

**PENETAPAN LOGAM TIMBAL DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK**



SKRIPSI

Diajukan kepada Program Studi Kimia

Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta

Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Guna Memperoleh

Gelar Sarjana Sains

Oleh :

Eka Anastria Endah Susilo Wati

NIM : 04630018

PROGRAM STUDI KIMIA

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA

YOGYAKARTA

2010



SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Lamp : -

Kepada :

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

Di Yogyakarta

Assalamu 'alaikum Wr. Wb.

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara :

Nama : Eka Anastria Endah S

NIM : 04630018

Judul Skripsi : PENETAPAN LOGAM TIMBAL DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK

sudah dapat diajukan kembali kepada Fakultas Sains dan Teknologi Program Studi Kimia UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Dengan ini kami mengharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera di munaqsyahkan. Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

Wassalammu 'alaikum Wr. Wb

Yogyakarta, 5 Mei 2010

Pembimbing

Imelda Fajriati, MSi.

NIP. 19750725 200003 2 001



SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : Nota Dinas Konsultan Skripsi

Lamp : -

Kepada :

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

Di Yogyakarta

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara :

Nama : Eka Anastria Endah S

NIM : 04630018

Judul Skripsi : PENETAPAN LOGAM TIMBAL DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK

sudah dapat diajukan kembali kepada Fakultas Sains dan Teknologi Program Studi Kimia UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb

Yogyakarta, 09 Juni 2010

Konsultan

Didik Kresdiyanto, M.Sc.
NIP.



Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga

FM-UINSK-BM-05-07/R0

PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Nomor : UIN.02/D.ST/PP.01.1/1289/2010

Skripsi/Tugas Akhir dengan judul : "Penetapan Logam Timbal dengan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak"

Yang dipersiapkan dan disusun oleh :
Nama : Eka Anastria Endah Susilo Wati
NIM : 0463 0018
Telah dimunaqasyahkan pada : 27 Mei 2010
Nilai Munaqasyah : A / B
Dan dinyatakan telah diterima oleh Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga

TIM MUNAQASYAH :

Ketua Sidang

Imelda Fajriati, M.Si
NIP. 19750725 200003 2 001

Penguji I

Liana Aisyah, S.Si, MA
NIP. 19770228 200604 2 002

Penguji II

Didik Krsdiyanto, M.Sc

Yogyakarta, 9 Juni 2010
UIN Sunan Kalijaga
Fakultas Sains dan Teknologi
Dekan



Dra. Maizer Said Nahdi, M.Si
NIP. 19550427 198403 2 001

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : EKA ANASTRIA ENDAH S
NIM : 04630018
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga

Menyatakan dengan sesungguhnya dan sejujurnya, bahwa skripsi saya yang berjudul:

**PENETAPAN LOGAM TIMBAL DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK**

Adalah asli hasil penelitian saya sendiri dan bukan plagiasi hasil karya orang lain.

Yogyakarta, 5 Mei 2010

Yang menyatakan



Eka Anastria Endah S
NIM. 04630018

MOTTO

Katakanlah, "kalau sekiranya lautan menjadi tinta untuk (menulis) kalimat-kalimat Tuhan-ku, sungguh habislah lautan itu sebelum habis (ditulis) kalimat-kalimat Tuhan-ku, meskipun Kami datangkan tambahan sebanyak itu (pula)."

(Q.S Al-kahfi : 109)¹

"Hanya ada satu standar kesuksesan yang memuaskan, yaitu pengembangan kepribadian yang sepenuhnya dan selaras dimana kekuatan akan tampak, bertahta dengan anggun, sangat simpatik, dan penuh cinta serta kebahagiaan
"

(Henry Knight Miller)

"Rasa takut dan nerves yang dimiliki oleh setiap orang, ketika ingin maju hanyalah suatu perasaan bahwa orang tersebut takut dan malu untuk mengakui kekurangan diri sendiri "

¹ Departemen Agama RI, Alquran dan Terjemahannya, (Jakarta, 1971), hal. 459

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah yang memberikan karunia serta kekuatan luar biasa sehingga penyusun dapat menyelesaikan skripsi dengan judul: “ Penetapan Logam Timbal dengan Metode Spektrofotometri Sinar Tampak “

Terselesainya skripsi ini tidak lepas dari arahan, bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak. Untuk itu penyusun mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Ibu Dra. Maizer Said Nahdi, M.Si., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta,
2. Bapak Khamidinal, M.Si., selaku Ketua Program Studi Kimia,
3. Ibu Imelda Fajriati, M.Si., selaku Pembimbing skripsi yang dengan ikhlas dan sabar meluangkan waktunya dalam membimbing, mengarahkan dan memotivasi dalam penyusunan skripsi ini,
4. Bapak Khamidinal, M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan motivasi dan pengarahan selama studi,
5. Seluruh Staf Karyawan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta,
6. Bapak Slamet Raharjo dan seluruh Staf Laboratorium Kimia Che-mik Pratama selaku laboran yang selalu memberikan pengetahuan dan pengarahan selama melakukan penelitian,

7. Bapak dan ibuku tercinta, terima kasih atas doanya, kakakku Gandung serta adik-adikku Sovia dan Susilo, yang telah memberikan motivasi, nasihat, semangat dan dukungan dengan ikhlas untuk segera menyelesaikan skripsi ini.
8. Teman-teman seperjuangan Program Studi Kimia '04 yang telah memberikan bantuan dan dukungan.
9. Semua pihak yang telah ikut berjasa dalam penyusunan skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Kepada semua pihak tersebut, semoga bantuan, bimbingan, dan pengarahan serta doa yang diberikan kepada penyusun dapat dinilai ibadah oleh Allah SWT dan mendapat ridho-Nya. Penyusun menyadari dalam penyusunan skripsi ini banyak terdapat kekurangan. Oleh karena itu saran dan kritik yang bersifat membantu, membangun sangat penyusun harapkan. Akhirnya besar harapan penyusun semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat dan sumbangan bagi kemajuan dan perkembangan ilmu pengetahuan terutama dalam bidang kimia. Amiin Ya Robbal 'Alamin.

Yogyakarta, 21 April 2010

Penyusun

Eka Anastria Endah S
NIM. 04630018

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN NOTA DINAS PEMBIMBING	ii
HALAMAN NOTA DINAS KONSULTAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
ABSTRAK.....	xvi
BAB I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang Masalah	1

B. Pembatasan Masalah.....	4
C. Rumusan Masalah	4
D. Tujuan Penelitian.....	5
E. Manfaat Penelitian.....	5

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Deskripsi Teori.....	7
1. Timbal.....	7
a. Sifat Fisika Timbal.....	8
b. Sifat Kimia Timbal.....	8
c. Sifat Senyawa Timbal Yang Lain.....	9
d. Kegunaan Timbal.....	10
e. Sumber Pencemaran Timbal.....	10
f. Reaksi yang Terjadi pada Ion Timbal (II)	10
2. Metode-metode dalam Penentuan Timbal.....	11
3. Spektrofotometri Sinar Tampak.....	12
4. Analisis Timbal dengan Spektrofotometri Sinar Tampak...	19
5. Reaksi Pembentukan Kompleks.....	20

6. Validasi Metode Analisis.....	33
B. Penelitian yang Relevan.....	33
C. Kerangka Berfikir.....	34

BAB III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian	35
B. Rancangan Penelitian.....	35
C. Alat dan Bahan Penelitian.....	35
1. Alat- Alat Penelitian.....	35
2. Bahan–Bahan Penelitian.....	35
3. Kalibrasi Instrument.....	36
D. Tahapan Penelitian.....	36
E. Teknik Analisa Data.....	41

BAB IV. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

A. Data Hasil Penelitian

1. Penentuan Panjang Gelombang.....	45
2. Penentuan Konsentrasi Timbal untuk Percobaan.....	46
3. Penentuan Asam Tartrat Optimum.....	47

4. Penentuan Volume Natrium Sulfida Optimum.....	48
5. Penentuan Kestabilan Waktu Larutan Optimum	49
6. Pembuatan Kurva Standar pada Kondisi Optimum.....	50
7. Penentuan Ketepatan dan Ketelitian.....	52

B. Pembahasan

1. Penentuan Panjang Gelombang Optimum.....	54
2. Penentuan Asam Tartrat Optimum.....	54
3. Penentuan Volume Natrium Sulfida Optimum.....	55
4. Penentuan Kestabilan Waktu Larutan Optimum.....	56
5. Pembuatan Kurva Standar pada Kondisi Optimum.....	56
6. Penentuan Ketepatan dan Ketelitian.....	57

BAB V PENUTUP

A. Kesimpulan	59
B. Saran-saran	59

DAFTAR PUSTAKA	60
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN	61
-----------------------	-----------

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1 : Spektrum Sinar Tampak dan Warna Komplementer.....	12
Tabel 4.1 : Data Absorbansi Panjang Gelombang Optimum.....	45
Tabel 4.2 : Data Absorbansi Konsentrasi Timbal untuk Percobaan	46
Tabel 4.3 : Data Absorbansi Variasi Asam Tartrat Optimum.....	48
Tabel 4.4 : Data Absorbansi Variasi Natrium Sulfida Optimum.....	49
Tabel 4.5 : Data Absorbansi Variasi Waktu Kestabilan Larutan Optimum	50
Tabel 4.6 : Data Absorbansi Kurva Standar pada Kondisi Optimum	51
Tabel 4.7 : Hasil Ketepatan dan Ketelitian Konsentrasi	52

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1 : Kurva Hubungan Antara Konsentrasi dengan Absorbansi	15
Gambar 2 : Diagram Spektrofotometer Sinar Tampak.....	17
Gambar 4.1 : Grafik Panjang Gelombang Optimum.....	46
Gambar 4.2 : Grafik Konsentrasi Timbal untuk Percobaan.....	47
Gambar 4.3 : Grafik Variasi Asam Tartrat Optimum.....	48
Gambar 4.4 : Grafik Variasi Natrium Sulfida Optimum.....	49
Gambar 4.5 : Grafik Variasi Waktu Kestabilan Larutan Optimum.....	50
Gambar 4.6 : Grafik Kurva Standar pada Kondisi Optimum.....	51
Gambar 4.7 : Grafik Kurva Analisa Regresi Langsung.....	58

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 : Preparasi Larutan	61
Lampiran 2 : Perhitungan Preparasi Larutan.....	63
Lampiran 3 : Tahapan Penelitian.....	64
Lampiran 4 : Cara Kerja Secara Umum	65
Lampiran 5 : Cara Kerja Penentuan Kondisi Optimum.....	66
Lampiran 6 : Perhitungan dan Penentuan Persamaan Regresi	73
Lampiran 7 : Analisa Penentuan Ketepatan dan Ketelitian	76
Lampiran 8 : Analisa Regresi Langsung	79
Lampiran 9 : Daftar Tabel nilai r Product Moment.....	80

ABSTRAK

PENETAPAN LOGAM TIMBAL DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK

Oleh :

Eka Anasria Endah S

04630018

Dosen Pembimbing : Imelda Fajriati, M. Si

Logam timbal merupakan salah satu logam berat yang sangat berbahaya bagi lingkungan. Keberadaan logam timbal dapat mencemari lingkungan air, tanah dan udara, sehingga sangat berbahaya bagi makhluk hidup yang ada disekitarnya. Metode analisis untuk menentukan logam timbal baik dalam material anorganik maupun dalam lingkungan perairan telah banyak dilakukan, diantaranya spektrofotometri serapan atom. Namun demikian karena ada kekurangan dalam penggunaan spektrofotometri serapan atom, maka dikembangkan metode penetapan logam timbal dengan spektrofotometri sinar tampak.

