

Perbedaan Hasil Pemeriksaan Kromium Heksavalen (Cr VI) Dengan Pengompleks 1,5 Difenilkarbazida Pada Waktu 5 Menit Dan 15 Menit Secara Spektrofotometri UV-VIS

Indah Sari¹, Shera Fresilia², Pra Dian Mariadi², dan Rosnita Sebayang²

¹)DIV Teknologi Laboratorium Medis IKesT Muhammadiyah Palembang,

²) DIV Teknologi Laboratorium Medis UNIKA Musi Charitas Palembang

Corresponding author: iindahsari1917@gmail.com

ABSTRACT

Tanggal Submit:
21 Agustus 2021

Tanggal Review:
23 Oktober 2021

Tanggal Publish
Online:
2 Desember 2021

Differences of hexavalent chromium (Cr VI) examination results with complexing of 1,5 diphenylcarbazide at 5 minutes and 15 minutes by spectrophotometry uv-vis at (Balai Riset dan Standard Industri Palembang) Research and Industry Standard Center Palembang, 2017. Study Program of DIV Health Analyst, Faculty of Health Sciences of Musi Charitas Catholic University Palembang. Chromium (VI) is a carcinogenic component for humans, the amount of chromium that is safe to consume by humans is 50 - 200 µg a day. This research was an analytical comparative, conducted in The Research and Industry Standard Center Palembang. Samples were from pro-analytical chemical content made from chromium-acting susceptibility of 0,1 ppm and 0,2 ppm and the samples were given a complex of 1,5 diphenylcarbazide in the period of 5 minutes and 15 minutes. The obtained chromium examination results with complexing 1,5 diphenylcarbazide in the period of 5 minutes were 0,0869 and 0,1775 and in the period of 15 minutes were 0,0932 and 0,1626. The data analyzed by using *Wilcoxon* p value and it was obtained $p > 0,05$. Based on this research, it was concluded that chromium examination with complexing of 1,5 diphenylcarbazide in the period of 5 minutes and 15 minutes had no significant difference.

Keywords : *Verification, Chromium, 1,5 Difenylcarbazide, UV-Vis Spectrophotometry.*

PENDAHULUAN

Kromium adalah logam yang termasuk dalam golongan transisi. Kata krom berasal dari bahasa Yunani yaitu (Chroma) yang berarti warna. Dalam struktur kimia kromium dilambangkan dengan "Cr" Kromium adalah logam non ferro yang dalam tabel periodik

termasuk grup VIB dan lebih mulia dari besi (Pratiwi, 2013).

Dalam lingkungan terdapat dua bentuk logam kromium yaitu Cr III dan Cr VI. Cr III merupakan yang ada dalam makanan, yang digunakan untuk mengontrol metabolisme glukosa dan

lipit dalam membran sel (Suprianto R, 2011). Kromium diperlukan dalam jumlah kecil oleh tubuh untuk memetabolisme gula (Baskoro F, 2012).

Kromium heksavalen dalam tubuh manusia dapat mengakibatkan kerusakan dalam sistem organ tubuh. kromium heksavalen (Cr VI) merupakan komponen yang bersifat karsinogen bagi manusia. Kromium heksavalen (Cr VI) dalam jumlah 7,5 mg/l pada manusia menyebabkan toksisitas akut berupa kematian sedangkan bila terjadi akumulasi kromium heksavalen (Cr VI) pada dosis 0,57 mg/kg perhari dapat menyebabkan kerusakan pada hati (Anggraini D, 2016). Kromium heksavalen Cr VI memiliki sifat karsinogenik dan mutagenik serta sangat beracun (Suprianto R, 2011) sifat yang dibawah oleh racun ini juga mengakibatkan terjadinya keracunan akut dan kronik (Fajar M, 2013).

Logam kromium yang masuk ke lingkungan dapat berasal dari berbagai sumber, tetapi sumber umum yang diduga paling banyak berpengaruh yaitu dari aktivitas industri, pertambangan, kegiatan rumah tangga dan zat sisa pembakaran serta mobilitas bahan bakar. Kadar maksimum Cr (VI) untuk keperluan air baku air minum dan kegiatan perikanan sebesar 0,05 mg/L (Andini, 2017).

