

PEMBUATAN TES KIT KROMIUM BERDASARKAN PEMBENTUKAN KOMPLEKS Cr(VI)-DIFENILKARBAZIDA

Nurul Khanifah, Hermin Sulistyarti*, Akhmad Sabarudin

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145*

*Alamat korespondensi, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835
Email: *hermin@ub.ac.id*

ABSTRAK

Kromium heksavalen merupakan salah satu senyawa kimia yang dapat mencemari lingkungan dan merupakan racun yang berbahaya bagi organisme. Penentuan kromium(VI) dapat dilakukan dengan tes kit kromium yang dibuat dengan cara pembentukan kompleks Cr(VI)-difenilkarbazida. Pembentukan kompleks ini dapat dilakukan dalam suasana asam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui berapa konsentrasi kromium(VI) yang dapat digunakan pada pembuatan komparator warna larutan dan keakuratan aplikasi tes kit kromium apabila dibandingkan dengan metode standar. Pembuatan tes kit kromium dilakukan dengan menggunakan variasi konsentrasi kromium(VI) yaitu 0-1 ppm dengan interval 0,1 ppm dan 0-10 ppm dengan interval 1 ppm pada kondisi optimum dari penelitian sebelumnya yang meliputi panjang gelombang 542 nm, pH 1, waktu kestabilan kompleks 20 menit, dan konsentrasi difenilkarbazida 4×10^{-4} M. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi Cr(VI) 0-1 ppm dengan interval 0,1 ppm dan Cr(VI) 0-5 ppm dengan interval 1 ppm dapat digunakan untuk pembuatan komparator warna larutan. Hasil aplikasi pada air limbah kromium menunjukkan bahwa tes kit kromium yang dibuat memiliki akurasi yang baik karena dari uji validasi memberikan nilai akurasi sebesar 95,83 %.

Kata kunci: difenilkarbazida, kromium(VI), pembuatan, test kit, validasi

ABSTRACT

Chromium hexavalent is a poisonous substance which can harm environment and organism. The chromium test kit was developed based on the complex formation of Cr(VI)-diphenylcarbazide. The Cr(VI)-diphenylcarbazide complex can be formed by reacting chromium(VI) with diphenylcarbazide under acidic condition. This research is focused on the investigation of chromium(VI) concentration range which can be distinguished from the color by visual detection, called standard color, and the accuracy of the chromium test kit was compared to that of standard method. Chromium test kit was prepared by reacting various concentration of chromium(VI) from 0-1 ppm with interval of 0.1 ppm and 0-10 ppm with interval of 1 ppm with diphenylcarbazide 4×10^{-4} M under optimum conditions from previous research, i.e: wavelength of 542 nm, pH of 1, and reaction time 20 minutes. The results of the research showed that the range concentration of chromium(VI) can be used for standard color with intervals of 0.1 ppm for 0-1 ppm and standard color with interval of 1 ppm for 0-5 ppm. The chromium test kit showed good agreement compared to spectrophotometric standard method with accuracy of 95.83 %.

Keywords: diphenylcarbazide, chromium(VI), development, test kit, validity

PENDAHULUAN

Kromium(VI) atau kromium heksavalen merupakan bentuk kromium yang paling berbahaya dan dapat menimbulkan efek yang merugikan bagi lingkungan dan kesehatan manusia [1]. Senyawa Cr(VI) di dalam lingkungan berasal dari limbah industri, tambang kromium, pembakaran minyak bumi, kertas dan kayu [2]. Akibat dampaknya yang merugikan, pemerintah mengeluarkan PP No. 82 tahun 2001 mengenai kadar maksimum

kromium untuk keperluan air baku air minum dan kegiatan perikanan sebesar 0,05 mg/L [3]. Oleh karena itu, monitoring terhadap kadar kromium sangat diperlukan untuk mencegah keracunan kromium dan pencemaran lingkungan.

Metode standar penentuan kadar kromium berdasarkan APHA [4] adalah metode spektrofotometri yang didasarkan pada reaksi oksidasi reduksi. Akan tetapi teknik ini bersifat rumit karena tetap memerlukan keahlian, relatif mahal dan tidak dapat diaplikasikan untuk analisis lapang. Metode alternatif yang sesuai untuk digunakan di lapang adalah tes kit. Tes kit kromium merupakan merupakan suatu kit pereaksi yang mudah digunakan untuk mengetahui konsentrasi kromium pada suatu sampel yang didasarkan pada pembentukan warna yang proporsional terhadap konsentrasi. Namun tes kit kromium hingga saat ini belum diperjual belikan di pasaran.

