2.2 Metode Koresipitasi .....	7
2.3 Analisis Dengan Metode Koresipitasi yang pernah dilakukan .....	9
2.4 Sintesis Ligan Dibutilditiokarbamat .....	10
2.5 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) .....	13

<b>3. METODE PENELITIAN</b> .....	21
3.1 Lokasi Penelitian.....	21
3.2 Variabel Penelitian.....	21
3.3 Alat dan Bahan.....	22
3.4 Prosedur Penelitian .....	23
3.5 Metode Analisis Data.....	27
<b>4. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b> .....	29
4.1 Sintesis Ligan Dibutilditiokarbamat (DBDTC) .....	29
4.2 Optimasi pH Larutan Dalam Proses Kopresipitasi .....	33
4.3 Optimasi Konsentrasi Nikel Sebagai Kopresipitat .....	36
4.4 Optimasi Konsentrasi DBDTC 2 % .....	37
4.5 Kajian Interferensi Cu (II) .....	38
4.6 Penentuan Kadar Krom (III) Yang Terendapkan Pada Kondisi Optimum .....	39
4.7 Aplikasi Pada Limbah <i>Electroplating</i> .....	41
<b>5. PENUTUP</b> .....	43
5.1 Simpulan .....	43
5.2 Saran .....	44
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	45
<b>LAMPIRAN</b> .....	48

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Data pengamatan sifat fisik dan kimia ligan DBDTC .....	29
2. Hasil absorbansi penentuan kandungan Cr (III) yang terendapkan dalam kondisi optimum.....	40
3. Data hasil uji limbah <i>electroplating</i> dengan metode kopresipitasi .....	42

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Reaksi sintesis ligan dialkilditiokarbamat.....	11
2. Reaksi pembentukan ammonium di-n-butilditiokarbamat.....	12
3. Struktur reaksi pembentukan kompleks antara ligan dibutilditiokarbamat dengan logam Ni (II).....	13
4. Reaksi pembentukan kompleks ligan dibutilditiokarbamat dengan logam Cr (III)..	13
5. Skema kerja Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).....	16
6. Ligan dibutilditiokarbamat.....	29
7. Spektrum inframerah hasil sintesis senyawa DBDTC .....	31
8. Kurva hasil optimasi pH larutan dalam proses kopresipitasi .....	34
9. Kurva hasil optimasi konsentrasi nikel sebagai kopresipitat .....	36
10. Kurva hasil optimasi jumlah ligan DBDTC.....	37
11. Kurva hubungan penambahan Cu (II) terhadap absorbansi Cr (III) .....	39

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema kerja sintesis ammonium dibutilditiokarbamat .....	48
2. Skema kerja optimasi pH larutan dalam proses kopresipitasi.....	49
3. Skema kerja optimasi konsentrasi nikel sebagai kopresipitat .....	50
4. Skema kerja optimasi konsentrasi DBDTC .....	51
5. Skema kerja kajian interferensi Cu (II) .....	52
6. Skema kerja interferensi Cu(II) pada limbah <i>electroplating</i> .....	53
7. Skema kerja penentuan kadar Cr (III) yang terendapkan dalam kondisi optimum.....	54
8. Skema kerja penentuan kadar krom pada limbah <i>electroplating</i> .....	55
9. Data hasil spektrofotometer UV-Vis.....	56
10. Tabel hasil optimasi pH larutan dalam proses kopresipitasi .....	57
11. Tabel hasil optimasi konsentrasi nikel sebagai kopresipitat .....	57
12. Tabel hasil optimasi konsentrasi DBDTC 2 % .....	58
13. Tabel hasil optimasi kajian interferensi Cu (II) .....	59
14. Tabel hasil optimasi interferensi Cu (II) terhadap limbah <i>electroplating</i> ..	60
15. Tabel hasil penentuan kandungan Cr (III) yang terendapkan dalam kondisi optimum .....	61
16. Tabel hasil uji limbah <i>electroplating</i> dengan metode kopresipitasi.....	66
17. Dokumentasi penelitian.....	66

# **BAB 1**

## **PENDAHULUAN**

### **1. Latar Belakang**

Kemajuan ilmu dan teknologi modern seperti sekarang ini telah meningkatkan kesejahteraan dan kemajuan peradaban manusia. Dengan perkembangan ilmu dan teknologi yang semakin pesat, manusia akan dapat memenuhi segala keinginannya dengan cepat dan mudah. Di samping berdampak positif, kemajuan ilmu dan teknologi ternyata juga berdampak negative terhadap lingkungan di sekitar kita. Hal ini dikarenakan, lingkungan di sekitar kita telah tercemar oleh limbah-limbah industri yang tidak terkontrol. Beberapa bahan pencemar berbahaya yang perlu diwaspadai di perairan adalah logam-logam berat seperti Kadmium (Cd), Arsen (As), Krom (Cr), Raksa (Hg), Timbal (Pb), dan Tembaga (Cu).

Analisis kimia untuk mengetahui kadar logam berat telah banyak dilakukan. Salah satunya adalah dengan memekatkan logam tersebut menggunakan senyawa kompleks. Proses pemekatan kadar suatu larutan kompleks seringkali dilakukan dengan tujuan untuk meningkatkan ketelitian sehingga hasil yang diperoleh mendekati harga yang sesungguhnya. Proses pemekatan biasanya dilakukan dengan cara evaporasi maupun kopresipitasi. Dalam proses kopresipitasi, ion logam yang akan dianalisis disintesis pada konsentrasi yang rendah yang kemudian diubah menjadi senyawa kompleks organik dengan direaksikan menggunakan ligan kompleks misalnya

dialkilditiokarbamat sehingga mempunyai kelarutan yang rendah dalam air. Selain dialkilditiokarbamat, ligan lain yang dapat digunakan pada proses kopresipitasi yaitu pirolidinditiokarbamat, ditizondan lain-lain. Ligan-ligan tersebut dapat membentuk senyawa kompleks dengan ion-ion logam transisi seperti Cd (II), Cu (II), Pb (II), Fe (III) dan Co (II).

Salah satu ligan pengompleks yang mampu bereaksi dengan beberapa ion logam adalah dibutilditiokarbamat (DBDTC). Dibutilditiokarbamat dalam penelitian ini diharapkan dapat direaksikan dengan ion krom dan membentuk kompleks Cr-(DBDTC)<sub>3</sub> yang dapat larut dalam pelarut organik misalnya etanol, kloroform dan aseton dengan polaritas rendah, selanjutnya senyawa kompleks yang terbentuk dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis dan spektrofotometer serapan atom (SSA) (Snell dan Effrey : 1976). Berdasarkan penelitian Widiarti (2001), kompleks Cu-(DBDTC)<sub>2</sub> memiliki hasil yang lebih maksimal daripada kompleks Cu-(DDTC)<sub>2</sub> (dietilditiokarbamat). Hal ini dikarenakan konsentrasi kelarutan senyawa kompleks DBDTC lebih besar dibandingkan dengan DDTC (dietilditiokarbamat), sehingga DBDTC yang memiliki rantai alkil yang lebih panjang dibandingkan dengan DDTC maka kepolarannya akan semakin berkurang sehingga semakin mudah larut dalam pelarut organik.

Pengukuran pH dalam sebuah pembentukan kristal diperlukan dengan tujuan untuk mengontrol pembentukan anion kompleks agar dapat bereaksi dengan ligan pengompleks secara optimal. Selain itu, dengan pengaturan pH diharapkan dapat mengendapkan oksida yang terbentuk sebelumnya sehingga kristal yang dapat terbentuk dan tidak terganggu oleh oksidanya. Selain itu,



pengukuran pH juga dapat dijadikan sebagai salah satu indikator untuk menentukan titik kejenuhan saat pembentukan endapan dalam larutan terjadi. Pada penentuan unsur-unsur runutan biasanya unsur-unsur tersebut berada bersama unsur-unsur lain dalam jumlah relatif besar dan memungkinkan terjadi interferensi bila dianalisis dengan SSA. Terjadinya interferensi juga dikarenakan karena adanya unsur-unsur pengotor seperti Cu (II) yang mengganggu proses analisis sehingga dalam konsentrasi tertentu juga dapat membentuk kompleks dengan ligan nikel dibutilditiokarbamat dan menurunkan absorbansi Cr (III) sehingga perlu dilakukan kajian untuk interferensi Cu (II). Unsur Cu (II) dipilih sebagai interferen karena senyawa ini terkandung dalam limbah *electroplating* yang akan digunakan untuk mengoptimasi unsur Cr (III).

## 1.2 Rumusan Penelitian

Rumusan masalah timbul dalam penelitian ini antara lain:

1. Bagaimanakah pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, konsentrasi nikel sebagai kopresipitat, konsentrasi dibutilditiokarbamat terhadap analisis krom dalam limbah elektroplating?
2. Pada konsentrasi berapakah pengaruh nilai pengganggu keberadaan ion logam Cu (II) terhadap hasil analisis krom dalam limbah *electroplating* secara spektrofotometri serapan atom?
3. Berapakah kadar krom pada sampel limbah *electroplating* yang terendapkan pada kondisi optimum?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan uraian-uraian di atas maka tujuan dari penelitian ini sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, konsentrasi nikel sebagai kopresipitat, konsentrasi dibutilditiokarbamat terhadap analisis krom dalam limbah *electroplating*.
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi keberadaan ion logam Cu (II) terhadap hasil analisis krom dalam limbah *electroplating* secara spektrofotometri serapan atom.
3. Mengetahui kadar krom pada limbah elektroplating yang terendapkan pada kondisi optimum.

### 1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, konsentrasi nikel sebagai kopresipitat, konsentrasi dibutilditiokarbamat serta pengaruh keberadaan ion logam Cu (II) terhadap hasil analisis krom dalam limbah *electroplating*.
2. Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai metode alternatif analisis krom bagi para peneliti khususnya di bidang kimia analisis.
3. Memberikan sumbangan dalam menentukan kandungan logam berat pada bahan-bahan yang ada di sekitar kita.

## **BAB 2**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Tinjauan Umum Tentang Krom**

Krom (Cr) pertama kali ditemukan pada tahun 1797 oleh Vauquelin. Krom adalah logam berwarna abu-abu, berkilau, keras sehingga memerlukan proses pemolesan yang cukup tinggi. Krom adalah sebuah unsur kimia dalam tabel periodik unsur yang memiliki lambang Cr dan nomor atom 24. Krom adalah salah satu dari 21 unsur paling banyak yang ditemukan di kerak bumi dengan konsentrasi rata-rata 100 ppm. Senyawa kromium terdapat di dalam lingkungan, karena erosi dari batuan yang mengandung kromium dan disebarkan melalui gunung berapi. Rentang konsentrasi kromium dalam tanah antara 1 s/d 30 mg/kg, di dalam air laut 5-800 µg/liter, di sungai 26 µg/liter dan di danau 5,2 mg/liter.

Senyawa krom mempunyai dampak negatif bagi proses-proses alam dan juga bagi aktivitas manusia karena krom dapat memasuki udara, tanah dan air. Senyawa ini dapat menjadi berbahaya karena tindakan manusia yang membuang limbah yang mengandung krom ke tempat yang tidak seharusnya. Misalnya tanah yang telah tercemar krom akan mengganggu kinerja organisme dalam tanah, dan dapat menyebabkan kanker ketika tanaman tidak dapat lagi menyerap krom karena tingkat konsentrasinya yang tinggi yang menyebabkan tingkat keasaman tanah meningkat.

Sedangkan jika kadar krom dalam air cukup tinggi maka hal ini akan membuat ikan mengalami kerusakan pada insang, dan bila senyawa ini terkena

mahluk hidup lain di sekitar perairan tersebut maka akan menyebabkan rendahnya sistem imun pada tubuh juga cacat lahir.

Logam kromium bersifat keras, memiliki daya tahan tinggi terhadap zat-zat kimia dan memiliki kilat tinggi sehingga dipakai sebagai pelapis pada besi. Tingkat oksidasi utama bagi kromium adalah +2, +3, dan +6. yang paling stabil adalah +3. senyawa Cr (IV) dan (V) mudah mengalami proses disproportional menjadi Cr (III) dan juga Cr (VI). Cr (III) bersifat reduktor sedangkan Cr (IV) bersifat oksidator, ion kromat berwarna kuning dan ion dikromat berwarna jingga. Bila nilai pH larutan kromat dikurangi (ditambah asam), maka larutan berubah warna sampai munculnya warna jingga dari ion dikromat. Reaksi ini bisa dibalikkan dengan meningkatnya nilai pH. Dalam kromat,  $\text{CrO}_4^{2-}$  atau dikromat  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ , anion kromium adalah heksavalen, dengan keadaan oksidasi +6. Ion-ion ini diturunkan dari kromium trioksida,  $\text{CrO}_3$ . Ion-ion kromat berwarna kuning, sedangkan dikromat berwarna jingga. Kromat mudah diubah menjadi dikromat dengan penambahan asam.

#### 1) Sifat Fisik Kromium

Massa Jenis	7,15 g/cm <sup>3</sup> (25 <sup>0</sup> C)
Titik Lebur	2180 K, 1907 <sup>0</sup> C, 3465 ° F
Titik Didih	2944 K, 2671 <sup>0</sup> C, 4840 ° F
Entalpi Peleburan	20,5 kJ mol <sup>-1</sup>
Panas Penguapan	339 kJ mol <sup>-1</sup>
Entalpi Atomisasi	397 kJ mol <sup>-1</sup>
Kapasitas Kalor (25 <sup>0</sup> C)	23,25 J/mol.K
Konduktivitas Termal	94 W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>
Koefisien ekspansi termal linier	4,9 x 10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>
Kepadatan	7,140 kg m <sup>-3</sup>
Volum Molar	7,23 cm <sup>3</sup>
Sifat Resistivitas listrik	12,7 10 <sup>-8</sup> Ω m

## 2) Sifat Kimia Kromium

Nomor Atom	24
Massa Atom	51,9961 g/mol
Golongan, periode, blok	VI B, 4, d
Konfigurasi elektron	[Ar] 3d <sup>5</sup> 4s <sup>1</sup>
Jumlah elektron tiap kulit	2, 8,13, 1
Afinitas electron	64,3 kJ / mol <sup>-1</sup>
Ikatan energi dalam gas	142,9 ± 5,4 kJ / mol <sup>-1</sup> .
Panjang Ikatan Cr-Cr	249 pm
Senyawa beracun dan mudah terbakar	

Krom III memiliki keadaan oksidasi 3 adalah yang paling stabil, dan sejumlah besar krom (III) senyawa yang diketahui. Kromium (III) dapat diperoleh dengan melarutkan unsur kromium dalam asam seperti asam klorida atau asam sulfat tetapi akan menjadi pasif oleh HNO<sub>3</sub>. Kromium III cenderung membentuk ion kompleks, dan bersifat netral karena dalam senyawa kompleks, krom III akan, membentuk garam dan mempunyai struktur kristal yang khas.

## 2.2 Metode Kopersipitasi

Proses pemekatan kadar seringkali dilakukan dengan tujuan untuk meningkatkan ketelitian sehingga hasil yang diperoleh mendekati harga yang sesungguhnya. Proses pemekatan kadar seringkali dilakukan dengan cara ekstraksi ataupun kopersipitasi. Dalam proses kopersipitasi, ion logam dengan konsentrasi yang rendah diubah menjadi senyawa kompleks organik yang mempunyai kelarutan kecil dalam air dengan suatu ligan. Ligan-ligan yang sering digunakan dalam proses kopersipitasi antara lain : dialkilditiokarbamat, pirolidin

ditiokarbamat, ditizon dan masih banyak lagi yang lainnya. Ligan-ligan tersebut dapat membentuk senyawa kompleks dengan ion logam transisi seperti Cd (II), Cu (II), Pb(II), Fe(III), dan Co(II).

Salah satu masalah yang paling sulit dihadapi para analisis adalah menggunakan pengendapan sebagai cara pemisahan dan penentuan gravimetrik untuk memperoleh endapan dengan kemurnian yang tinggi. Zat-zat yang pada umumnya ikut terlarut dapat diturunkan selama pengendapan zat yang diinginkan dengan suatu proses yang disebut kopresipitasi (Underwood dan Day : 2002).

Kopresipitasi adalah pengendapan ikutan. Proses dimana suatu zat yang biasanya dapat larut, ikut tersangkut mengendap selama pengendapan zat yang diinginkan (Underwood dan Day : 2002).

Faktor-faktor yang mempengaruhi kopresipitasi :

1. Temperatur : Kelarutan semakin meningkat dengan naiknya suhu, maka pembentukan endapan akan berkurang disebabkan banyak endapan yang berada pada larutannya.
2. Ion senama : Kelarutan endapan akan berkurang jika dilarutkan dalam larutan yang mengandung ion sejenis dibandingkan dalam air saja.
3. Pelarut : Setiap pelarut memiliki kapasitas yang berbeda dalam melarutkan suatu zat, begitu juga dengan zat yang berbeda memiliki kelarutan yang berbeda pada pelarut tertentu.
4. Pengaruh pH : Kelarutan endapan garam yang mengandung anion dari asam lemah dipengaruhi pH, hal ini disebabkan karena penggabungan proton dengan anion endapannya.