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

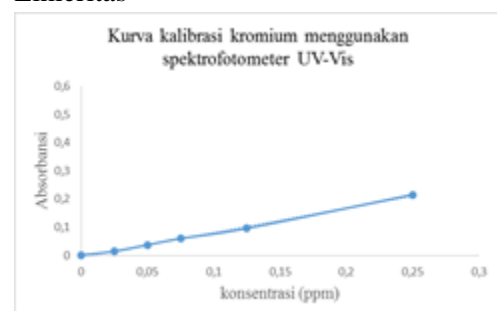
Sampel yang digunakan dalam penelitian ini dibuat dengan menggunakan bahan kimia pro analisa (p.a) yaitu kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$). pro analisa adalah bahan kimia yg memiliki kemurnian sangat tinggi (>99,5%) dan biasanya digunakan untuk keperluan laboratorium (Khanifah, 2015). Rentang kerja standar pada spektrofotometer UV-Vis adalah 0,0; 0,025; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; dan 0,25 ppm. Pereaksi yang digunakan adalah H_2SO_4 dan aquades 1:1, dan 1,5 difenilkarbazida.

Alat yang digunakan yaitu Spektrofotometer UV-Vis Double beam, hot plate, alat-alat gelas lainnya.

Jenis penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah kompratif analitik. Metode dalam penelitian ini adalah metode spektrofotometer UV-Vis.

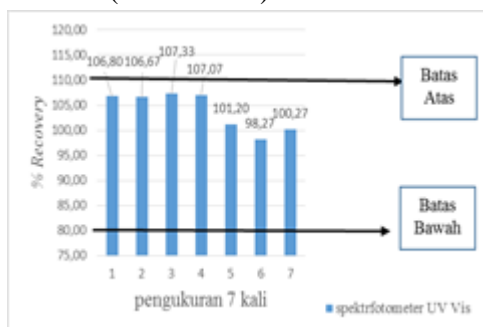
HASIL PENELITIAN

1. Linieritas



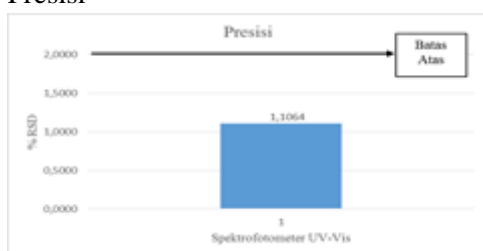
Gambar 1. Grafik Kurva Kalibrasi

2. Akurasi (Kecermatan)



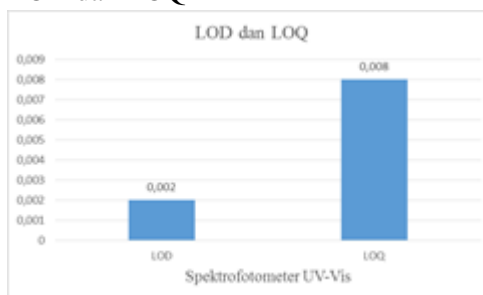
Gambar 2. % Recovery Kromium Heksavalen

3. Presisi



Gambar 3. Grafik Presisi Kromium Heksavalen

4. LOD dan LOQ



Gambar 4. Grafik LOD dan LOQ

5. Hasil Pemeriksaan Kromium Heksavalen



Gambar 5. Hasil Pemeriksaan Kromium Heksavalen

PEMBAHASAN

Verifikasi Metode Spektrofotometri

Verifikasi metode adalah konfirmasi ulang dengan cara menguji suatu metode dengan melengkapi bukti yang obyektif, apakah metode tersebut memenuhi persyaratan yang ditetapkan dan sesuai dengan tujuan. Parameter yang diuji dalam verifikasi metode meliputi uji akurasi, presisi linieritas LOD dan LOQ (Riyanto, 2014).

1. Linieritas

Linieritas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proposional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linieritas suatu metode digunakan untuk mengetahui kemampuan standar, sehingga dapat membuktikan adanya hubungan linieritas antara konsentrasi analit dan detektor (Riyanto, 2014).

