

DEPARTEMEN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN  
DIREKTORAT JENDERAL PENDIDIKAN TINGGI  
UNIVERSITAS AIRLANGGA

KK  
546.686  
Juna

## ANALISIS KADAR TEMBAGA DALAM AIR LIMBAH PELAPISAN LOGAM SECARA SPEKTROFOTOMETRI

3000076963141

MILIK  
PERPUSTAKAAN  
UNIVERSITAS AIRLANGGA  
SURABAYA

Ketua Peneliti :

Dra. Hartati, M.Si.

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



SELESAI

LEMBAGA PENELITIAN UNIVERSITAS AIRLANGGA

Dibiayai Oleh : DIP OPF Unair 1994/1995

SK.Rektor Nomor : 5655/PT03.H/N/1994

Nomor : 156



# LEMBAGA PENELITIAN

Jl. Darmawangsa Dalam 2 Telp. (031) 42322 Surabaya 60286

IDENTITAS DAN PENGESAHAN  
LAPORAN AKHIR HASIL PENELITIAN

3000076963041  
MILIAH  
PERPUSTAKAAN  
UNIVERSITAS AIRLANGGA  
SURABAYA

1. a. Judul Penelitian : Analisis Kadar Tembaga Dalam Air Limbah Pelapis Logam Secara Spektrofotometri
- b. Macam Penelitian : ( ) Fundamental, (V) Terapan, ( ) Pengembangan
2. Kepala Proyek Penelitian  
a. Nama Lengkap Dengan Gelar : Dra. Hartati, M.Si  
b. Jenis Kelamin : Wanita  
c. Pangkat/Golongan dan NIP : Penata Muda/IIIa/131 696 507  
d. Jabatan Bekarang : Staf Pengajar /  
e. Fakultas / Jurusan : FMIPA/Kimia  
f. Univ./Inst./Akademi : Universitas Airlangga  
g. Bidang Ilmu Yang Diteliti : Kimia (Kimia Analitik Terapan)
3. Jumlah Tim Peneliti : 5 (lima) orang
4. Lokasi Penelitian : Lab. Kimia Analitik FMIPA Unair
5. Kerjasama dengan Instansi Lain  
a. Nama Instansi : -  
b. Alamat : -
6. Jangka Waktu Penelitian : 6 (enam) bulan
7. Biaya Yang Diperlukan : Rp 1.500.000,00
8. Seminar Hasil Penelitian  
a. Dilaksanakan Tanggal : 30 Maret 1995  
b. Hasil Penilaian : ( ) Baik Sekali (V) Baik  
( ) Sedang ( ) Kurang

Surabaya, 5 April 1995



Mengetahui/ Mengesahkan :  
Dr. n. Rektor  
Ketua Lembaga Penelitian,

Prof. Dr. Noor Cholies Zaini  
NIP. 130 355 372

## RINGKASAN PENELITIAN

Judul Penelitian : Analisis tembaga dalam air limbah pelapisan logam secara spektrofotometri.

Ketua Peneliti : Dra. Hartati, MSi

Anggota Peneliti : Ir. D.S. Herminingsih  
Ir. Widayastuti Samadi  
Dra. Miratul Khasanah  
Drs. Hamami

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Unair.

Sumber Biaya : DIP Operasi Perawatan dan Fasilitas  
Universitas Airlangga tahun 1994/1995  
SK Rektor nomor 5655/PT03.H/N/1994  
Tanggal 20 Juli 1994

---

Monitoring tembaga dalam air limbah industri perlu dilakukan karena tembaga termasuk logam berat sehingga keberadaannya dalam lingkungan perlu dibatasi.

Analisis tembaga dalam air limbah pelapisan logam biasanya dilakukan secara spektrofotometri serapan atom, namun tidak setiap industri yang memerlukan memilikinya, oleh karena itu perlu diupayakan metoda alternatif dalam analisis tembaga.

Metoda analisis tembaga secara spektrofotometri sinar tampak dapat dilakukan dengan menggunakan pengkompleks dinatrium batokuproin disulfonat, yang larut dalam air, sehingga relatif mudah dalam hal pengerjaan dibandingkan jika menggunakan bahan pengkompleks lain.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar tembaga secara spektrofotometri sinar tampak sebagai senyawa kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat dan membandingkan hasil yang diperoleh dengan penentuan secara spektrofotometri serapan atom.

Dalam penelitian ini ion tembaga dalam sampel direduksi lebih dulu sebelum dikomplekskan, pada pH kerja antara 4 hingga 6 sedang ion-ion logam yang mengganggu penentuan ini ditopeng menggunakan larutan natrium sitrat.

Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan hasil pengamatan secara spektrofotometri serapan atom, yang meliputi penentuan limit deteksi, kepekaan analisis, kecermatan analisis dan kadar tembaga rata-rata dalam sampel limbah lapisan logam.

Dari hasil dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa metoda penentuan tembaga secara spektrofotometri sinar tampak sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat mempunyai limit deteksi, kepekaan dan kecermatan analisis yang relatif lebih

baik dibandingkan penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom dan metoda penentuan spektrofotometri sinar tampak ini memberikan kadar tembaga dalam air limbah pelapisan logam yang lebih kecil daripada kadar yang ditentukan secara spektrofotometri serapan atom.

Setelah mengamati hasil yang telah diperoleh dari penelitian ini disarankan agar diteliti lebih lanjut pengaruh anion-anion dalam air limbah pelapisan logam secara spektrofotometri sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat dan pengembangan metoda analisis ini untuk penentuan tembaga dalam air limbah secara umum.

## KATA PENGANTAR

Dengan memanjatkan syukur kepada Allah swt, maka penelitian yang berjudul "Analisis tembaga dalam air limbah pelapisan logam" ini dapat diselesaikan. Penelitian ini dilakukan dengan maksud untuk mengetahui sejauh mana metoda penentuan tembaga secara spektrofotometri sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat ini dapat digunakan untuk penentuan kadar tembaga dalam air limbah pelapisan logam, sebagai metoda alternatif lain disamping metoda spektrofotometri serapan atom yang lazim digunakan.

Pada kesempatan ini tidak lupa kami sampaikan ucapan terima kasih kepada Lembaga Penelitian Unair atas kesempatan dan dana yang diberikan sehingga penelitian ini dapat dilaksanakan.

Ucapan terima kasih juga kami sampaikan kepada Balai Penelitian Industri atas diperkenankannya penggunaan alat spektrofotometer serapan atom.

Kepada Jurusan Kimia, yang telah menyediakan peralatan dan rana laboratorium lainnya, serta sejawat yang telah membantu hingga tulisan ini dapat diselesaikan.

Semoga Allah memberikan balasan yang setimpal dan bermanfaat agar tulisan ini bermanfaat bagi kita semua.

Surabaya, Februari 1995

Penulis

## DAFTAR ISI

	halaman
<b>RINGKASAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>iv</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>v</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>vi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>vii</b>
<b>I. PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1. Rumusan Masalah .....	4
2. Tujuan Penelitian .....	4
3. Manfaat Penelitian .....	4
4. Hipotesis .....	4
<b>II. TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>6</b>
1. Tinjauan tentang analisis tembaga secara spektrofotometri sinar tampak .....	6
2. Tinjauan tentang proses pelapisan logam .....	11
2.1. Pengaruh komposisi perendaman dan sifatnya .....	13
2.2. Anion-anion alam .....	15
<b>I . METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>16</b>
1. Alat dan bahan penelitian .....	16
2. Pembuatan larutan .....	17
3. Prosedur kerja .....	18
3.1. Analisis kualitatif ion logam Cu, Fe, Cr, Co, Cd, Mn, Ni dan Zn dalam sampel .....	18
3.2. Analisis kadar besi dalam sampel .....	18

3.3. Penentuan kadar krom dalam sampel .....	18
3.4. Analisis kadar tembaga dalam sampel ....	19
secara spektrofotometri sinar tampak	
3.5. Penentuan kadar tembaga dalam sampel ....	19
secara SS	
<b>IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>21</b>
1. Pemeriksaan pendahuluan terhadap sampel .....	21
2. Analisis kualitatif ion Cu, Fe, Cr, Cd .....	21
Ni, Mn dan Zn	
3. Analisis kuantitatif terhadap ion besi .....	22
dan krom	
4. Analisis tembaga secara spektrofotometri .....	25
sinar tampak	
5. Analisis tembaga secara spektrofotometri .....	29
serapan atom	
<b>V. KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>35</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>37</b>
<b>LAMPIRAN-LAMPIRAN .....</b>	<b>39</b>