Beberapa hal yang perlu diperhatikan agar memperoleh endapan yang baik :

1. Pengendapan dilakukan dalam larutan encer.
2. Perekasi pengendap ditambahkan perlahan-lahan sambil diaduk.
3. Pengendapan dilakukan pada daerah pH yang akan membentuk endapan secara kuantitatif (Hermawanti : 2009).

### **2.3 Analisis Dengan Metode Kopresipitasi yang Pernah Dilakukan**

Beberapa metode analisis pemisahan logam telah banyak dilakukan dan dikembangkan oleh para peneliti, antara lain menggunakan teknik dasar ekstraksi, elektrokimia, dan kromatografi. Beberapa penelitian tentang penentuan unsur krom dan unsur-unsur lain dalam berbagai sampel juga telah banyak dilaporkan. Pada umumnya perhatian para peneliti hanya dipusatkan pada penentuan kandungan unsur-unsur dalam sampel secara langsung.

Analisis krom melalui proses kopresipitasi menggunakan nikel dibutilditiokarbamat secara Spektrofotometri Serapan Atom belum pernah dilakukan sebelumnya, namun beberapa analisis logam lain menggunakan metode kopresipitasi telah dilakukan sebelumnya oleh Hermawanti (2009) yaitu dengan menganalisis tembaga (II) melalui proses kopresipitasi menggunakan nikel dibutilditiokarbamat secara Spektrofotometri Serapan Atom. Penelitian Hermawanti (2009) bertujuan mereaksikan tembaga (II) dengan nikel (II) dibutilditiokarbamat sehingga terjadi kopresipitasi antara tembaga (II) dan nikel (II) dalam kompleks dibutilditiokarbamat, selanjutnya endapan yang terjadi dipisahkan dan dilarutkan kembali kemudian dideteksi dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Hasil dari penelitian Hermawanti (2009) yaitu sintesis ligan

dibutilditiokarbamat, kristalnya berwarna putih kekuningan, titik leleh antara 43-47<sup>0</sup> C, tidak larut dalam air, larut sempurna dalam kloroform, etil asetat, etanol, metanol, benzena dan heksana. Hasil IR terdapat gugus fungsional C=S pada daerah serapan 1500-1200 cm<sup>-1</sup>, ion amonium (gugus amina) dengan bilangan gelombang 3448,5 cm<sup>-1</sup>, C-H pada serapan 2958,5 cm<sup>-1</sup>. Dari spektrum UV-Vis didapatkan bahwa adsorpsi maksimal terjadi pada  $\lambda=286$  nm. pH optimal larutan dalam proses kopresipitasi 9. Konsentrasi optimal nikel sebagai kopresipitat 4 mg. Jumlah dibutilditiokarbamat 2 % optimal 4 mL. Waktu optimal pengadukan kopresipitasi 5 menit. Penambahan larutan Cu (III) 1000 ppm 3-5 mL memberikan interferensi yang ditandai dengan menurunnya absorbansi larutan. Hasil yang sama ditunjukkan pada penambahan larutan Fe (III). Uji temu balik yang dihasilkan sebesar 98,38 %. Sedangkan penelitian yang hampir serupa dilakukan oleh Prasetya dan Wardani (2007) dengan mereaksikan kadmium dengan nikel dibutilditiokarbamat menggunakan metode kopresipitasi secara spektrofotometri serapan atom.

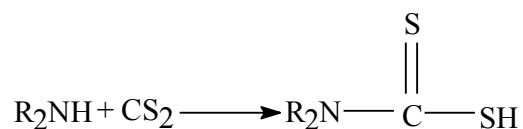
## **2.4 Sintesis Ligan Dibutilditiokarbamat dengan Ion Logam**

Ditiokarbamat adalah senyawa ligan yang terbentuk sebagai hasil reaksi antara amina sekunder dengan karbon disulfida pada suasana basa pada suhu sekitar 50<sup>0</sup> C (Stary dan Irving, 1964). Hasil sintesis ligan dialkilditiokarbamat ini mempunyai karakteristik yang khas, yaitu kristal yang berwarna kuning.

Ligan ditiokarbamat mempunyai beberapa persenyawaan antara lain : dietilditiokarbamat, dietilamoniumditiokarbamat, dipropilditiokarbamat, dibutilditiokarbamat dan dibenzilditiokarbamat. Ditiokarbamat merupakan suatu

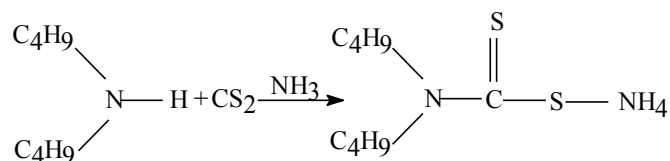


senyawa yang dihasilkan dari reaksi amina dan karbon disulfida. Untuk kegunaan komersial, ditiokarbamat dibedakan dalam tiga katagori yaitu : garam ditiokarbamat, ester ditiokarbamat, dan tiuramdisulfida ditiokarbamat. Pada umumnya ditiokarbamat terdekomposisi dengan mudah oleh asam mineral encer panas, menghasilkan karbon disulfida dan amina. Ligan dialkilditiokarbamat merupakan suatu ligan yang mempunyai 2 atom sulfur yang bertindak sebagai donor elektron. Ligan ini dapat disintesis berdasarkan reaksi antara suatu amina sekunder dengan karbon disulfida. Dengan R adalah gugus alkil, sehingga untuk mensintesis garam amonium dibutilditiokarbamat, maka sebagai amina sekunder digunakan dibutilamin (Snell dan Effrey, 1976) dengan reaksi sebagai berikut :



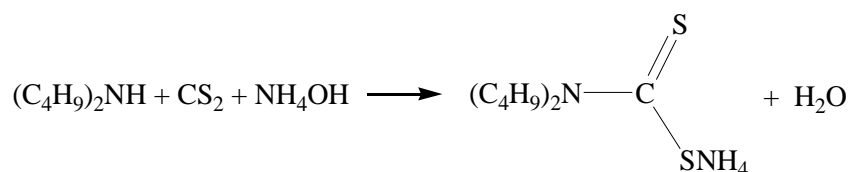
Gambar 1. Reaksi sintesis ligan dialkilditiokarbamat

Ligan dibutilditiokarbamat dapat disintesis dengan cepat berdasarkan reaksi antara dibutilamin dengan karbon disulfida (Snell dan Effrey, 1976). Ligan dibutilditiokarbamat pada umumnya berbentuk garam natrium dibutilditiokarbamat atau amonium dibutilditiokarbamat yang berbentuk kristal dan berwarna putih kekuningan. Ligan ini mudah larut dalam air dan sedikit larut dalam pelarut organik, sedangkan bentuk asam bebasnya yaitu asam dibutilditiokarbamat yang merupakan asam lemah, mudah larut dalam pelarut organik (Starry dan Irving, 1964).

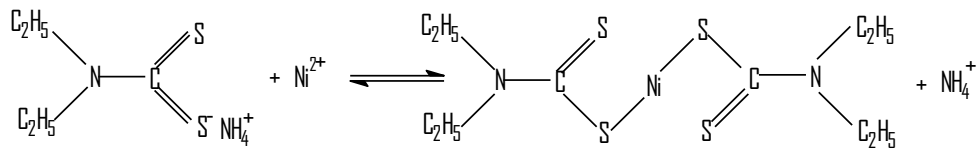


Gambar 2. Reaksi pembentukan amonium di-n-butilditiokarbamat

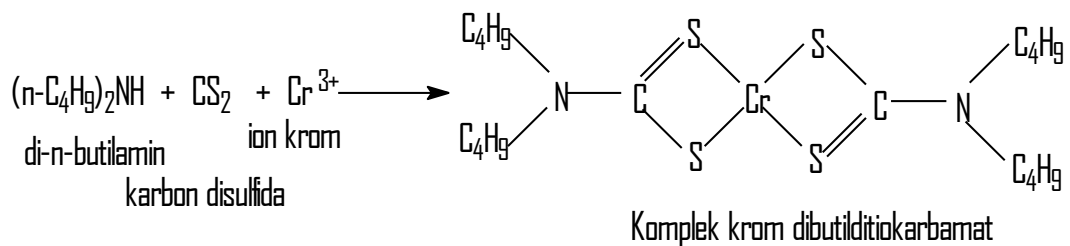
Ligan dibutilditiokarbamat dapat disintesis dengan cepat berdasarkan reaksi antaradibutilamin dengan karbon disulfida. Dengan reaksi sebagai berikut:



Ditiokarbamat dapat bereaksi dengan ion logam membentuk kompleks yang mudah larut dalam pelarut organik, melalui ikatan antara atom S dengan logam. Hal ini terjadi karena ditiokarbamat mempunyai dua pasang elektron bebas yang bertindak sebagai donor elektron. Ligan dibutilditiokarbamat merupakan salah satu dari ligan ditiokarbamat yang mempunyai dua atom sulfur yang bertindak sebagai donor elektron, sehingga ligan ini mampu membentuk kompleks dengan suatu ion logam antara lain dengan ion krom yang larut dalam pelarut organik dengan polaritas rendah seperti kloroform. Selain dengan ion nikel (II) ligan ini juga dapat membentuk kompleks netral dan kuat dengan sejumlah ion logam lain seperti Hg (II), Pb (II), Cd (II), Co (II) dan Ni (II) (Stary dan Irving, 1964).



Gambar 3. Struktur reaksi pembentukan kompleks antara ligan dibutilditiokarbamat dengan logam Ni(II)



Gambar 4. Reaksi pembentukan kompleks ligan dibutilditiokarbamat dengan logam Cr(III)

## 2.5 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri serapan atom merupakan salah satu metode analisis berdasarkan pada pengukuran banyaknya intensitas sinar yang diserap oleh atom-atom bebas dari logam yang dianalisis. Pada umumnya analisis Spektrofotometri Serapan Atom digunakan untuk menetapkan unsur-unsur logam dalam batuan, tanah, tanaman, makanan, minuman, termasuk daging serta bahan-bahan lainnya.

Atom-atom yang menyerap energi radiasi pada SSA adalah atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*). Penyerapan energi oleh atom-atom bebas menyebabkan terjadinya elektron tereksitasi. Intensitas sinar yang digunakan untuk eksitasi adalah sebanding dengan jumlah atom pada tingkat

dasar yang menyerap tenaga sinar tersebut. Dengan demikian konsentrasi unsur dalam sampel dapat ditentukan dengan mengukur intensitas sinar yang diserap (absorbansi) atau mengukur intensitas sinar yang diteruskan (transmitansi) (Pecsok *et al* : 1976).

Spektrum serapan yang dihasilkan dalam spektrofotometri serapan atom (SSA) adalah terdiri atas garis-garis yang jauh lebih tajam pada pita-pita yang diamati dalam spektroskopi molekul seperti UV-Vis (Sugiharto : 1992). Spektrum serapan yang dihasilkan sebagai akibat adanya interaksi antara sinar dengan materi. Sinar ini berupa radiasi elektromagnetik yang mempunyai dua karakter yaitu sebagai gelombang dan partikel.

Komponen utama dalam setiap peralatan spektrofotometri serapan atom yaitu:

#### 1. Sumber Cahaya

Sumber cahaya yang dapat dipakai pada SSA adalah yang dapat menghasilkan cahaya garis (spektrum garis) jadi berbeda dengan sumber cahaya pada spektrofotometri UV-Vis. Agar diperoleh cahaya garis maka pada SSA digunakan lampu katode sebagai sumber cahaya Sumber Cahaya Sumber cahaya yang dapat dipakai pada SSA adalah yang dapat menghasilkan cahaya garis (spektrum garis) jadi berbeda dengan sumber cahaya pada spektrofotometri UV-Vis. Agar diperoleh cahaya garis maka pada SSA digunakan lampu katode sebagai sumber cahaya.

#### 2. Sistem Atomisasi

Sistem pengatoman untuk menghasilkan atom-atom bebas sebagai media absorpsi atau sel serapan.

### 3. Sistem Optik

Sistem optik pada SSA berfungsi sebagai pengumpul cahaya dari sumbernya, mengarahkannya kedalam atom-atom serta ke monokromator. Sistem optik terdiri dari susunan beberapa lensa yang terbuat dari gelas silikat dan dapat menstransmisikan cahaya pada panjang gelombang 190 nm-900 nm.

### 4. Monokromator

Monokromator pada SSA berfungsi untuk mengisolasi sinar yang diperlukan dengan panjang gelombang tertentu dari sinar yang dihasilkan oleh lampu katoda.

### 5. Amplifier

Amplifier (penguat sinyal) berfungsi sebagai penguat sinyal listrik yang dihasilkan oleh detektor.

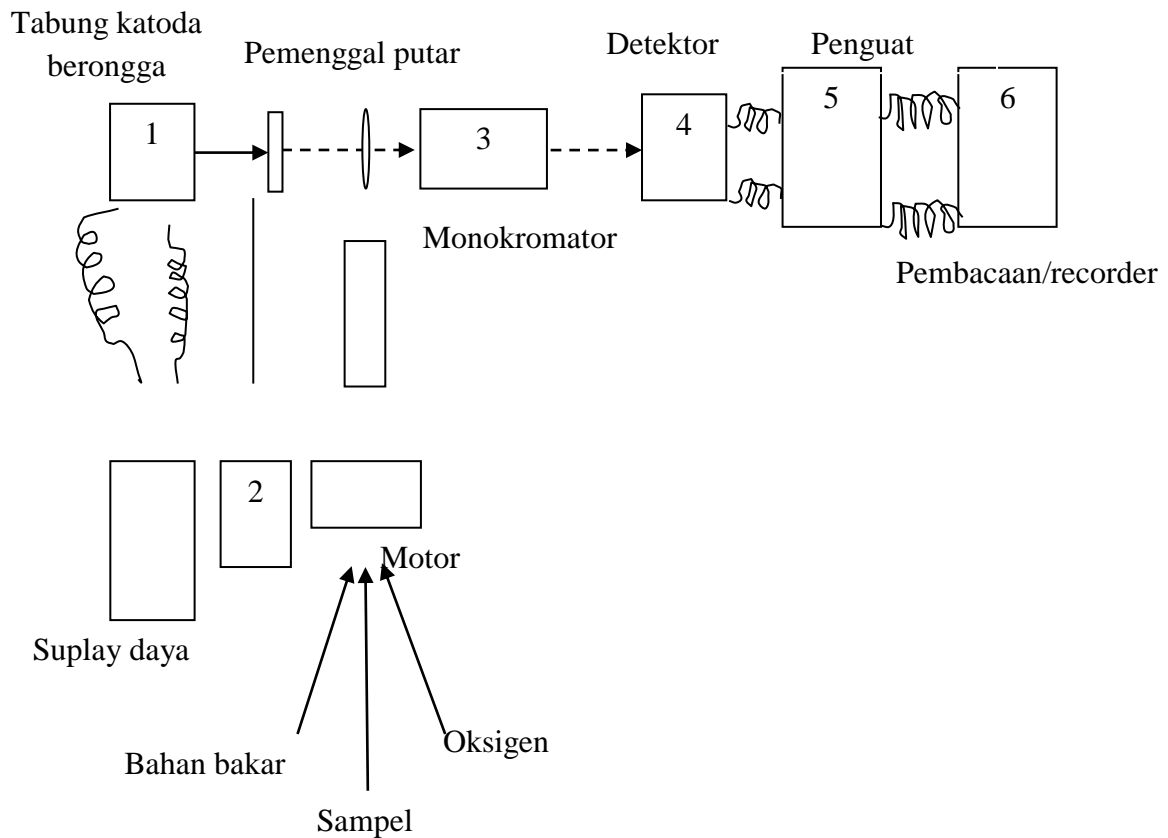
### 6. Detektor

Detektor berfungsi sebagai bentuk energi cahaya menjadi menjadi arus listrik.

### 7. Sistem Pembacaan (*recorder*)

Merupakan bagian yang menampilkan suatu angka atau gambar yang dapat dibaca (Sugiharto : 1992).

Skema alat spektrofotometer serapan atom.



Gambar 5. Skema Kerja Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) (Underwood and Day, 1986)

Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom-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:

1. Hukum Lambert : Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi.

2. Hukum Beer : Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

Pada analisis kuantitatif secara spektrofotometri serapan atom hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi dapat dinyatakan dengan persamaan Lambert-Beer dibawah ini :

$$A = \log (1/T) = \epsilon.b.c$$

A adalah absorbansi,  $\epsilon$  absorpsivitas molar dalam  $1 \text{ cm}^{-1} \text{ mol}^{-1}$ , b adalah tebal medium serapan (cm) dan c adalah konsentrasi atom (mol/liter).