Rentang metode adalah pernyataan konsentrasi terendah dan tertinggi analit yang mana metode analisis memberikan kecermatan, keseksamaan dan linieritas yang dapat diterima (Wardani, 2012).

Uji linieritas didapatkan melalui pembuatan kurva standar pemeriksaan kromium heksavalen yang dilakukan dengan cara membuat larutan standar kromium heksavalen dengan berbagai konsentrasi yaitu 0,00; 0,025; 0,05; 0,075; 0,125; 0,25 ppm yang dibuat dari

larutan induk kromium heksavalen 50 ppm.

Berdasarkan hasil kurva standar pemeriksaan kromium heksavalen terlihat dari 6 deret standar diperoleh meningkat sehingga dapat diperoleh meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi kromium heksavalen. Nilai absorbansi grafik kurva standar yang didapat adalah $y = 0,86670x - 0,00524$ dengan regresi linier yaitu $r = 0,9963$. Nilai linieritas (r) masih memenuhi standar yang telah ditetapkan SNI 6989.71.2009 yaitu $> 0,995$.

2. Akurasi (Kecermatan)

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan (Riyanto, 2014). Uji akurasi dilakukan dengan cara menambahkan larutan standar kromium heksavalen dengan konsentrasi 0,075 ppm kedalam sampel kromium heksavalen 0,0935 ppm dibaca dengan menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis kemudian dihitung % *recovery*.

Hasil rata-rata %*recovery* yang didapatkan dengan pengukuran sebanyak 7 kali yaitu 103,90%. Hasil uji perolehan kembali memenuhi syarat akurasi yaitu pada rentan 80 – 110% hal ini berarti hasil uji perolehan kembali

untuk Cr memiliki akurasi yang sangat tinggi.

3. Presisi

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel yang diambil dari campuran yang homogeny.

Uji presisi dilakukan dengan mengukur larutan standar kromium heksavalen dengan konsentrasi 0,1 ppm sebanyak 7 kali. Uji presisi diperoleh menghitung nilai % simpangan baku relatif (% RSD).

Hasil %RSD yang didapatkan sebesar 1,1064% hasil uji presisi ini menyatakan bahwa metode tersebut dalam kriteria kesesamaan. Kriteria kesesamaan diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (KV) 2% atau kurang (Riyanto, 2014).

4. Limit of detection (LOD) dan limit of quantification (LOQ)

Limit of detection (LOD) atau batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat di deteksi yang masih memberikan respon signifikan, sedangkan LOQ diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama sehingga

dapat dikuantifikasi dengan akurasi dan presisi yang baik (Pratama. *et al.*, 2016). Uji LOD dan LOQ dilakukan dengan cara mengukur larutan kromium heksavalen terkecil yaitu 0,0250 ppm. Nilai LOD dan LOQ dihitung dari persamaan regresi kurva baku kromium heksavalen yang telah didapatkan.

Nilai LOD dan LOQ pada sampel yang didapat berturut-turut yaitu 0,002 ppm dan 0,008 ppm. Kadar dibawah 0,002 ppm tidak dapat terdeteksi lagi oleh alat spektrofotometer UV-Vis. Nilai LOD dan LOQ memenuhi syarat yang ditetapkan karena tidak ada kadar sampel yang berada dibawah nilai LOD dan LOQ.

5. Pembuatan sampel

Pembuatan sampel kromium heksavalen menggunakan bahan kimia pro analisa (p.a) yaitu kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$). pro analisa adalah bahan kimia yg memiliki kemurnian sangat tinggi (>99,5%) dan biasanya digunakan untuk keperluan laboratorium (Khanifah, 2015).

Sampel terbuat dari larutan baku kromium heksavalen dikromat dengan cara menimbang 0,1414 gram larutan induk kromium heksavalen dikromat dan dilarutkan dengan aquades, memasukan kedalam labu ukur 1000 ml didapatkan konsentrasi kromium heksavalen 50 ppm, dari 50 ppm

diencerkan menjadi 2,5 ppm dan diencerkan menjadi 0,1 ppm dan 0,2 ppm.