## DAFTAR TABEL

	halaman	
Tabel I.	Data pemeriksaan pendahuluan .....	21
Tabel II.	Absorbansi larutan besi-tiosianat pada berbagai konsentrasi .....	22
Tabel III.	Penentuan kadar besi dalam sampel .....	23
Tabel IV.	Data pengamatan absorbansi krom dalam sampel dua kali pengenceran dengan standar dalam deret .....	24
Tabel V.	Penentuan kadar krom dalam sampel .....	25
Tabel VI.	Data kurva baku penentuan tembaga sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat .....	26
Tabel VII.	Kepekaan analisis penentuan tembaga sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat .....	26
Tabel VIII.	Absorbansi larutan blanko pada penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom .....	27
Tabel IX.	Limit deteksi penentuan tembaga sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat .....	28
Tabel X.	Kadar tembaga dalam sampel yang ditentukan sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat .....	29
Tabel XI.	Uji-t pasangan harga rata-rata kadar tembaga yang diukur dengan spectronic dan spektrofotometer berkas rangkap .....	30
Tabel XII.	Data pembuatan kurva baku penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom .....	31
Tabel XIII.	Kadar tembaga dalam sampel air limbah pelapisan logam secara spektrofotometri serapan atom .....	32

## DAFTAR LAMPIRAN

	halaman
Lampiran 1. Panjang gelombang maksimum penentuan besi secara spektrofotometri dengan tiosianat .....	39
Lampiran 2. Spektrum larutan tembaga (I)-batokuproin disulfonat yang diambil dengan spektrofotometer Beckmann DU 7500 .....	40
Lampiran 3. Panjang gelombang maksimum larutan tembaga (I)-batokuproin disulfonat .....	41
Lampiran 4. Absorbansi sampel pada dua kali pengenceran secara spektrofotometer sinar tampak .....	42
Lampiran 5. Absorbansi tembaga pada dua kali pengenceran melalui penentuan secara AAS .....	43

## BAB 1. PENDAHULUAN

## 1. Latar Belakang Masalah

Latar Belakang Nasional  
Dewasa ini perkembangan industri di Indonesia sudah semakin pesat. Seiring dengan hal itu, selain dampak positif yang dapat kita nikmati berupa produk-produk industri, tidak dapat kita sangkal pula bahwa kita harus menerima dampak negatifnya berupa polusi dan adanya limbah hasil industri. Di antara industri-industri yang ada, industri pelapisan logam merupakan salah satu industri yang mengalami perkembangan pesat. Dengan semakin pesat perkembangan industri ini tentunya limbah industri yang dihasilkanpun juga tidak dapat diabaikan sehingga memerlukan pengolahan terlebih dahulu sebelum dibuang ke sungai. Sebelum dan sesudah pengolahan limbah diperlukan uji kandungan zat yang berbahaya bagi lingkungan.

Salah satu jenis zat yang mungkin ada dalam air limbah industri pelapisan logam adalah tembaga. Tembaga merupakan salah satu jenis logam berat, sehingga keberadaan tembaga di dalam air limbah yang dapat dibuang ke sungai harus memenuhi kadar yang diperolehkan. Oleh karena itu monitoring tembaga dalam air limbah perlu dilakukan.

Untuk memonitor kadar tembaga dalam suatu air limbah, diperlukan suatu cara analisis yang cepat, murah

dan dapat dilakukan dengan alat yang relatif sederhana, namun masih dapat dipertanggung jawabkan ketelitiannya. Selama ini pemeriksaan ion-ion logam dalam suatu limbah cair sering dilakukan dengan metoda spektrofotometri serapan atom. Metoda ini memerlukan alat spektrofotometer serapan atom. Berhubung yang tergolong mahal sehingga tidak setiap industri yang memerlukan memilikinya.

Analisis tembaga dapat dilakukan dengan beberapa cara, tergantung jumlah konstituen dalam sampel, jumlah sampel serta jangkauan analisis yang dikehendaki. Beberapa cara tersebut misalnya cara titrimetri, elektrometri atau spektrofotometri. Cara spektrofotometri ini sering dipilih untuk analisis jika kadar zat dalam sampel sangat kecil. Selain cara spektrofotmetri serapan atom, analisis tembaga secara spektrofotometri dapat dilakukan pula menggunakan alat spektrofotometer sinar tampak. Cara ini mendasarkan pada kemampuan ion tembaga (I) maupun tembaga (II) untuk membentuk senyawa kompleks berwarna dengan beberapa reaksi.

Beberapa reaksi pembentuk kompleks dengan ion tembaga dapat digunakan, tetapi beberapa di antara reaksi tersebut juga bereaksi dengan ion logam lain yang mungkin ada di dalam sampel sehingga dapat mengganggu analisis. Namun ada pula beberapa jenis senyawa yang khusus digunakan

sebagai pengkompleks tembaga sehingga kemungkinan untuk diganggu oleh ion logam lain adalah kecil. Senyawa tersebut misalnya neokuproin dan batokuroin yang dapat membentuk kompleks berwarna jingga dengan ion tembaga (I), tetapi berhubung senyawa ini tidak larut dalam air maka dalam penggerjaannya memerlukan perlakuan ekstraksi lebih dahulu. Ada suatu senyawa jenis kuproin lain yang juga dapat membentuk senyawa kompleks dengan ion tembaga (I) yaitu senyawa dinatrium -2,9- dimetil- 4,7- difenil 1,10-fenantrolin disulfonat atau *dinatrium batokuproin disulfonat*. Senyawa ini dapat larut dalam air sehingga dalam hal penggerjaannya relatif lebih mudah.

Dalam penelitian ini telah dipelajari metoda analisis tembaga secara spektrofotometri sebagai kompleks tembaga (I) batokuproin disulfonat dalam analisis kadar tembaga dalam air limbah pelapisan logam dan hasil yang diperoleh dibandingkan dengan hasil penentuan kadar tembaga dalam sampel yang sama secara spektrofotometri serapan atom, karena metoda ini lazim digunakan untuk analisis kadar tembaga dalam air limbah. Sampel diambil langsung dari air limbah industri yang melibatkan proses pelapisan logam dalam memproduksi hasil industrinya.

## 2. Rumusan Masalah

Dari latar belakang masalah yang telah disebutkan di atas timbul permasalahan apakah hasil tembaga dalam air limbah pelapisan logam secara spektrofotometri sebagai senyawa kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat memberikan hasil seperti penentuan secara spektrofotometri serapan atom.

## 3. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar tembaga dalam air limbah pelapisan logam secara spektrofotometri sebagai senyawa kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat dan membandingkan hasil yang diperoleh dengan penentuan secara spektrofotometri serapan atom.

## 4. Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai metoda alternatif lain dalam analisis kadar tembaga dalam air limbah apabila alat spektrofotometer serapan atom dimiliki.

## 5. Hipotesis

Dalam penelitian ini diajukan hipotesis bahwa tidak ada perbedaan limit deteksi, kepekaan dan kecermatan

analisis antara metoda penentuan tembaga secara spektrofotometri sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat dengan metoda spektrofotometri serapan atom serta tidak ada perbedaan kadar tembaga dalam sampel air limbah pelupisan logam bila ditentukan secara spektrofotometri sinar tampak sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat dan secara spektrofotometri serapan atom.

## BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

### 1. Tinjauan tentang Analisis Tembaga secara Spektrofometri Sinar Tampak.

Tembaga dapat ditentukan secara kolorimetri menggunakan sejumlah reaksi organik yang membentuk senyawa kompleks berwarna (Thomas and Camberlain, 1980).

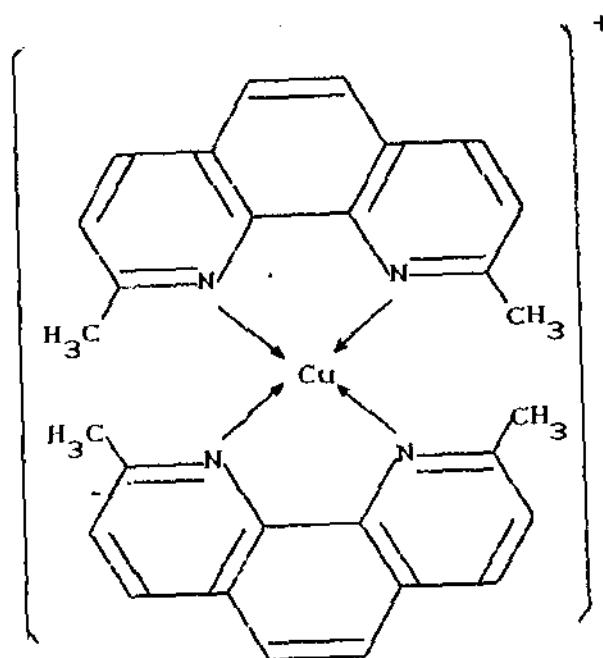
Natrium dietilditiokarbamat dapat membentuk kompleks kuning jika ditambahkan ke dalam larutan alkalis yang mengandung tembaga(II). Kompleks ini larut dalam pelarut organik dan dapat diekstraksi dengan metil kloroform untuk memisahkan ion logam lain yang mengganggu (Thomas dan Camberlain, 1980).

