

**PENENTUAN PRESISI METODE ARGENTOMETRI MOHR UNTUK  
ANALISIS KADAR KLORIDA PADA PENGOLAHAN LIMBAH TEKSTIL  
MENGUNAKAN METODE ELEKTROOKSIDASI**

**KARYA TULIS ILMIAH**

**Untuk memenuhi sebagian persyaratan sebagai**

**Ahli Madya Analis Kimia**



**Oleh :**

**RAHAYU FEBIANI**

**27141133F**

**PROGRAM STUDI D-III ANALIS KIMIA**

**FAKULTAS TEKNIK**

**UNIVERSITAS SETIA BUDI**

**SURAKARTA**

**2017**

## LEMBAR PERSETUJUAN

Karya Tulis Ilmiah :

### **PENENTUAN PRESISI METODE ARGENTOMETRI MOHR UNTUK ANALISIS KADAR KLORIDA PADA PENGOLAHAN LIMBAH TEKSTIL MENGUNAKAN METODE ELEKTROOKSIDASI**

Oleh :

RAHAYU FEBIANTI

27141133F

Surakarta, 27 Februari 2018

Menyetujui,

Pembimbing



Drs. Suseno.,M.Si

NIS : 01199408011044

## LEMBAR PENGESAHAN

Karya Tulis Ilmiah :

### PENENTUAN PRESISI METODE ARGENTOMETRI MOHR UNTUK ANALISIS KADAR KLORIDA PADA PENGOLAHAN LIMBAH TEKSTIL MENGGUNAKAN METODE ELEKTROOKSIDASI

Oleh :

RAHAYU FEBIANTI

27141133F

Telah Disetujui oleh Tim Penguji

Pada tanggal 27 Februari 2018

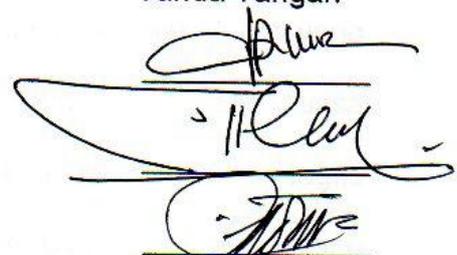
Nama

Penguji I : Ir. Argoto Mahayana S.T., M.T

Penguji II : Wisnu Arfian A. S, S.Si., M.Sc.

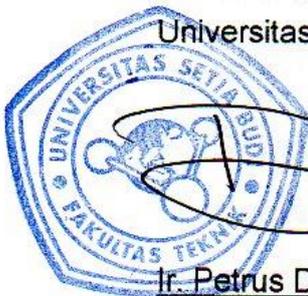
Penguji III : Drs. Suseno, M.Si

Tanda Tangan



Mengetahui,

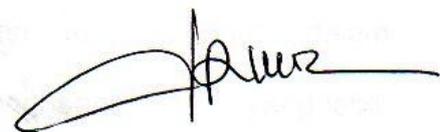
Dekan Fakultas Teknik  
Universitas Setia Budi



Ir. Petrus Darmawan, S.T., M.T.

NIS: 01199905141068

Ketua Program Studi  
D-III Analis Kimia



Ir. Argoto Mahayana S.T., M.T

NIS: 01199906201069

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Dengan mengucapkan syukur kepada Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya hingga menyelesaikan karya tulis ini, kupersembahkan untuk :

1. Allah SWT yang telah memberi anugrah di hidupku dan senantiasa mencurahkan nikmat serta hidayah-Nya.
2. Babe (Temok Suharno) Mom (Mulyati) tercinta yang telah memberikan semuanya, doa, kasih sayang, cinta, pengorbanan, dukungan, dan kebahagiaan yang begitu indah dalam hidupku. Semoga Allah selalu melimpahkan berjuta kenikmatan yang tiada henti kepada Mom dan Babe.
3. Bapak (Hartoyo) dan Ibuk (Widati) beserta keluarga besar almarhum yang sudah menganggap saya sebagai pengganti almarhum dan senantiasa memberikan do'a serta dukungan sehingga saya dapat menyelesaikan tugas akhir ini dengan lancar. Semoga saya istiqomah dengan kepercayaan yang kalian berikan untuk saya serta dapat membahagiakan almarhum di surga.
4. Adik-adikku tercinta Maya Putri Kinasih dan Bima Agung Rajendra yang telah menjadi pendukung selama ini.
5. Sahabatku yang selalu memberikan dukungan dan membantu dalam pengerjaan tugas akhir ini serta selalu sabar menghadapi sifatku yang labil. Semoga persahabatan kita bisa bertahan hingga maut memisahkan.
6. Kawan-kawanku Fakultas Teknik yang selalu menjadi tempat mencurahkan kesedihan dan selalu memberikan solusi setiap masalahku. Semoga kebersamaan kita bisa senantiasa terjalin meskipun sudah dewasa nanti.