Pada penelitian ini tes kit kromium dibuat berdasarkan pembentukan kompleks Cr(VI)-difenilkarbazida, karena difenilkarbazida mudah bereaksi dengan Cr(VI) pada suasana asam dan menghasilkan kompleks khelat yang memiliki warna khas yaitu merah keunguan [5]. Pembuatan tes kit ini berbasis pada kondisi penelitian sebelumnya [6] yang meliputi panjang gelombang 542 nm, pH 1, waktu kestabilan kompleks 20 menit, dan konsentrasi difenilkarbazida 4×10^{-4} M. Penelitian ini diharapkan dapat mengetahui konsentrasi kromium(VI) yang dapat digunakan sebagai komparator warna larutan serta aplikasi tes kit kromium pada sampel air limbah yang divalidasi dengan membandingkan hasilnya dengan metode spektrofotometri sinar tampak untuk mengetahui keakuratan tes kit yang dibuat.

METODA PENELITIAN

Bahan dan Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi seperangkat alat gelas, neraca analitis Mettler, botol sampel, spektrofotometer UV-VIS Genesys 10S, kuvet, stopwatch, pH universal. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan kimia pro analisis (p.a) yaitu kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) (*Merck*), 1,5-difenilkarbazida (*Merck*), asam sulfat (H_2SO_4) 7M, aseton (*Merck*), asam nitrat (HNO_3) 14,44% (*Merck*), kalium permanganat ($KMnO_4$), natrium azida (NaN_3), asam fosfat (H_3PO_4) 85%, dan akuades. Sedangkan bahan sampel yang digunakan adalah air pembuangan limbah pabrik elektroplating PT. Abadi Malang, Jl. Kelayatan I/5 RT 07/RW 01, Malang, Jawa timur.

Prosedur

Penentuan variasi konsentrasi kromium

Larutan Cr(VI) dengan variasi konsentrasi 0-1 ppm dengan interval 0,1 ppm dan variasi konsentrasi 0-10 ppm dengan interval 1 ppm diambil 1 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambah 0,5 mL H₂SO₄ 1 M, 0,5 mL difenilkarbazida 0,004 M dan diencerkan dengan akuades hingga volume akhir 5 mL. Larutan ini dikocok, dan dibiarkan selama waktu pembentukan kompleks optimum, dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (542 nm).

Pembuatan komparator warna larutan

Pembuatan komparator warna larutan dilakukan menggunakan cara yang sama dengan penentuan variasi konsentrasi kromium, namun setelah dibiarkan selama 20 menit warna yang terbentuk segera difoto.

Pengukuran kadar kromium pada sampel air

Preparasi sampel

Sampel air dari limbah pabrik elektroplating PT. Abadi Malang, Jl. Kelayatan I/5 RT 07/RW 01, Malang, Jawa timur, disaring kemudian diasamkan dengan HNO₃ 0,1 M.

Pembuatan kurva kalibrasi Cr(VI) dengan metode standar

Larutan Cr (VI) dengan variasi konsentrasi 0-1 ppm dengan interval 0,1 ppm dan variasi konsentrasi 0-10 ppm dengan interval 1 ppm ditambah 0,5 mL H₂SO₄ 1+1, ditambah 2 tetes 0,01% KMNO₄ hingga warnanya merah gelap, dipanaskan, jika warna pudar ditambah 2 tetes lagi dan dipanaskan hingga 1 menit, ditambah 0,5 mL NaN₃ dan dilanjutkan pemanasan hingga warna merah pudar semua, didinginkan, ditambah 3 tetes H₃PO₄ 85%, ditambah 1 mL difenilkarbazida, diencerkan hingga 50 mL, dibiarkan 5 – 10 menit sampai warna merah keunguan terbentuk, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (542 nm).

Penentuan Cr(VI) pada sampel air dengan metode standar

Sampel air diambil 5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambah 1 mL H₂SO₄ 0,1 M, ditambah 4 tetes difenilkarbazida 0,02 M, diencerkan sampai tanda batas, dibiarkan selama waktu pembentukan kompleks optimum, dan kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (542 nm).

Penentuan Cr(VI) pada sampel air dengan tes kit kromium

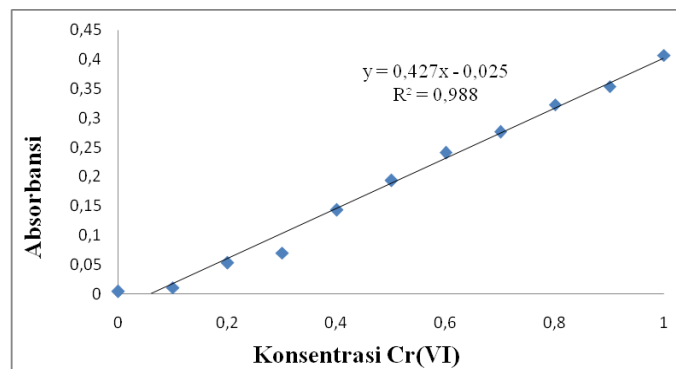
Sampel diambil 1 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambah 0,5 mL H₂SO₄ 1 M, ditambah 0,5 mL difenilkarbazida 0,004 M, diencerkan dengan akuades hingga volume akhir

5 mL, dibiarkan selama waktu pembentukan kompleks optimum, diamati perubahan warna yang terjadi dan disesuaikan dengan komparator warna larutan pada tes kit.