Kompleks berwarna juga dapat dihasilkan oleh reaksi tembaga(II) dengan ditio-oksamida ( asam rubeana ). Dalam larutan yang tak mengandung asam asetat, nikel dan kobal juga memberikan warna yang sama. Warna atau endapan juga dihasilkan dengan adanya platinum, paladium atau perak, sedangkan besi dalam jumlah lebih besar dari renik dapat memberikan warna coklat sehingga dapat mengganggu analisis. Merkuri dan logam berat lain juga mengganggu, tetapi aluminium, bismut, kromium, kalsium, mangan dan alkali dalam jumlah kecil tidak mengganggu analisis (Thomas dan Camberlain, 1980).

Kuproin atau 2,2-bikuinolin bereaksi dengan tem-

baga(I) membentuk kompleks yang mudah diekstraksi ke dalam n-amil alkohol. Prosedur ini dapat digunakan dengan hasil baik bila diterapkan untuk analisis mineral dan bijih yang mengandung tembaga sekitar 0,001 hingga 10% (Thomas dan Camberlain, 1980).

Smith dan McCurdy (1951) melakukan penelitian mengenai penggunaan senyawa spesifik untuk penentuan tembaga secara spektrofotometri. Penelitian itu dilakukan mengingat penggunaan pengkompleks seperti dietil-ditiokarmat atau ditizon dalam penentuan tembaga secara mikro dan makro secara spektrofotometri tidak memberikan hasil yang baik. Kelemahan itu dikarenakan pengkompleks tersebut dapat juga membentuk warna yang sama dengan ion besi, nikel dan kobal. Dalam hal ini, Smith dan McCurdy menggunakan senyawa 2,9-dimetil-1,10-fenantrolin atau dikenal sebagai senyawa *neokuproin* sebagai pengkompleks, yang bereaksi dengan tembaga(I). Kompleks tersebut mempunyai harga koefisien ekstingsi molar sebesar 7950. Harga ini lebih besar daripada koefisian ekstingksi molar kompleks tembaga(I) dengan kuproin. Kompleks berwarna yang terbentuk dapat diekstraksi dengan n-heksil alkohol pada daerah pH 3 hingga 10. Senyawa kompleks ini berwarna jingga, dengan perbandingan 2 mol neokuproin untuk 1 mol tembaga(I), yang ditentukan dengan metoda variasi kontinu.



Adanya besi(II) dan besi(III) pada penentuan ini dapat ditopeng dengan asam sitrat. Penggunaan fluorida, piro-fosfat, oksalat, malonat dan tartrat sebagai zat penopeng juga dipelajari, tetapi sitrat merupakan zat penopeng yang lebih baik.

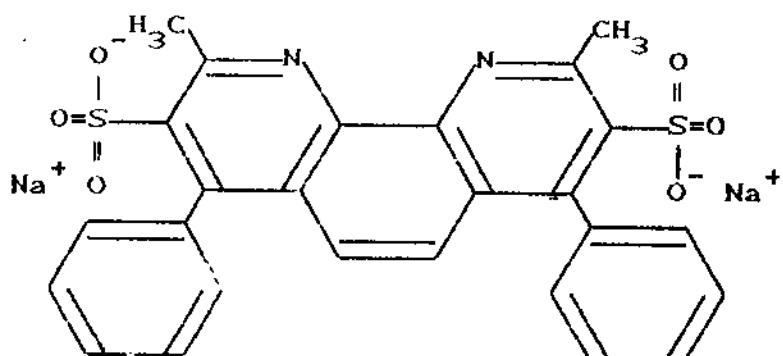
Penelitian mengenai penggunaan neokuproin sebagai pengkompleks tembaga ini kemudian dilanjutkan oleh Gahler (1954) yang mempelajari tentang pengaruh pelarut, konsentrasi tembaga, pH dan beberapa penerapannya untuk penentuan tembaga dalam mineral dan bijih. Dalam hal ini, adanya ion lain dalam larutan sampel ditopeng dengan natrium sitrat.

Pengkompleks spesifik lain untuk tembaga adalah 2,9-dimetil-4,7-difenil-1,10-fenantrolin atau *batocuproin*, yang larut dalam n-heksil alkohol. Senyawa kompleks ini, yang larut dalam n-heksil alkohol.

yang terbentuk dengan tembaga(II) dapat diekstraksi dengan alkohol dan mempunyai koefisien ekstinsi molar sebesar 13.900 pada panjang gelombang maksimum 479 nm. Pengaruh besi dalam larutan dapat dihindari dengan penambahan asam sitrat, karena terbentuk kompleks besi(III)- sitrat yang berwarna hijau. Adanya klorida, nitrat, perklorat, fosfat, sulfat dan sitrat tidak mengganggu penentuan ini (Smith dan Gomistek, 1971).

Batokuproin sebagai pengkompleks tembaga telah pula diterapkan untuk analisis tembaga dalam serum darah dan senyawa kompleks yang terbentuk stabil sampai 24 jam dengan kedapat-ulangan yang baik serta mempunyai korelasi yang baik dengan absorbansi (Ceriotti dan Rota, 1989).

Reagen lain untuk tembaga adalah dinatrium-2,9-dimetil-4,7-difenil-1,10-fenantrolin disulfonat atau *dinatrium batokuproin disulfonat*. Senyawa ini mempunyai struktur sebagai berikut (Merck, 1990):



Seperti halnya batokuproin, senyawa ini juga sering digunakan dalam penentuan tembaga dalam serum darah.

Penggunaan senyawa batokuproin disulfonat untuk penentuan tembaga dalam serum darah pada panjang gelombang 480 nm. Larutan kompleks yang terbentuk stabil selama 1 jam setelah pembentukan kompleks, sedangkan konsentrasi yang masih memenuhi hukum Lambert-Beer adalah sampai 4,722  $\mu\text{mol}$  Cu/L dengan presisi 6,3% (Kuprivic, dkk., 1984).

Penggunaan campuran batokuproin disulfonat dan batofenantrolin disulfonat telah digunakan untuk menentukan tembaga dan besi dalam serum darah secara simultan. Penggunaan campuran 0,6 mM batokuproin disulfonat dan 0,2 mM batofenantrolin disulfonat pada penentuan tembaga dan besi dalam serum dengan kadar besi sekitar 0,7 hingga 33  $\mu\text{M}$  dan kadar tembaga sekitar 0,45 hingga 35  $\mu\text{M}$ , dengan perbandingan kadar Cu: Fe = 10 : 1 sampai 1 : 10 memberikan kesalahan kurang dari 3% (Kuban, dkk., 1989).

Batokuproin disulfonat telah diteliti merupakan zat pengkelat untuk tembaga yang kemudian dapat bergabung dengan resin penukar ion pada pengkayaan jumlah tenik tembaga. Penggabungan yang terjadi paling efektif bila dibandingkan dengan bahan-bahan pengkelat lain untuk tembaga. Metoda ini dapat diterapkan untuk penentuan tembaga dalam air laut atau air sungai (Ohzeki, dkk., 1990).

Moffett (1985) telah mempelajari penentuan tembaga(I) pada tingkat sub-mikromolar dengan adanya tembaga(II) dalam media berair secara spektrofotometri

sebagai senyawa kompleks tembaga(I) - batokuproin disulfonat. Tembaga(II) menggunakan penentuan ini dan dapat ditopang dengan etilen diamin. Serapan maksimum kompleks tembaga(I) - batokuproin disulfonat pada panjang gelombang 484 nm dengan  $\epsilon = 12.700 \text{ mol}^{-1}\text{cm}^{-1}$ . Penelitian ini juga menunjukkan bahwa ion klorida tidak mengganggu sehingga dapat dibuktikan bahwa kompleks tembaga(I) dengan batokuproin disulfonat lebih kuat dari pada kompleks tembaga(I) dengan klorida.

Van Buunbeeck (1982) telah menggunakan prosedur kolorimetri dalam penentuan buangan tembaga dalam air limbah pelapisan logam dengan reagen batokuproin disulfonat sebagai zat pengkompleks. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa reproduksibilitas penentuan ini adalah lebih kecil 0,05mg/L untuk kadar 1mg/L.

## 2. Tinjauan tentang Proses Pelapisan Logam

Pelapisan logam merupakan salah satu proses elektrolisis. Pada proses pelapisan logam dalam pelarut air, logam akan dipisahkan dari anoda atau dilepaskannya oksigen sedangkan hidrogen akan dideposit pada katoda. Proses pelapisan logam ini dimaksudkan untuk menghasilkan lapisan logam pada logam tertentu yang memiliki sifat-sifat antara lain kehalusan, kekilapan, kekerasan dan duktilitas yang lebih baik.