Penetapan logam timbal secara spektrofotometri sinar tampak dilakukan dengan dipipet larutan timbal nitrat ditambahkan asam tartrat, ditambah kalium sianida kemudian ditambah larutan ammonia dan larutan natrium sulfida kemudian diencerkan menjadi 100 mL. Selanjutnya larutan didiamkan. Disiapkan pula larutan blanko dengan menggunakan asam tartrat bebas timbal dan diberlakukan dengan cara yang sama. Kemudian serapan kedua larutan di ukur dengan suatu spektrofotometer pada panjang gelombang 430 nm. Penelitian ini diawali dengan penentuan kondisi optimum yang meliputi asam tartrat (M), penambahan volume natrium sulfida (mL) dan waktu kestabilan larutan (menit). Setelah data kondisi optimum diperoleh, dibuat kurva standar untuk mengetahui korelasi konsentrasi dan absorbansi dari timbal sehingga bila absorbansi diketahui maka konsentrasi sampel dapat dihitung dengan cara memplotkan ke persamaan kurva standar $Y = ax + C$. Penelitian ini dilakukan dengan 3 kali pengulangan dalam 4 hari yang berbeda, kemudian dirata-rata ($\bar{x}$). Hasil ini digunakan untuk perhitungan % ketepatan dan % ketelitian.

Hasil penelitian didapatkan, konsentrasi asam tartrat optimum adalah 1,5 M, penambahan volume natrium sulfida sebanyak 0,3 mL dengan waktu kestabilan larutan maksimum selama 10 menit. Hasil penentuan ketepatan dan ketelitian pada konsentrasi timbal 100, 125 dan 150 ppm berturut-turut; 99,58% dan 99,74%, 99,63% dan 99,82%, 99,74% dan 99,85%. Dengan demikian, penetapan logam timbal secara spektrofotometri sinar tampak dapat menjadi metode alternatif dalam analisis logam timbal.

Kata kunci: *Spektrofotometri sinar tampak, logam timbal*

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Air merupakan komponen terpenting dalam melangsungkan kehidupan setelah oksigen. Air adalah pelarut yang sangat baik bagi banyak bahan, sehingga air merupakan media transport utama bagi zat-zat makanan dan produk buangan/sampah yang dihasilkan proses kehidupan. Oleh karena itu, air yang ada di bumi tidak pernah terdapat dalam keadaan murni, tetapi selalu ada senyawa atau mineral/unsur lain yang terdapat di dalamnya.

Air akan melarutkan macam-macam gas yang ada di udara, seperti : gas oksigen, gas nitrogen, gas karbondioksida dan melarutkan beberapa mineral seperti natrium, magnesium, kalsium, besi, debu dan partikel-partikel lain. Sebagian air tetap berada di permukaan bumi atau tanah yaitu air lautan dan air permukaan tanah. Air permukaan tanah terutama terdapat dalam bentuk aliran sungai, waduk/kolam. Air tersebut mengalir melalui sungai-sungai kecil, selokan, sungai-sungai besar ke tempat yang lebih besar menuju ke danau, kolam dan sebagian besar terus ke laut. Air permukaan tanah dalam perjalanan menuju ke tempat yang rendah membawa serta lumpur, tanah sampah serta bahan-bahan pengotor lainnya berupa senyawa organik dan senyawa anorganik. Makin jauh perjalanan atau semakin banyak tempat-tempat yang dilewati, maka makin banyak bahan pengotor yang terkandung di dalamnya.

Lingkungan ekosistem sering kali terdapat zat berbahaya yang saat ini banyak dikaji secara serius oleh kalangan ahli. Zat berbahaya tersebut diantaranya adalah logam berat. Logam berat tersebut antara lain Pb, Zn, Cd dan Cu. Logam berat dinyatakan sebagai polutan yang sangat toksik dan berbahaya karena sifatnya yang sukar terurai. Sifat inilah yang menyebabkan logam berat dapat terakumulasi dalam jaringan tubuh makhluk hidup sehingga dapat menyebabkan keracunan secara akut dan kronis bahkan dapat menyebabkan kematian.

Timbal (Pb) dan persenyawaannya dapat berada di dalam badan perairan secara alamiah dan sebagai dampak dari aktivitas manusia. Secara alamiah, Pb yang masuk ke badan perairan melalui pengkristalan Pb di udara dengan bantuan air hujan. Disamping itu, proses korosifikasi dari batuan mineral akibat hempasan gelombang dan angin, juga merupakan salah satu jalur sumber Pb yang masuk ke badan perairan.

Timbal (Pb) yang masuk dalam badan perairan sebagai dampak dari aktifitas kehidupan manusia diantaranya air buangan dari pertambangan bijih Pb dan buangan sisa industri yang berkaitan dengan Pb. Buangan-buangan tersebut akan melalui jalur perairan seperti anak sungai kemudian dibawa menuju lautan. Umumnya jalur buangan dari sisa perindustrian yang menggunakan Pb akan merusak tata lingkungan perairan yang dimasukinya.

Logam berat yang akan dianalisis dalam penelitian ini adalah logam timbal (Pb). Logam Pb sama sekali tidak dibutuhkan oleh tubuh manusia, keberadaan logam Pb dalam tubuh manusia merupakan bencana bagi individu

yang terkena, sehingga keberadaannya dalam air limbah perlu dilakukan pemantauan. Berbagai metode analisis untuk menentukan logam Pb baik dalam material anorganik maupun dalam lingkungan perairan banyak dilakukan, diantaranya titrasi kompleksometri, ekstraksi dan metode instrumental seperti penggunaan spektrofotometri serapan atom dan spektrofotometri sinar tampak. Namun demikian karena rendahnya kandungan Pb yang diperbolehkan dalam suatu perairan maka perlu diupayakan suatu metode analisis yang sesuai.

Batas maksimal kandungan Pb di lingkungan perairan yang diperbolehkan adalah 0,03 ppm.² Karena rendahnya batas konsentrasi Pb yang diperbolehkan, maka prosedur analisis dapat diperbaiki dengan melibatkan proses pemekatan terlebih dahulu dengan mengubah logam Pb menjadi senyawa kompleks sehingga konsentrasi logam Pb dapat ditingkatkan.

Salah satu metode yang banyak digunakan para peneliti untuk penetapan logam timbal diawali ekstraksi kelat dengan ligan agar terbentuk senyawa kompleks yang menyerap warna yang kuat di daerah tampak sehingga penentuan secara spektrofotometri dapat dilakukan. Metode ekstraksi ini dibutuhkan waktu yang relatif lama sehingga kurang efisien maka perlu dilakukan pengembangan penelitian dengan cepat tanpa diawali dengan ekstraksi.

² Gunawan Suratmo, *Analisis Mengenai Dampak Lingkungan* (Bogor : Gadjahmada University Press, 1995) hlm

Penelitian ini dilakukan penetapan logam timbal dengan metode spektrofotometri sinar tampak tanpa diawali dengan ekstraksi.³ Prinsip dasar dari metode analisis secara spektrofotometri sinar tampak adalah pengukuran intensitas radiasi yang diserap oleh larutan berwarna. Zat yang menyerap warna atau panjang gelombang tertentu dari sinar tampak akan meneruskan warna komplementernya. Warna komplementer inilah yang dapat dilihat oleh mata sebagai warna.

Keuntungan utama metode kolorimetri atau spektrofotometri sinar tampak adalah bahwa metode ini memberikan cara sederhana untuk menetapkan kuantitas zat yang sangat kecil. Batas atas metode kolorimetri pada umumnya adalah penetapan konstituen yang ada dalam kuantitas kurang dari 1 atau 2 persen. Pengembangan kolorimeter fotolistrik yang tidak mahal menyebabkan cabang analisis kimia instrumental ini dapat dilakukan dalam lembaga pendidikan yang kecil.⁴ Penetapan dalam penelitian ini akan ditentukan kondisi optimum penetapan kadar timbal melalui variasi konsentrasi asam tartrat, volume penambahan natrium sulfida dan waktu kestabilan larutan.

B. Pembatasan Masalah

Agar permasalahan dalam penelitian ini lebih fokus, maka perlu diberikan batasan permasalahan. Pembatasan masalah dalam penelitian ini adalah sampel yang digunakan sampel buatan yang hanya mengandung

³ Vogel, A. I. , *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, edisi kesatu, alih bahasa Pudjaatmaka. (Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran, EGC, 1994) hlm 810.

⁴ Vogel, A. I. , *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, edisi kesatu, alih bahasa Pudjaatmaka. (Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran, EGC, 1994) hlm 810.

timbal dalam pelarut air dan hanya mempelajari kondisi optimum penetapan timbal (Pb) dengan spektrofotometri sinar tampak yang meliputi konsentrasi asam tartrat, volume natrium sulfida dan waktu kestabilan larutan.

C. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah dan pembatasan masalah yang telah diuraikan sebelumnya, dapat ditentukan rumusan masalah dalam penelitian ini sebagai berikut :

1. Bagaimana kondisi optimum penetapan timbal (Pb) dengan spektrofotometri sinar tampak yang meliputi konsentrasi asam tartrat, volume natrium sulfida dan waktu kestabilan larutan optimum ?
2. Bagaimana ketepatan dan ketelitian metode penetapan logam timbal dengan spektrofotometri sinar tampak ?

D. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini, berdasarkan rumusan masalah yang telah ditentukan di atas, adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui kondisi optimum penetapan timbal (Pb) dengan spektrofotometri sinar tampak yang meliputi konsentrasi asam tartrat, volume natrium sulfida dan waktu kestabilan larutan optimum.
2. Mengetahui ketepatan dan ketelitian metode spektrofotometri sinar tampak.

E. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diambil dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagi Masyarakat

Sebagai pengetahuan ilmiah bagi masyarakat, khususnya yang berkaitan dengan bahaya logam timbal (Pb).

2. Bagi Peneliti

Dapat menambah wawasan keilmuan bagi peneliti dibidang penelitian kimia, khususnya tentang penetapan logam timbal dengan metode spektrofotometri sinar tampak. Selain itu dapat juga memberikan metode lain dalam penetapan logam timbal dalam air yang cepat, mudah dan akurat.

3. Bagi Mahasiswa

Dapat memberi dorongan kepada mahasiswa lain untuk melakukan penelitian lebih lanjut mengenai penetapan timbal (Pb).

4. Bagi Lembaga

Sebagai tambahan pengetahuan dan informasi bagi mahasiswa yang akan melakukan penelitian lebih lanjut.

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Data Hasil Penelitian

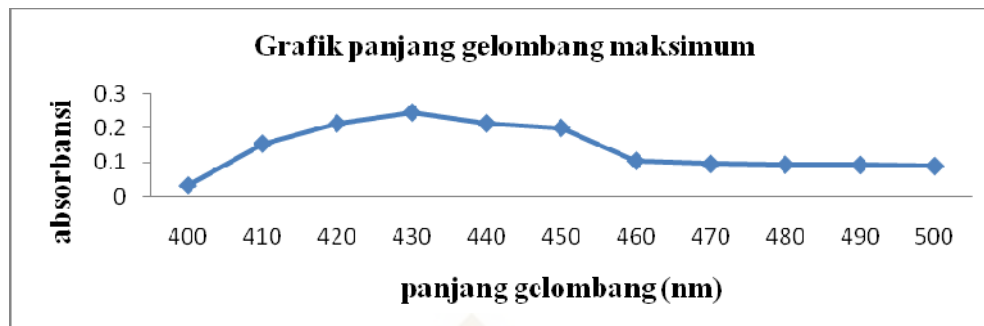
a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Spektrofotometer merupakan suatu instrumen yang digunakan untuk mempelajari serapan atau emisi radiasi elektromagnetik sebagai fungsi dari panjang gelombang.²⁸ Sehingga dengan spektrofotometer dapat dibuat grafik yang menunjukkan hubungan antara panjang gelombang yang menghasilkan absorbansi maksimum atau transmitansi minimum. Data absorbansi hasil analisis dari timbal yang diukur pada berbagai panjang gelombang dapat dilihat pada tabel 4.1 dan gambar grafik 4.1.