7. Teman-teman satu angkatan Risca, Afif, Puput, Arief, Ida, Setyo dan Ka'e yang terkadang mau menjadi tempat konsultasi dan selalu memberikan dukungan setiap saat.
8. Dosen pembimbing Drs. Suseno., M. Si., terima kasih untuk diberikannya kemudahan kepada saya dalam mengerjakan tugas akhir ini dan selalu sabar dalam membimbing saya.
9. Almamater USB tercinta.

## **PERNYATAAN**

Saya menyatakan bahwa tugas akhir ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar Ahli Madya di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila tugas akhir ini merupakan jiplakan dari penelitian/karya ilmiah/skripsi orang lain, maka saya menerima sanksi, baik secara akademis maupun hukum.

Surakarta, 27 Februari 2018

**RAHAYU FEBIANTI**

## KATA PENGANTAR

Puji dan Syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah dengan judul “Penentuan Presisi Metode Argentometri Mohr untuk Analisis Kadar Klorida pada Pengolahan Limbah Tekstil Menggunakan Metode Elektrooksidasi”.

Adapun penulisan Karya Tulis Ilmiah ini untuk melengkapi tugas serta memenuhi syarat guna mencapai gelar Ahli Madya Analis Kimia, Universitas Setia Budi, Surakarta. Dalam menyusun Karya Tulis Ilmiah ini penulis telah banyak mendapat bantuan serta bimbingan dari berbagai pihak. Maka pada kesempatan ini dengan segala kerendahan hati penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Dr. Ir. Djoni Tarigan, MBA, selaku Rektor Universitas Setia Budi.
2. Ir. Petrus Darmawan, S.T., M.T., selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Setia Budi.
3. Ir. ArgotoMahayana, S.T., M.T., selaku Ketua Jurusan Program Analis Kimia Universitas Setia Budi dan Penguji I pada ujian Karya Tulis Ilmiah ini.
4. Drs. Suseno, M.Si., selaku Pembimbing yang telah memberikan bimbingan selama penyusunan laporan ini.
5. Wisnu ArfianA.S ., S.Si., M.Sc., selaku penguji II pada ujian Karya Tulis Ilmiah ini.
6. Dosen Fakultas Teknik, yang telah memberikan ilmunya sehingga penulisan ini dapat terselesaikan.

7. Keluarga atas doa , dukungan, semangat dan kasih sayangnya selama ini.
8. Dan semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan Karya Tulis ini.

Terima kasih atas pertolongannya.

Penulis menyadari bahwa Karya Tulis Ilmiah ini jauh dari sempurna, meskipun penulis sudah berusaha dengan maksimal, untuk itu kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan dari pembaca.

Penulis berharap semoga laporan ini bermanfaat bagi pembaca dan pihak-pihak yang berkepentingan.