Mekanisme proses pelapisan logam dapat digambarkan melalui contoh pelapisan logam dengan logam tembaga. Larutan garam  $\text{CuSO}_4$  yang biasa digunakan akan terdisosiasi membentuk kation yang bermuatan positif ( $\text{Cu}^{2+}$ ) dan anion yang bermuatan negatif ( $\text{SO}_4^{2-}$ ). Air akan terdisosiasi membentuk ion  $\text{H}^+$  dan ion  $\text{OH}^-$  sedangkan asam sulfat akan membentuk ion  $\text{H}^+$ ,  $\text{HSO}_4^-$  atau  $\text{SO}_4^{2-}$ . Sebagian besar ion-ion ini terhidrolisis membentuk satu atau lebih molekul air. Bila antara dua elektroda diterapkan suatu potensial, maka kation ( $\text{Cu}^{2+}$  dan  $\text{H}^+$ ) akan bermigrasi ke arah katoda sedangkan ion  $\text{OH}^-$  dan  $\text{SO}_4^{2-}$  migrasi ke anoda. Dalam suasana asam, konsentrasi ion  $\text{H}^+$  relatif tinggi dan ion  $\text{OH}^-$  relatif rendah, maka ion  $\text{H}^+$  akan bergerak lebih cepat dibandingkan ion  $\text{Cu}^{2+}$ , dan sebagian besar arus dibawa ke katoda oleh ion  $\text{H}^+$ . Oleh karenanya lebih mudah melepaskan ion  $\text{Cu}^{2+}$  daripada ion  $\text{H}^+$  pada katoda, sehingga dapat dikatakan bahwa semua aliran digunakan katoda untuk mendeposit tembaga. Lapisan larutan pada permukaan katoda disebut sebagai film katoda. Segera setelah konsentrasi tembaga pada katoda turun maka ion tembaga mulai berdifusi ke dalam film yang berdekatan. Bila larutan diaduk, segera larutan akan dibawa ke arah permukaan dari film katoda dan berdifusi ke arah katoda. Katoda yang bermuatan negatif mempunyai kerapatan elektron yang tinggi dan bila bergabung dengan ion yang bermuatan positif akan membentuk logam yang

netral.

### 2.1. Pengaruh komposisi perendaman dan sifat-sifatnya.

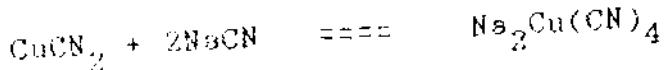
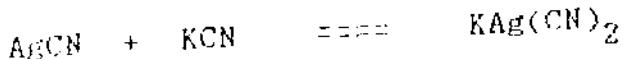
Sebagian besar logam yang digunakan pada proses pelapisan logam dapat membentuk deposit lebih dari satu tipe perendaman. Pada masing-masing tipe perendaman terdapat berbagai ukuran, komposisi dan konsentrasi. Untuk pekerjaan pelapisan logam diperlukan pemilihan tipe perendaman dan komposisi yang terbaik untuk maksud tersebut.

Karena logam dapat terdeposit hanya dari larutan yang mengandung logam terlarut maka lebih baik digunakan konsentrasi garam yang tinggi. Bila digunakan larutan yang kuat, maka mempunyai keuntungan: konduktivitas, aliran densitas dan efisiensi katoda yang lebih tinggi.

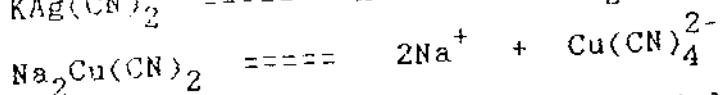
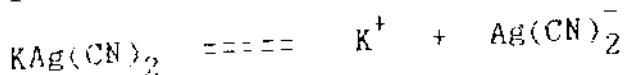
Deposit netral terjadi karena pelepasan muatan ion logam. Konsentrasi ion logam berperan sangat penting. Pada umumnya penurunan konsentrasi ion logam meningkatkan polarisasi katoda dan penurunan ukuran kristal. Untuk mereduksi konsentrasi ion logam ada dua cara yang dapat digunakan yaitu penambahan suatu senyawa dengan suatu ion senama, dan pembentukan senyawa kompleks dan ion-ionnya. Cara yang pertama digambarkan dengan penambahan asam sulfat pada larutan tembaga sulfat, natrium sulfat pada larutan nikel dan

kadmium klorida pada perendaman besi(III) klorida, dengan maksud untuk mereduksi konsentrasi ion logam + 10% dari konsentrasi garam-logamnya. Bila pengaruh polarisasi dan ukuran kristal cukup besar, akan lebih sedikit diperoleh jika dengan cara pembentukan senyawa kompleks. Senyawa kompleks yang penting digunakan dalam pelarisan logam adalah sianida rangkap dari natrium atau kalium dengan logam seperti tembaga, perak, emas, seng dan kadmium. Pada umumnya hal ini dibentuk dengan melarutkan sianida logam yang hampir tidak larut dalam air, ke dalam suatu larutan yang mengandung natrium atau kalium sianida.

Pembentukan sianida rangkap yang larut dapat ditunjukkan dengan persamaan reaksi berikut:



Di dalam larutan senyawa ini terdisosiasi:



Yang terpenting dalam proses ini adalah terbentuknya logam-logam berat perak dan tembaga yang bermuatan negatif dan bukan kation yang bermuatan positif. Dengan demikian pada elektrolisis ion kompleks yang mengandung logam bergerak ke anoda.

Kompleks lain yang dapat berada pada perendaman

proses pelapisan logam misalnya nikel amoniakal. Nikel berada dalam bentuk kompleks dengan amoniak. Sitrat dan tartrat juga membentuk kompleks pada perendaman logam tertentu. Akhir-akhir ini meningkat penggunaan fluoroborat dan pirofosfat dalam perendaman pelapisan logam (Blum dan Hagaboom, 1949).

## 2.2. Anion-kation alam

Dalam hampir semua pelapisan logam, larutan logam berbentuk garam, misalnya senyawa logam dengan logam asam (salah satu perkecualian adalah penggunaan asam kromat sebagai sumber dalam pelapisan dengan krom). Garam-garam logam lain yang menjadi deposit sering ditambahkan dengan cara demikian mengisi kation lain. Biasanya dilakukan penambahan klorida dan sulfat dari natrium, kalium, ammonium dan magnesium. Perendaman dengan menggunakan fluoroborat yang semula terbatas untuk perendaman timbal dan timah sekarang digunakan untuk tembaga, nikel dan logam-logam lain. Perendaman untuk tembaga, nikel dan logam-logam lain. Perendaman timbal sulfamat dan tembaga pirofosfat dan seng sering digunakan secara komersial.

### BAB III. METODE PENELITIAN

#### 1. Pengambilan Sampel

Sampel penelitian diambil dari air limbah industri yang melibatkan pelapisan logam dalam proses industrinya. Sampling dilakukan sebelum air limbah masuk ke saluran pengolahan limbah. Sampel diambil dari dua lokasi industri pelapisan logam yang ada di daerah Rungkut, Surabaya.

#### 2. Alat dan Bahan Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain :

- a. spektrofotometer serapan atom GBC 932 AA,
- b. spektrofotometer UV-VIS Beckmann DU 750,
- c. spectronic 20<sup>D</sup>,
- d. spectronic 20,
- e. mikroburet dan
- f. alat-alat gelas yang lazim digunakan.

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- a. dinatrium batokuproin disulfonat,
- b. hidroksilamin hidroklorida,
- c. asam asetat,
- d. natrium asetat,
- e. natrium sitrat,
- f. kalium tiosianat,
- g. asam nitrat,
- h. asam klorida,

- i. aquades,
- j. kertas indikator universil dan
- k. beberapa bahan kimia lain untuk uji kualitatif beberapa unsur. Semua bahan yang digunakan mempunyai derajat pro analisis kecuali disebut lain.

### 3. Pembuatan Larutan

Larutan induk tembaga (II) 1000 ppm dibuat dengan melarutkan garam tembaga sulfat pentahidrat dalam aquades, sedangkan larutan kerja dengan konsentrasi yang lebih rendah dilakukan dengan mengencerkan larutan induk. Larutan induk besi (III) 1000 ppm dibuat dengan melarutkan serbuk besi dalam larutan asam nitrat 1 : 1 sampai tepat larut disertai pemanasan dan setelah dingin diencerkan sampai dengan volume tertentu, sedangkan larutan induk kromium (IV) 1000 ppm dibuat dengan melarutkan kalium kromat ke dalam aquades. larutan kerja dibuat dengan mengencerkan larutan induk.