Tabel 4.1 Absorbansi larutan timbal yang diukur pada berbagai panjang gelombang

Panjang gelombang (nm)	Absorbansi
400	0,034
410	0,155
420	0,214
430	0,246
440	0,214
450	0,201
460	0,105
470	0,096
480	0,094
490	0,093
500	0,090

²⁸ Harjono, Sastrohamidjodjo, *Dasar-Dasar Spektroskopi*, edisi kedua, (Yogyakarta : Liberty Yogyakarta, 2001). hlm. 39



Gambar 4.1 Absorbansi timbal yang diukur pada berbagai panjang gelombang

Larutan yang diukur pada berbagai panjang gelombang menunjukkan absorbansi maksimum pada panjang gelombang 430 nm, sedangkan secara teoritis timbal memiliki panjang gelombang maksimum 430 nm dalam pelarut air.²⁹

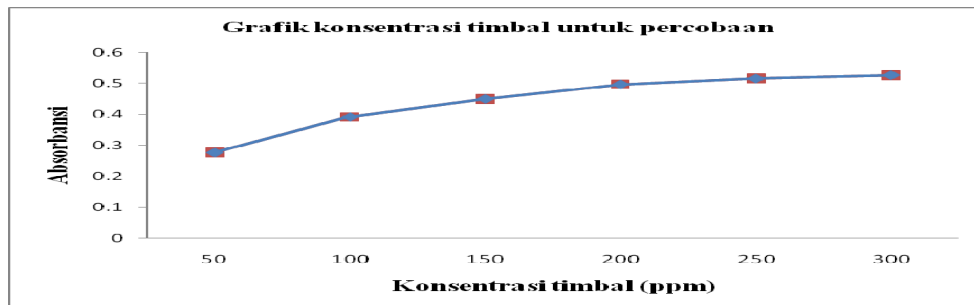
b. Pemilihan Konsentrasi Timbal untuk Percobaan

Data hasil penentuan konsentrasi timbal yang memenuhi hukum Lambert-Beer dapat dilihat pada tabel 4.2 dan gambar grafik 4.2.

Tabel 4.2 Absorbansi larutan timbal yang dihasilkan dari berbagai konsentrasi timbal yang direaksikan dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

Konsentrasi Timbal (ppm)	Absorbansi rata-rata
50	0,276
100	0,391
150	0,449
200	0,496
250	0,515
300	0,526

²⁹ Vogel A.I. *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, edisi kesatu alih bahasa Pudjaatmaka. (Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran, 1994)



Gambar 4.2 Absorbansi larutan timbal pada berbagai konsentrasi timbal yang direaksikan dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

Konsentrasi yang memenuhi hukum Lambert-Beer adalah yang terdapat pada garis lurus apabila dibuat kurva absorbansi terhadap konsentrasi sehingga perubahan konsentrasi akan sebanding dengan perubahan absorbansi. Berdasarkan data yang diperoleh dapat diketahui bahwa hingga konsentrasi timbal 200 ppm masih memenuhi hukum Lambert-Beer, tetapi pada pengukuran konsentrasi timbal yang lebih tinggi dihasilkan grafik yang tidak linier lagi. Penelitian ini dipilih konsentrasi timbal 150 ppm yang menghasilkan absorbansi larutan timbal sebesar 0,449 dan masih memenuhi hukum Lambert-Beer. Harga % T sebesar 35,56 % maka memiliki kesalahan pembacaan minimal, karena kesalahan terkecil untuk daerah pembacaan prosen transmitansi optimum adalah antara 20 - 80 %.

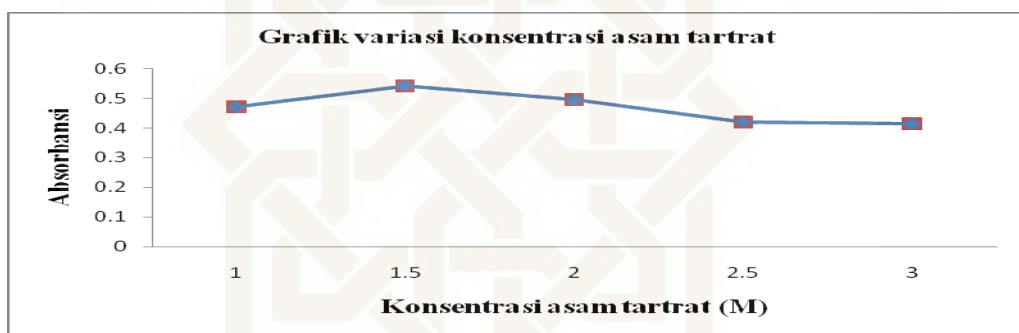
c. Penentuan Kondisi Optimum

1. Penentuan konsentrasi asam tartrat optimum

Pengaruh konsentrasi asam tartrat dipelajari dengan memvariasi konsentrasi asam tartrat dari sampel timbal. Data hasil percobaan dapat dilihat pada tabel 4.3 dan gambar grafik 4.3.

Tabel 4.3 Absorbansi larutan timbal pada berbagai konsentrasi asam tartrat dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

No	Konsentrasi Asam Tartart (M)	Absorbansi			Absorbansi rata-rata
1.	1	0,456	0,465	0,494	0,472
2.	1,5	0,515	0,551	0,559	0,542
3.	2	0,492	0,497	0,498	0,496
4.	2,5	0,441	0,399	0,422	0,421
5.	3	0,440	0,411	0,393	0,415



Gambar 4.3 Absorbansi larutan timbal pada berbagai konsentrasi asam tartrat yang direaksikan dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

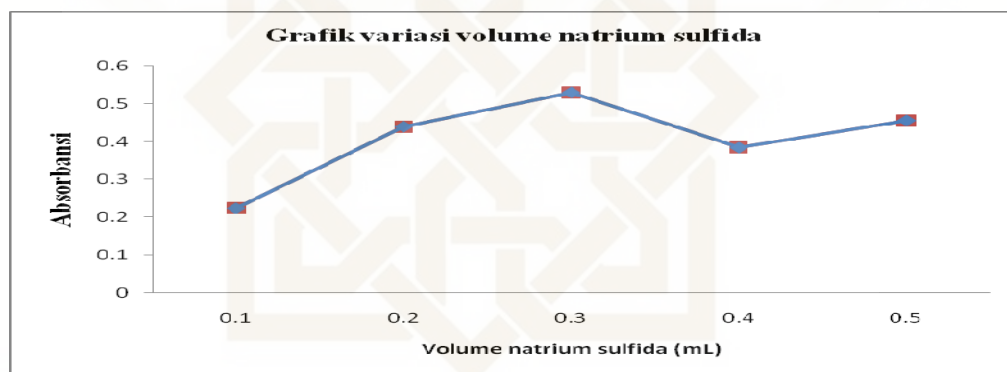
Berdasarkan data yang diperoleh, maka konsentrasi asam tartrat optimum pada konsentrasi 1,5 M yang memiliki absorbansi maksimum pada panjang gelombang 430 nm.

2. Penentuan volume natrium sulfida optimum

Pengaruh penambahan volume natrium sulfida dipelajari dengan memvariasi penambahan natrium sulfida dari sampel timbal. Data hasil percobaan dapat dilihat pada tabel 4.4 dan gambar grafik 4.4.

Tabel 4.4 Absorbansi larutan timbal pada berbagai penambahan volume natrium sulfida dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

No.	Volume Natrium Sulfida (mL)	Absorbansi			Absorbansi rata-rata
1.	0,1	0,225	0,221	0,229	0,225
2.	0,2	0,440	0,439	0,441	0,440
3.	0,3	0,530	0,528	0,532	0,530
4.	0,4	0,388	0,380	0,386	0,385
5.	0,5	0,456	0,454	0,458	0,456



Gambar 4.4 Absorbansi larutan timbal pada berbagai penambahan volume natrium sulfida yang direaksikan dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

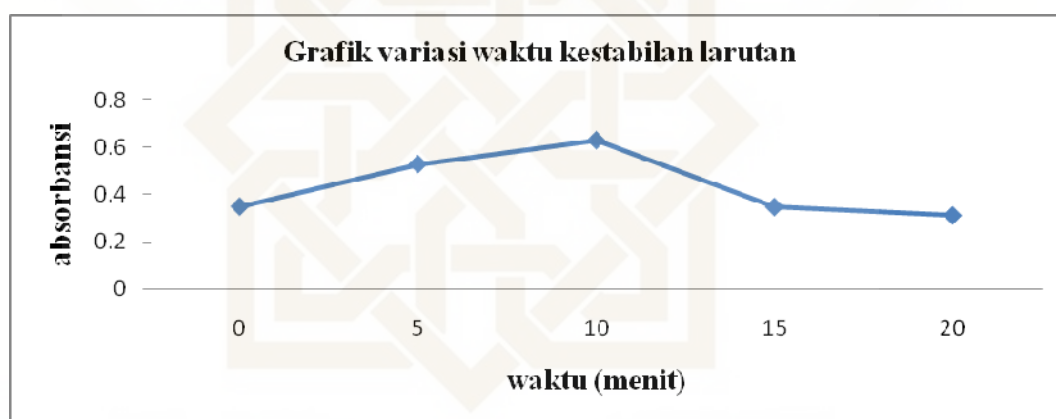
Berdasarkan data yang diperoleh, maka penambahan volume natrium sulfida optimum pada volume 0,3 mL yang memiliki absorbansi maksimum pada panjang gelombang 430 nm.

3. Penentuan waktu kestabilan larutan optimum

Pengaruh waktu kestabilan larutan dipelajari dengan memvariasi waktu dari sampel timbal. Data hasil percobaan dapat dilihat pada tabel 4.5 dan gambar grafik 4.5.

Tabel 4.5 Absorbansi larutan timbal pada berbagai waktu kestabilan larutan dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

No.	Variasi Waktu Kestabilan Larutan (menit)	Absorbansi			Absorbansi rata-rata
1.	0	0,350	0,352	0,348	0,350
2.	5	0,539	0,521	0,530	0,530
3.	10	0,633	0,630	0,630	0,631
4.	15	0,350	0,348	0,356	0,348
5.	20	0,310	0,311	0,315	0,312



Gambar 4.5 Absorbansi larutan timbal pada berbagai waktu kestabilan larutan yang direaksikan dan diukur pada panjang gelombang 430 nm

Berdasarkan data yang diperoleh, maka waktu kestabilan larutan optimum pada waktu kestabilan 10 menit yang memiliki absorbansi maksimum pada panjang gelombang 430 nm.

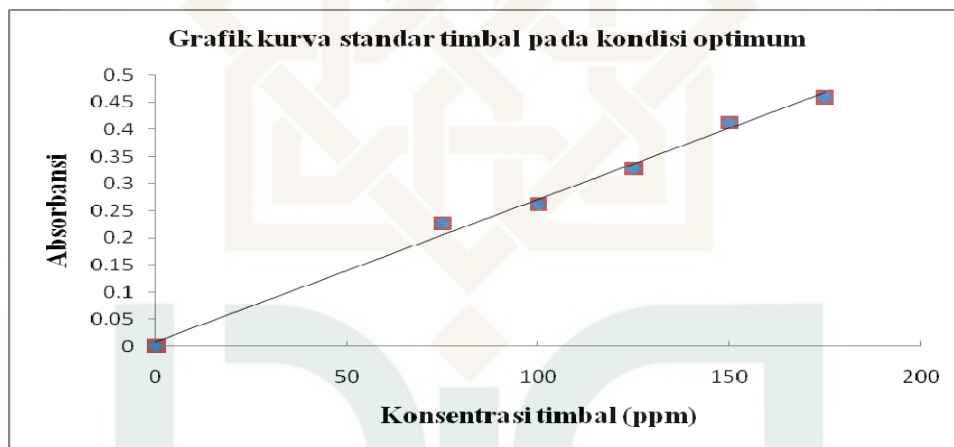
d. Pembuatan Kurva Standar dari Kondisi Optimum

Setelah diperoleh data kondisi optimum langkah selanjutnya yaitu membuat kurva standar atau kurva kalibrasi. Kurva standar yang diperoleh digunakan sebagai dasar untuk menentukan konsentrasi timbal dalam sampel

buatan yang dianalisa pada kondisi optimum. Data hasil percobaan dapat dilihat pada tabel 4.6 dan gambar grafik 4.6.