Prinsip Dasar Analisis SSA adalah:

1. Atomisasi

Yaitu pengubahan bentuk unsur yang akan dianalisis dari bentuk ion menjadi atom bebas dalam keadaan dasar. Untuk memperoleh atom bebas dalam keadaan dasar, diperlukan energi yang cukup besar. Pada SSA energi tersebut diperoleh dari energi panas nyala api, yang dihasilkan oleh pembakaran campuran antara gas pembakar dengan oksidan, tergantung dari temperatur nyala yang dikehendaki. Sistem pengatoman dengan nyala api sering disebut dengan istilah “*Burner Nebulezer*” yang terdiri atas sistem pengabut (*nebulezer*) dan sistem pembakar (*burner*).

Dalam metode SSA, sebagaimana dalam metode spektrometri atomik yang lain, sampel harus diubah ke dalam bentuk uap atom. Proses pengubahan ini dikenal dengan istilah atomisasi, pada proses ini contoh diuapkan dan didekomposisi untuk membentuk atom dalam bentuk uap. Secara umum

pembentukan atom bebas dalam keadaan gas melalui tahapan-tahapan sebagai berikut :

- a. Penguapan pelarut, pada tahap ini pelarut akan teruapkan dan meninggalkan residu padat.
- b. Penguapan zat padat, zat padat ini terdisosiasi menjadi atom-atom penyusunnya yang mula-mula akan berada dalam keadaan dasar.
- c. Beberapa atom akan mengalami eksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi dan akan mencapai kondisi dimana atom-atom tersebut mampu memancarkan energi.

## 2. Interaksi antara bahan dengan materi

Interaksi antara bahan dengan radiasi yaitu bila sejumlah sinar radiasi dengan panjang gelombang tertentu yang berasal dari lampu katoda cekung dilewatkan melalui sistem yang mengandung populasi atom dari unsur-unsur yang berada pada tingkat energi dasar yang sama atau yang sesuai akan terjadi interaksi antara sinar dengan atom-atom. Transisi elektron dari suatu tingkat energi yang rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi hanya bisa terjadi apabila ada penyerapan sejumlah energi tertentu pada proses interaksi antara materi dengan berbagai energi. Keadaan pada tingkat energi yang lebih tinggi disebut atom berada pada keadaan tereksitasi, yang sifatnya tidak stabil dan akan kembali ke keadaan dasar (Sugiharto : 1992).

Pada analisis unsur menggunakan spektrofotometer serapan atom, keberadaan unsur-unsur lain bersama dengan analit di dalam sampel dapat menyebabkan terjadinya interferensi. Interferensi dimaksud menyebabkan



absorbansi dari analit yang ditentukan menjadi lebih besar atau lebih kecil daripada absorbansi yang seharusnya. Interferensi yang sering terjadi di dalam pengukuran absorbansi dengan spektrofotometer serapan atom antara lain interferensi spektral, interferensi matriks, interferensi ionisasi dan interferensi kimia (Manual Perkin Elmer, 1982). Interferensi spektra dapat terjadi apabila garis resonansi dari unsur-unsur dalam sampel yang akan dianalisis tumpang-tindih dengan garis resonansi dari analit. Adanya tumpang-tindih tersebut menyebabkan kadar analit yang diperoleh lebih tinggi dari sesungguhnya karena kontribusi unsur penginterferensi pada signal absorbansi atom analit. Penggunaan celah yang lebih sempit atau memilih panjang gelombang alternatif dapat mengatasi interferensi spektra atom analit. Interferensi matriks dapat menurunkan atau meningkatkan signal absorbansi unsur yang akan ditentukan. Interferensi dimaksud terjadi apabila sifat-sifat fisika (viskositas, tegangan permukaan) dari sampel berbeda dengan standar. Untuk mengatasi interferensi tersebut maka komposisi matriks dalam sampel dan standar harus dibuat semirip mungkin, atau dengan menggunakan metode adisi standar untuk analisis.

Adanya interferensi ionisasi terjadi jika suhu nyala dalam proses atomisasi terlalu tinggi sehingga memiliki cukup energi untuk menyebabkan ionisasi dari analit. Berkurangnya jumlah atom bebas dalam keadaan dasar akan menyebabkan berkurangnya serapan atomik. Penambahan unsur lain yang lebih mudah terionisasi seperti Na dan K ke dalam standar dan sampel dapat mengurangi interferensi yang dimaksud. Jenis interferensi pada spektrofotometri serapan atom yang paling dikenal adalah interferensi kimia. Menurut Slavin (1978)

interferensi kimia merupakan suatu permasalahan yang sering dijumpai pada penentuan berbagai unsur yang pengatomannya menggunakan nyala. Jika sampel yang dianalisis mengandung senyawa kimia yang sukar terdisosiasi oleh energi nyala menjadi atom-atom bebasnya (bersifat refraktori) atau dapat membentuk senyawa kimia yang bersifat refraktori dengan komponen-komponen yang ada di dalam sampel, maka jumlah atom analit yang dapat mengabsorpsi sinar akan lebih sedikit dari yang seharusnya.

Keuntungan Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) :

1. Mempunyai kepekaan yang tinggi dan batas limit deteksi yang rendah
2. Dari larutan yang sama, beberapa unsur yang berlainan dapat diukur.
3. Output data (Absorbansi) dapat dibaca langsung
4. Cukup ekonomis
5. Batas kadar yang dapat ditentukan adalah amat luas (ppm hingga %)
6. Sistemnya relatif mudah.

## **BAB 3**

### **METODE PENELITIAN**

Metode penelitian adalah suatu cara yang digunakan sebagai pedoman, gambaran atau petunjuk tentang pelaksanaan suatu penelitian, sehingga diperoleh hasil yang sistematis dan ilmiah.

#### **3.1 Lokasi Penelitian.**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang. Macam penelitian ini merupakan penelitian eksperimental dan Obyek dalam penelitian ini adalah kadar krom pada kondisi optimum dan kadar krom dalam limbah *elektroplating*.

#### **3.2 Variabel Penelitian**

##### **3.2.1. Variabel bebas**

Variabel bebas adalah variabel yang akan diteliti pengaruhnya terhadap variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini yaitu: pH optimum larutan dalam proses kopresipitasi, konsentrasi nikel optimum sebagai kopresipitat, konsentrasi dibutilditiokarbamat optimum, konsentrasi dari Cu (II) sebagai interferen.

##### **3.2.2. Variabel terikat**

Variabel terikat adalah variabel yang menjadi titik pusat penelitian. Variabel terikat pada penelitian ini yaitu konsentrasi krom (III) sebagai hasil analisis dengan spektrofotometer serapan atom pada kondisi optimal.

### 3.2.3. Variabel terkendali

Variabel terkendali adalah faktor-faktor lain yang dikendalikan agar tidak mempengaruhi hasil analisis krom(III) seperti suhu, cara kerja, alat dan kondisi analisis (kecepatan pengadukan, waktu SSA, panjang gelombang).

## 3.3 Bahan dan Alat

### 3.3.1. Bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini mempunyai kualitas analitik (*analytical reagent grade*). Bahan-bahan tersebut antara lain:

1.  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  96%, BM= 400,15 g/mol, buatan E-Merck
2. Dibutilamin  $\text{C}_8\text{H}_{19}\text{N}$  99%,  $\rho=0,76\text{gr}/\text{cm}^3$ , buatan E-Merck
3. Amonia  $\text{NH}_3$  25%, BM =17,9249gr/mol, buatan E-Merck
4.  $\text{CS}_2$  99%, BM =76,1392gr/mol,  $\rho=1,26\text{gr}/\text{cm}^3$ , buatan E-Merck
5.  $\text{HNO}_3$  65%, BM =63,9123gr/mol,  $\rho =1,39\text{gr}/\text{cm}^3$ , buatan E-Merck
6.  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  99%, BM = 292,6104gr/mol, buatan E-Merck
7.  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  99,5%, BM = 243,3944gr/mol, buatan E-Merck
8. Aseton  $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ , BM= 58,08gr/mol,  $\rho=0,79\text{ gr}/\text{cm}^3$ , buatan E-Merck
9. Akuabides
10. Etanol  $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ,  $\rho=0,789\text{ gr}/\text{cm}^3$ , buatan E-Merck

### 3.3.2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Spektrofotometer serapan atom (SSA) model *Analyst 100* buatan Perkin Elmer (dengan kepekaan sampai 1 ppm).

2. Timbangan elektrik (merk Voyager dengan ketelitian 0,1 mg)
3. pH-meter, merk TOA model HM-5B, TOA Electronic (ketelitian sampai 2 digit)
4. Penangas air
5. Alat-alat gelas (gelas kimia, labu takar, gelas ukur, pipet, corong, pengaduk).

### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1. Cara penyiapan pereaksi**

Bahan pereaksi yang relatif pekat disiapkan sebagai larutan induk, sedangkan bahan pereaksi yang encer disiapkan dengan mengencerkan larutan induk tersebut.

Bahan pereaksi tersebut adalah:

1. Larutan Cr(III) 1000 ppm, dibuat dengan melarutkan 3,8476 gram  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,  $M_r = 400,15$  g/mol dalam beberapa tetes  $\text{HNO}_3$  1%, kemudian diencerkan dengan akuadest hingga volume 500 mL.
2. Larutan Ni(II) 1000 ppm, dibuat dengan melarutkan 2,4919 gram  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $M_r = 290,82$  g/mol dalam beberapa tetes  $\text{HNO}_3$  1%, kemudian diencerkan dengan akuabidest hingga volume 500 mL.
3. Larutan Cu(II) 1000 ppm, dibuat dengan melarutkan 1,8617 gram  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,  $M_r = 243,3994$  g/mol dalam beberapa tetes  $\text{HNO}_3$  1%, kemudian diencerkan dengan akuabidest hingga volume 500 mL.

4. Larutan DBDTC 2% dibuat dengan melarutkan 2,0 gram DBDTC hasil sintesis,  $M_r = 73,14$  g/mol dalam 50 mL etanol, kemudian diencerkan dengan akuabides hingga volume 100 mL.

### **3.4.2. Sintesis ligan dibutilditiokarbamat**

Karbon disulfida sebanyak 4 mL dimasukkan kedalam gelas kimia 50 mL, kemudian ditambahkan 5 mL ammonia pekat dan diaduk selama beberapa menit dan selama pengadukan ditambahkan tetes demi tetes dibutilamin sebanyak 11 mL. Setelah penambahan dibutilamin selesai, pengadukan diteruskan hingga terbentuk kristal. Pengadukan dilakukan pada suhu kamar dan pada lemari asam.

Endapan yang terbentuk dipisahkan, kemudian endapan yang terbentuk diuji sifat fisika (kenampakan Kristal, titik leleh, kelarutan kristal) dan sifat kimianya (UV-Vis dan IR).

### **3.4.3. Optimasi pH larutan dalam proses kopresipitasi**

Diambil larutan Cr (III) 100 ppm sebanyak 100 mL, 50 mL larutan Ni (II) 50 ppm, dan 1 mL larutan DBDTC 2% pHnya diatur menjadi 7 dengan penambahan  $\text{NH}_3$  (1:1), diaduk selama 5 menit sampai terjadi pengendapan. Endapan yang terbentuk dicuci dengan 2 mL akuabides. Kemudian endapan dilarutkan dengan 2 mL  $\text{HNO}_3$  (1:1) sehingga endapan larut sebagian dan berwarna kecoklatan. Setelah beberapa saat ditambahkan 2 mL aseton untuk menyempurnakan pelarutan endapan dan larutan menjadi jernih. Setelah itu larutan diencerkan sampai volume 10 mL. Larutan tersebut kemudian diukur absorbansinya dengan SSA. Ulangi dengan mengatur pH 5, 6, 7, 8, 9, 10 dan 11.

#### **3.4.4 Optimasi konsentrasi nikel sebagai kopresipitat**

Diambil Cr (III) 100 ppm sebanyak 100 ml, 50 mL larutan Ni (II) 50 ppm, 1 mL larutan DBDTC 2 % dan pH optimal diaduk selama 5 menit sampai terjadi endapan. Endapan disaring dan dicuci dengan 2 mL akuabides. Endapan dilarutkan dengan 2 mL HNO<sub>3</sub> (1:1) sehingga endapan larut dan berubah warna menjadi kecoklatan. Setelah beberapa saat tambahkan 2 mL aseton untuk menyempurnakan pelarutan endapan dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan sampai volume 10 mL. Kemudian diukur absorbansinya dengan SSA. Ulangi dengan memvariasi larutan Ni (II) 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175 dan 200 mL.

#### **3.4.5 Optimasi konsentrasi DBDTC**

Ambil 100 mL larutan Cr (III) 100 ppm, konsentrasi larutan Ni (II) optimal, 1 mL larutan DBDTC 2 % dan pH optimal dari percobaan sebelumnya, diaduk selama 5 menit sampai terjadi endapan. Endapan disaring dan dicuci dengan 2 mL akuabides. Endapan dilarutkan dengan 2 mL HNO<sub>3</sub> (1:1) sehingga endapan larut sebagian dan berubah warna menjadi kecoklatan. Setelah beberapa saat tambahkan 2 mL aseton untuk menyempurnakan pelarutan endapan dan larutan menjadi jernih. Larutan yang diperoleh diencerkan sampai volume 10 mL. Ukur absorbansinya dengan SSA. Ulangi dengan memvariasi larutan DBDTC 2 % 1, 2, 3, 4, 5, 6 dan 7 mL.

#### **3.4.6. Kajian interferensi Cu(II)**

Diambil 100 mL larutan Cr (III) 100 ppm, konsentrasi Ni optimal, konsentrasi DBDTC 2 % optimal dan pH optimal yang telah diperoleh dari

percobaan sebelumnya, kemudian ditambah 0 mL Cu (II) 100 ppm, larutan yang diperoleh diaduk selama 5 menit sampai terjadi pengendapan. Endapan disaring dan dicuci dengan 2 mL akuabides. Endapan dilarutkan dengan 2 mL HNO<sub>3</sub> (1:1) sehingga endapan larut sebagian dan setelah beberapa saat ditambah 2 mL aseton untuk menyempurnakan pelarutan endapan dan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan akuabides sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA. Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi larutan Cu (II) 100 ppm sebanyak 1, 2, 3, dan 4 mL.

#### **3.4.7. Penentuan kadar Cr(III) yang terendapkan dalam kondisi optimum**

Diambil 100 mL larutan Cr (III) 100 ppm, volume Ni (II) optimal, konsentrasi DBDTC 2% optimal dan pH optimal. Kemudian larutan diaduk selama 5 menit sampai terbentuk endapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL akuabides. Kemudian endapan dilarutkan dengan 2 mL HNO<sub>3</sub> (1:1) sehingga endapan larut sebagian. Setelah beberapa saat, ditambahkan 2 mL aseton untuk menyempurnakan pelarutan pengendapan dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan menggunakan akuabides sampai volume 10 mL, kemudian diukur absorbansinya dengan SSA. Ulangi cara kerja di atas dengan memvariasi konsentrasi Cr(III) sebesar 200, 300 dan 400 ppm.

#### **3.4.8. Penentuan kadar Cr(III) yang terendapkan dalam limbah elektroplating**

Diambil 1 mL larutan yang berasal dari limbah elektroplating, volume Ni optimal, konsentrasi DBDTC 2% optimal, pH optimal dan ditambahkan larutan Cr(III) 100 ppm sebanyak 0, 2, 4, 6 mL. Kemudian larutan diaduk selama 5 menit sampai terbentuk endapan. Endapan kemudian disaring dan dicuci dengan 2 mL



akuabides. Kemudian endapan dilarutkan dengan 2 mL  $\text{HNO}_3$  (1:1) sehingga endapan larut sebagian. Setelah beberapa saat, ditambahkan 2 mL aseton untuk menyempurnakan pelarutan pengendapan dan larutan menjadi jernih. Larutan yang terjadi diencerkan dengan menggunakan akuabides sampai volume 10 mL, kemudian ukur absorbansinya dengan SSA.

### **3.5. Metode Analisis Data**

#### **3.5.1 Tahap I uji awal**

Pada tahap ini ditentukan faktor-faktor yang dapat mempengaruhi hasil analisis krom. Dilakukan uji pendahuluan terhadap beberapa faktor yang diduga berperan penting dalam menentukan hasil analisis. Uji pendahuluan berupa uji sifat fisik dan sifat kimia (spektrometer UV-Vis dan IR).

Fungsi dari uji sifat fisik menggunakan UV-Vis yaitu untuk mengetahui panjang gelombang dari senyawa dibutilditiokarbamat sedangkan penggunaan IR untuk mengetahui gugus fungsional yang terdapat pada senyawa dibutilditiokarbamat.