Pembuatan larutan pereduksi dilakukan dengan melarutkan hidroksilamin hidroklorida dengan konsentrasi 1%, sedang zat pengkompleks dibuat dengan melarutkan garam dinatrium batokuproin disulfonat dalam aquades hingga konsentrasi  $10^{-3}$  M. Pada penentuan tembaga secara spektrofotometri sinar tampak dilakukan pada pH antara 4 hingga 6 menggunakan larutan buffer asetat, sedangkan zat penopeng logam lain yang mengganggu penentuan tembaga

secara spektrofotometri sinar tampak digunakan larutan natrium sitrat (Hartati, 1991). Pembuatan larutan natrium sitrat dibuat dengan konsentrasi 1%.

#### 4. Prosedur Kerja

##### 4.1. Analisis kualitatif unsur-unsur Cu, Fe, Cr, Co, Cd, Mn, Ni dan Zn.

Analisis kualitatif unsur-unsur Cu, Fe, Cr, Co, Cd, Mn, Ni dan Zn dilakukan melalui metoda pemisahan sistem  $H_2S$ . Sebelum analisis maka sampel dipekatkan terlebih dahulu. Analisis didahului dengan pemeriksaan pendahuluan terhadap sampel meliputi bentuk, warna, bau, kelarutan dan pH.

##### 4.2. Analisis kadar besi dalam sampel

Analisis kadar besi dalam sampel dilakukan secara spektrofotometri sinar tampak menggunakan pengkompleks larutan kalium tiosianat. Ke dalam labu ukur 50 ml ditambahkan 25 ml sampel dan diasamkan dengan asam nitrat 4 N sebanyak 7,5 ml lalu ditambahkan larutan kalium tiosianat 20% sebanyak 5 ml dan diencerkan sampai tanda. Larutan segera diamati absorbansinya dengan spektrofotometer sinar tampak menggunakan larutan blanko sebagai pembanding.

##### 4.3. Penentuan kadar krom dalam sampel.

Kadar krom dalam sampel ditentukan secara spektrofotometri serapan atom menggunakan cara standar

dalam deret.

**4.4. Analisis kadar tembaga dalam sampel secara spektrofoto sinar tampak.**

Kadar tembaga dalam sampel ditentukan dengan menggunakan kurva baku yang dibuat dari pengamatan suatu seri larutan kompleks tembaga (I) batokuproin disulfonat yang dibuat dengan cara memasukkan larutan baku tembaga (II) ke dalam labu ukur 10 ml hingga mempunyai konsentrasi yang bervariasi kemudian larutan direduksi dengan larutan pereduksi sebanyak 1 ml, ditambah 1 ml larutan buffer dan 1 ml larutan natrium sitrat. Ke dalam labu kemudian ditambah zat pengkompleks sebanyak 1 ml lalu diencerkan sampai tanda batas. Larutan dinkur absorbansinya pada panjang gelombang maksimumnya. Untuk larutan sampel dilakukan dengan cara yang sama dengan mengganti larutan standar tembaga dengan 5 ml larutan sampel.

Untuk menentukan limit deteksi dismati pula absorbansi sejumlah larutan blanko. Limit deteksi ditentukan dengan bantuan kurva baku yang telah dibuat. Keermatan analisis dapat ditentukan jika penentuan kadar sampel ditentukan beberapa kali.

**4.5. Penentuan kadar tembaga dalam sampel secara SSA.**

Penentuan kadar tembaga secara spektrofotometri serapan atom dilakukan cara kurva baku.

Cara kurva baku dilakukan dengan mengamati absorbansi larutan standar dengan berbagai konsentrasi pada kondisi alat SAA yang optimal untuk penentuan tembaga dan dari regresi linier yang diperoleh maka tembaga dan dari regresi linier yang diperoleh maka kadar sampel hasil pengamatan absorbansi sampel pada pengukuran  $2x$  (disesuaikan dengan perlakuan pada penentuan secara spektrofotometri sinar tampak) dapat ditentukan dengan perhitungan. Limit deteksi dapat pula ditentukan dengan mengamati absorbansi sejumlah larutan blanko, kemudian limit deteksi ditentukan berdasarkan kurva baku yang diperoleh. Kecermatan analisis dapat ditentukan dengan melakukan penentuan kadar sampel yang sama beberapa kali.

## BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Pemeriksaan Pendahuluan Terhadap Sampel

Pada penelitian ini digunakan sampel berupa air limbah industri pelapisan logam dari dua lokasi industri, pelapisan logam yang berbeda. Dari dua sampel yang berhasil diperoleh kemudian dilakukan pemeriksaan pendahuluan. Dari pemeriksaan pendahuluan ini diperoleh data seperti tercantum pada tabel I.

Tabel I. Data pemeriksaan pendahuluan

No.	Pemeriksaan	Hasil pemeriksaan	
		sampel 1	sampel 2
1.	wujud	cairan keruh	cairan keruh
2.	warna	keruh coklat	keruh putih
3.	bau	tidak berbau	bau kapur
4.	kelarutan	HCl encer	HCl encer
5.	pH	6	13

### 2. Analisis Kualitatif Terhadap Ion-ion Cu, Fe, Cr, Cd, Ni, Mn dan Zn.

Analisis kualitatif ion-ion logam yang mungkin ada hanya dilakukan terhadap ion logam tembaga., besi, krom, cadmium, mangan, nikel, kobal dan seng menggunakan metoda pemisahan cara  $H_2S$ . Dari analisis ini ternyata hanya ion besi yang nyata positif setelah melalui reaksi penetapan dengan KCNS dalam suasana asam encer terbentuk larutan merah darah dan penetapan dengan  $K_4Fe(CN)_6$  dalam suasana asam memberikan larutan berwarna biru. Pada analisis lain hanya ion tembaga yang memberikan tanda-tanda ada yaitu

setelah zat diusamkan dengan asam klorida encer dan dialiri gas  $H_2S$  terbentuk endapan hitam. Endapan ini setelah larut dalam asam nitrat dan ditambah natrium sulfida terbentuk endapan hitam sedangkan uji dengan larutan  $K_4Fe(CN)_6$  tidak memberikan endapan coklat. Ion logam lain tidak terdeteksi pada analisis kualitatif ini.

### 3. Analisis Kuantitatif Terhadap Ion Besi dan Krom

Karena ion besi dan krom dapat menggangu penentuan tembaga secara spektrofotometri sebagai kompleks tembaga (I) batokuproin disulfonat (Hartati, 1993) maka perlu dilakukan analisis kuantitatif terhadap ion-ion tersebut. Analisis besi dilakukan dengan metoda spektrofotometri sinar tampak secara tiosianat pada panjang gelombang maksimumnya yaitu 481 nm sesuai yang dicantumkan pada lampiran 1. Konsentrasi besi dalam sampel dapat dihitung dari data pembuatan kurva pada tabel II berikut ini.

Tabel II. Absorbansi larutan besi-tiosianat pada berbagai konsentrasi

No.	Konsentrasi ion besi standar (ppm)	Absorbansi
1	0,5	0,07527
2	1,0	0,12212
3	3,0	0,43471
4	4,0	0,60061

Dari data pada tabel II dapat dibuat persamaan regresi linier :  $Y = a + bX$ .

Dengan  $a$  adalah intersep = -0,0154, dan  $b$  adalah kemiringan

kurva = 0,1523. Kurva baku di atas adalah linier dengan harga koefisien regresi linier  $r = 0,9886$ .

Pengukuran absorbansi sampel dilakukan pengenceran 2 kali. dari data absorbansi sampel tersebut dapat dihitung konsentrasi ion besi dari larutan yang diamati dan kadar konsentrasi ion besi dalam sampel dapat dihitung. Hasil pengamatan dan perhitungan disajikan dalam tabel berikut :

Tabel III. Penentuan kadar besi dalam sampel

	Absorbansi	kons. lar. (ppm)	kons.besi dalam sampel (ppm)
sampel 1	0,04210	0,378 0,204	0,756
sampel 2	0,01564		0,408

Pada analisis krom secara kualitatif ternyata tidak ada tanda-tanda adanya krom. Namun krom ini merupakan ion pengganggu pada penentuan tembaga sebagai kompleks batokuproin disulfonat setelah ion besi dan dugaan bahwa ion krom ads dalam sampel karena sampel merupakan air limbah industri pelapisan logam yang biasanya juga melibatkan krom dalam proses industrinya, maka analisis langsung dilakukan dengan alat spektrofotometer serapan atom pada kondisi alat sebagai berikut :

lampa	6,0 mA
panjang gelombang	357,9 nm
lebar celah	0,2 mm
tinggi celah	normal
tipe nyata	N <sub>2</sub> O-asetilen
aliran asetilen	6,5
aliran N <sub>2</sub> O	8,0

Analisis dilakukan dengan cara standar dalam deret dan diperoleh data seperti tercantum pada tabel IV.