Tabel 4.6 Absorbansi kurva standar dari berbagai konsentrasi timbal pada kondisi optimum

Konsentrasi timbal (ppm)	Absorbansi rata-rata
0	0,000
75	0,227
100	0,262
125	0,328
150	0,413
175	0,460



Gambar 4.6 Absorbansi kurva standar pada berbagai konsentrasi timbal pada kondisi optimum

Berdasarkan analisa regresi linear pada lampiran diperoleh persamaan

regresi kurva standar :

$$Y = a X + b$$

$$Y = 0,00263 X + 0,00624$$

$$r = 0,999$$

dimana, Y = absorbansi timbal

X = konsentrasi timbal

r = koefisien korelasi

b = tetapan (intersep)

e. Penentuan Ketepatan Dan Ketelitian

Untuk penentuan keepatan dan ketelitian, dibuat sampel buatan dengan konsentrasi timbal : 100, 125 dan 150 ppm dilakukan selama empat kali dalam waktu (hari) yang berbeda. Data yang diperoleh ditunjukkan dalam tabel pada lampiran 7.

Dari analisa menggunakan persamaan regresi kurva standar diperoleh hasil pengukuran sebagai berikut :

Tabel 4.7 Hasil ketepatan dan ketelitian konsentrasi timbal 100,125 dan 150 ppm

Konsentrasi timbal (ppm)	Hasil perolehan kembali	Ketepatan (%)	Ketelitian (%)
100	99,5846 ± 0,2563	99,58 % ± 0,2573 %	99,74 %
125	124,5248 ± 0,2197	99,63 % ± 0,1764 %	99,82%
150	149,6195 ± 0,2197	99,75 % ± 0,084 %	99,85 %

4.2 Pembahasan

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum analisis timbal (Pb) dengan spektrofotometri sinar tampak yang meliputi konsentrasi asam tartrat, volume natrium sulfida dan waktu kestabilan larutan optimum serta mengetahui ketepatan dan ketelitian metode spektrofotometri sinar tampak. Sebelum menetapkan hasil dengan metode ini, perlu mempelajari dan

mengetahui kondisi optimum percobaan yang meliputi : panjang gelombang maksimum, konsentrasi timbal untuk percobaan, konsentrasi asam tartrat optimum, penambahan volume natrium sulfida optimum dan waktu kestabilan larutan optimum dari larutan timbal. Kondisi optimum tersebut di harapkan dapat meningkatkan nilai ketepatan dan ketelitian analisis.

Analisis kuantitatif dengan metode ini dilakukan dalam 3 tahapan, diantaranya penentuan kondisi optimum, pembuatan kurva standar dan penentuan ketepatan dan ketelitian. Penentuan kondisi optimum dilakukan untuk menentukan kondisi dimana asam tartrat, volume natrium sulfida dan waktu kestabilan larutan memiliki absorbansi maksimum pada panjang gelombang maksimum, sedangkan pembuatan kurva standar dilakukan untuk mengetahui korelasi konsentrasi dan absorbansi dari timbal sehingga apabila absorbansi sampel diketahui maka konsentrasi sampel dapat dihitung dengan cara memplotkan ke persamaan kurva standar $Y = a x + C$.

Penentuan kondisi optimum dilakukan dalam 4 tahapan yaitu penentuan panjang gelombang maksimum, penentuan asam tartrat optimum, penentuan volume natrium sulfida dan waktu kestabilan larutan optimum.

1. Penentuan panjang gelombang maksimum

Langkah pertama dalam analisis kuantitatif spektrofotometri sinar tampak adalah menentukan panjang gelombang maksimum yang digunakan, sehingga larutan analit akan memberikan absorpsi maksimal. Optimasi panjang gelombang (λ) diawali dengan memperkirakan pada

rentang berapa λ_{maks} akan ditentukan. Menurut Vogel (1994) untuk larutan timbal diperkirakan berada pada rentang 400 nm hingga 500 nm. Pada rentang tersebut diperoleh λ_{maks} 430 nm. Panjang gelombang ini dipilih sebagai panjang gelombang maksimum karena memberikan kepekaan yang tinggi. Hasil yang diperoleh berupa absorbansi larutan timbal pada berbagai panjang gelombang diatas diplot pada grafik λ Vs A. Pada grafik tersebut, puncak absorbansi larutan terjadi pada λ 430 nm.

2. Penentuan konsentrasi asam tartrat optimum

Syarat analit agar dapat dianalisis dengan spektrofotometri sinar tampak salah satunya adalah analit harus berwarna. Oleh karena itu larutan timbal direaksikan dengan asam tartrat sehingga terbentuk senyawa kompleks yang berwarna kekuningan. Uji timbal dengan adanya sulfida, akan terbentuk endapan, endapan ini larut dalam larutan ammonium tartrat dengan adanya ammonia akan terbentuk ion ditartratoplumbat (II).³⁰



Optimasi konsentrasi asam tartrat dilakukan untuk memperoleh pada konsentrasi asam tartrat berapakah yang memberikan serapan maksimum untuk dapat bereaksi dengan larutan timbal. Dari hasil percobaan diperoleh asam tartrat yang memberi serapan maksimum pada konsentrasi 1,5 M. Hasil ini menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi asam

³⁰ Vogel A.I. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, edisi kelima alih bahasa Pudjaatmaka. (Jakarta : Penerbit PT. Kalman Media Pusaka. 1990)hlm. 209

tartrat yang diberikan maka semakin banyak timbal yang mengendap sehingga lautan timbal tidak dapat terukur pada spektrofotometri sinar tampak.

3. Penentuan volume natrium sulfida optimum

Pengaruh penambahan volume natrium sulfida dipelajari dengan memvariasi penambahan natrium sulfida dari sampel timbal. Uji timbal dengan natrium sulfida dalam larutan ditartratoplumbat (II) membentuk endapan timbal sulfida hitam. Pengendapan tidak sempurna karena adanya asam tartrat. Penelitian ini dilakukan sebelum timbal sulfida mengendap sempurna.

Optimasi penambahan volume natrium sulfida dilakukan untuk memperoleh pada volume natrium sulfida berapakah yang memberikan serapan maksimum untuk dapat bereaksi dengan larutan timbal. Dari hasil percobaan diperoleh natrium sulfida yang memberi serapan maksimum pada penambahan volume 0,3 mL. Hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak volume natrium sulfida yang ditambahkan maka semakin banyak endapan timbal sulfida hitam yang terbentuk sehingga larutan tidak dapat diukur dalam spektrofotometri sinar tampak.

4. Penentuan waktu kestabilan larutan

Penentuan waktu kestabilan larutan optimum dilakukan untuk memperoleh waktu kestabilan larutan timbal dengan memberikan serapan pada panjang gelombang (λ) yang dikenakan. Penelitian ini dilakukan

pada waktu setelah terbentuknya kompleks ditartrattoplumbat (II) dan sebelum terbentuknya endapan timbal sulfida oleh adanya natrium sulfida. Syarat yang harus dipenuhi dalam hukum Lambert-Beer salah satunya adalah kejernihan, yaitu kekeruhan yang disebabkan oleh partikel-partikel koloid dapat menyebabkan penyimpangan hukum Lambert-Beer, karena sebagian cahaya akan dihamburkan partikel-partikel koloid, akibatnya kekuatan cahaya yang diabsorpsi berkurang dari yang seharusnya.³¹

Data percobaan diperoleh waktu kestabilan larutan timbal optimum selama 10 menit. Hal ini menunjukkan bahwa setelah waktu 10 menit larutan timbal mengalami pengendapan yang sempurna, sehingga larutan timbal terbentuk endapan timbal sulfida hitam.

5. Pembuatan kurva standar

Setelah diperoleh data kondisi optimum langkah selanjutnya yaitu membuat kurva standar atau kurva kalibrasi. Kurva standar yang diperoleh digunakan sebagai dasar untuk menentukan konsentrasi timbal dalam sampel buatan yang dianalisa pada kondisi optimum.

Pembuatan kurva standar dilakukan untuk mengetahui korelasi konsentrasi dan absorbansi dari timbal sehingga bila absorbansi diketahui maka konsentrasi sampel dapat dihitung dengan cara memplotkan ke

³¹ Underwood dan R.A day, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi keenam alih bahasa Iis Sopyan. (Jakarta : Penerbit Erlangga, 2001.)

persamaan kurva standar $Y = ax + C$. Dari grafik diperoleh persamaan garis lurus $Y = 0,00263 X + 0,00624$ dengan harga r nya = 0,999.

6. Penentuan ketepatan dan ketelitian

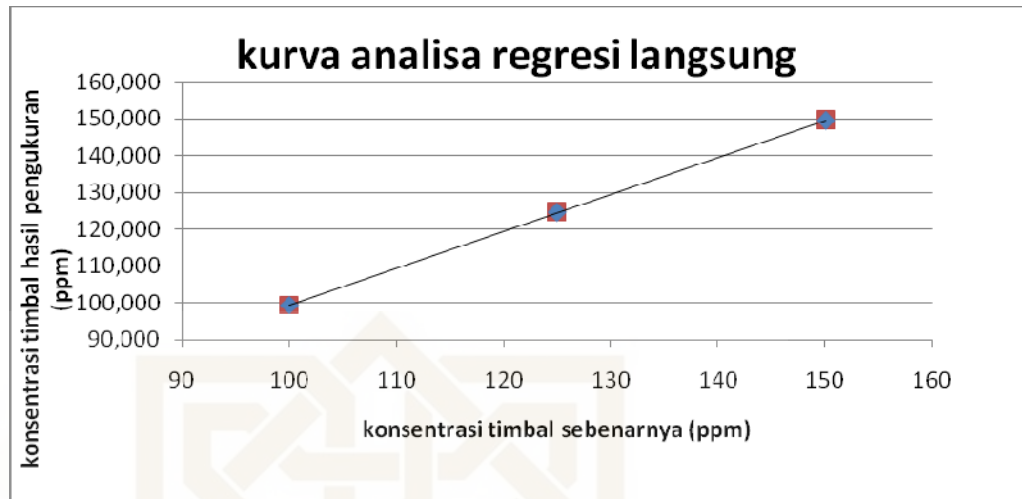
Kesalahan dalam analisis kimia berhubungan dengan ketepatan (*accuracy*) dan ketelitian (*precision*). Ketepatan adalah kedekatan hasil analisis dengan nilai sebenarnya, semakin besar ketepatan semakin kecil kesalahannya. Ketelitian suatu metode analisis merupakan kedekatan antara data yang satu dengan data yang lain dari satu deret pengukuran yang dilakukan dengan cara yang sama.

Penentuan ketepatan dan ketelitian juga menggunakan analisa regresi langsung sehingga diperoleh persamaan:

$$X_1 = 0,789 X_1^*$$

Dimana $X_1^* =$ konsentrasi timbal hasil pengukuran

$X_1 =$ konsentrasi timbal sebenarnya



Gambar 4.7 Kurva analisa regresi langsung.