Surakarta, 27 Februari 2018

Rahayu Febianti

## Daftar ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
LEMBAR PERSETUJUAN.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN .....	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iv
PERNYATAAN.....	vi
Daftar ISI .....	ix
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>4</b>
2.1 Elektrooksidasi.....	4
2.2 Titrimetri .....	5
2.3 Argentometri.....	7
2.3.1 Argentometri Mohr .....	8
2.4 Validasi Metode Uji .....	10
2.4.1 Presisi .....	11
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>13</b>
3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan .....	13
3.2 Bahan Penelitian.....	13
3.3 Alat Penelitian .....	13
3.4 Teknik Sampling .....	13
3.5 Cara Kerja.....	14
3.5.1 Pembuatan Larutan Standar Primer NaCl 0,01 N.....	14
3.5.2 Pembuatan Larutan Standar Sekunder AgNO <sub>3</sub> 0,01 N.....	14
3.5.3 Standarisasi AgNO <sub>3</sub> dengan Larutan Standart NaCl .....	14
3.5.4 Titrasi pada blanko .....	14
3.5.5 Pengecekan pH pada sampel .....	14
3.5.6 Titrasi Sampel menggunakan Metode Argentometri Mohr .....	15
3.6 Validasi Metode .....	15

3.6.1	Uji Presisi .....	15
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	16
4.1	Standarisasi larutan $\text{AgNO}_3$ dengan larutan standar $\text{NaCl}$ .....	16
4.2	Titration sampel menggunakan metode Argentometri Mohr .....	16
4.3	Validasi Metode .....	17
4.3.1	Presisi .....	17
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN .....	19
5.1	Kesimpulan .....	19
5.2	Saran.....	19
DAFTAR PUSTAKA	.....	20

## Daftar Tabel

	<b>Halaman</b>
Tabel 2.1 Kriteria Penerimaan Keseksamaan (Presisi) .....	12
Tabel 4.1 Hasil Presisi .....	21

## Daftar Lampiran

	<b>Halaman</b>
Lampiran 1. Pembuatan Larutan .....	L-1
Lampiran 2. Data Pengamatan .....	L-2
Lampiran 3. Perhitungan Presisi .....	L-3
Lampiran 4. Gambar Sampel .....	L-4
Lampiran 5. Gambar Proses Analisis Metode ArgentometriMohr .....	L-5
Lampiran 6. Validasi Metode Uji Parameter Presisi .....	L-6

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Analisis titrimetri atau biasa disebut juga analisis volumetri ialah analisis kuantitatif dengan prosesnya yaitu mereaksikan suatu zat yang dianalisis dengan larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya secara teliti, dan selanjutnya mengukur volume larutan standar yang digunakan dimana proses tersebut kemudian disebut proses titrasi (Yashid, 2013). Analisis titrimetri terdiri dari beberapa macam metode, salah satu diantaranya adalah metode argentometri Mohr.

Metode argentometri Mohr adalah metode analisis titrimetri yang dapat digunakan untuk menentukan kadar klorida dalam suatu larutan, pada metode ini dilakukan titrasi langsung terhadap larutan sampel yang bersifat netral menggunakan standar larutan  $\text{AgNO}_3$  dan sebagai indikator digunakan ion kromat. Titik akhir titrasi dalam metode ini ditandai dengan terbentuknya endapan merah batayang terbentuk dari reaksi antara  $\text{Ag}^+$  dengan ion  $\text{CrO}_4^{2-}$ , disamping itu juga terbentuk endapan putih yang merupakan hasil reaksi ion  $\text{Ag}^+$  dengan ion  $\text{Cl}^-$  (Yashid, 2013).

Setiap metode analisis dipengaruhi oleh matrik dari suatu sampel. Oleh sebab itu validitas suatu metode untuk analisis sampel tertentu mungkin berbeda untuk sampel yang lain dimana mempunyai matrik yang berbeda, sehingga uji validitas suatu metode sangat diperlukan sebelum metode tersebut digunakan untuk analisis sampel tertentu, demikian juga untuk metode argentometri Mohr.

Validasi merupakan proses dimana suatu prosedur tertentu dievaluasi yang berguna untuk menentukan kemanjuran dan keandalan dalam analisis dan untuk menentukan bahwa metode tersebut cocok atau tidaknya untuk tujuan yang dimaksud (Riyanto, 2014).

Degradasi zat warna tekstil menggunakan metode elektrooksidasi akan menghasilkan produk yang mengandung ion klorida, karena di dalam proses elektrooksidasi ditambahkan NaCl sebagai elektrolit. Oleh sebab itu produk dari metode elektrooksidasi ini perlu dianalisis kadar kloridanya sebagai bahan pertimbangan tahap selanjutnya.