#### **3.5.2 Tahap II perlakuan**

Pada tahap ini dilakukan optimasi krom dengan memvariasi pH larutan dalam proses kopresipitasi, konsentrasi nikel sebagai kopresipitat, konsentrasi dibutilditiokarbamat, dan interferensi dari  $\text{Cu(II)}$ . Analisis terhadap hasil reaksi dikerjakan dengan metode spektrometri serapan atom. Setelah diketahui jumlah optimasi dari masing-masing analisis, selanjutnya melakukan penentuan kadar  $\text{Cr(III)}$  yang terendapkan pada kondisi optimum dan pada limbah elektroplating.

Sebelum dilakukan penentuan kadar Cr(III) terlebih dahulu dibuat kurva kalibrasi standar Cr(III) yaitu dengan membuat suatu larutan seri standar dengan berbagai konsentrasi. Kemudian grafik tersebut dijadikan acuan dalam setiap perlakuan dalam penelitian ini.

### **3.5.3 Tahap III analisis dan penarikan kesimpulan**

Dari hasil analisis dapat disimpulkan bagaimana pengaruh pH larutan dalam proses kopresipitasi, konsentrasi nikel sebagai kopresipitat, konsentrasi DBDTC 2%, dan interferensi dari Cu(II). Selain itu dapat diketahui besar kadar Cr(III) dalam limbah elektroplating yang terendapkan menggunakan metode uji temu balik atau *recovery*.

## BAB 4

### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Sintesis Ligan Dibutilditiokarbamat (DBDTC)

Ligan dibutilditiokarbamat diperoleh dengan mereaksikan karbon disulfida, ammonia, dan dibutilamin. Ligan ini mempunyai ciri-ciri berbentuk kristal yang berwarna putih kekuning-kuningan. Kristal yang telah diperoleh dari hasil sintesis disimpan di tempat yang gelap sehingga tidak mudah teroksidasi dan mengalami perubahan warna.



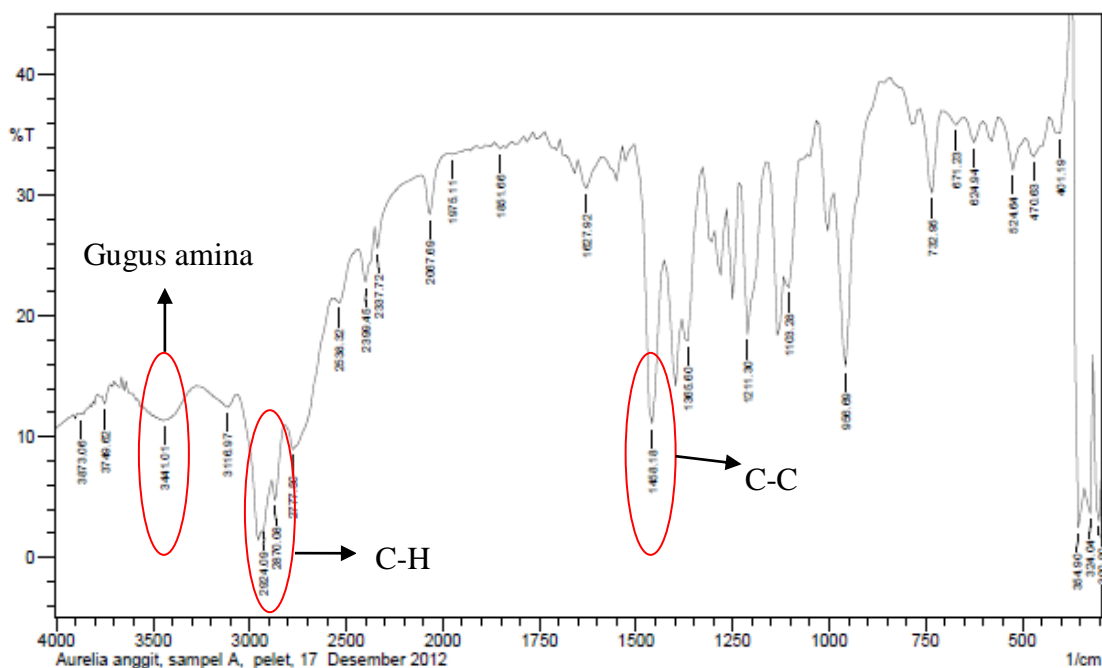
Gambar 6. Ligan Dibutilditiokarbamat

Tabel 1. Data pengamatan sifat fisik dan kimia ligan DBDTC

No.	Sifat	Hasil
1.	Titik leleh	47 <sup>0</sup> C
2.	Warna	Putih kekuningan
3.	Kelarutan dalam air	Sedikit larut
4.	Kelarutan dalam kloroform	Larut
5.	Kelarutan dalam metanol	Larut
6.	Kelarutan dalam etil asetat	Larut
7.	Kelarutan dalam etanol	Larut

Hasil sintesis ligan DBDTC yang diperoleh berupa kristal yang berwarna putih kekuningan seberat 12,265 gram dan mempunyai titik leleh antara 45-47<sup>0</sup>C. Titik leleh dari ligan yang diperoleh tidak jauh berbeda dengan titik leleh yang dimiliki dibutilditiokarbamat yang dikemukakan oleh Snell dan Effrey (1976) yaitu pada temperatur 47<sup>0</sup>C. Ligan dibutilditiokarbamat mempunyai titik leleh lebih rendah jika dibandingkan dengan dietilditiokarbamat (70-80<sup>0</sup>C) dan dipropil ditiokarbamat (60-65<sup>0</sup>C) hasil penelitian Wahyuni (2001). Titik leleh yang diperoleh diketahui melalui alat Thiele. Ligan DBDTC sedikit larut dalam air, tetapi larut sempurna dalam pelarut organik sehingga dapat disimpulkan bahwa ligan ini mempunyai sifat semi polar, hal ini sesuai dengan yang diungkapkan oleh Snell dan Effrey (1976) bahwa semakin panjang gugus alkil dalam ligan dialkil ditiokarbamat, maka kepolarannya akan semakin berkurang sehingga semakin mudah larut dalam pelarut organik.

Karakteristik lebih lanjut pada ligan DBDTC itu dilakukan dengan analisis menggunakan spektrofotometer infra merah dengan tujuan untuk mengetahui adanya gugus fungsional yang terdapat pada senyawa hasil sintesis yang merupakan ciri khusus yang dimiliki senyawa dibutilditiokarbamat. Hasil analisis menggunakan spektrofotometer infra merah (IR) menunjukkan spektrum yang khas. Absorpsi pada daerah infra merah dapat mengakibatkan perubahan energi vibrasi pada suatu ikatan. Adanya perubahan energi vibrasi ini akan ditunjukkan oleh spektrum yang tajam pada bilangan gelombang tertentu. Hasil pengamatan dengan spektrofotometer infra merah terhadap ligan DBDTC hasil sintesis disajikan pada Gambar 7.



Gambar 7. Spektrum infra merah hasil sintesis senyawa DBDTC

Adanya puncak-puncak pada bilangan gelombang tertentu akan memberikan gambaran gugus fungsional yang terdapat pada suatu senyawa. Puncak-puncak yang tajam pada bilangan gelombang tertentu merupakan gambaran gugus fungsional yang terdapat pada suatu senyawa. Gugus-gugus yang ditunjukkan antara lain:

#### 1. Gugus amina

Serapan yang terlihat dari gugus ini terletak di daerah  $3300\text{-}3030\text{ cm}^{-1}$  yang disebabkan oleh vibrasi N-H. Adanya gugus amina tersier dari senyawa dibutilditiokarbamat akan memperlihatkan serapan yang melebar pada  $3400\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$ . Pada spektra ini gugus amina atau ion ammonium ditunjukkan pada bilangan gelombang  $3441\text{ cm}^{-1}$  dengan spektrum yang melebar. Spektra ini tidak begitu terlihat jelas, karena ketika proses sintesis ligan dibutilditiokarbamat proses pengadukan kurang lama.

## 2. Ikatan C-H

Serapan kuat gugus alkana akan ditunjukkan pada daerah  $3000-2900\text{ cm}^{-1}$ . Adanya pita uluran C-H pada spektra ini ditunjukkan pada bilangan gelombang  $2924,09\text{ cm}^{-1}$  dan  $2870,08\text{ cm}^{-1}$  dengan spektrum yang tajam.

## 3. Ikatan C-C

Serapan dari gugus ini terletak pada daerah  $1450-1600\text{ cm}^{-1}$ . Adanya gugus C-C dari senyawa ligan dibutilditiokarbamat ini akan terlihat melebar pada spektra yang tajam dan spektra ini ditunjukkan pada bilangan gelombang  $1458,18\text{ cm}^{-1}$ .

## 4. Ikatan C=S

Serapan dari gugus ini terletak pada daerah  $1500-1200\text{ cm}^{-1}$ . Namun ikatan C=S lebih sulit diidentifikasi karena pada daerah ini serapan pita yang dihasilkan kurang kuat. Hal ini terjadi disebabkan oleh sifat ikatan pada gugus C=S yang kurang polar sehingga ikatannya cenderung lemah.

Hasil analisis spektra IR tersebut dapat memperlihatkan bahwa senyawa yang dihasilkan termasuk dalam golongan dibutilditiokarbamat (DBDTC) yang merupakan hasil sintesis antara dibutilamin, karbondisulfida dan amonia.

Setelah dianalisis dengan menggunakan spektrum infra merah. Ligan DBDTC diuji dengan menggunakan spektrum UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang maksimal dari ligan tersebut. Dari hasil pengujian spektrum UV-Vis diperoleh absorpsi maksimal terjadi pada panjang gelombang 311 nm.

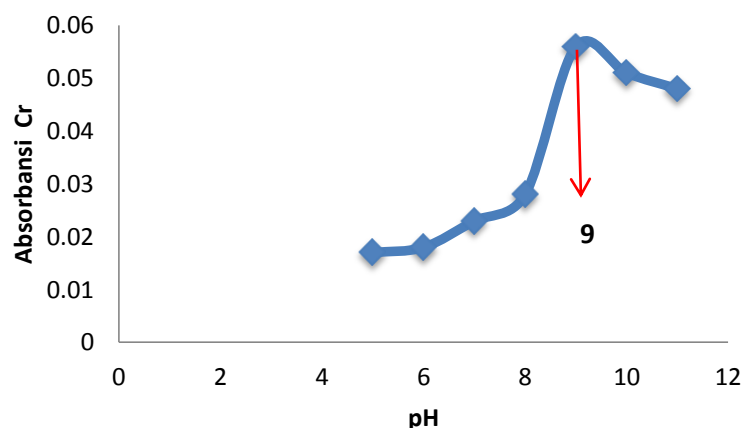
Absorpsi maksimum pada panjang gelombang 311 nm ini disebabkan karena adanya transisi elektron  $n \rightarrow \pi^*$  pada gugus kromofor atau gugus yang

mempunyai pasangan elektron bebas dan elektron  $\pi$ . Adanya gugus kromofor pada atom S yang berikatan rangkap dengan atom C dan atom N yang berikatan rangkap dengan dibutil menyebabkan pasangan elektron bebas yang dimiliki atom S dapat berkonjugasi ke atom lain yang mempunyai orbital  $\pi$ .

Pengukuran panjang gelombang maksimal untuk menentukan analisis selanjutnya. Panjang gelombang yang digunakan dalam suatu analisis dipilih sedemikian rupa sehingga zat-zat yang dianalisis akan mengabsorpsi radiasi pada panjang gelombang tersebut, dan diusahakan tidak dipengaruhi oleh adanya zat-zat pengganggu. Penentuan panjang gelombang yang digunakan dipilih berdasarkan warna komplementer dari senyawa yang terbentuk sehingga senyawa yang dianalisis dapat mengabsorpsi sinar atau radiasi secara maksimal.

## **4.2 Optimasi pH Larutan Dalam Proses Kopresipitasi**

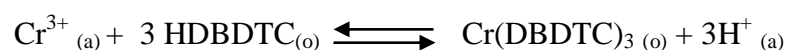
Tujuan dari optimasi pH adalah untuk mengetahui pada pH berapa kompleks Cr(III) dengan Ni(DBDTC)<sub>2</sub> terbentuk secara maksimal dan berada pada kondisi stabil. Variasi pH yang dilakukan dalam penelitian ini adalah dari pH 5 sampai pH 11. Hasil pengamatan pengaruh pH disajikan dalam Gambar 8.



Gambar 8. Kurva hasil optimasi pH larutan dalam proses kopresipitasi

Berdasarkan pada Gambar 8, dapat terlihat bahwa dari pH 5 hingga pH 9, absorbansi mengalami kenaikan sedangkan pada pH 10 hingga pH 11 absorbansinya mengalami penurunan. Dalam hal ini dapat disimpulkan bahwa pH optimum untuk pembentukan kompleks Cr(III) dengan ligan Ni(DBDTC)<sub>2</sub> diperoleh pada pH 9, dimana pada pH tersebut reaksi antara ion logam dengan fraksi ion ekstraktan berlangsung secara optimal.

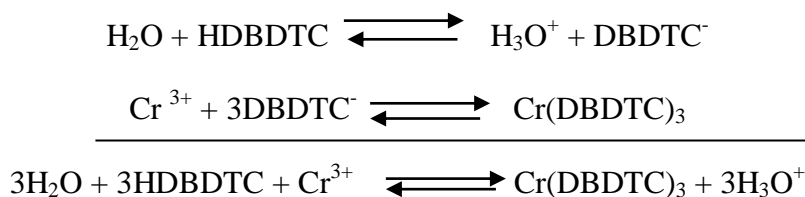
Menurut Laitinen (1975) menyatakan bahwa fraksi ion pengompleks merupakan fungsi pH. Berdasarkan hal tersebut, maka pada pH 9 kompleks Cr dengan ligan DBDTC berada pada keadaan paling stabil, serta fraksi DBDTC yang bereaksi dengan ion logam pada konsentrasi yang optimal. Hal ini sesuai dengan persamaan reaksi berikut :





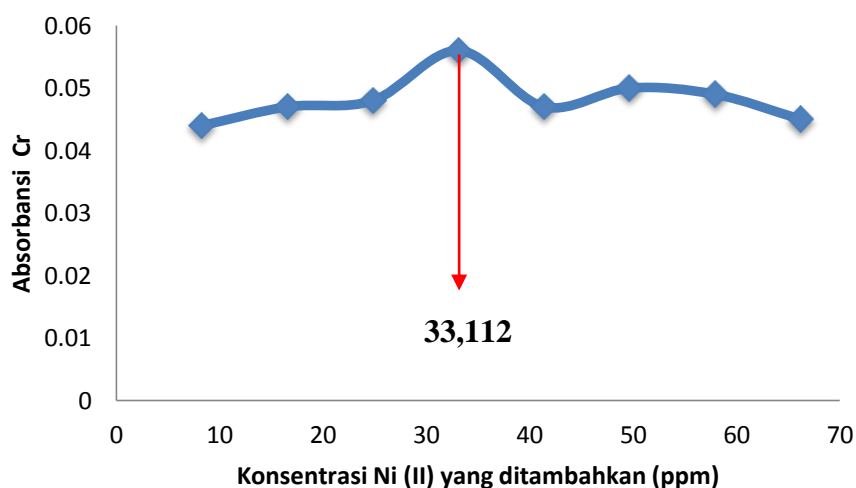
Aktivitas ligan dalam larutan dipengaruhi oleh pH yang menggambarkan banyak sedikitnya  $H^+$  dalam larutan tersebut. Apabila dalam sistem kesetimbangan tersebut konsentrasi  $H^+$  diturunkan (pH diperbesar), maka akan terjadi pergeseran ke kanan. Hal ini berarti apabila ion  $Cr^{3+}$  berikatan dengan ligan DBDTC dalam fasa organik, maka konsentrasi yang terendapkan (kompleks  $Cr(DBDTC)_3$ ) akan bertambah besar sebagai akibat terjadinya pergeseran kesetimbangan tersebut.

Dengan demikian kemungkinan pada pH lebih dari 9 terjadi kompetisi antara ion hidroksida ( $OH^-$ ) dengan ion DBDTC. Ion hidroksida ( $OH^-$ ) berasal dari basa yang ditambahkan, ion hidroksida ini kemudian juga ikut bereaksi dengan  $Cr(III)$  membentuk senyawa  $Cr(OH)_3$ , sehingga  $Cr^{3+}$  yang bereaksi dengan DBDTC berkurang. Oleh karena itu, absorbansi yang diperoleh mengalami penurunan karena berkurangnya kompleks  $Cr(DBDTC)_3$ . Hal ini seperti yang telah diungkapkan oleh Ritcey dan Ashbook (dalam Widiarti, 2001) pada pH tingkat tertentu logam akan membentuk hidroksida logam yang akan mempengaruhi reaksi. Oleh karena itu untuk mendapatkan kompleks yang optimum selanjutnya digunakan pH 9 sebagai pH optimum, sebagaimana ditunjukkan pada reaksi berikut :



### 4.3 Optimasi Konsentrasi Nikel Sebagai Kopresipitat

Tujuan optimasi konsentrasi nikel adalah untuk menentukan banyaknya nikel yang dapat mengendapkan krom secara maksimal melalui proses kopresipitasi dengan menggunakan nikel dibutilditiokarbamat. Volume nikel yang ditambahkan mulai dari volume 25 mL hingga volume 200 mL dengan konsentrasi 50 ppm. Hasil pengamatan optimasi nikel dapat dilihat selengkapnya pada Gambar 9.