Pada tahap penentuan perolehan kembali ini tidak dicapai hasil ketepatan 100 %, tetapi diperoleh ketepatan rata-rata sebesar 99,65 %. Hasil ini dapat disebabkan karena adanya endapan timbal sulfida hitam yang terbawa pada larutan timbal pada waktu pengukuran dengan spektrofotometri sinar tampak, sehingga kekuatan cahaya yang diabsorpsi berkurang. Berdasarkan hasil percobaan dan penggunaan metode yang relatif mudah, maka dapat disimpulkan bahwa metode ini cukup baik.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Kondisi optimum metode ini diperoleh pada konsentrasi asam tartrat 1,5 M, penambahan volume natrium sulfida 0,3 mL dan waktu kestabilan larutan 10 menit.
2. Hasil penentuan ketepatan dan ketelitian pada konsentrasi timbal 100, 125 dan 150 ppm berturut-turut; 99,58% dan 99,74%, 99,63% dan 99,82%, 99,74% dan 99,85%.

B. Saran -saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang penetapan kadar timbal dengan metode spektrofotometri sinar tampak dengan berbagai variasi yang berbeda seperti variasi volume penambahan ammonia dan variasi volume penambahan kalium sianida.

DAFTAR PUSTAKA

- Achmad , Rukaesih . 2004. *Kimia Lingkungan*. Andi . Yogyakarta hal. : 100.
- A. Jr dan Underwood, A.L, Penerjemah Aloisius Hadyana Pudjaatmaja Ph. d. 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif* , Erlangga, Jakarta.
- Arikunto, Suharsimi. 2006. *Prosedur Penelitian Suatu Pendekatan Praktik*. PT. Rineka Cipta. Jakarta
- Cotton, F Albert. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. UI-Press. Jakarta
- Ewing, W. Galen , 1960, *Instrumental Methods Of Chemical Analysis* , Second Edition , New York : Mc Graw Hill Book Company Inc, hal : 16.
- Hidayat, Syamsul. 2007. *Pengaruh Penambahan KOH Sebagai Zat Penopeng (Masking Agent) pada Ekstraksi Timbal –Ditizon dalam Kloroform*. Skripsi . Semarang . UNNES
- Hidayati, Rina. 2004. *Optimalisasi Analisis Timbal (II) Secara Spektrofotometri Melalui Ekstraksi Kelat dengan Ditizon dalam Kloroform*. Skripsi. Semarang UNNES
- Khamidinal. 2009. *Teknik Laboratorium Kimia*. Pustaka pelajar. Yogyakarta.
- Khopkar, S.M. 2003. *Konsep Dasar Analitik* . UI-Press. Jakarta.
- Palar, Heryando , 2008. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, PT. Rineka Cipta. Jakarta hal : 74 – 84
- Sastrohamidjojo, H., 2001, *Dasar-dasar Spektroskopi*, edisi kedua , Liberty, Yogyakarta, hlm 15
- Sutrisno , Totok. 2006. *Teknologi Penyediaan Air Bersih* . PT. Rineka Cipta. Jakarta. hal : 47
- Vogel, A. I., 1994, *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, edisi kesatu, alih bahasa Pudjaatmaka. Penerbit Buku Kedokteran, EGC, Jakarta. hlm. 810.
- Vogel A.I. 1990, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, edisi kelima alih bahasa Pudjaatmaka. Penerbit PT. Kalman Media Pusaka, Jakarta . hlm. 209

LAMPIRAN 1

Preparasi larutan

(i) Preparasi larutan stok timbal 1000 ppm

Ditimbang dengan teliti 0,50 gram timbal nitrat ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$). Dilarutkan dalam gelas piala 100 mL dengan akuades. Setelah itu dipindahkan secara kuantitatif dalam labu ukur 500 mL. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

(ii) Preparasi larutan kalium sianida (KCN 10 %)

Ditimbang dengan teliti 15 gram kalium sianida. Dilarutkan dalam gelas piala 250 mL dengan akuades 150 mL sampai larut. Larutan ini dinamakan larutan kalium sianida 10 %.

(iii) Preparasi larutan natrium sulfida (Na_2S 10 %)

Ditimbang dengan teliti 15 gram natrium sulfida ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$). Dilarutkan dalam gelas piala 250 mL dengan akuades 150 mL dan diaduk sampai larut. Larutan ini dinamakan larutan natrium sulfida 10 %.

(iv) Preparasi larutan amoniak (1:2)

Diukur dengan teliti 500 mL NH_4OH pekat dengan gelas ukur ukuran 500 mL. Kemudian dituangkan dalam gelas piala ukuran 2000

mL. larutan ini ditambahkan 1000 mL akuades. Larutan ini dinamakan larutan ammonia (1:2).

(v) Preparasi larutan asam tartrat 3 M

Ditimbang dengan teliti 450,279 gram asam tartrat ($\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$). Dilarutkan dalam gelas piala 2000 mL dengan akuades 1000 mL sampai larut. Larutan ini dinamakan larutan asam tartrat 3 M.

LAMPIRAN 2

Perhitungan Preparasi Larutan

Larutan stok

a. Timbal

Timbal 1000 ppm, BM 331,226 g / mol

$$1000 \text{ ppm} = \frac{500}{0,5} \text{ mg L}$$

Jika dibuat larutan stok timbal 500 mL, maka dibutuhkan 0,5 gram timbal nitrat. Untuk membuat konsentrasi timbal tertentu dilakukan pengenceran melalui persamaan :

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

b. Asam Tartrat

Asam tartrat 3 M, BM 150,092 gr / mol

$$\text{gr} = \frac{M \times \text{BM} \times v}{1000}$$

$$\text{gr} = \frac{3 \text{ M} \times 150,092 \times 1000}{1000}$$

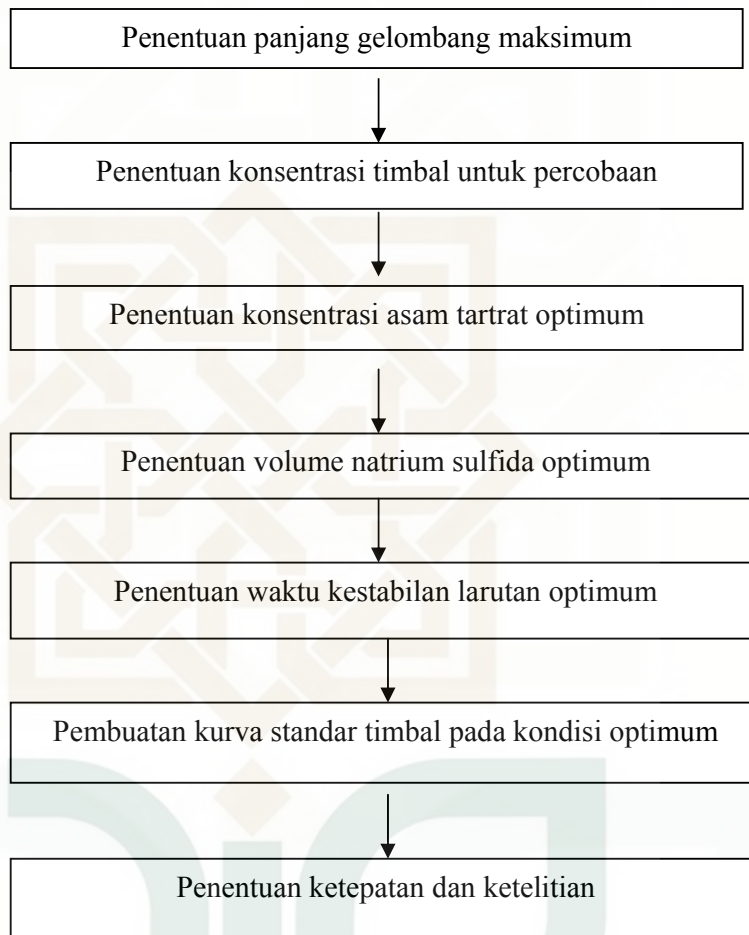
$$= 450,276 \text{ gr}$$

Jika dibuat larutan stok asam tartrat 1000 mL, maka dibutuhkan 450,276 gram asam tartrat. Untuk membuat konsentrasi asam tartrat tertentu dilakukan pengenceran melalui persamaan :