Berdasarkan hal – hal tersebut penulis berkeinginan melakukan validasi terhadap metode argentometri Mohr untuk menentukan kadar klorida hasil pengolahan limbah tekstil menggunakan metode elektrooksidasi. Karena keterbatasan penulis maka parameter yang akan diuji hanya parameter presisi.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Rumusan masalah penelitian ini adalah :

Apakah metode argentometri Mohr presisi untuk analisis kadar klorida pada hasil degradasi zat warna tekstil menggunakan metode elektrooksidasi?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah :

Untuk menganalisis presisi metode argentometri Mohr untuk analisis kadar klorida pada hasil degradasi zat warna tekstil menggunakan metode elektrooksidasi.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Bagi peneliti

Hasil penelitian ini diharapkan dapat menambah pengetahuan keilmuan di bidang validasi metode uji, khususnya validasi metode uji untuk metode titrimetri.

2. Bagi Institusi Pendidikan

Hasil penelitian ini diharapkan dapat berguna sebagai bahan informasi tentang materi pembelajaran validasi metode uji. Khususnya tentang validasi metode uji untuk metode titrimetri.

2. Bagi Institusi Pemerintah

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang validasi metode uji, sehingga ada tindak lanjut oleh instansi yang sesuai.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Elektrooksidasi**

Penghilangan warna dan senyawa organik yang ada di dalam limbah cair industri telah banyak dilakukan, misalnya dengan metode adsorpsi menggunakan abu layang ampas tebu teraktivasi  $H_2O_2$  sebagai adsorben (Noviarani, 2014) dan degradasi fenol dari limbah cair tekstil dengan menggunakan bakteri (Ulya, 2012). Beberapa teknik tradisional dalam penghilangan zat warna adalah penggunaan karbon aktif, filtrasi, koagulasi dan pengolahan dengan ozon. Kelemahan setiap metode tersebut terletak pada biaya operasional yang cukup tinggi. Elektrooksidasi adalah sebuah metode pengolahan limbah zat warna yang menghabiskan dana operasional yang rendah (Lorimer dkk., 2001).

Prinsip elektrooksidasi adalah mengoksidasi zat warna tekstil sintetik menjadi senyawa yang lebih sederhana dalam sel elektrolit. Lorimer dkk., (2000) telah menggunakan metode ini untuk mengoksidasi zat warna sintetik jenis monoazo dengan larutan elektrolit. Larutan elektrolit yang digunakan adalah larutan Natrium Klorida (NaCl). Elektroda yang digunakan dalam sel elektrolit adalah grafit. Metode ini cocok diterapkan di industri Indonesia karena lebih ekonomis dan bahan yang digunakan mudah diperoleh.

Degradasi zat warna dengan elektrooksidasi memiliki beberapa keunggulan, diantaranya proses degradasi zat warna dapat berlangsung cepat, dapat diterapkan pada temperatur kamar dan dapat menggunakan alat dan bahan yang ekonomis. Faktor – faktor yang berpengaruh terhadap besarnya

efisiensi ketika mendegradasi zat warna dengan metode elektrooksidasi, antara lain konsentrasi larutan elektrolit, kuat arus, waktu kontak saat proses elektrooksidasi dan pH larutan (Widodo dkk., 2008).

Larutan elektrolit yang digunakan adalah larutan NaCl. Larutan NaCl digunakan sebagai elektrolit karena bahan NaCl mudah diperoleh dan keberadaan ion  $\text{Cl}^-$  sangat penting sebagai sumber klor aktif atau sumber ion  $\text{ClO}^-$  yang bersifat sebagai oksidator kuat. Reaksi akan berjalan lebih lambat ketika berada dalam kondisi asam dan lebih disukai dalam keadaan basa karena pembentukan  $\text{ClO}^-$  (Mohan dkk., 2007).