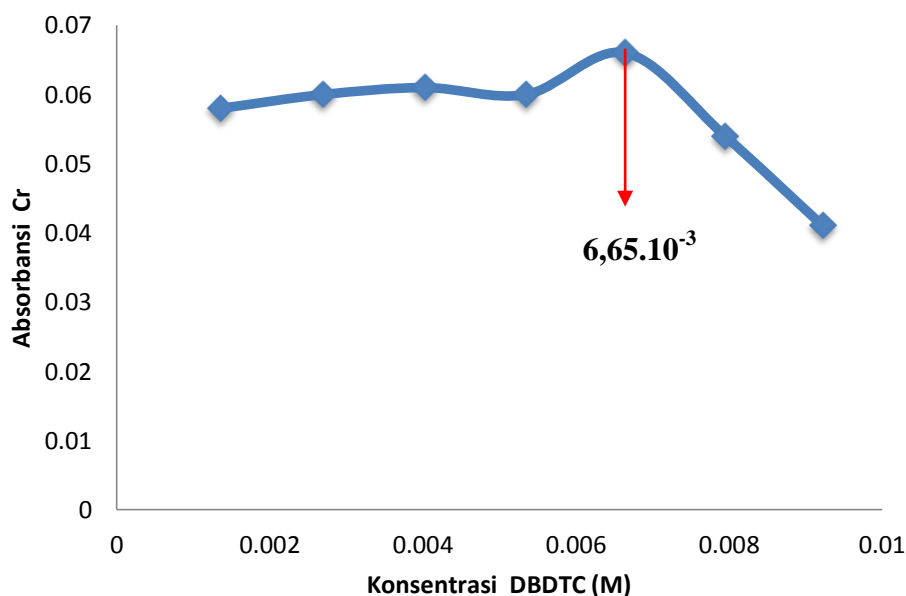
Gambar 9. Kurva hasil optimasi konsentrasi nikel sebagai kopresipitat

Berdasarkan kurva pada Gambar 7 dapat diketahui bahwa semakin banyak konsentrasi nikel (II) yang ditambahkan akan menghasilkan absorbansi yang semakin besar. Hal ini dikarenakan semakin banyak jumlah Ni(II) dalam larutan maka akan semakin banyak pula Cr(III) yang ikut terperangkap dalam NiDBDTC dan mengendap. Pada penambahan lebih dari 100 mL atau lebih dari 33,112 ppm, absorbansi yang diperoleh mengalami penurunan, hal ini disebabkan karena pada penambahan Ni yang berlebih maka Ni(DBDTC)<sub>2</sub> yang terbentuk juga berlebih,

hal ini mengakibatkan Cr(III) yang terkopresipitasi menjadi berkurang sehingga absorbansi Cr(III) yang diperoleh semakin kecil. Sehingga penambahan konsentrasi nikel yang digunakan untuk analisis selanjutnya sebesar 33,112 ppm.

#### 4.4 Optimasi Konsentrasi DBDTC 2%

Tujuan dari optimasi konsentrasi ligan DBDTC 2% adalah untuk mengetahui berapa konsentrasi ligan yang diperlukan untuk mengendapkan Cr(III) seluruhnya melalui proses kopresipitasi dengan nikel dibutilditiokarbamat. Oleh sebab itu dicoba dilakukan optimasi konsentrasi ligan DBDTC 2% dengan variasi volume dari 1 mL sampai volume 7 mL. Hasil dari pengamatan pengaruh volume ligan DBDTC 2% terhadap harga absorbansi krom dapat dilihat pada Gambar 10.



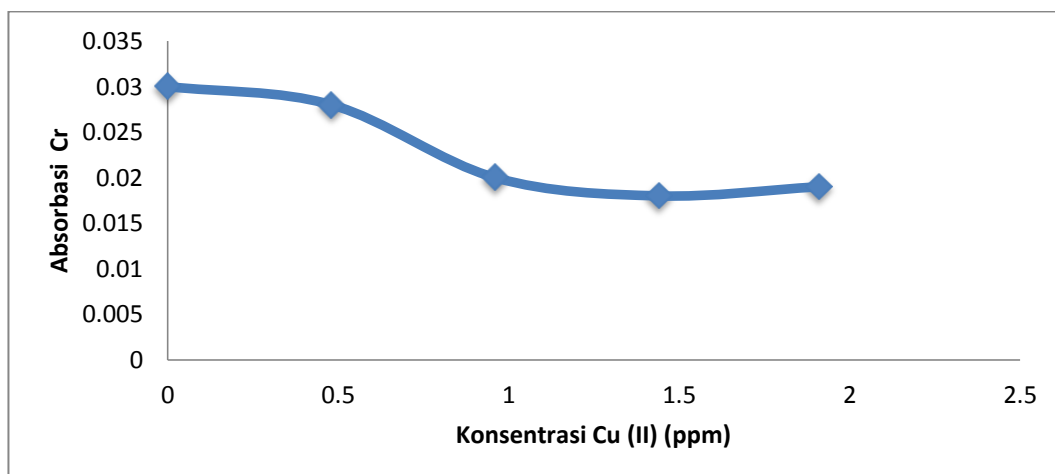
Gambar 10. Kurva hasil optimasi jumlah ligan DBDTC

Berdasar pada Gambar 10 dapat dilihat bahwa semakin besar konsentrasi ligan dibutilditiokarbamat yang ditambahkan akan menghasilkan kompleks Cr(III)-DBDTC yang semakin besar pula. Hal ini terlihat dari absorbansi yang semakin besar dan mencapai keadaan optimum dengan konsentrasi  $6,65 \cdot 10^{-3}$  M, kemudian untuk penambahan berikutnya absorbansi mengalami sedikit penurunan. Hal ini dapat disebabkan oleh beberapa hal yaitu endapan Cr-Ni(DBDTC)<sub>2</sub> yang terbentuk terlarut kembali, sedangkan endapan yang terbentuk adalah Ni(DBDTC) sehingga Cr (III) tidak terkompleks dan ikut terendapkan sehingga absorbansi Cr(III) menurun setelah penambahan DBDTC sebesar 5 mL atau  $6,65 \cdot 10^{-3}$  M.

#### **4.5 Kajian Interferensi Cu (II)**

Tujuan dari kajian interferensi Cu(II) terhadap penentuan Cr(III) adalah untuk mengetahui adanya pengaruh keberadaan ion Cu(II) yang akan mengganggu terhadap absorbansi krom (III).

Kajian interferensi ini dilakukan dengan menambahkan larutan Cu(II) dengan konsentrasi awal sebesar 100 ppm sebanyak 1,2,3,4,5 dan 6 mL pada setiap keadaan optimum yang telah diperoleh dari langkah sebelumnya. Ion ini dipilih karena senyawa ini juga terkandung dalam limbah elektroplating yang akan diuji pada tahap selanjutnya. Hasil pengamatan dari hasil interferensi Cu(II) ini dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. Kurva hubungan penambahan Cu(II) terhadap absorbansi Cr(III)

Gambar 11 menunjukkan bahwa penambahan ion Cu(II) akan mengganggu absorbansi Cr(III). Hal ini dikarenakan logam Cu(II) juga bereaksi dengan ligan DBDTC dan membentuk  $\text{Cu}(\text{DBDTC})_2$ . Dari kurva diatas dapat disimpulkan bahwa keberadaan logam Cu(II) menyebabkan interferensi terhadap Cr(III), yang menyebabkan penurunan absorbansi pada Cr.

Interferensi mulai terjadi ketika penambahan logam Cu(II) sebesar 2 mL atau 0,48 ppm atau perbandingan konsentrasi Cu(II) dengan Cr(III) sebesar 0,48:100. Sedangkan interferensi Cu pada larutan limbah *electroplating* diperoleh hasil yang hampir sama dengan interferensi Cu pada larutan optimasi krom yaitu dengan perbandingan konsentrasi sebesar 0,48:100.

#### **4.6 Penentuan kadar krom (III) yang terendapkan pada kondisi optimum**

Setelah semua hasil dari optimasi didapatkan, maka dilakukan penentuan kadar krom pada kondisi optimum dengan tujuan untuk mengetahui kadar krom yang terendapkan pada larutan dengan metode kopresipitasi menggunakan nikel

dibutilditiokarbamat. Dengan perlakuan yang sama pada proses optimasi, dilakukan variasi konsentrasi larutan krom yaitu 100, 200, 300 dan 400 ppm. Hasil pengamatan dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil absorbansi penentuan kandungan Cr(III) yang terendapkan dalam kondisi optimum

No	Cr(III) terhitung (ppm)	Cr (III) terdeteksi (ppm)	Absorbansi		Rata-Rata
			Cr (III)	% Recovery	
1.	10	10,869	0,024	108,69 %	
2.	20	13,478	0,030	67,39 %	
3.	30	17,826	0,040	59,42 %	72,67%
4.	40	22,608	0,051	55,2 %	

Dari Tabel 5 dapat disimpulkan bahwa semakin banyak konsentrasi Cr(III) yang ditambahkan maka semakin banyak pula Cr (III) yang mengendap. Hasil perhitungan menunjukkan rata-rata presentase krom yang terendapkan sebesar 72,67%. Hal ini dikarenakan krom (III) bereaksi dan mengendap secara sempurna, sehingga didapatkan presentase yang cukup besar pada krom (III) yang terendapkan. Selain itu pada tabel juga dapat dilihat bahwa semakin besar konsentrasi Cr(III) maka semakin kecil prosentase Cr (III) yang terendapkan.

Ini disebabkan karena terjadi pergeseran reaksi kesetimbangan antara ion Cr dengan ligan Ni(DBDTC)<sub>2</sub>. Dan dari tabel di atas juga dapat disimpulkan bahwa Cr (III) yang terkopresipitasi mengendap secara sempurna adalah pada konsentrasi awal 100 ppm. Hal ini dikarenakan konsentrasi yang diperoleh antara Cr yang terhitung dan terdeteksi mempunyai nilai yang hampir sama.

#### 4.7 Aplikasi pada limbah *electroplating*

Setelah proses optimasi dilakukan, selanjutnya metode tersebut digunakan untuk menentukan kadar Cr(III) pada limbah *electroplating*. Sampel limbah elektroplating diperoleh dari PT. Luxindo Nusantara. Sampel yang diambil 1 mL sebanyak 4 buah dan ditambahkan Cr(III) masing-masing sebanyak 0, 2, 4, dan 6 mL. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan Cr(III) yang terkandung didalam limbah, yang sebelumnya pada kandungan limbahnya belum diketahui berapa kadar dari Cr(III). Setelah itu, masing-masing juga ditambahkan Ni(II) 100 ppm dan ligan DBDTC pada kondisi optimum yaitu pada penambahan 100 mL dan diatur pada kondisi pH 9. Kemudian sampel diaduk pada 5 menit dan disaring untuk memperoleh endapan. Endapan yang telah diperoleh kemudian dicuci dengan akuabides, setelah dicuci, endapan kemudian ditambah 2 mL HNO<sub>3</sub> untuk melarutkan sebagian endapan. Endapan yang diberi HNO<sub>3</sub> berubah menjadi kecoklatan. Dan setelah beberapa saat tambahkan juga 2 mL aseton agar endapan larut sempurna. Setelah endapan larut sempurna, larutan yang telah diperoleh kemudian diuji menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. Setelah semua proses dilakukan, maka mulai dilakukan perhitungan berdasarkan pada kurva kalibrasi yang telah diperoleh. Data hasil perhitungan dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Data hasil uji limbah *electroplating* dengan metode kopresipitasi

Sampel limbah (mL)	Lar. Cr(III) 100 ppm yang ditambahkan (mL)	Absorbansi	Cr(III) teoritis (ppm)	Cr dalam limbah yang ditemukan (ppm)	% <i>Recovery</i>	% Rata-rata
1	0	0,033	14,782	-	-	
1	2	0,028	14,982	12,608	84,15%	99,12%
1	4	0,032	15,182	14,348	94,50%	
1	6	0,041	15,382	18,261	118,71%	

Dari Kurva kalibrasi, diperoleh persamaan  $y = 0,023x - 0,001$ . Kurva kalibrasi juga dapat digunakan untuk mengetahui apakah hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi larutan standar linier atau tidak. Berdasarkan perhitungan *recovery* dapat dikatakan bahwa hasil yang diperoleh sudah baik karena % *recovery* berada diantara 80 – 120 %. Pada perhitungan *recovery* didapatkan persentase berturut-turut sebesar 84,15%, 94,50% dan 118,71 % atau rata-rata presentase *recovery* sebesar 99,12%. Konsentrasi Cr yang ditemukan pada sampel limbah elektroplating cukup besar yaitu 14,782 ppm.



## **BAB 5**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Simpulan**

Berdasarkan hasil penelitian dapat diambil kesimpulan bahwa:

1. Kopresipitasi Cr(III) dengan Nikel Dibutilditiokarbamat mencapai kondisi optimasi pada pH 9 dengan konsentrasi Nikel sebagai kopresipitat sebesar 33,112 ppm dan konsentrasi ligan DBDTC sebesar  $6,65 \cdot 10^{-3}$  M.
2. Keberadaan ion Cu(II) berpengaruh terhadap hasil analisis krom melalui proses kopresipitasi dengan Ni(DBDTC)<sub>2</sub> apabila konsentrasi ion Cu(II) dalam sampel mencapai 0,48 ppm atau lebih atau dengan perbandingan konsentrasi Cr (III) dan Cu (II) dalam larutan sebesar 100:0,48. Perbandingan konsentrasi Cu pada limbah *electroplating* sebesar 100:0,48.
3. Pada analisis Cr(III) dalam sampel limbah elektroplating melalui proses kopresipitasi diperoleh rata-rata % recovery sebesar 99,12%, serta dalam sampel limbah *electroplating* mengandung Cr(III) sebesar 14,782 ppm.

## 5.2 Saran

Saran yang dapat disampaikan berdasarkan hasil penelitian di atas adalah :

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai proses kopresipitasi menggunakan ligan dibutilditokarbamat dengan logam lain.
2. Perlu dilakukan kajian lanjut mengenai logam-logam yang menginterferensi logam krom (III) dalam proses kopresipitasi menggunakan ligan dibutilditokarbamat.
3. Perlu dilakukan penelitian lain mengenai proses kopresipitasi menggunakan ligan lain untuk menganalisis logam krom (III).