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

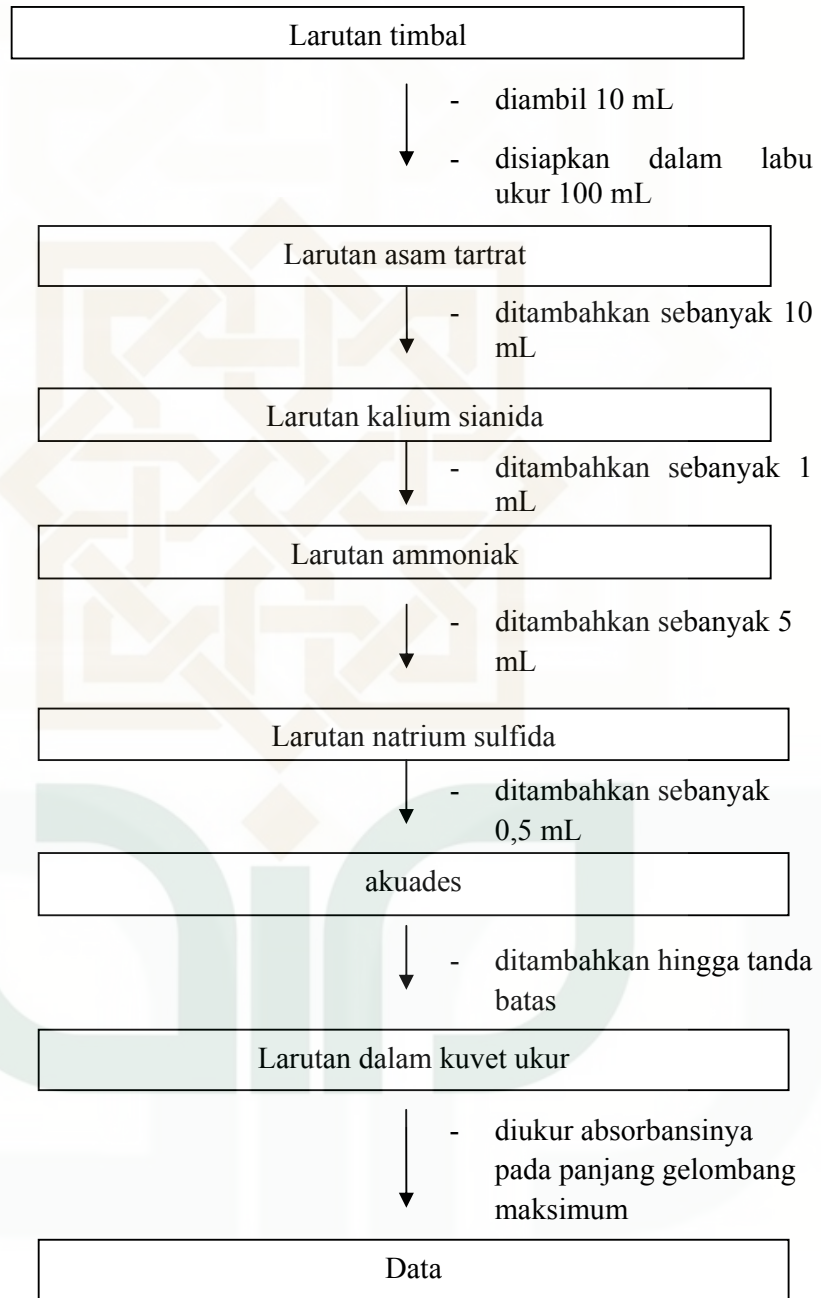
LAMPIRAN 3

Tahapan Penelitian



LAMPIRAN 4

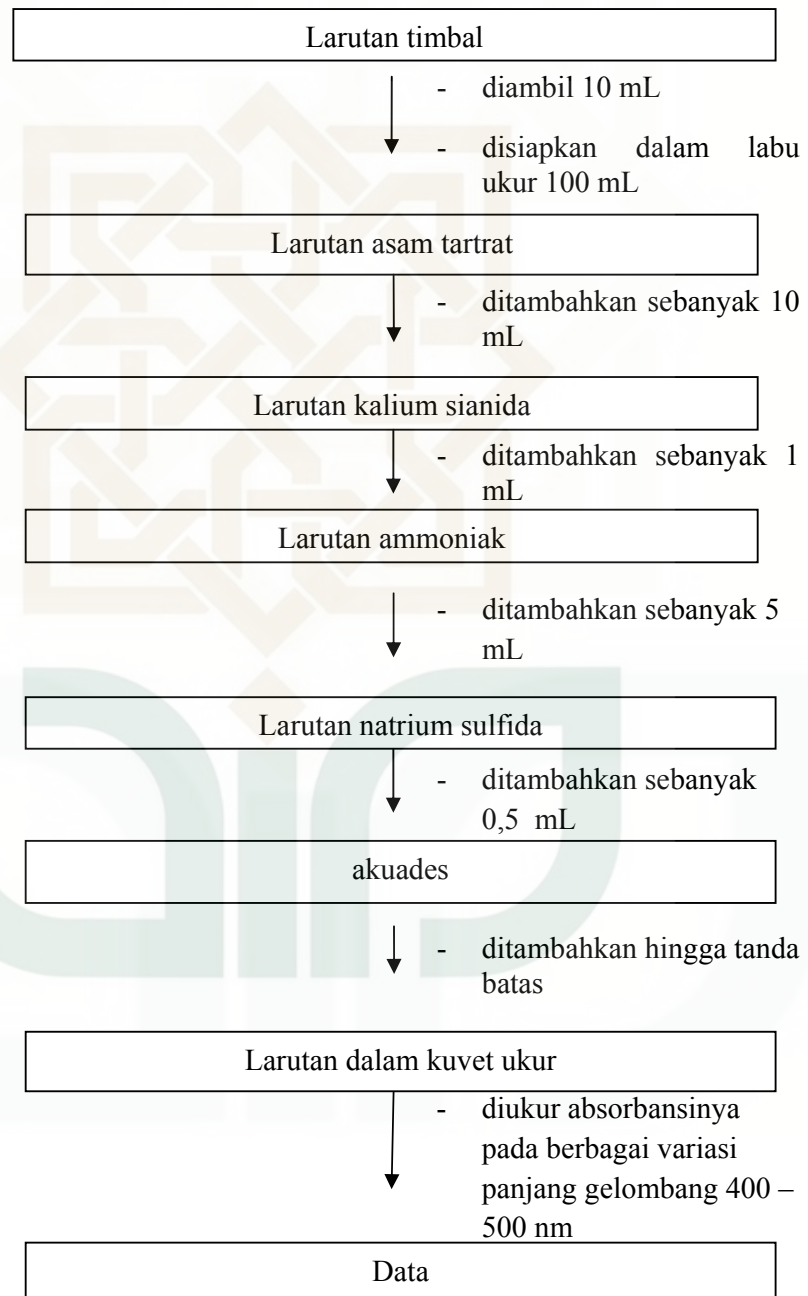
Cara kerja secara umum



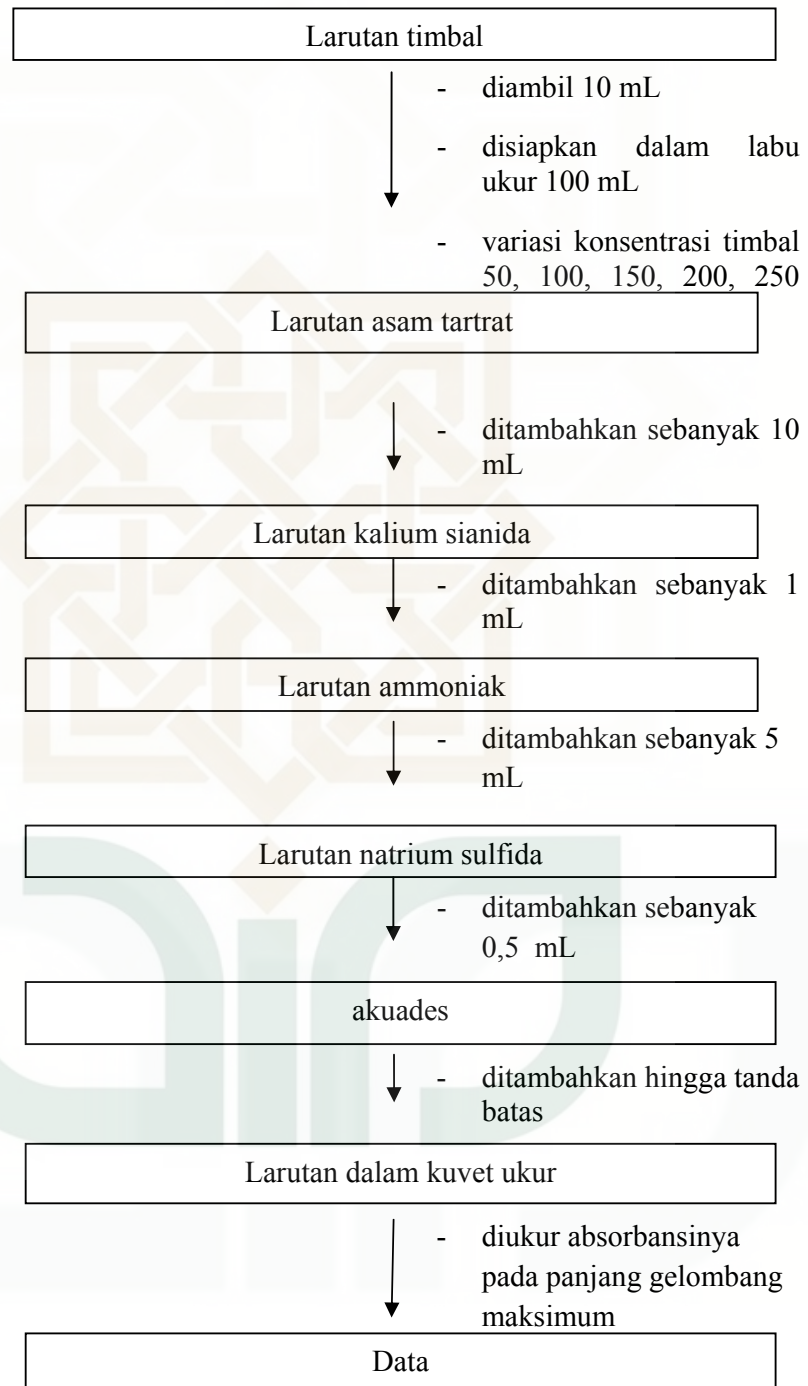
LAMPIRAN 5

a. kerja penentuan panjang gelombang

Cara

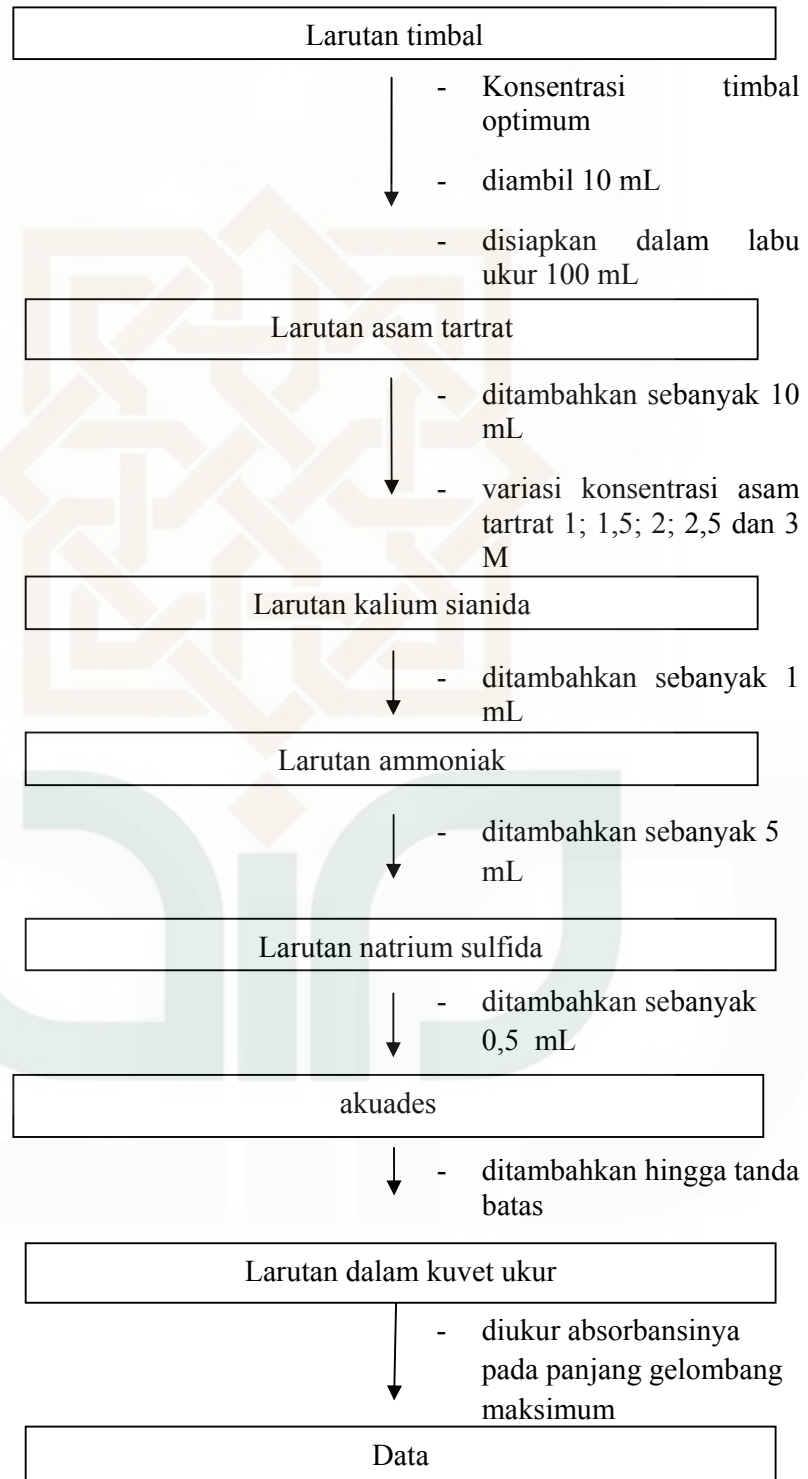


b. Penentuan konsentrasi timbal untuk percobaan

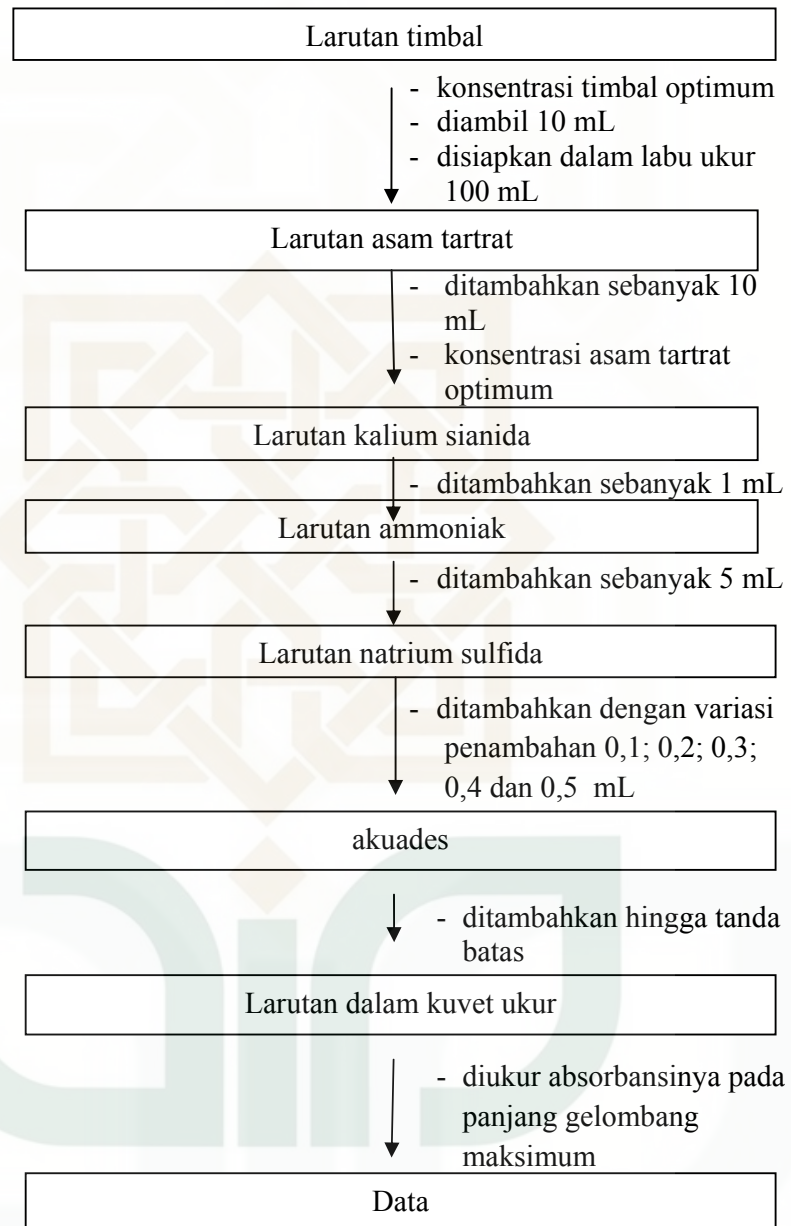


c. Penentuan kondisi optimum

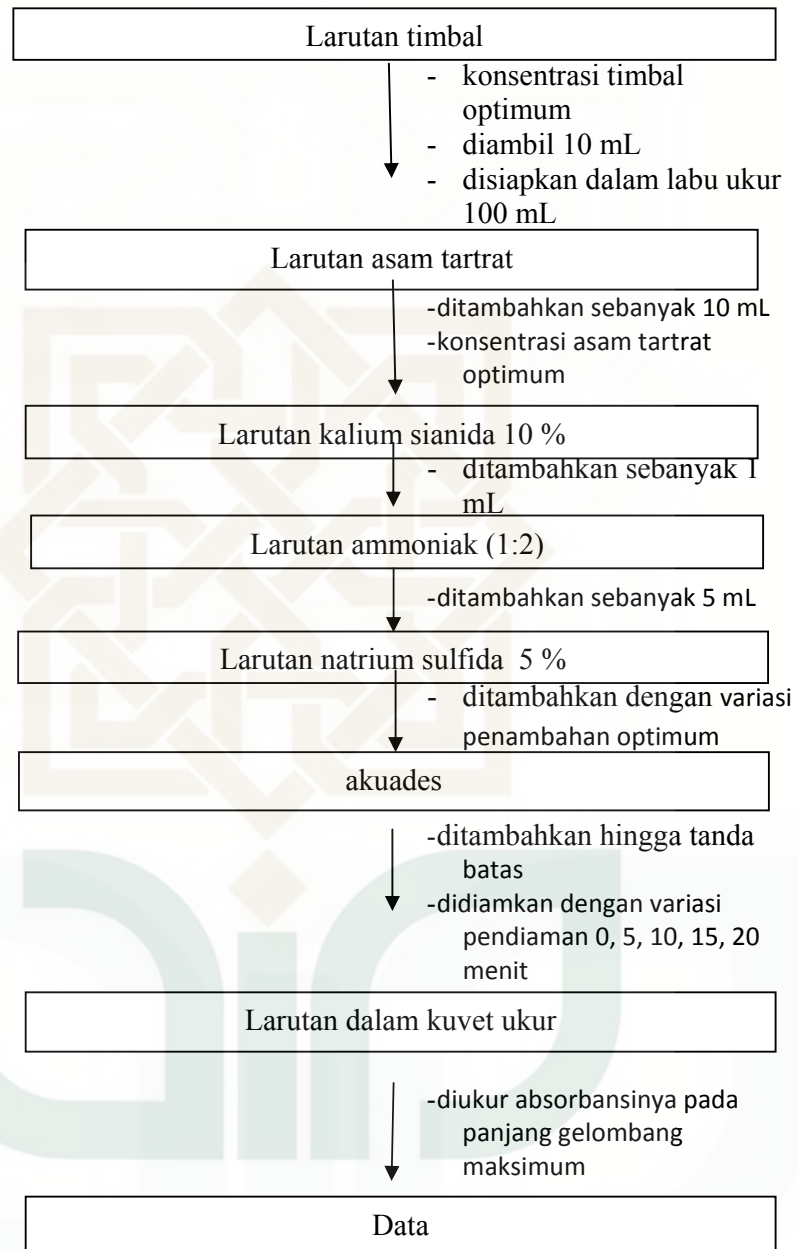
1. Variasi konsentrasi asam tartrat