## 2.2 Titrimetri

Analisis titrimetri ialah analisis kimia secara kuantitatif yang berguna untuk menetapkan volume suatu larutan dengan larutan standar. Larutan standar adalah larutan yang dibuat dan diketahui konsentrasinya secara teliti. Dalam larutan standar sendiri dibagi menjadi 2 yaitu primer dan sekunder. Larutan standar primer berarti larutan baku yang langsung dapat diketahui dari massa bahan murni yang dilarutkan dan volume yang telah diketahui, sedangkan larutan standar sekunder yaitu larutan baku yang konsentrasinya belum diketahui dengan pasti karena bahan yang digunakan mempunyai kemurnian yang rendah (Rodiani & Suprijadi, 2013).

Menurut (Rusgiyono dkk, 2013) pelaksanaan pengukuran volume pada analisis titrimetri disebut juga dengan titrasi yaitu suatu larutan penitar (larutan yang telah diketahui konsentrasinya secara tepat) diteteskan tetes demi tetes ke dalam larutan sampel sampai mencapai titik akhir yang berbeda-beda pada tiap jenis metode. Berdasarkan jenis reaksi yang terjadi pada pelaksanaan titrasi, maka titrasi dapat dibagi sebagai berikut :

- a. Reaksi metatetik, yaitu suatu reaksi berdasarkan pertukaran ion tanpa adanya perubahan bilangan oksidasi. Jenis titrasi yang termasuk reaksi metatetik, yaitu:
- 1) Titrasi asam – basa
  - 2) Titrasi pengendapan (presipitimetri)
  - 3) Titrasi kompleksometri
- b. Reaksi redoks, dalam reaksi ini terjadi perpindahan elektron atau perubahan bilangan oksidasi. Jenis titrasi yang termasuk dalam reaksi redoks, antara lain:
- 1) Titrasi kompleksometri
  - 2) Titrasi iodo/iodimetri
  - 3) Serimetri
  - 4) Dikromatometri

Berdasarkan jalannya reaksi yang terjadi, titrasi dapat dibedakan atas:

- a. Titrasi langsung (*Directtitration*), yaitu larutan sampel dapat langsung dititrasi dengan larutan standar/ baku.
- b. Titrasi tidak langsung (*Indirecttitration*), yaitu larutan sampel direaksikan dulu dengan pereaksi yang jumlah kepekatannya tertentu, kemudian hasil reaksi dititrasi dengan larutan standar/ baku.
- c. Titrasi kembali (*Backtitration*), cara ini dilakukan bila sampel tidak bereaksi dengan larutan baku atau reaksinya lambat. Dalam hal ini ditambahkan zat ketiga yang telah diketahui kepekatannya dan jumlahnya diukur tetapi berlebihan dan kelebihannya dititrasi dengan larutan baku.
- d. Titrasi penggantian (*Displacementtitration*), cara ini dilakukan bila analat atau unsur yang akan ditetapkan tidak bereaksi langsung dengan larutan

baku, tidak bereaksi secara stokiometri dengan larutan baku, dan tidak saling mempengaruhi (*not interact*) dengan larutan penunjuk.

### 2.3 Argentometri

Istilah Argentometri diturunkan dari bahasa latin Argentum, yang berarti perak. Jadi, Argentometri merupakan salah satu cara untuk menentukan kadar zat dalam suatu larutan yang dilakukan dengan titrasi berdasar pada pembentukan endapan dengan ion  $\text{Ag}^+$ . Pada titrasi argentometri, zat pemeriksaan yang telah dibubuhi indikator dicampur dengan larutan standart garam perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ). Dengan mengukur volume larutan standar yang digunakan sehingga seluruh ion  $\text{Ag}^+$  dapat tepat diendapkan, kadar garam dalam larutan pemeriksaan dapat ditentukan (Day & Underwood, 2002).

Titrasi pengendapan (Argentometri) adalah golongan titrasi dimana hasil reaksi titrasinya merupakan endapan atau garam yang sukar larut. Prinsip dasarnya adalah reaksi pengendapan yang mencapai kesetimbangan pada setiap penambahan titran, tidak ada pengotor yang mengganggu dan diperlukan indikator untuk melihat titik akhir titrasi. Hanya reaksi pengendapan yang dapat digunakan pada titrasi. Makin kecil kelarutan garam yang terbentuk maka reaksinya makin sempurna (Nurhayati, 2015).