Tabel IV. Data pengamatan absorbansi krom dalam sampel 2 kali pengenceran dengan standar dalam deret

Larutan yang diamati	Absorbansi rata-rata
sampel 1 + 1 ppm Cr	0,049
sampel 1 + 2 ppm Cr	0,095
sampel 1 + 5 ppm Cr	0,229
sampel 2 + 1 ppm Cr	0,051
sampel 2 + 2 ppm Cr	0,093
sampel 2 + 5 ppm Cr	0,229

Dari data di atas dapat dibuat persamaan regresi linier antara absorbansi terhadap konsentrasi krom yang ditambahkan.  $Y = a + bX$ . Konsentrasi krom yang ada dalam larutan yang diamati dapat ditentukan dari perpotongan garis  $Y = a + bX$  terhadap absis, yang besarnya sama dengan  $|a/b|$ . Karena dilakukan pengenceran 2 kali maka kadar krom dalam sampel =  $2 - \frac{a}{b}$ . Hasil perhitungan disajikan dalam tabel V.

Tabel V. Penentuan kadar krom dalam sampel

Sampel	a	b	Kadar krom (ppm)
sampel 1	0,0045	0,0449	0,202
sampel 2	0,0040	0,0455	0,176

Dari data pada tabel III dan V dapat dilihat bahwa kadar besi dan krom dalam sampel adalah kecil karena kadar besi tidak lebih dari 40 kali kadar tembaga yang ada, sedangkan kadar tembaga tidak lebih dari 50 kali kadar tembaga yang ada (Hartati, 1993), sehingga ion-ion ini tidak mengganggu analisis.

#### 4. Analisis Tembaga Secara Spektrofotometri Sinar Tampak

Analisis tembaga secara spektrofotometri sinar tampak dilakukan dengan mengkomplekskan tembaga (I) dengan larutan dinatrium batokuproin disulfonat. Pengamatan dilakukan pada panjang gelombang maksimumnya. Kadar tembaga dalam sampel ditentukan berdasarkan kurva baku sedang ion-ion logam lain yang mungkin mengganggu penentuan ini ditopeng dengan larutan natrium sitrat.

Data pembuatan kurva baku penentuan tembaga secara spektrofotometri sebagai kompleks tembaga -batokuproin disulfonat untuk ketiga tipe spektrofotometer yang digunakan disajikan dalam tabel VI sedangkan data penentuan panjang gelombang maksimum pada masing-masing alat disajikan dalam lampiran 2 dan 3.

Tabel VI Data kurva baku penentuan tembaga sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat

No	Kons. Cu (ppm)	Absorbansi		
		Beckmann (481 nm)	Spec. ZOD (481 nm)	Spec. 20 (455 nm)
1.	0,1	0,01872	0,018	0,020
2.	0,3	0,05571	0,063	0,062
3.	0,5	0,09500	0,111	0,105
4.	1,0	0,18566	0,222	0,216
5.	1,5	0,28552	0,335	0,344
6.	2,0	0,37530	0,450	0,447
7.	2,5	0,46076	0,539	0,557
	a	0,0018	-0,00024	-0,005
	b	0,1854	0,2202	0,2261
	r	0,9998	0,9994	0,9997

Dalam tabel VI, a adalah intersep dari persamaan  $Y = a + bX$ , sedangkan b adalah slope (kemiringan kurva). Kurva yang diperoleh merupakan kurva linier dengan koefisien regresi (r) yang cukup besar seperti pada tabel tetera. Dari data di atas dapat pula ditentukan kepekaan analisis menggunakan persamaan :

kepekaan analisis =  $\frac{0,0044}{\text{slope}}$  ppm Cu, yang hasilnya disajikan dalam tabel VII.

Tabel VII Kepekaan analisis penentuan tembaga sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat

No.	Spektrofotometer	Kepekaan Analisis
1.	Beckmann DU 7500	0,023 ppm Cu
2.	Spectronic 20D	0,020 ppm Cu
3.	Spectronic 20	0,019 ppm Cu

Untuk menentukan limit deteksi diperlukan data simpangan baku absorbansi larutan blanko. Hasil pengamatan absorbansi larutan blanko dicantumkan pada tabel VIII

berikut

Tabel VIII Absorbansi larutan blanko pada penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom.

No.	Absorbansi
1.	0,002
2.	0,001
3.	0,000
4.	0,002
5.	0,001
6.	0,003
7.	0,004
8.	0,002
9.	0,004
10.	0,003
Sb = 0,0014	

Limit deteksi ditentukan dengan menggunakan persamaan :

$$C_L = \frac{k}{b} Sb$$

dengan K (tetapan) = 3, Sb adalah simpangan baku absorbansi larut blanko dalam b adalah kemiringan kurva (slope). Hasil penentuan limit deteksi diberikan pada tabel IX.

Tabel IX Limit deteksi penentuan tembaga sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat

No.	Spektrofotometer	Limit deteksi (ppm)
1.	Beckmann DU 7500	0,038
2.	Spektronik 20D	0,078
3.	Spektronik 20	0,093

Limit deteksi penentuan dengan spektrofotometer Beckmann ini memberikan hasil yang lebih baik dibandingkan limit deteksi penentuan dengan spektronik.

Penentuan kadar tembaga dalam sampel dilakukan melalui pengenceran sampel dua kali. Hasil pengamatan selengkapnya dicantumkan dalam lampiran 4 dan dari data lampiran 4 kemudian dihitung sesuai persamaan regresi

linier dengan harga a (intersep) dan b (kemiringan kurva) seperti tercantum pada tabel VI. Kemudian hasilnya dikalikan 2 akan diperoleh data kadar tembaga dalam sampel yang diukur menggunakan ketiga tipe spektrofotometer seperti yang tersaji pada tabel X.

Tabel X. Kadar tembaga dalam sampel yang ditentukan sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat.

No.	Kadar Tembaga					
	Sampel 1		Sampel 2			
Beckman (ppm)	Spek. 20D (ppm)	Spek. 20 (ppm)	Beckman (ppm)	Spek. 20D (ppm)	Spek. 20 (ppm)	
1. 0,612	0,647	0,647	0,452	0,421	0,442	
2. 0,164	0,647	0,646	0,386	0,402	0,422	
3. 0,587	0,638	0,672	0,477	0,430	0,354	
4. 0,569	0,602	0,672	0,452	0,393	0,451	
5. 0,681	0,629	0,628	0,381	0,348	0,389	
6. 0,616	0,547	0,522	0,408	0,421	0,469	
7. 0,576	0,547	0,544	0,425	0,384	0,442	
8. 0,554	0,547	0,540	0,421	0,402	0,469	
SD	0,0396	0,0486	0,0336	0,0262	0,0261	0,0402
x	0,601	0,596	0,425	0,400	0,400	0,432

Dari data di atas dapat diketahui apakah kadar tembaga yang diukur dengan spektronik sama dengan kadar tembaga yang diukur dengan spektrofotometer tipe lebih tinggi, menggunakan uji-t, dengan rumus :

$$t_{\text{(hitung)}} = \frac{\bar{x}_a - \bar{x}_b}{\sqrt{\frac{SD_a^2}{N_a} + \frac{SD_b^2}{N_b}}}$$

sehingga diperoleh data uji-t pasangan harga rata-rata

kadar tembaga yang kemudian dibandingkan dengan harga  $t_{tabel}$  pada derajat bebas 7 dengan batas ketanggungan 95% ( $t_{tabel} = 1.895$ ). Bila  $t_{hitung} < t_{tabel}$  maka dapat disimpulkan bahwa dua harga rata-rata yang dibandingkan tidak ada bedanya. Hasil perhitungan penentuan ini dicantumkan pada tabel XI.

Tabel XI Uji-t pasangan harga rata-rata kadar tembaga yang diukur dengan spektronik dan spektrofotometer berkas rangkap.

No.	Alat ukur yang dibandingkan	$t_{hitung}$		Kesimpulan
		sampel 1	sampel 2	
1.	Spek. 20D-Beckmann	0,223	1,660	tidak ada
2.	Spek. 20-Beckmann	0,406	1,217	tidak ada

dari data pada tabel XI dapat dilihat bahwa penentuan kadar tembaga secara spektrofotometri sebagai tembaga (I)-batokuproin disulfonat yang diukur dengan spektronik maupun dengan spektrofotometer tipe lebih tinggi (berkas rangkap) memberikan hasil yang tidak berbeda nyata.

##### 5. Analisis tembaga secara spektrofotometer serapan atom

Penentuan kadar tembaga secara spektrofotometri serapan atom dalam sampel air limbah pelapisan logam dilakukan dengan membuat kurva baku terlebih dahulu. Semua pengukuran tembaga dengan spektrofotometer serapan atom ini dilakukan menggunakan alat spektrofotometer serapan atom GBC 932AA, pada kondisi sebagai berikut :

lampu                            4,0 mA  
 panjang gelombang              324,7 nm  
 lebar celah                    0,5 nm  
 tinggi celah                  normal  
 tipe nyala                    udara-asetilen  
 aliran asetilen                2,1  
 aliran udara                  8,5

data pengamatan absorbansi larutan standar tembaga pada berbagai konsentrasi dicantumkan pada tabel XII

Tabel XII Data pembuatan kurva baku penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom.