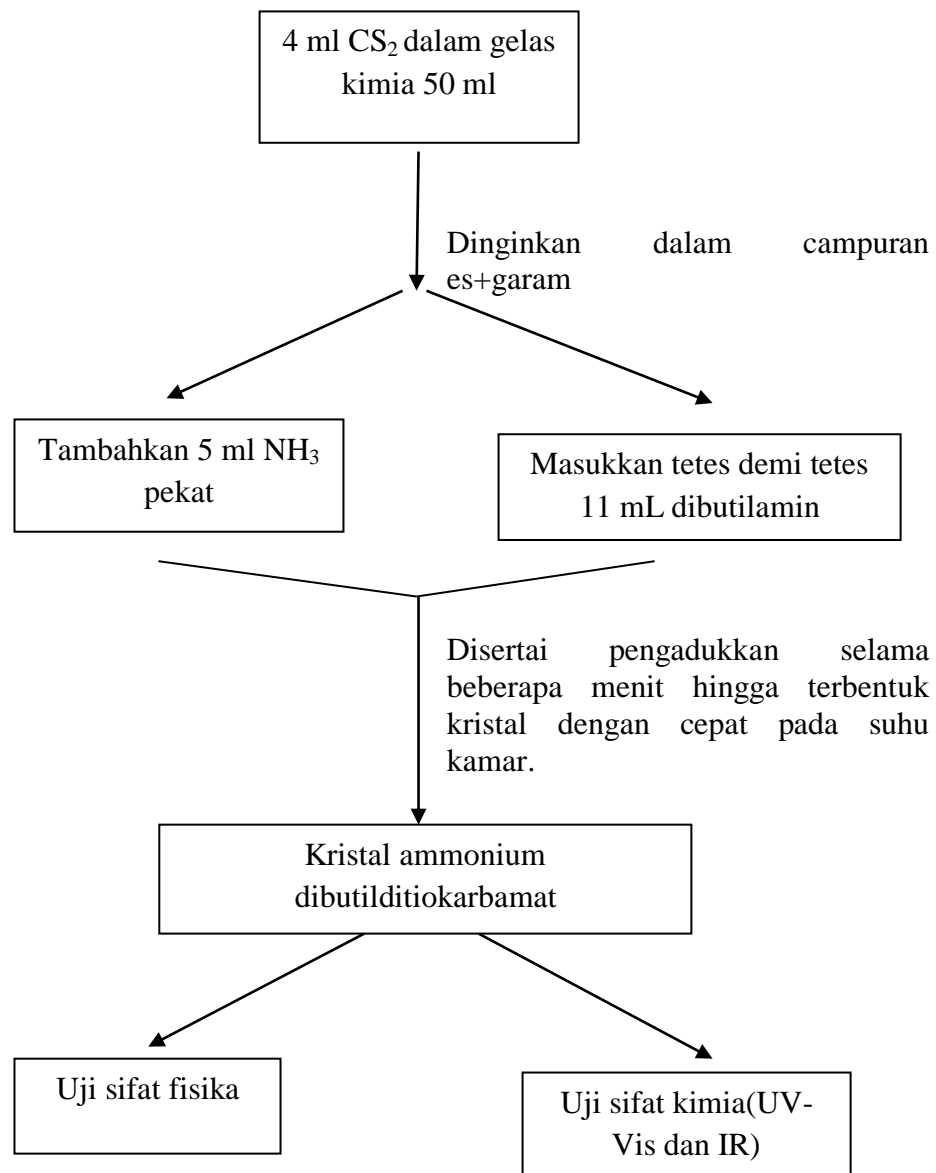
## DAFTAR PUSTAKA

- Amirah Faizah Abdul Muthalib, Ibrahim Baba, Yang Farina, Mohd Wahid Samsudin. 2011. Synthesis and Characterization of Diphenylthio (IV) Dithiocarbamate Compounds. *The Malaysian Journal of Analytical Sciences*, Vol 15 No. 1 : 106-112
- Biurrun, M.C.Y., Barrera, A.B., Barrera, M.P.B., dan Alonso, M.C.B., 1995, Determination of Trace Metals in Natural Waters by Flame Atomic Absorption Spectrometry Following On-line Ion-exchange Preconcentration, *Analytical Chemistry Acta*, 303, 341-345.
- Gangwar, Deepali K.K. 2010. Metals Concentration In Textile And Tannery Effluents, Associated Soil And Ground Water. *New York Science Journal*.
- Haryani, S. dan Prima AH., 2002. *Sintesa dan Karakteristik dietilditiokarbamat dan Aplikasinya pada ekstraksi Cd(II) dalam Pelarut Kloroform*, Penelitian Dosen. Semarang: FMIPA UNNES.
- Hasanah, Y.U., 2006. *Ekstraksi Ion Fe(III) dengan ekstrak Amonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dalam pelarut Metil Iso Butil Keton (MIBK)*, Tugas Akhir II. Semarang: FMIPA UNNES.
- Hendayana, S., 1994, *Kimia Analitik Instrumen*, Semarang: IKIP Semarang Press.
- Hermawanti, G.R. 2009. *Analisis Tembaga Melalui Proses Kopersipitasi Menggunakan Nikel Dithiokarbamat Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Tugas Akhir II. Semarang : FMIPA UNNES.
- Hirotsu dan Joichi. 2000. Electrothermal Atomic Absorption Spectrometric Determination of Cadmium After Coprecipitation With Nickel Diethyldithiocarbamate, *Analysis Sciences*, Vol 16
- Indah Raya, Ibrahim Baba & Bohari M. Yamin. 2006. New Mixed Ligands Complexes of Samarium (III) With Dithiocarbamate and 1,10 Phenantroline. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, Vol 10, No 1: 93-98
- Kenneth H. Coale. 1991. Effects of iron, Manganese, Copper, and Zinc Enrichments On Productivity and Biomass In the Subarctic Pacific. *Limnol. Oceanogr.*, 36(S), 1851-1864 © 1991, by *The American Society of Limnology and Oceanography, Inc*

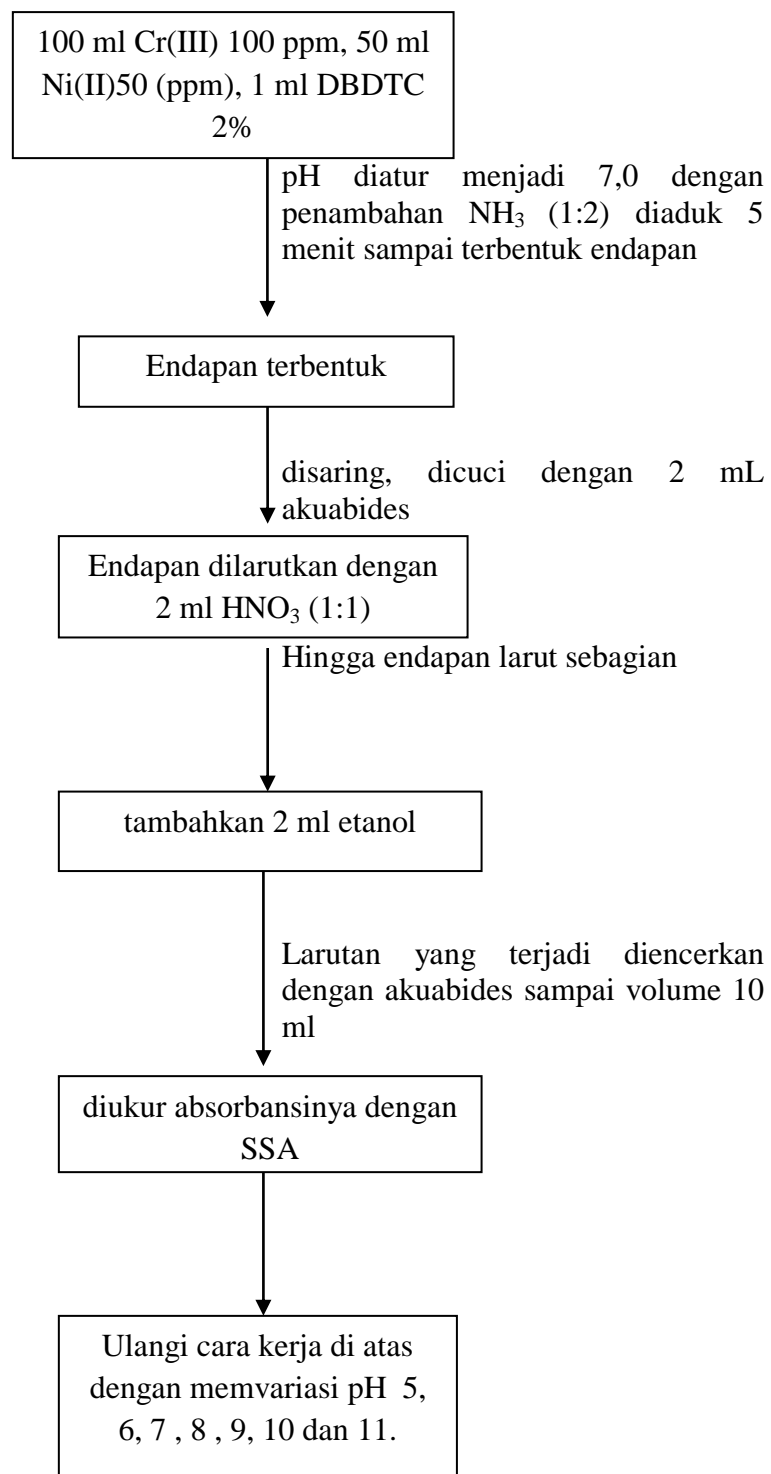
- L.Alexandrova.,T.Nedialkova.,I.Nishkov. 1993. Coprecipitation Flotation Removal of Heavy Metal Ions.Central Laboratory of Mineral Processing, Bulgarian Academy of Sei., James Bouchier Str.1,1126 Sofia, (Bulgaria)  
*TURKIYE X III. Madencilik Kongresi*
- Maharani.,Siska.Ningrum.2010. *Penetapan Kadar Kobalt Dalam Mineral Laterit Dengan Proses Kopresipitasi Menggunakan Nikel Dietilditiokarbamat Secara Spektrofotometri Serapan Atom.*Tugas Akhir II. Semarang: FMIPA UNNES
- Manual Perkin Elmer. 1982. *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy*
- Pecsok, R.L., Shields, L.D., Cairns, T., dan McWilliam, I.G., 1976, *Modern Methods of Chemical Analysis*, 2nd ed., New York: John Wiley and Sons.
- Prasetya, A.T., dan Wardani, S., 2007, *Analisis Kadmium Melalui Proses Kopresipitasi Menggunakan Nikel Dibutilditiokarbamat Secara Spektrofotometri Serapan Atom*, Penelitian Dosen Muda, Semarang: Jurusan Kimia, FMIPA, UNNES.
- Slavin, M., 1978, “*Atomic Absorption Spectrometry*”, John Wiley and Sons, New York.
- Siddiq,S Khwaja, Shahab A.A Nami, Lutfullah dan Yonas Chebude.2006. Template Synthesis of Symmetrical Metal Dithiocarbamates. *J.Braz, Chem.Soc, Vol.17 No. 1, 107-112*
- Snell,F.D & Effrey,C.S.1976. *Encyclopedia of Industrial Chemical Analyst 2ed. Vol 11.* New York : John Wiley and Sons
- Soylaka,M., Sibel Saracoglub, Umit Divriklic, Latif Elic.2005. Coprecipitation of heavy metals with erbrium hydroxide for their flame atomic absorbtion spectronic determinations environmental samples.*Erciyes Universitesi, Fen-Edibiyat Fakultesi,Turkey.Talanta 661098-1102*
- Sugiharto, E., 1992, *Atomic Absorbtion Spectrometry*, Yogyakarta: Kursus Singkat Analisa Pangan dan gizi UGM.
- Stary,J.dan Irving,H.,1964.*The Solvent Extraction of Metal Chelats.*New York : Pergamon Press
- Underwood,Al dan Day,Ir.,2002. *Analisis Kimia Kuantitatif.*Edisi 6, Jakarta : Erlangga

Wahyuni, S., 2001, *Sintesis dan Karakterisasi Ligan Dibutilditiokarbamat dan Aplikasinya pada Ekstraksi Logam Cadmium*, Skripsi, Semarang: Kimia, FMIPA, UNNES.

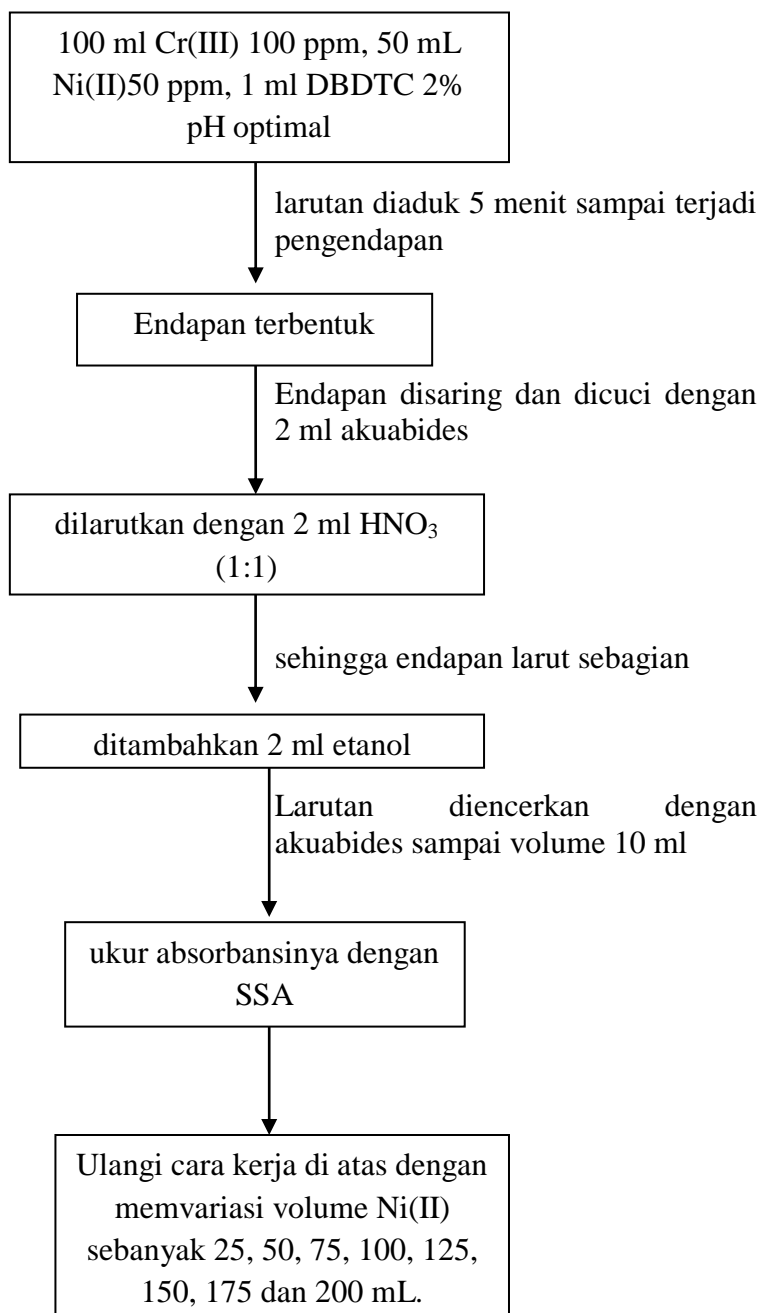
Widiarti, N., 2001. *Sintesis dan Karakterisasi Ligan Dibutylkarbamat dan Aplikasinya Pada Ekstraksi Tembaga (II)*. Skripsi. Semarang : Kimia, FMIPA UNNES

**Lampiran 1. Skema kerja Sintesis amonium dibutilditiokarbamat**

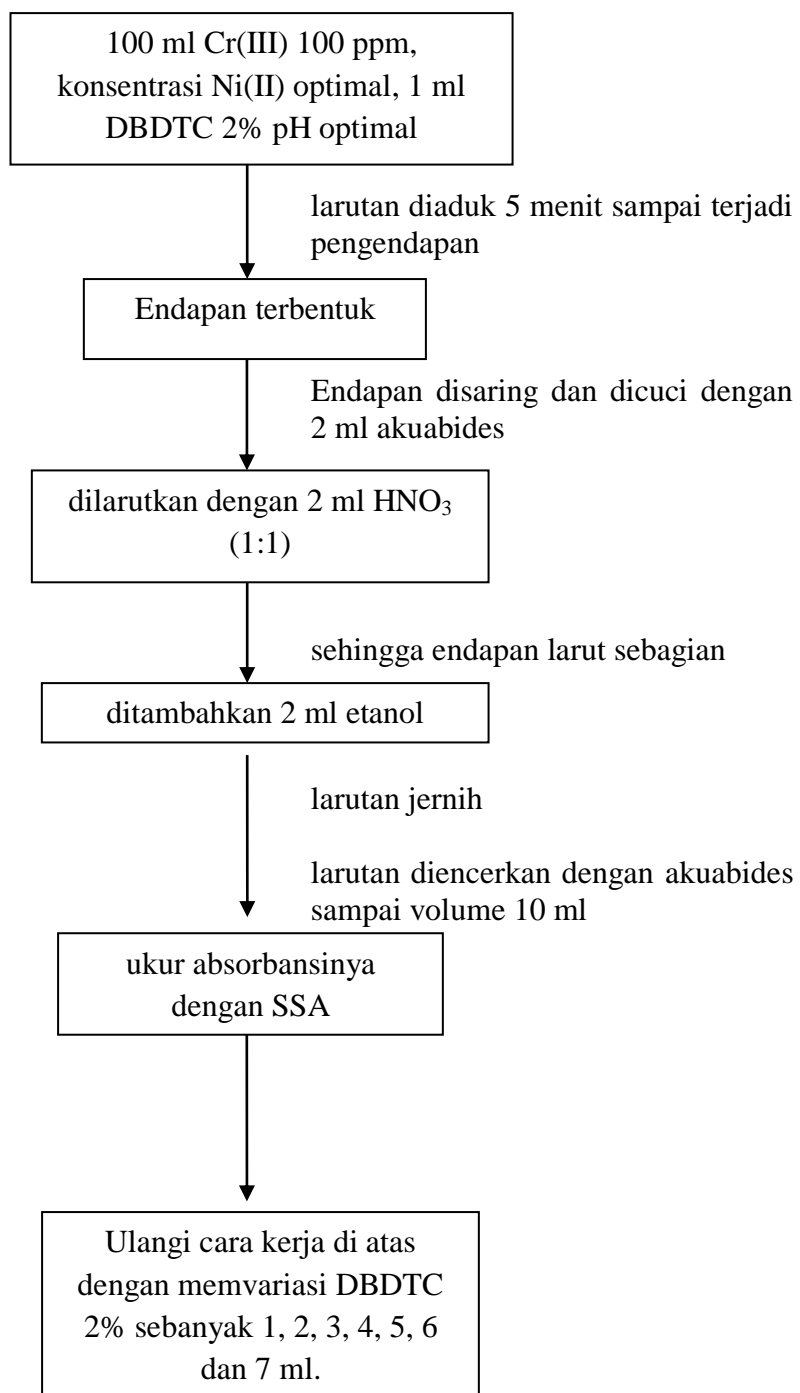
## Lampiran 2. Skema kerja Optimasi pH Larutan dalam Proses Kopresipitasi