Argentometri merupakan metode umum untuk menetapkan kadar halogenida dan senyawa – senyawa lain yang membentuk endapan dengan perak nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) pada suasana tertentu. Metode argentometri disebut juga dengan metode pengendapan karena pada argentometri memerlukan pembentukan senyawa yang relatif tidak larut atau endapan.

Ada 3 macam metode argentometri yaitu Metode Mohr, Metode Volhard dan Metode Fajans. Berikut akan sedikit dijelaskan pengertian Metode Mohr:

### 2.3.1 Argentometri Mohr

Metode Mohr atau disebut juga dengan pembentukan endapan warna mempunyai kegunaan yaitu untuk penetapan kadar Klorida atau Bromida dalam suasana netral dengan larutan standart  $\text{AgNO}_3$  dan penambahan  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  sebagai indikator (Sindjia, 2013). Perak adalah logam putih, dapat ditempa dan liat. Kerapatannya tinggi ( $10,5 \text{ g ml}^{-1}$ ) dan ia melebur pada suhu  $960,5^\circ\text{C}$  ia tak larut dalam asam klorida, asam sulfat encer (1M) atau asam nitrat encer (2M). Perak nitrat mudah larut dalam air, perak asetat, perak nitrit, dan perak sulfat kurang larut, sedang semua senyawa – senyawa perak lainnya praktis tidak larut. Tetapi kompleks – kompleks perak, larut (Vogel, 1985).

Prinsip penetapannya larutan klorida atau bromida dalam suasana netral atau agak alkalis dititrasi dengan larutan perak nitrat menggunakan indikator kromat. Apabila ion klorida atau bromida telah habis diendapkan oleh ion perak, maka ion kromat akan bereaksi dengan ion perak membentuk endapan perak kromat yang berwarna coklat merah sebagai titik akhir titrasi. Larutan standarnya yaitu larutan perak nitrat menggunakan indikator larutan kalium kromat (Nurhayati, 2015).

Titrasi mohr dari klorida dengan ion perak yang dalam hal ini ion kromat digunakan sebagai indikator. Indikator ini digunakan untuk menentukan garam klorida dengan titrasi langsung atau menentukan garam perak dengan titrasi kembali setelah ditambah dengan larutan baku  $\text{NaCl}$  berlebih. Penampilan utama yang tetap dari endapan perak kromat yang kemerah-merahan dianggap sebagai

titik akhir titrasi (Anonim, 2014). Titrasi mohr terbatas pada larutan-larutan dengan harga pH 6-10.

Reaksinya:



Titik akhir titrasi terjadi perubahan warna pada endapan menjadi merah coklat ( $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ). Titrasi harus dilakukan pada suasana netral atau sedikit alkalis karena:

1. Dalam suasana asam endapan  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  akan larut karena terbentuk perak dikromat ( $\text{Ag}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )
2. Dalam suasana basa perak nitrat akan bereaksi dengan ion hidroksida membentuk endapan perak hidroksida



Gangguan pada titrasi ini antara lain disebabkan oleh:

- Ion yang akan mengendap lebih dulu dari  $\text{AgCl}$ , misalnya:  $\text{F}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{CNS}^-$
- Ion yang membentuk kompleks dengan  $\text{Ag}^+$ , misalnya:  $\text{CN}^-$ ,  $\text{NH}_3$  diatas Ph 7
- Ion yang membentuk kompleks dengan  $\text{Cl}^-$ , misalnya:  $\text{Hg}^{2+}$
- Kation yang mengendapkan kromat, misalnya:  $\text{Ba}^{2+}$

Hal yang harus dihindari : cahaya matahari langsung atau sinar neon karena larutan perak nitrat peka terhadap cahaya (reduksi fotokimia). (Nurhayati, 2015)

## 2.4 Validasi Metode Uji

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Validasi merupakan suatu proses evaluasi kecermatan dan keseksamaan yang dihasilkan oleh suatu prosedur dengan nilai yang dapat diterima. Sebagai tambahan, validasi memastikan bahwa suatu prosedur tertulis memiliki detail yang cukup jelas sehingga dapat dilaksanakan oleh analis atau laboratorium yang berbeda dengan hasil yang sebanding.