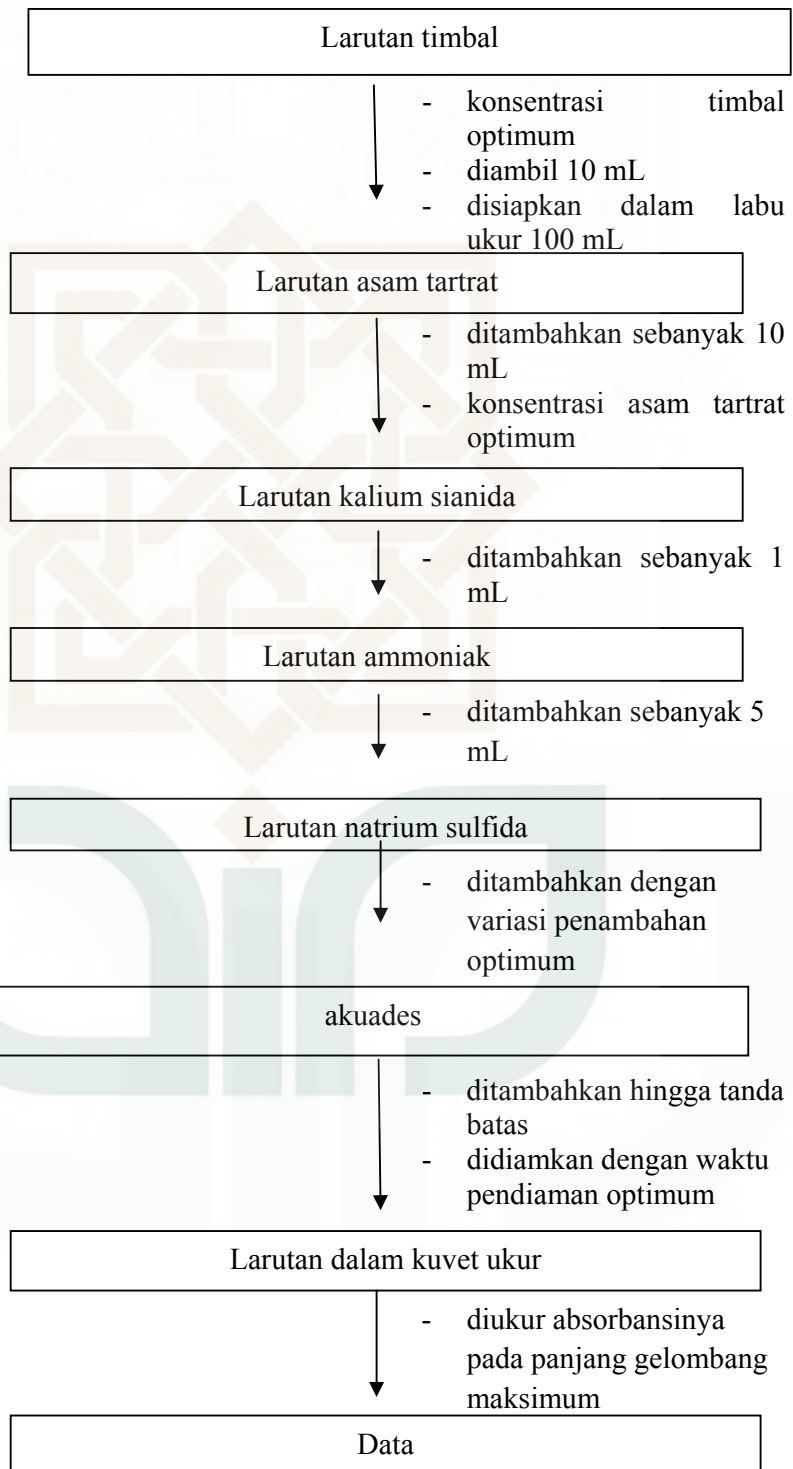
2. Variasi volume natrium sulfida



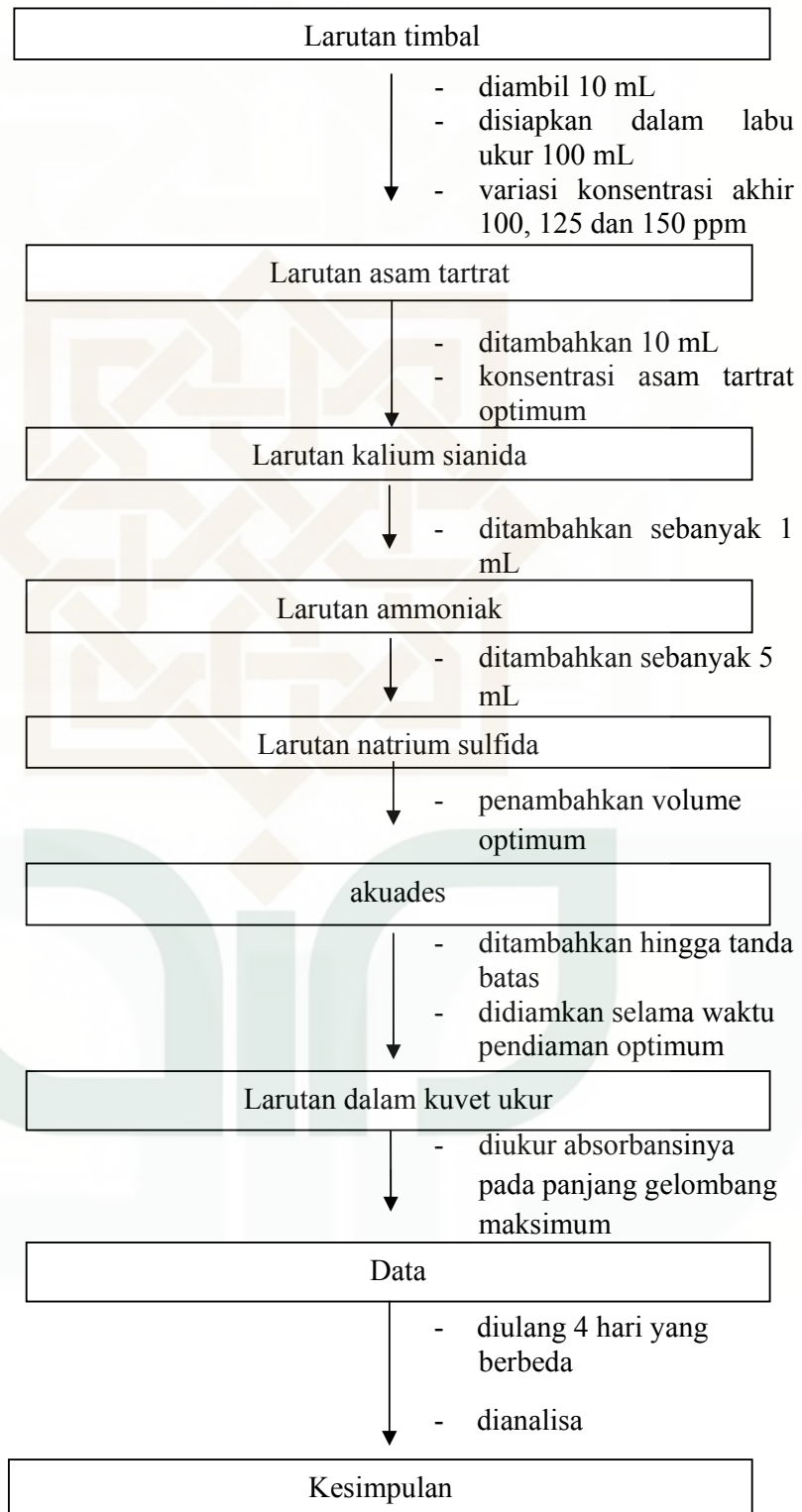
3. Variasi waktu kestabilan larutan



d. Pembuatan kurva standar pada kondisi optimum



e. Cara kerja analisa sampel buatan



LAMPIRAN 6

PERHITUNGAN DAN PENENTUAN PERSAMAAN REGRESI LARUTAN STANDAR

No.	X	Y	X ²	Y ²	XY
1.	0	0,0	0	0,0000	0
2.	75	0,227	5625	0,0515	17,025
3.	100	0,262	10000	0,0686	26,2
4.	125	0,328	15625	0,1076	41
5.	150	0,413	22500	0,1706	61,95
6.	175	0,460	30625	0,2116	80,5
Σ	625	1,690	84375	0,6099	226,675