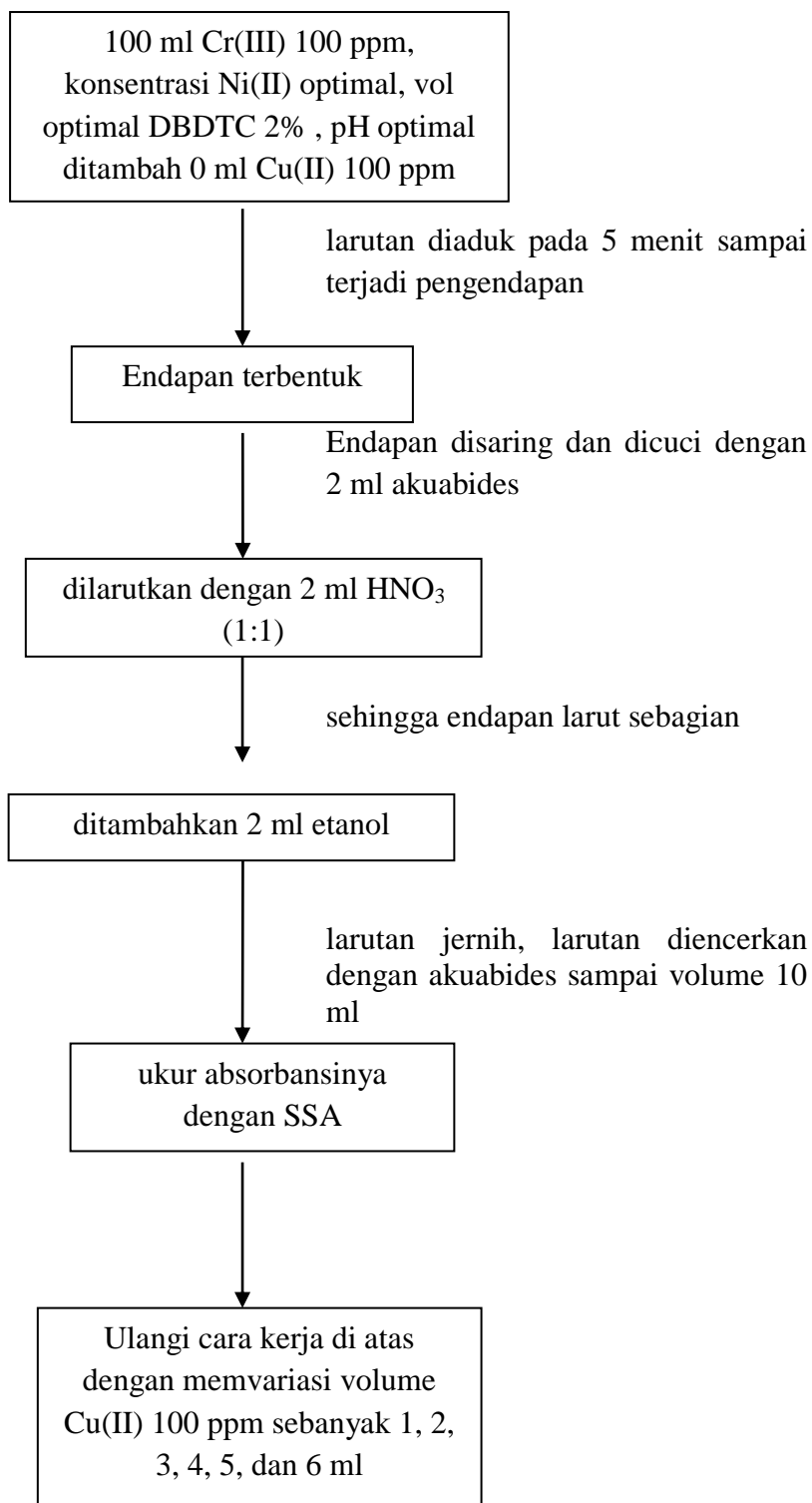


### Lampiran 3. Skema kerja Optimasi konsentrasi nikel sebagai kopresipitat.

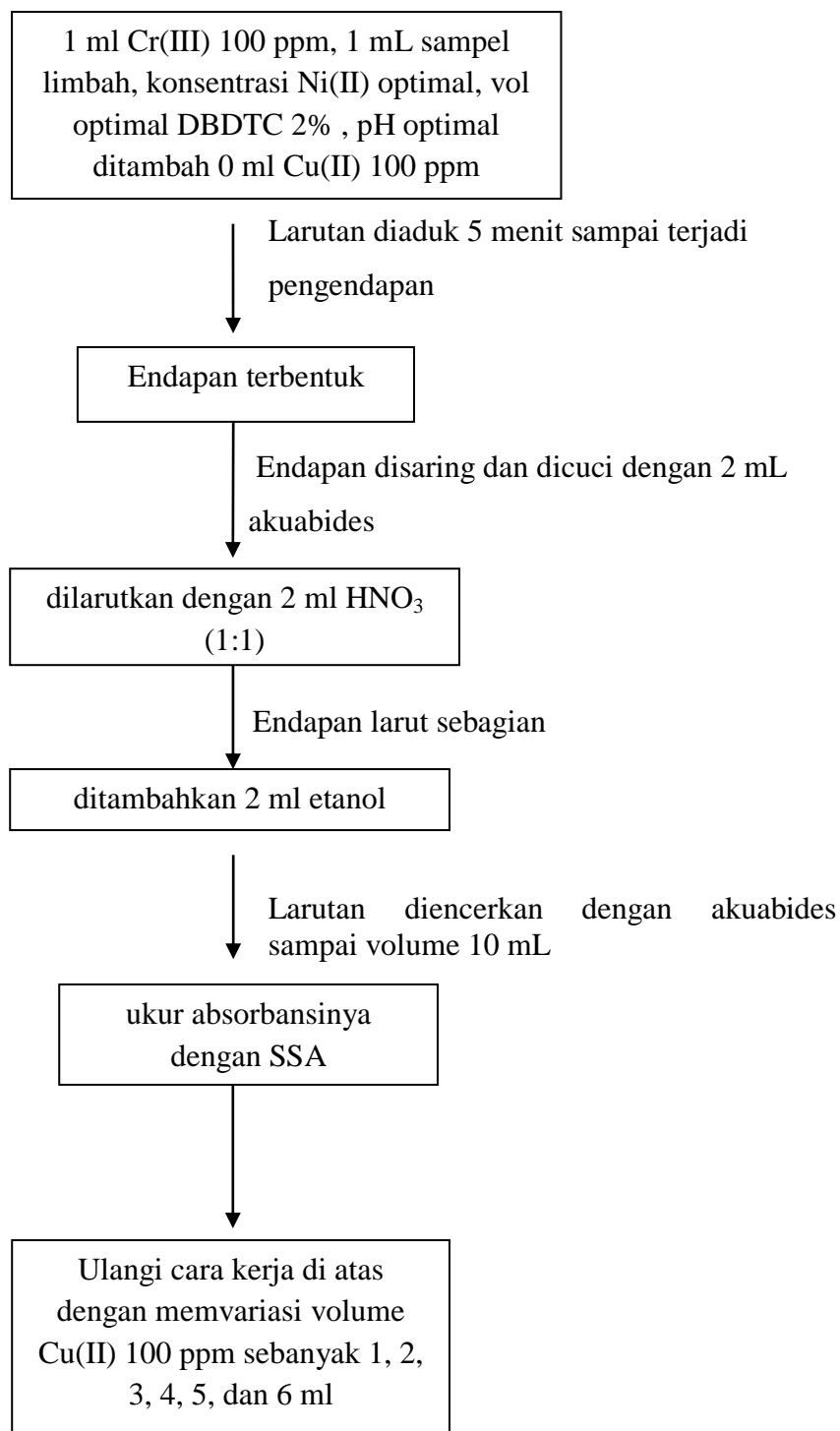




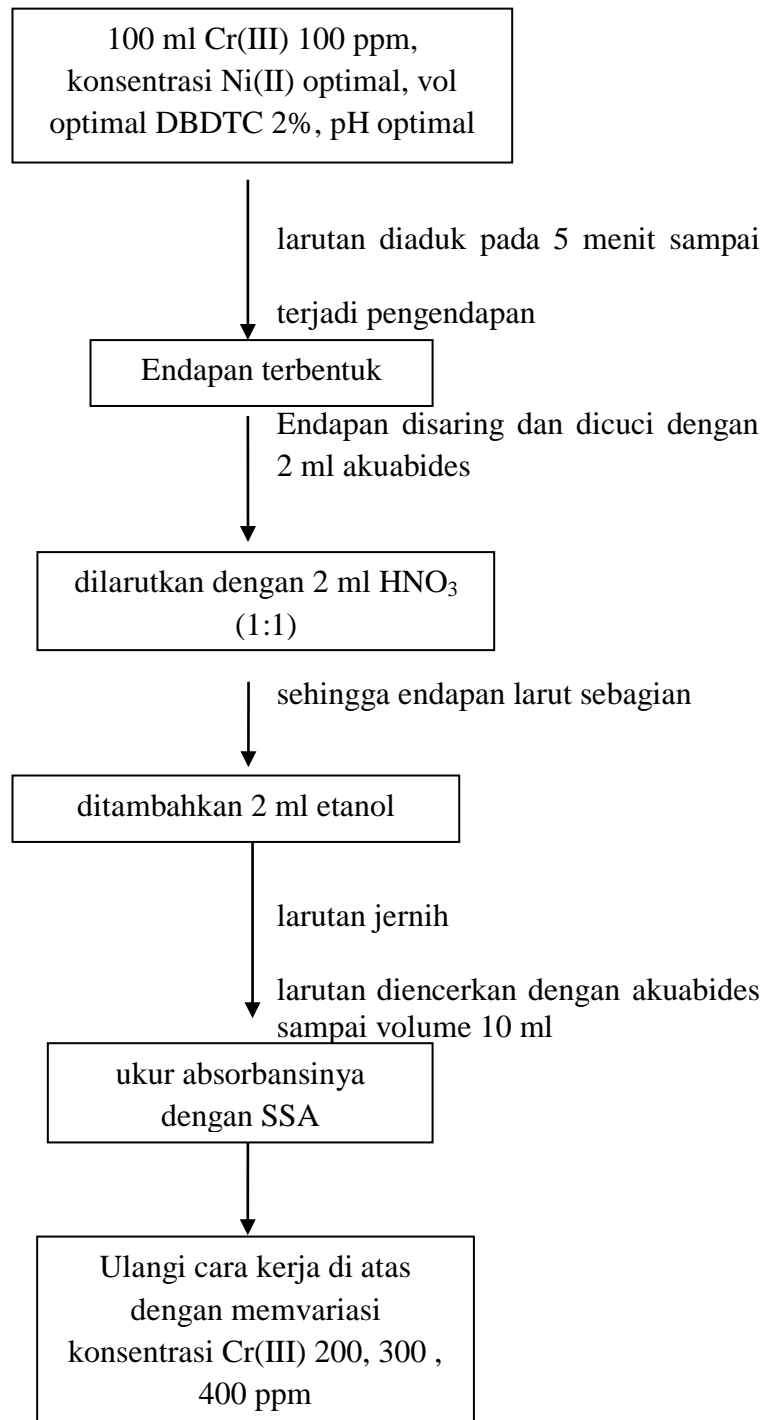
**Lampiran 4. Skema kerja Optimasi konsentrasi DBDTC.**

**Lampiran 5. Skema kerja Kajian Interferensi Cu(II).**

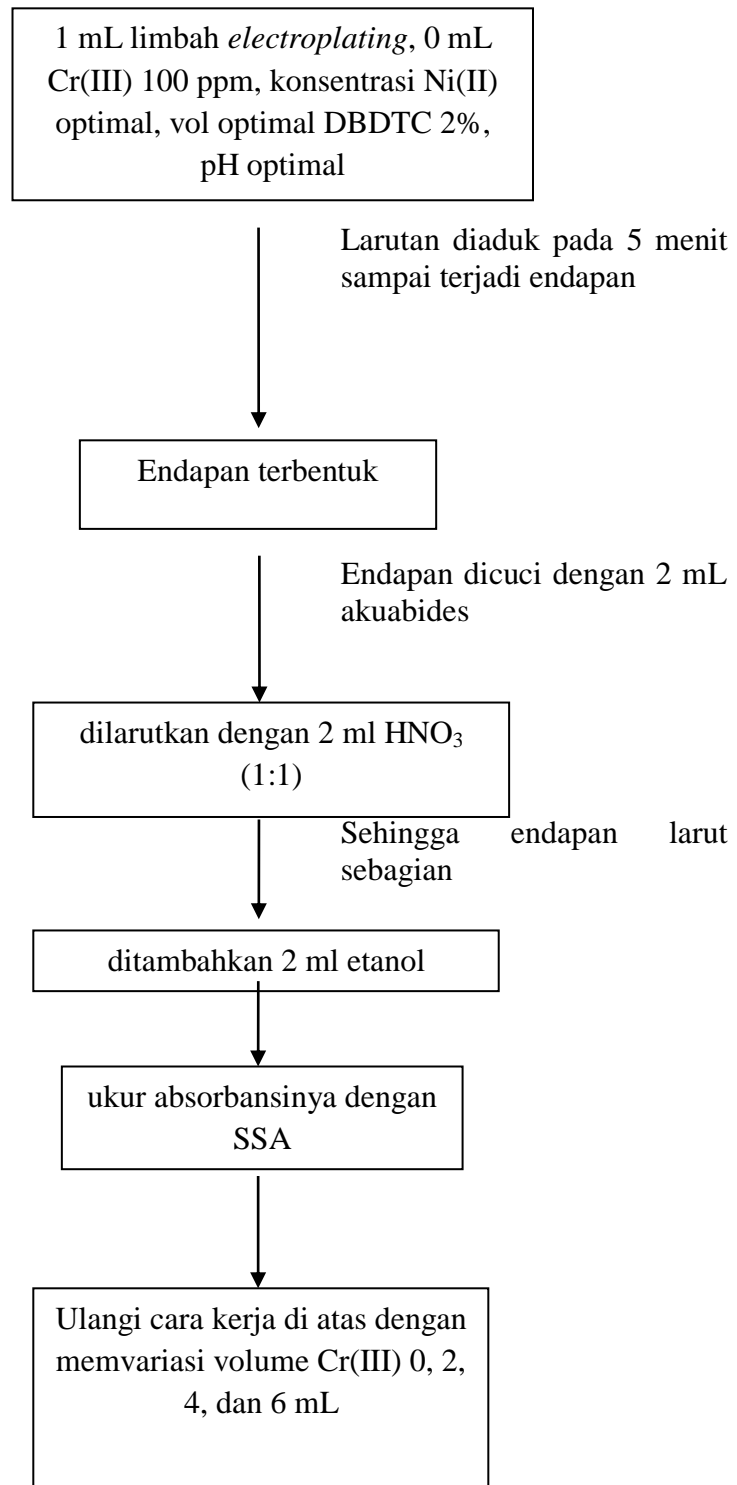
**Lampiran 6. Skema kerja kajian interferensi Cu(II) terhadap limbah *electroplating***



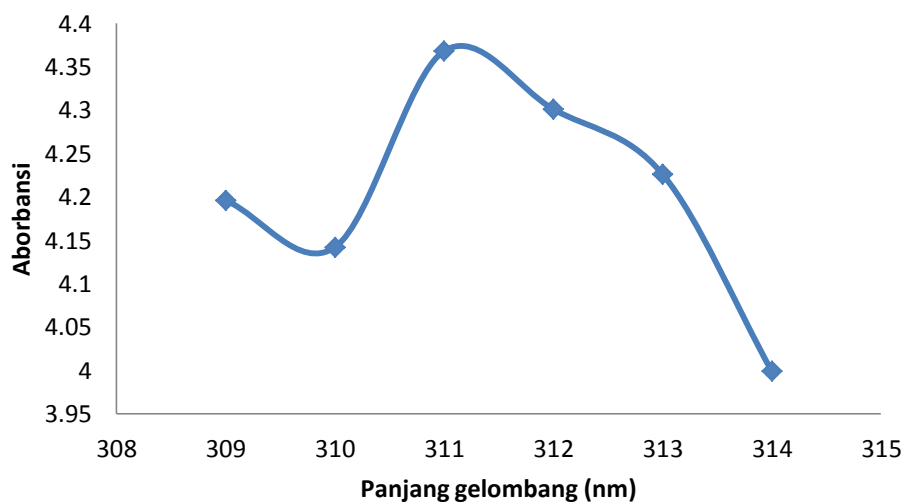
**Lampiran 7. Skema kerja Penentuan Kadar Cr(III) yang terendapkan dalam kondisi optimum**