Verifikasi metode adalah suatu tindakan validasi metode tetapi hanya pada beberapa karakteristik performa saja. Laboratorium harus menentukan karakteristik performa yang dibutuhkan. Spesifikasi analisis dapat menjadi acuan untuk merancang proses verifikasi. Rancangan yang baik akan menghasilkan informasi yang dibutuhkan serta meminimalisir tenaga, waktu, serta biaya. Pemilihan parameter validasi atau verifikasi tergantung pada beberapa faktor seperti aplikasi, sampel uji, tujuan metode, dan peraturan lokal atau internasional (Farmasitri, 2016).

Dalam validasi metode analisis, terdapat beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan, antara lain ketepatan (akurasi), ketelitian (presisi), selektivitas (spesifitas), linearitas, batas deteksi (LOD), batas kuantisasi (LOQ), sensitivitas, ketangguhan (*ruggedness*) dan rentang (*robustness*). Berikut ini penjelasan parameter validasi khususnya presisi yaitu :

### 2.4.1 Presisi

Presisi merupakan ukuran kedekatan antara serangkaian hasil analisis yang diperoleh dari beberapa kali pengukuran pada sampel homogen yang sama. Presisi biasanya dilakukan pada tiga tingkatan yang berbeda yaitu:

- a. Presisi atau keseksamaan adalah tingkat kesesuaian diantara hasil analisis individual jika prosedur dilakukan berulang kali terhadap sampel ganda atau beberapa sampel yang homogen. Presisi metode analisis ini dinyatakan sebagai simpangan baku relatif (SBR) atau Koefisien Variasi (KV). Adapun ukuran presisi metode analisis ini adalah mengetahui kesalahan karena sistem, tidak tergantung pada penyiapan sampel (*Repeatabilty Methode*).
- b. Presisi antara adalah pengukuran kinerja metode dimana sampel – sampel diuji dan dibandingkan menggunakan tenaga analis berbeda, peralatan berbeda, atau hari berbeda (*interday presicion*). Presisi antara ini tidak perlu dilakukan jika kajian reproduksibilitas telah dilakukan.
- c. Ketertiruan (reproduksiibilitas) merupakan presisi yang terakhir dan tuntas. Diuji dengan cara menyiapkan sampel yang homogen dan stabil, lalu diuji oleh beberapa laboratorium (studi kolaboratif). Hal ini akan memperlihatkan adanya galat acak yang disebabkan oleh sampel dan laboratorium, serta adanya galat sistemik yang belum tuntas koreksi.

Penentuan presisi atau keseksamaan validasi metode analisis ini ditentukan dengan nilai simpangan baku relatif (SBR) atau Relatife Standard Deviaton (RSD) yang dapat dihitung dengan persamaan :

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \cdot 100\%$$

dengan SD adalah simpangan baku yang dirumuskan dengan persamaan

:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$$

Dan  $\bar{x}$  adalah rata-rata dari jumlah data terhadap n pengukuran. Adapun kriteria penentuan presisi yang baik dapat dilihat pada tabel berikut :

**Tabel 2.1** Kriteria Penerimaan Keseksamaan (Presisi)

Konsentrasi analit	RSD atau SBR (%)
100 g/kg	2
10 g/kg	3
1g/kg	4
100 mg/kg	5
10 mg/kg	7
1 mg/kg	11
100 µg/kg	15
10 µg /kg	21
1 µg /kg	30
0,1 µg/kg	43

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Analisis dan Pengolahan Limbah Universitas Setia Budi Surakarta pada tanggal 16 November sampai dengan 16 Desember tahun 2017.

#### **3.2 Bahan Penelitian**

Sampel adalah limbah tekstil hasil pengolahan proses dengan metode elektrooksidasi ; kristal natrium klorida p.a (NaCl) (Merck) ; kristal perak nitrat p.a (AgNO<sub>3</sub>) (Merck) ; kristal K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>(Merck) dan air suling.

#### **3.3 Alat Penelitian**

Buret makro, statif dan klem; pH meter; gelas beaker 50ml, 100ml, 250ml, 500ml dan 1000 ml; erlenmeyer 250 ml; pipet volume 1 ml dan 25ml; pipet ukur; batang pengaduk; corong; labu ukur 100ml dan 500ml; gelas ukur 50 ml dan 1000 ml; timbangan analitik digital; pipet tetes ; kaca arloji ; botol semprot.