HASIL DAN PEMBAHASAN

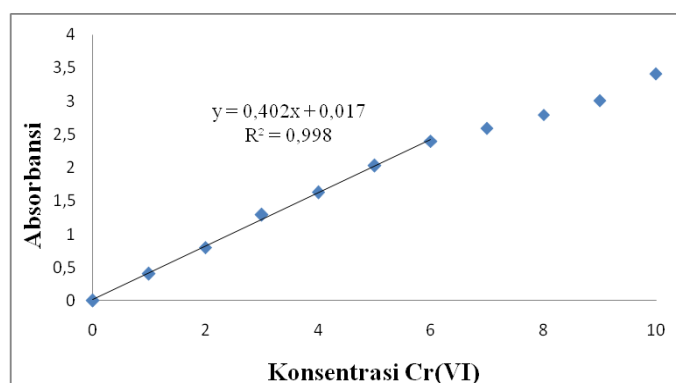
Penentuan variasi konsentrasi kromium

Penentuan variasi konsentrasi kromium bertujuan untuk mengetahui nilai sensitivitas tes kit kromium, dimana variabel yang dibuat berubah adalah konsentrasi kromium sedangkan variabel yang lain dibuat tetap. Gambar 1 menunjukkan bahwa pada konsentrasi Cr(VI) (0-1) ppm menghasilkan kurva yang linier dengan persamaan $y = 0,427x - 0,025$ dan nilai koefisien korelasi (R^2) = 0,988. Hal ini menunjukkan bahwa absorbansi meningkat dengan meningkatnya konsentrasi kromium.



Gambar 1. Kurva penentuan variasi konsentrasi Cr(VI) 0-1 ppm

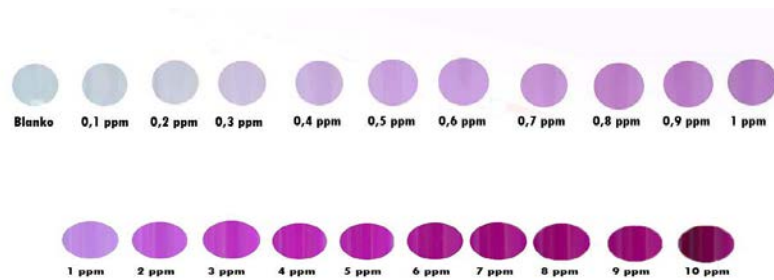
Dari hasil yang diperoleh maka penelitian dilanjutkan pada konsentrasi yang lebih besar yaitu pada konsentrasi (0-10) ppm. Gambar 2 menunjukkan bahwa pada konsentrasi Cr(VI) (0-10) ppm menghasilkan kurva yang linier dengan persamaan $y = 0,402x + 0,017$ dan nilai koefisien korelasi (R^2) = 0,998. Berdasarkan data kedua kurva dapat dihitung nilai absorbtivitas molar yang menunjukkan sensitivitas tes kit kromium dimana didapatkan nilai rata-rata absorbtivitas molar sebesar $1,85 \times 10^4 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$.



Gambar 2. Kurva penentuan variasi konsentrasi Cr(VI) 0-10 ppm

Pembuatan Komparator Warna Larutan

Pembuatan komparator warna ini bertujuan untuk membandingkan antara intensitas warna proporsional terhadap konsentrasi kromium. Komparator warna pada tes kit ini digunakan sebagai alat bantu untuk menentukan konsentrasi kromium pada sampel secara langsung dengan hanya dilihat secara visual. Gambar 3 menunjukkan komparator warna larutan Cr(VI)-difenilkarbazida dengan variasi konsentrasi kromium 0-1 ppm dengan perbedaan 0,1 ppm dan 0-10 ppm dengan perbedaan 1 ppm.



Gambar 3. Komparator Cr(VI)-difenilkarbazida dengan variasi konsentrasi 0-1 ppm dan 0-10 ppm

Terlihat pada Gambar 3 komparator warna larutan dapat mendeteksi konsentrasi kromium(VI) dari 0-1 ppm dengan interval 0,1 ppm dan 0-5 ppm dengan interval 1 ppm karena pada konsentrasi 6-10 ppm komparator tidak menunjukkan warna yang berbeda secara visual meskipun secara spektrofotometri linier pada konsentrasi 0-6 ppm. Dengan demikian komparator warna pada tes kit ini dapat digunakan sebagai pembanding antara intensitas warna sampel dengan konsentrasi kromium(VI) yang ditunjukkan komparator.