No.	Konsentrasi Cu (ppm)	Absorbansi
1.	0,1	0,014
2.	0,2	0,017
3.	0,3	0,025
4.	0,5	0,038
5.	1,0	0,066
6.	1,5	0,108
7.	4,0	0,324
8.	7,5	0,627

Dari data tersebut terlihat bahwa absorbansi pada konsentrasi 0,1 ppm menyimpang dari data absorbansi pada konsentrasi yang lain yang tentunya pada konsentrasi 0,1 ppm maka kurva tidak linier, sehingga untuk pembuatan persamaan regresi linier data ini tidak digunakan. Dengan menggunakan data yang memberikan kurva linier maka dapat dihitung harga intersep (a) dan kemiringan kurva (b) dari persamaan garis regresi  $Y = a + Bx$ . yaitu  $a = -0,00787$  dan  $b$

= 0,0840 sedangkan tetapan regresi r = 0,9994.

Dengan menggunakan data simpangan baku absorbansi larutan blanko yang dicantumkan pada tabel XIII di bawah ini dapat dihitung limit deteksi penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom.

Tabel XIII Absorbansi larutan blanko pada penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom

No.	Absorbansi
1.	0,002
2.	0,001
3.	0,000
4.	0,002
5.	0,001
6.	0,003
7.	0,004
8.	0,002
9.	0,004
10.	0,003
Sb = 0,0014	

dengan menggunakan rumus seperti pada penentuan limit deteksi pada penentuan secara spektrofotometri sinar tampak, dapat dihitung limit deteksi penentuan kadar tembaga secara spektrofotometri serapan atom adalah 0,053 ppm.

Limit deteksi penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom ternyata relatif lebih besar daripada penentuan secara spektrofotometri sinar tampak menggunakan spektrofotometer berkas rangkap yang digunakan tetapi relatif lebih baik daripada limit deteksi pada penentuan dengan spectronic.

Kepekaan analisis metoda ini dapat dihitung dengan rumus seperti pada penentuan kepekaan metoda penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom adalah 0,052 ppm Cu. dibandingkan dengan kepekaan analisis tembaga secara spektrofotometri sinar tampak ternyata penentuan tembaga secara spektrofotometri sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat lebih peka daripada penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom.

Pada penentuan kadar tembaga dalam sampel air limbah pelapisan logam ini seperti halnya pada penentuan secara spektrofotometri sinar tampak dilakukan melalui pengenceran dua kali. Hasil pengamatan selengkapnya dicantumkan pada lampiran 5. Kadar tembaga dalam sampel dihitung menggunakan persamaan garis regresi yang diperoleh kemudian dikalikan dua yang datanya disajikan pada tabel XIV.

Tabel XIV Kadar tembaga dalam sampel air limbah pelapisan logam secara spektrofotometri serapan atom

No.	Kadar tembaga (ppm)	
	sampel 1	sampel 2
1.	1,495	1,233
2.	1,493	1,138
3.	1,257	0,924
4.	1,780	1,162
5.	1,662	1,162
6.	1,686	1,448
7.	1,567	1,210
8.	1,543	1,138
<hr/>		
x	1,561	1,177
SD	0,1582	0,1440

Dari data pada tabel XIV jika dibandingkan dengan data pada tabel X dapat diamati bahwa kadar tembaga yang ditentukan secara spektrofotometri serapan atom berbeda dengan kadar tembaga yang ditentukan secara spektrofotometri sinar tampak, hal ini dapat diamati bahwa kadar rata-rata ( $\bar{x}$ ) pada penentuan secara spektrofotometri serapan atom lebih dari dua kali kadar tembaga secara spektrofotometri sinar tampak. Namun deviasi standar pada penentuan secara spektrofotometri serapan atom lebih besar daripada deviasi standar pada penentuan secara spektrofotometri sinar tampak. Hal ini menunjukkan bahwa kecermatan analisis penentuan tembaga secara spektrofotometri sinar tampak sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat lebih tinggi jika dibandingkan kecermatan analisis tembaga secara spektrofotometri serapan atom.

Ketelitian analisis belum dapat ditentukan pada penelitian ini, karena tidak adanya larutan standar yang dapat digunakan sebagai acuan, atau setidaknya metoda analisis lain yang dapat menentukan metoda mana di antara dua metoda yang dipelajari pada penentuan tembaga itu lebih tiliti dari yang lain. Karena secara keseluruhan dapat diamati bahwa metoda penentuan tembaga secara spektrofotometri sinar tampak sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat memberikan hasil dengan limit

deteksi, kepekaan analisis dan kecermatan analisis yang relatif lebih baik daripada penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom, namun pada penentuan kadar tembaga dalam sampel air limbah pelapisan logam diperoleh kadar yang lebih kecil.

## BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 1. Kesimpulan

Dari hasil dan pembahasan yang diperoleh dalam penelitian ini dapat disimpulkan bahwa penentuan tembaga secara spektrofotometri sinar tampak sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat memberikan limit deteksi. Kepekaan analisis dan kecermatan yang relatif lebih baik daripada penentuan tembaga secara spektrofotometri serapan atom.

Kadar tembaga dalam air limbah pelapisan logam yang ditentukan secara spektrofotometri sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat berbeda dengan kadar tembaga dalam sampel yang sama tetapi ditentukan secara spektrofotometri serapan atom, yaitu lebih kecil daripada kadar pada penentuan secara spektrofotometri serapan atom.

### 2. Saran

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disarankan :

- a. perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh anion-anion yang terdapat dalam air limbah pelapisan logam terhadap penentuan tembaga secara spektrofotometri sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat dan

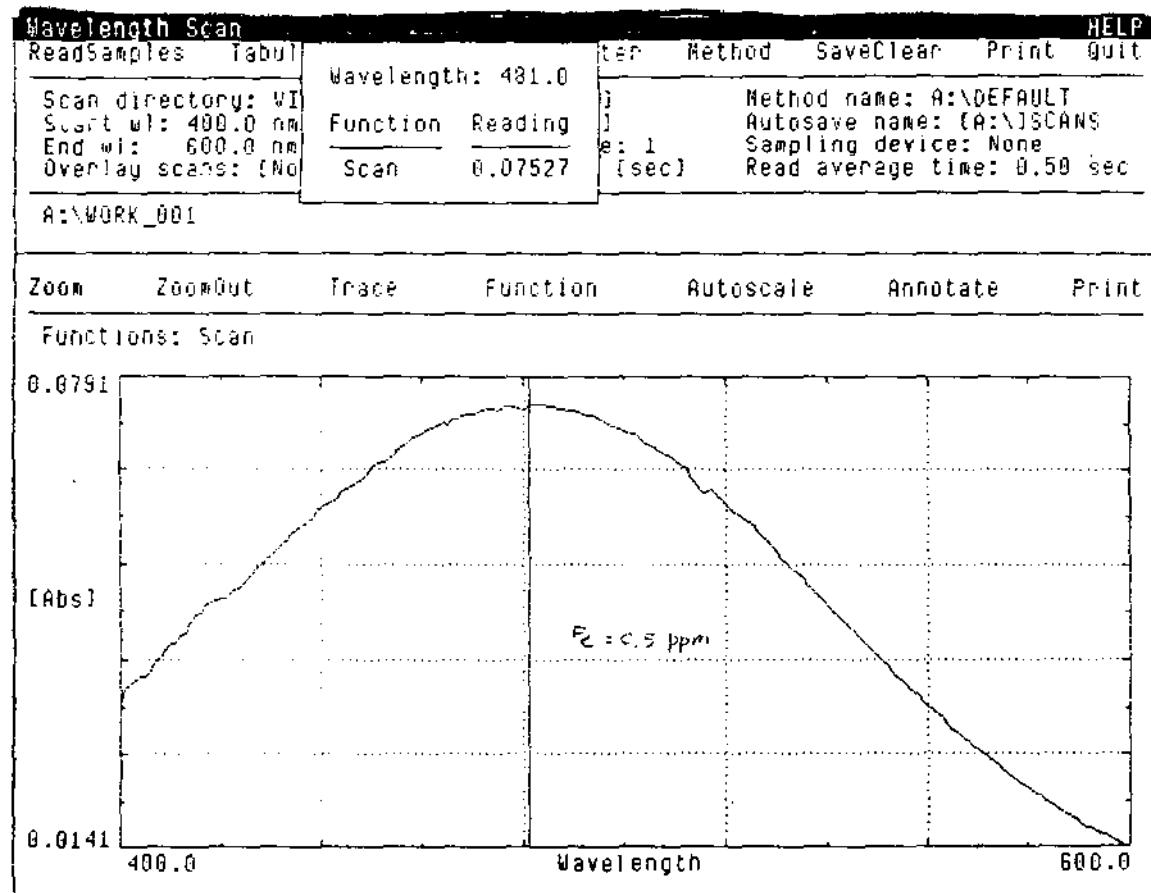
b. perlu dikembangkan lebih lanjut metoda penentuan tembaga secara spektrofotometri sebagai kompleks tembaga (I)-batokuproin disulfonat untuk analisis air limbah industri secara luas.