Pemeriksaan kromium heksavalen pada penelitian ini menggunakan metode Spektrofotometer UV-Vis dengan pengompleks 1,5 difenilkarbazida pada waktu 5 menit dan 15 menit, pemeriksaan kromium heksavalen dilakukan di hari dan waktu yang sama pada setiap sampel menggunakan spektrofotometri UV-Vis *double beam*.

Sampel yang terbuat dari bahan kimia pro analisa (p.a) di oksidasi dengan larutan H_2SO_4 lalu dilakukan pemanasan sampai mendidih ± 1 menit, lalu didinginkan setelah dingin ditambahkan pengompleks 1,5 difenilkarbazida pada waktu 5 menit dan 15 menit lalu diperiksa menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

Berdasarkan hasil pemeriksaan kromium heksavalen dari kedua sampel menggunakan metode Spektrofotometer UV-Vis mendapatkan hasil relatif tidak berbeda. Namun untuk menentukan hasilnya dilanjutkan dengan analisa menggunakan *Wilcoxon* yang diolah menggunakan SPSS 22.00.

KESIMPULAN

Pemeriksaan kadar kromium heksavalen dengan pengompleks 1,5 difenilkarbazide pada waktu 5 menit

dan 15 menit tidak ada perbedaan yang signifikan karena didapatkan dari pemeriksaan laboratorium, diolah menggunakan SPSS 22.00. nilai p-value yang didapatkan adalah 0,068 $p > 0,05$ maka dapat disimpulkan bahwa tidak terdapat perbedaan.

DAFTAR PUSTAKA

- Andini, Ary (2017). Analisa Kadar Kromium VI [Cr (VI)] Air di Kecamatan Tanggulangin, Sidoarjo. Jurnal SainHealth. Vol. 1 No. 2: 1 – 4.
- Anggraini D (2016). Kajian kandungan logam berat Kadmium (Cd) dan Kromium (Cr) pada kerang bulu (*Anadara antiquata*), kerang darah (*anadara granosa*), dan kerang hijau (*perna viridis*) di pesisir teluk lampung secara spektrofotometri serapan atom. Universitas Bandar Lampung.
- Baskoro F dan Saputro S (2012). Analisa spesiasi ion kromium heksavalen dalam air alam menggunakan metode elektrooksidasi dan *solid-phe spectrophotometry*. Universitas sebelas maret.
- Fajar M, Alfian Z, Agusnar H (2013). Penentuan kadar unsur besi, kromium heksavalen dan aluminium dalam air baku dan pada pengolahan air bersih di tanjung gading dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom. Jurnal sain kimia Vol 1 No 2 . Universitas Sumatra Utara.
- Khanafah N, Sulistyarti H, Sabarudin A (2015). Pembuatan tes kit kromium heksavalen berdasarkan pembentukan kompleks Cr (VI)-difenil kabrazin. Kimia student journal. Vol 1 no 1 : 730-736.
- Pratama D, Hidayat D, Wijianto E, Yuniar H (2016). Validasi Metode Analisa Pb Dengan Menggunakan *Flame* Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Untuk Studi Biogeokimia Dan Toksisitas Logam Timbal Pada Tanaman Tomat (*Licopersicum Esculentum*). Analit Vol 1 No 01 : 2540-8267
- Pratiwi DT (2013). Penentuan kadar kromium heksavalen dalam limbah industri melalui pemekaran dengan metode kopresipitasi menggunakan Cu pirolidin dithiokarbamat. Universitas Negeri Semarang.
- Riyanto (2014). Validasi dan verifikasi metode uji sesuai dengan ISO/IEC 17025 laboratorium pengujian dan kalibrasi : Deepublish.
- Suprianto (2011) studi analisa spesiasi logam Cr (III) dan (VI) dengan asam tatarat dari ekstrak gambir menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Universitas lampung. Vol 17 no 35 – 42.
- Wardani LA (2012). Validasi metode analisis dan penentuan kadar vitamin C pada minuman buah kemasan dengan spektrofotometri UV-Vis. Universitas Indonesia.