**Lampiran 8. Skema kerja penentuan kadar krom pada limbah *electroplating***



### Lampiran 9. Data hasil spektrofotometer UV-Vis



Panjang gelombang (nm)	Absorbansi
309	4,196
310	4,142
311	4,368
312	4,301
313	4,226
314	3,999
315	3,941

### Lampiran 10. Tabel hasil Optimasi pH Larutan dalam Proses Kopresipitasi

No.	pH	Absorbansi
1.	5	0,017
2.	6	0,018
3.	7	0,023
4.	8	0,028
5.	9	0,056
6.	10	0,051
7.	11	0,048

### Lampiran 11. Tabel hasil Optimasi konsentrasi nikel sebagai kopresipitat

Cr(III) 100 ppm (mL)	DBDTC 2% (mL)	Ni(II) 100 ppm yang ditambahkan		Absorbansi Cr
		Volum (mL)	Konsentrasi akhir (ppm)	
100	1	25	8,278	0,044
100	1	50	16,556	0,047
100	1	75	24,834	0,048
100	1	100	33,112	0,056
100	1	125	41,391	0,047
100	1	150	49,669	0,050
100	1	175	57,947	0,049
100	1	200	66,225	0,045

#### Perhitungan konsentrasi Ni(II) sebagai kopresipitat dalam larutan

$$1. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$25 \times 50 = 151 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{8,278 \text{ ppm}}$$

$$2. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$50 \times 50 = 151 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{16,556 \text{ ppm}}$$

$$3. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$75 \times 50 = 151 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{24,834 \text{ ppm}}$$

$$4. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$100 \times 50 = 151 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{33,112 \text{ ppm}}$$

$$5. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$125 \times 50 = 151 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{41,391 \text{ ppm}}$$

$$6. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$150 \times 50 = 151 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{49,669 \text{ ppm}}$$

$$7. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$175 \times 50 = 151 \times M_2$$

$$M_2 = 57,947 \text{ ppm}$$

$$8. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$200 \times 50 = 151 \times M_2$$

$$M_2 = 66,225 \text{ ppm}$$

### Lampiran 12. Tabel hasil Optimasi konsentrasi DBDTC 2%

Cr(III) 100 ppm (mL)	Ni(II) 100 ppm yang ditambahkan	DBDTC 2%		Absorbansi Cr
		Volum (mL)	Konsentrasi akhir (M)	
100	100	1	0,00136	0,058
100	100	2	0,00270	0,060
100	100	3	0,00403	0,061
100	100	4	0,00535	0,060
100	100	5	0,00665	0,066
100	100	6	0,00795	0,054
100	100	7	0,00923	0,041

#### Perhitungan konsentrasi awal DBDTC 2%

$$M = \frac{\text{gram} \times 1000}{M_r \text{ Volume}}$$

$$= \frac{2 \text{ gram} \times 1000}{73,14 \times 100}$$

$$= 0,273 \text{ molar}$$

#### Perhitungan konsentrasi DBDTC 2% dalam larutan

$$1. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$1 \times 0,273 = 201 \times M_2$$

$$M_2 = 0,00136M$$

$$2. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$2 \times 0,273 = 202 \times M_2$$

$$M_2 = 0,00270M$$

$$3. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$3 \times 0,273 = 203 \times M_2$$

$$M_2 = 0,00403 M$$

$$4. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$4 \times 0,273 = 204 \times M_2$$

$$M_2 = 0,00535M$$

$$5. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$5 \times 0,273 = 205 \times M_2$$

$$M_2 = 0,00665M$$

$$6. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$6 \times 0,273 = 206 \times M_2$$

$$M_2 = 0,00795 M$$

$$7. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$7 \times 0,273 = 207 \times M_2$$

$$M_2 = 0,00923 M$$



### Lampiran 13. Tabel hasil Optimasi kajian interferensi Cu(II)

Cr(III) 100 ppm (mL)	Ni(II) 100 ppm yang Ditambahkan (mL)	DBDTC 2% yang ditambahkan (mL)	Cu(II) 100 ppm yang ditambahkan		Absorbansi Cr
			Volum (mL)	Konsentrasi akhir (ppm)	
100	100	5	0	0	0,030
100	100	5	1	0,48	0,028
100	100	5	2	0,96	0,020
100	100	5	3	1,44	0,018
100	100	5	4	1,91	0,019

#### Penentuan konsentrasi Cu (II) dalam larutan

$$1. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$1 \times 100 = 206 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{0,48 \text{ ppm}}$$

$$2. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$2 \times 100 = 207 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{0,96 \text{ ppm}}$$

$$3. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$3 \times 100 = 208 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{1,44 \text{ ppm}}$$

$$4. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$4 \times 100 = 209 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{1,96 \text{ ppm}}$$

#### Perbandingan konsentrasi antara Cr (III) dan Cu (II) dalam larutan

Cr (III) dalam larutan = 100 ppm

Cu (II) dalam larutan = 0,48 ppm

Jadi perbandingan konsentrasi **Cr(III) : Cu(II) = 100 : 0,48**

**Lampiran 14. Tabel hasil optimasi interferensi Cu terhadap limbah *electroplating***

Sampel Limbah (mL)	Lar. Cr(III) 100 ppm yang ditambahkan (mL)	Ni(II) yang ditambahkan (mL)	DBDTC 2% yang ditambahkan (mL)	Cu(II) 100 ppm yang ditambahkan		Absorbansi
				Volume (mL)	Konsentrasi akhir (ppm)	
1	100	100	5	0	0	0,027
1	100	100	5	1	0,48	0,016
1	100	100	5	2	0,96	0,014
1	100	100	5	3	1,43	0,013
1	100	100	5	4	1,90	0,010

**Penentuan konsentrasi Cu (II) dalam limbah *electroplating***

$$1. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$1 \times 100 = 206 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{0,48 \text{ ppm}}$$

$$2. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$2 \times 100 = 208 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{0,96 \text{ ppm}}$$

$$3. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$3 \times 100 = 209 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{1,43 \text{ ppm}}$$

$$4. V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$4 \times 100 = 210 \times M_2$$

$$M_2 = \mathbf{1,90 \text{ ppm}}$$

**Perbandingan konsentrasi antara Cr (III) dan Cu (II) dalam larutan**

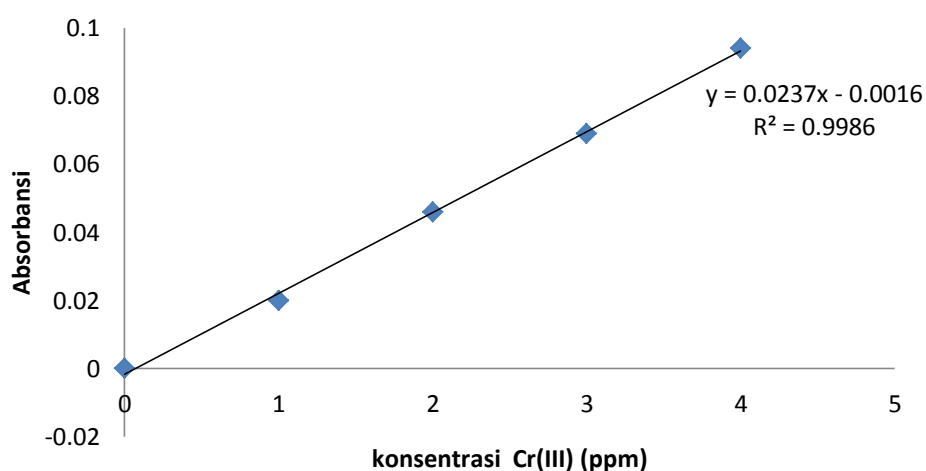
Cr (III) dalam larutan = 100 ppm

Cu (II) dalam larutan = 0,48 ppm

Jadi perbandingan konsentrasi **Cr(III) : Cu(II) = 100 : 0,48**

**Lampiran 15. Tabel Hasil Absorbansi Penentuan kandungan Cr(III) yang terendapkan dalam kondisi optimum**

Cu(II) opt (mL)	Ni(II) 100 ppm opt (mL)	DBDTC 2% opt (mL)	Cr(III) 100 ppm yang ditambahkan		Absorbansi Cr	Cr(III) terdeteksi (ppm)	% Recovery
			Konsentrasi terhitung (ppm)	Volum (mL)			
2	100	5	10	100	0,024	10,869	108,69
2	100	5	20	100	0,030	13,478	67,39
2	100	5	30	100	0,040	17,826	59,42
2	100	5	40	100	0,051	22,608	55,2
Rata-rata							<b>72,67%</b>



Persamaan yang diperoleh dari kurva kalibrasi Cr di atas :  $y = 0,023x - 0,001$

**Perhitungan kadar Krom yang terendapkan**

1. Perhitungan kadar krom optimum pada 100 ppm

$$A = 0,024$$

$$y = 0,023x - 0,001$$

jadi dalam persamaan

$$0,024 = 0,023x - 0,001$$

$$x = 1,0869 \text{ ppm}$$

$$x = 10,869 \text{ ppm (dalam 10 mL larutan)}$$

$$\% \text{ Cr} = \frac{10,869}{100} \times 100\% = 108,69\%$$

## 2. Perhitungan kadar krom optimum pada 200 ppm

$$A = 0,030$$

$$y = 0,023x - 0,001$$

jadi dalam persamaan

$$0,030 = 0,023x - 0,001$$

$$x = 1,3478 \text{ ppm}$$

$$x = 13,478 \text{ ppm (dalam 10 mL larutan)}$$

$$\% Cr = \frac{13,478}{20} \times 100\% = \mathbf{67,39\%}$$

20

## 3. Perhitungan kadar krom optimum pada 300 ppm

$$A = 0,040$$

$$y = 0,023x - 0,001$$

jadi dalam persamaan

$$0,040 = 0,023x - 0,001$$

$$x = 1,7826 \text{ ppm}$$

$$x = 17,826 \text{ ppm (dalam 10 mL larutan)}$$

$$\% Cr = \frac{17,826}{30} \times 100\% = \mathbf{59,42\%}$$

30

## 4. Perhitungan kadar krom optimum pada 400 ppm

$$A = 0,051$$

$$y = 0,023x - 0,001$$

Jadi dalam persamaan

$$0,051 = 0,023x - 0,001$$

$$x = 2,2608 \text{ ppm}$$

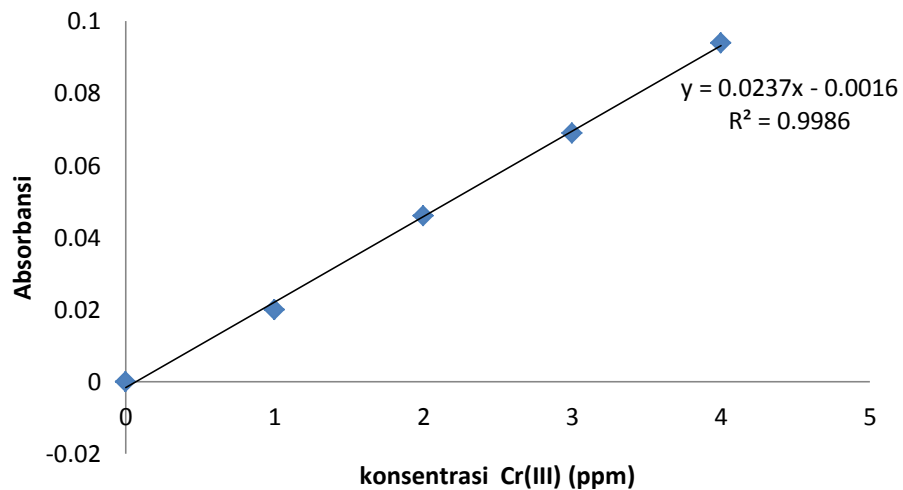
$$x = 22,608 \text{ ppm (dalam 10 mL larutan)}$$

$$\% Cr = \frac{22,608}{40} \times 100\% = \mathbf{56,52\%}$$

40

**Lampiran 16. Tabel hasil uji limbah *electroplating* dengan metode kopresipitasi**

Sampel Limbah (mL)	Lar. Cr(III) 100 ppm yang ditambahkan (mL)	Absorbansi Cr	Cr(III) teoritis (ppm)	Cr dalam limbah yang ditemukan (ppm)	% <i>Recovery</i>
1	0	0,033	14,782	-	-
1	2	0,028	14,982	12,608	84,15%
1	4	0,032	15,182	14,348	94,50%
1	6	0,041	15,382	18,261	118,71%



**Persamaan kurva kalibrasi Cr :  $y = 0,023x - 0,001$**

**Perhitungan kadar krom(III)**

1. Penetapan Kadar Cr(III) dalam limbah *electroplating* + 0 mL Cr(III) 100 ppm

$$A = 0,033$$

$$y = 0,023x - 0,001$$

Jadi dalam persamaan

$$0,033 = 0,023x - 0,001$$

$$x = 1,4782 \text{ ppm}$$

jumlah Cr yang sebenarnya dalam 10 mL = 14,782 ppm

2. Penetapan Kadar Cr(III) dalam limbah *electroplating* + 2mL Cr(III)

100ppm

A : 0,028

$$y = 0,023x - 0,001$$

Jadi dalam persamaan

$$0,028 = 0,023x - 0,001$$

$$x = 1,2608 \text{ ppm}$$

jumlah Cr (III) dalam 10 mL = 12,608 ppm

jumlah Cr teoritis dalam 1 mL sampel = 14,782 ppm + 0,2 = 14,982 ppm

$$\% \text{ Recovery} = \frac{12,608}{14,982} \times 100\% = \mathbf{84,15\%}$$

3. Penetapan Kadar Cr(III) dalam limbah *electroplating* + 4 mL Cr(III)

100ppm

A : 0,032

$$y = 0,023x - 0,001$$

Jadi dalam persamaan

$$0,032 = 0,023x - 0,001$$

$$x = 1,4348 \text{ ppm}$$

jumlah Cr (III) dalam 10 mL = 14,348 ppm

jumlah Cr teoritis dalam 1 mL sampel = 14,782 + 0,4 = 15,182 ppm

$$\% \text{ Recovery} = \frac{14,348}{15,182} \times 100\% = \mathbf{94,50\%}$$

4. Penetapan Kadar Cr(III) dalam limbah *electroplating* + 6 mL Cr(III)

100ppm

A : 0,041

$y = 0,023x - 0,001$

Jadi dalam persamaan

$0,041 = 0,023x - 0,001$

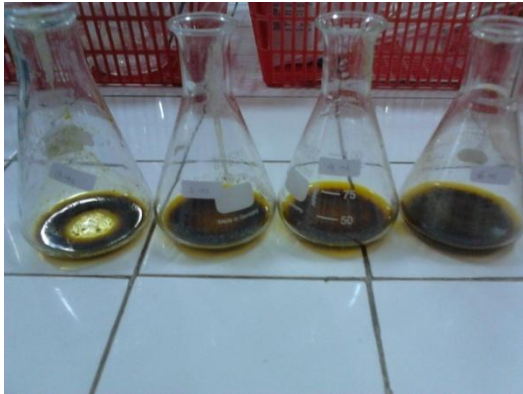
$x = 1,8261 \text{ ppm}$

jumlah Cr(III) dalam 10 mL = 18,261 ppm

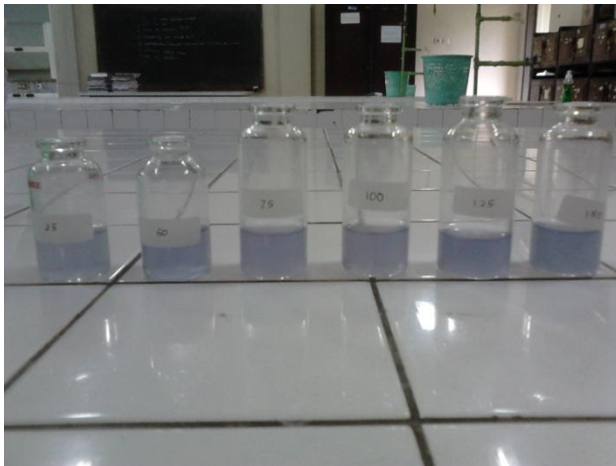
jumlah Cr teoritis dalam 1 mL sampel =  $14,782 + 0,6 = 15,382 \text{ ppm}$

$\% \text{Recovery} = \frac{18,261}{15,382} \times 100\% = \mathbf{118,71\%}$

## Lampiran 17. Dokumentasi Penelitian



Larutan limbah elektroplating



Larutan  $\text{Cr}(\text{DBDTC})_3$  yang akan diuji dengan AAS





Alat pH meter



Endapan yang dihasilkan oleh sampel limbah elektroplating



Alat Thiele



Endapan yang dihasilkan  $\text{Cr}(\text{DBDTC})_3$