A. Menentukan Persamaan Regresi Linier $Y = aX + b$

$$\begin{aligned}
 a &= \frac{n \cdot \sum xy - (\sum x)(\sum y)}{n \cdot \sum x^2 - (\sum x)^2} \\
 &= \frac{6(226,675) - (625)(1,690)}{6(84375) - (625)^2} \\
 &= \frac{(1360,050) - (1056,250)}{(706250) - (190625)} \\
 &= \frac{303,800}{515625} = \\
 &= 2,63 \times 10^{-3} = 0,00263
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 b &= \frac{(\sum y)(\sum x^2) - (\sum x)(\sum xy)}{n \cdot \sum x^2 - (\sum x)^2} \\
 &= \frac{(1,690)(84375) - (625)(226,675)}{6(84375) - (625)^2} \\
 &= \frac{(142593,750) - (141671,875)}{(706250) - (190625)}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{(721,875)}{115625} = \\
 &= 0,0062432 = 0,00624
 \end{aligned}$$

Jadi persamaan garis linier $Y = 0,00263 X + 0,00624$

B. Perhitungan Uji Korelasi Persamaan Regresi

$$r_{xy} = \frac{\sum xy}{\sqrt{(\sum x^2)(\sum y^2)}}$$

$$\begin{aligned}
 \sum xy &= \sum xy - \frac{(\sum x)(\sum y)}{N} \\
 &= (226,675) - \frac{(625)(1,690)}{6} \\
 &= 226,675 - 76,072 \\
 &= 149,928
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \sum x^2 &= \sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{N} \\
 &= (84375) - \frac{(625)^2}{6} \\
 &= 84375 - 65107,167 \\
 &= 19267,833
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \sum y^2 &= \sum y^2 - \frac{(\sum y)^2}{N} \\
 &= (0,6099) - \frac{(1,690)^2}{6} \\
 &= 0,6099 - 0,476 \\
 &= 0,134
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 r_{xy} &= \frac{\sum xy}{\sqrt{(\sum x^2)(\sum y^2)}} \\
 &= \frac{149,928}{\sqrt{(84375)(0,6099)}} \\
 &= \frac{226,675}{226,879} \\
 &= 0,999
 \end{aligned}$$

Dari perhitungan di atas harga $r = 0,999$ harga tersebut lebih besar dibandingkan harga r tabel pada taraf sangat signifikansi 5 % sebesar 0,811. Dengan demikian $r_{xy} > r_{5\%}$. Kesimpulannya ada korelasi yang signifikan antara konsentrasi dengan absorbansi dari larutan standar timbal.

LAMPIRAN 7

Analisa Penentuan Ketepatan Dan Ketelitian

Tabel L. 7. 1. Data absorbansi larutan timbal 100 ppm pada kondisi optimum

1	2	3	Rata-rata
0,260	0,259	0,261	0,260
0,261	0,261	0,262	0,261
0,262	0,262	0,262	0,262
0,262	0,261	0,262	0,262

Tabel 7.2. Analisa data penentuan ketepatan dan ketelitian

C1	C1-C	(C1-C) ²
99,8593	0,2747	0,00754601
99,2395	- 0,3451	0,119094
99,6198	0,0352	0,001239
99,6198	0,0352	0,001239
398,3384		0,1970321

$$- \frac{398,3384}{4}$$

$$X = \frac{398,3384}{4}$$

$$= 99,5846$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,1970321}{3}} = 0,2563$$

Konsentrasi hasil pengukuran (99,5846 ± 0,2563)

$$\% \text{ ketepatan} = \frac{99,5846}{100} \times 100 \% = 99,58 \%$$

$$\% \text{ ketelitian} = \frac{99,5846 - 0,2563}{99,5846} \times 100 \% = 99,74 \%$$

$$KV = \frac{0,2563}{99,5846} \times 100 \% = 0,2574 \%$$

Tabel L. 7. 3. Data absorbansi larutan timbal 125 ppm pada kondisi optimum

1	2	3	Rata-rata
0,328	0,327	0,329	0,328
0,327	0,327	0,327	0,327
0,328	0,328	0,328	0,328
0,326	0,327	0,328	0,327

Tabel 7.4. Analisa data penentuan ketepatan dan ketelitian

C1	(C1-C)	(C1-C) ²
124,7148	0,19	0,0361
124,3346	-0,1902	0,036176
124,7146	0,19	0,0361
124,3346	-0,1902	0,036176
498,099		0,144552

$$- \frac{498,099}{4}$$

$$X = 124,5248$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,144552}{3}} = 0,21970$$

Konsentrasi hasil pengukuran (124,5248 ± 0,21970)

$$\% \text{ ketepatan} = \frac{124,5248}{125} \times 100 \% = 99,63 \%$$

$$\% \text{ ketelitian} = \frac{124,5248 - 0,21970}{124,5248} \times 100 \% = 99,82 \%$$

$$KV = \frac{0,21970}{124,5248} \times 100 \% = 0,176 \%$$

Tabel L. 7. 5. Data absorbansi larutan timbal 150 ppm pada kondisi optimum

1	2	3	Rata-rata
0,393	0,393	0,394	0,393
0,392	0,393	0,395	0,393
0,394	0,394	0,394	0,394
0,393	0,394	0,395	0,394

Tabel 7.6. Analisa data penentuan ketepatan dan ketelitian

C1	(C1-C)	(C1-C) ²
149,4290	-0,1905	0,0362903
149,4290	-0,1905	0,0362903
149,8099	0,1904	0,0362522
149,8099	0,1904	0,0362522
598,4778		0,145085

$$- \frac{598,4778}{4}$$

$$X = 149,6195$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,145085}{3}} = 0,2197$$

Konsentrasi hasil pengukuran (149,6195 ± 0,2197)

$$\% \text{ ketepatan} = \frac{149,6195}{100} \times 100 \% = 99,75 \%$$

$$\% \text{ ketelitian} = \frac{149,6195 - 0,2197}{149,6195} \times 100 \% = 99,84 \%$$

$$KV = \frac{0,2197}{149,6195} \times 100 \% = 0,147 \%$$

LAMPIRAN 8

Analisa Regresi Langsung

Tabel L. 8.1 Konsentrasi Timbal dari berbagai macam konsentrasi timbal

X_1^*	X_1	$X_1^* \times X_1$	X_1^2
99,515	100	9,9515	10000
124,491	125	15561,375	15625
149,441	150	22416,15	22500
		37987,4765	48125

$$a = \frac{\sum x_1 x_1^*}{\sum x_1^2}$$

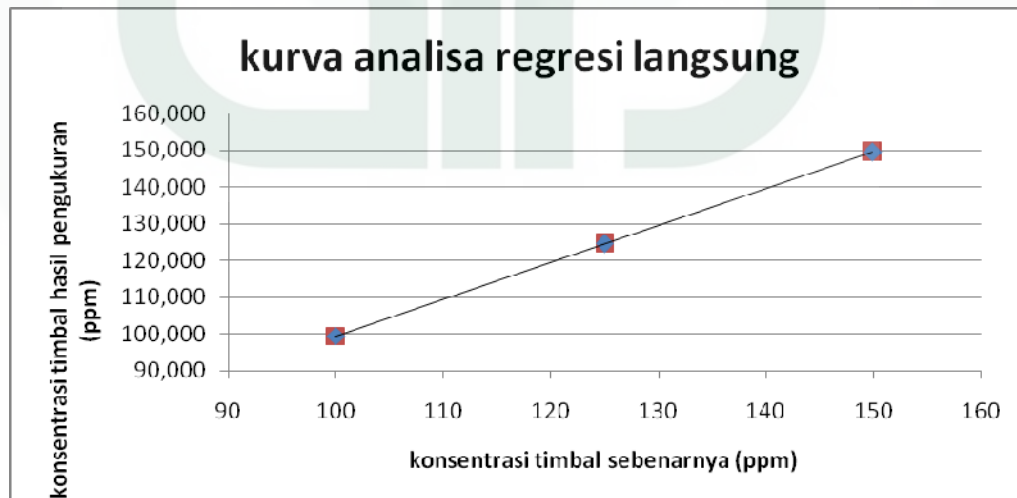
$$a = \frac{37987,4765}{48125}$$

$$a = 0,789$$

$$X = 0,789 X_1$$

Dimana X_1 = konsentrasi timbal sebenarnya

X_1^* = konsentrasi timbal hasil pengukuran



LAMPIRAN 9

Tabel Nilai r Product Moment

N	Taraf Signifikansi		N	Taraf Signifikansi	
	5 %	1 %		5 %	1 %
3	0,997	0,999	38	0,320	0,413
4	0,995	0,990	39	0,316	0,408
5	0,878	0,959	40	0,312	0,403
6	0,811	0,917	41	0,308	0,398
7	0,754	0,874	42	0,304	0,393
8	0,707	0,834	43	0,301	0,389
9	0,666	0,798	44	0,297	0,384
10	0,632	0,765	45	0,294	0,380
11	0,602	0,735	46	0,291	0,376
12	0,576	0,708	47	0,288	0,372
13	0,553	0,684	48	0,284	0,368
14	0,532	0,661	49	0,281	0,364
15	0,514	0,641	50	0,279	0,361
16	0,497	0,632	55	0,266	0,345
17	0,482	0,606	60	0,254	0,330
18	0,468	0,590	65	0,244	0,317
19	0,456	0,575	70	0,235	0,306
20	0,444	0,561	75	0,227	0,296
21	0,433	0,549	80	0,220	0,286
22	0,423	0,537	85	0,213	0,278
23	0,413	0,526	90	0,207	0,270
24	0,404	0,515	95	0,202	0,263
25	0,396	0,505	100	0,195	0,259
26	0,388	0,496	125	0,176	0,230
27	0,381	0,487	150	0,159	0,210
28	0,374	0,478	175	0,148	0,194
29	0,367	0,470	200	0,138	0,181
30	0,361	0,463	300	0,113	0,148
31	0,355	0,456	400	0,098	0,128
32	0,349	0,449	500	0,088	0,115
33	0,344	0,442	600	0,080	0,105
34	0,339	0,436	700	0,074	0,097
35	0,334	0,430	800	0,070	0,091
36	0,329	0,424	900	0,065	0,086
37	0,325	0,418	1000	0,062	0,081