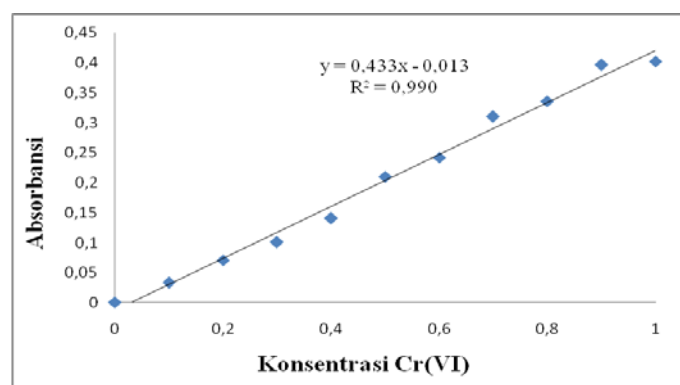
Pengukuran Kadar Kromium pada Sampel Air

Pengukuran kadar kromium pada sampel air bertujuan untuk mengetahui kadar kromium dalam sampel alami yang dilakukan dengan cara membandingkan warna yang diperoleh dengan komparator warna. Gambar 4 menunjukkan konsentrasi kromium pada sampel air limbah berdasarkan tes kit kromium adalah 0,1 ppm.



Gambar 4. Penentuan konsentrasi sampel Cr(VI) menggunakan tes kit kromium

Setelah didapatkan konsentrasi kromium yang diukur menggunakan tes kit kromium maka hasil ini dibandingkan dengan konsentrasi kromium yang diukur menggunakan metode standar. Gambar 5 menunjukkan kurva kalibrasi Cr(VI) (0-1) ppm metode standar dengan spektrofotometri yang memiliki persamaan $y = 0,433x - 0,013$ dan nilai koefisien korelasi (R^2) = 0,990. Dari hasil perhitungan persamaan regresi didapatkan bahwa konsentrasi kromium pada sampel air dengan metode standar sebesar 0,096 ppm.



Gambar 5. Kurva kalibrasi Cr(VI) (0-1) ppm

Dari hasil konsentrasi yang didapat dilakukan uji akurasi dengan perhitungan persen kesalahan sebesar 4,17 % dan persen akurasi sebesar 95,83 %. Berdasarkan hasil tersebut dapat dikatakan metode tes kit kromium memiliki tingkat akurasi yang baik.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa konsentrasi kromium(VI) yang dapat digunakan untuk pembuatan komparator warna larutan adalah 0-1 ppm dengan interval 0,1 ppm dan 0-5 ppm dengan interval 1 ppm. Metode tes kit kromium memiliki akurasi yang baik karena memberikan nilai % akurasi sebesar 95,83 %.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada Dr. Hermin Sulistyarti dan Akhmad Sabarudin, S.Si., M.Sc., Dr.Sc selaku dosen pembimbing I dan II, segenap Staf Pengajar serta Karyawan Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, dan semua pihak yang telah banyak membantu dan memberikan dukungan sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Suminar, M., 2007, *Pencarian Kondisi Pembentukan Senyawa Kompleks Cr (III & VI) dengan Pereaksi Kromogenik Campuran*, Skripsi Fakultas MIPA, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
2. Kusnoputranto H., 1996, *Toksikologi Lingkungan Logam Toksik dan B-3*, UI-Press, Jakarta.
3. Apriadi, D., 2005, *Kandungan Logam Berat Hg, Pb, dan Cr Pada Air, Sedimen, dan Kerang Hijau (Perna viridis L.) di Perairan Kamal Muara*, Skripsi Fakultas MIPA, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
4. Greenberg, A.E., Lenore, S.C and Andrew, D.E., 1992, *Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater, 18th ed*, American Public Health Association, Washington DC.
5. Soebaredja, A.S.L., 2013, *Analisis Fosfor dan Krom(VI) secara Spektrofotometri Uv-Vis*, <https://www.scribd.com/doc/129522872/38005700-Laporan-Uv-Vis>, diakses pada tanggal 8 Desember 2014.
6. Suryati, L., 2014, *Pengembangan Metode Spektrofotometri untuk Penentuan Spesi Kromium dengan Oksidator Hipoklorit dan Peroksida Berdasarkan Pembentukan Kompleks Cr(VI)-Difenilkarbazida*, Thesis Program Sarjana Kimia, Universitas Brawijaya, Malang.