## DAFTAR PUSTAKA

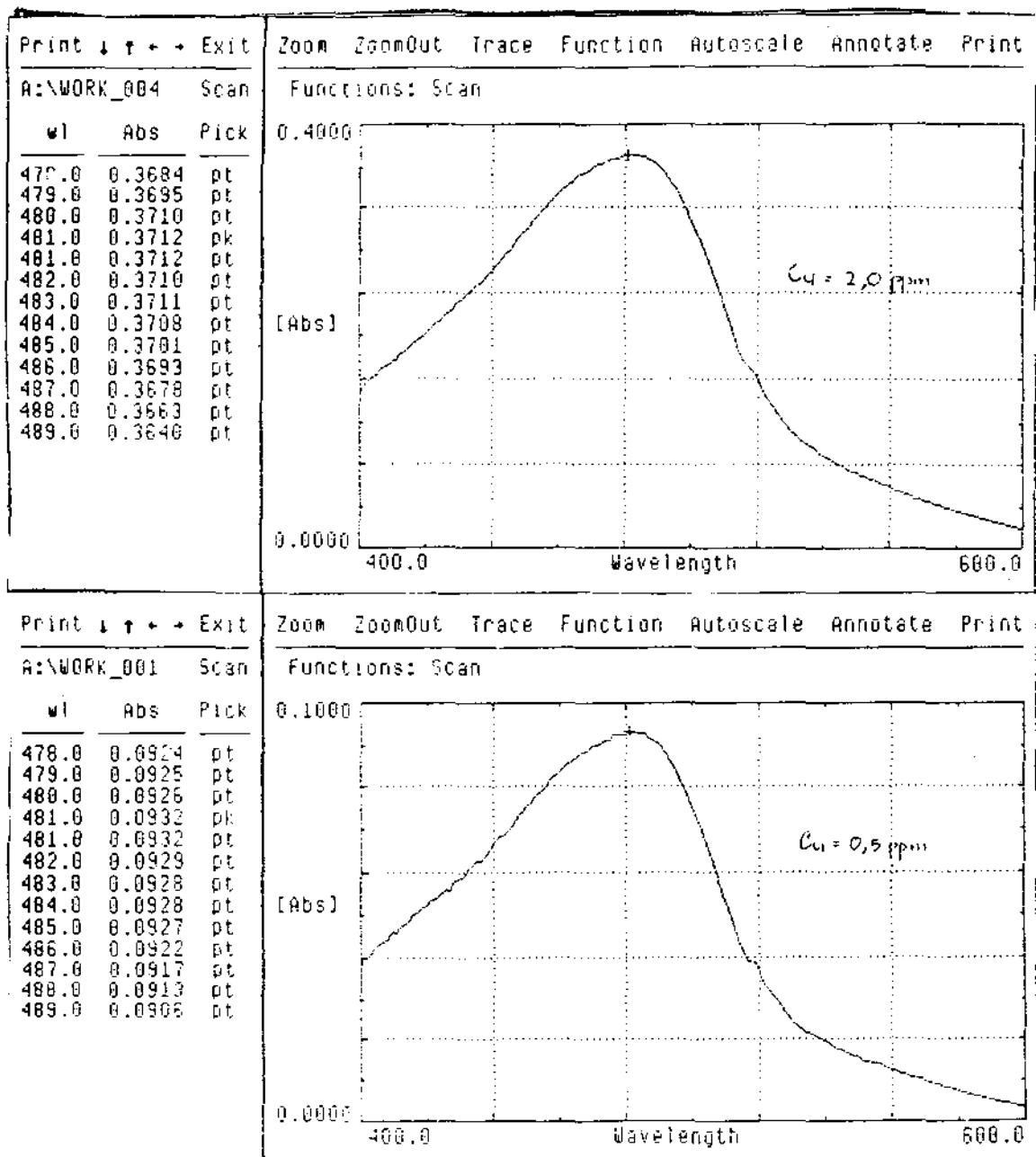
1. Buchari. Dasar-dasar Statistika Kimia, PT Tambang Timah dan LPM ITB
2. Blum. W dan Hagaboom. GB, 1949, ciples of Electroplating and Elektroforming, third edition. MC Graw-Hill Book Company
3. Ceriotti, G dan Rota, F. 1989. *Chem. Abstr.*, Vol. 111, no. 170432
4. Gehler, AR, 1954, *Analvtical Chemistry*. Vol. 26, No. 3.
5. Hartati, 1993, Studi Perbandingan Metoda Penentuan Tembaga Dalam Campuran Logam Secara Spektrofotometri dan Polarografi Denyut Diferensial, ITB (tesis)
6. Ismono, 1981, Cara-cara Optik Analisa Kimia, Departemen Kimia ITB, Bandung
7. Kuban, V, et al, 1989, *Chem. Abstr.*. Vol. 111. no 36086 9
8. Kuprivic, M, et al. 1984, *Chem. Abstr.*. Vol. 99. no 1722505
9. Merck.E, 1990, Reagent's Diagnostic Chemicale, Merck, Darmstadt
10. Moffett, JW. 1985, *Analytica Chimica Acta*. Vol. 175, Elsevier Science Publisher BV, Amsterdam, 171-179
11. Ohzeki. K, et al, *Chem. Abstr.*, Vol 112, 1990 no.204325a
12. Smith, GF dan Mc Curdy, S. 1971, *Analytica Chimica Acta*. Vol 54.253-260

13. Smith, GF dan Mc Curdy, QH, 1951, *Analytical Chemistry* Vol 54, No. 371-373
14. Smith, GF dan Wilkins, DH, 1953, *Analytical Chemistry*, Vol 53, No. 3, 510-511
15. Svehla.G. 1982, *Vogel's Text Book of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis*, 5<sup>th</sup> ed., Longman, London
16. Thomas, LC dan Chamberlain, GJ, 1980, *Colorimetric Chemical Analytical Methods*, 9<sup>th</sup> ed., The Tintometer, Ltd., Salisbury, England
17. Vogel, AI, 1961, *A Text-Book of Quantitative Inorganic Analysis Including Elementary Instrumental Analysis*, 3<sup>rd</sup> ed., John Wiley and Sons Inc., New York.

Lampiran 1. Panjang gelombang maksimum penentuan besi secara spektrofotometri dengan tiosianat



Lampiran 2. Spektrum larutan tembaga (I)-batokuprion disulfonat yang diambil dengan spektrofotometer Beckmann DU 7500



Lampiran 3. Panjang gelombang maksimum larutan tembaga (I)-batokuprion disulfonat

No.	Spektronik 20D		Spektronik 20	
	$\lambda$ (nm)	Absorbansi	$\lambda$ (nm)	Transmitan (%)
1.	420	0,276	420	44,5
2.	430	0,302	425	42,5
3.	440	0,335	430	41,2
4.	450	0,376	435	39,5
5.	460	0,418	440	38,0
6.	470	0,446	445	36,5
7.	478	0,445	450	37,0
8.	479	0,450	455	36,5
9.	480	0,460	460	37,2
10.	481	0,462	465	37,5
11.	482	0,452	470	41,0
12.	485	0,450	475	44,2
13.	490	0,438	480	48,0
14.	500	0,378		

Lampiran 4. Absorbansi sampel pada dua kali pengenceran secara spektrofotometri sinar tampak

No.	Sampel 1			Sampel 2		
	Beckmann	Spek. 20D	Spek. 20	Beckmann	Spek. 20D	Spek. 20
1.	0,05851	0,071	0,071	0,04373	0,046	0,045
2.	0,05874	0,071	0,068	0,03758	0,044	0,045
3.	0,05622	0,070	0,071	0,04589	0,047	0,035
4.	0,05450	0,066	0,071	0,04374	0,043	0,046
5.	0,06493	0,069	0,066	0,03713	0,038	0,039
6.	0,05887	0,060	0,054	0,03963	0,046	0,048
7.	0,05524	0,060	0,056	0,04121	0,042	0,045
8.	0,05212	0,056	0,056	0,04078	0,044	0,048

Lampiran 5. Absorbansi tembaga pada dua kali pengenceran melalui penentuan secara AAS

No.	Absorbansi	
	sampel 1	sampel 2
1.	0,053	0,039
2.	0,050	0,035
3.	0,040	0,036
4.	0,062	0,036
5.	0,057	0,036
6.	0,058	0,048
7.	0,053	0,038
8.	0,052	0,035