#### **3.4 Teknik Sampling**

Diambil 3 contoh sampel untuk tiap perlakuan pengolahan limbah tekstil menggunakan metode elektrooksidasi.

### **3.5 Cara Kerja**

#### **3.5.1 Pembuatan Larutan Standar Primer NaCl 0,01 N**

Menyiapkan larutan NaCl 0,01 N sebanyak 1000 ml dengan cara melarutkan 5,80 gram NaCl p.a (telah dikeringkan dalam oven 110°C selama 1 jam) dengan aquades di dalam labu ukur 1000 ml.

#### **3.5.2 Pembuatan Larutan Standar Sekunder AgNO<sub>3</sub> 0,01 N**

Menyiapkan larutan AgNO<sub>3</sub> 0,01 N sebanyak 1500 ml dengan cara melarutkan 25,5 gram AgNO<sub>3</sub> dengan aquades di labu ukur 1000 ml.

#### **3.5.3 Standarisasi AgNO<sub>3</sub> dengan Larutan Standart NaCl**

Mengambil 10,00 ml larutan NaCl standar dengan pipet volume, menuangkan ke dalam erlenmeyer 100 ml, menambah 1,0 mL larutan K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> 2% sebagai indikator. Menitrasi dengan larutan AgNO<sub>3</sub> standar yang telah disiapkan sampai pertama kali terbentuk warna merah bata. Percobaan diulang 3 kali lalu menghitung normalitas AgNO<sub>3</sub>.

#### **3.5.4 Titrasi pada blanko**

Mengambil 5,00 ml aquadest dengan pipet volume, menuangkan ke dalam erlenmeyer 100mL, menambahkan 1,0 ml larutan K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> 2% sebagai indikator. Menitrasi dengan larutan AgNO<sub>3</sub> yang telah disiapkan sampai pertama kali terbentuk endapan warna merah bata, percobaan ini diulang 3 kali.

#### **3.5.5 Pengecekan pH pada sampel**

Mengecek pH semua sampel yang akan dianalisis. pH sampel harus netral atau sedikit alkalis. Jika terlalu asam maka menambahkan sampel dengan NaOH sampai netral. Jika terlalu basa maka menambahkan sampel dengan asam lemah contohnya HCl 0,1N sampai bersifat netral.

### **3.5.6 Titrasi Sampel menggunakan Metode Argentometri Mohr**

Mengambil 5,00 ml sampel menggunakan pipet volume, menuangkan ke dalam erlenmeyer 100 ml, menambah 1,0 ml larutan  $K_2CrO_4$  2% sebagai indikator. Menitrasi dengan larutan  $AgNO_3$  yang telah disiapkan sampai pertama kali terbentuk endapan warna merah bata. Percobaan diulang 3 kali lalu menghitung normalitas sampel.

## **3.6 Validasi Metode**

### **3.6.1 Uji Presisi**

Uji presisi dilakukan dengan menganalisis tiap sampel dan diulang sebanyak 7 kali kemudian menghitung simpangan baku (Standar Deviasi), kemudian ditentukan nilai Relatif Standar Deviation. Uji presisi yang dilakukan merupakan uji keterulangan (*repeatability*).

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Hasil penelitian dan pembahasan yang dikemukakan pada bab ini meliputi, standarisasi larutan  $\text{AgNO}_3$  dengan larutan standar  $\text{NaCl}$ , titrasi blanko, analisis klorida pada sampel, validasi metode analisis dengan parameter akurasi dan presisi.

#### **4.1 Standarisasi larutan $\text{AgNO}_3$ dengan larutan standar $\text{NaCl}$**

Standarisasi ini dilakukan untuk mengetahui dan memastikan kadar titran yang digunakan pada metode ini, larutan yang dimaksud ialah larutan standar  $\text{AgNO}_3$ . Karena keterbatasan adanya kristal  $\text{AgNO}_3$  di laboratorium maka keberadaan larutan  $\text{AgNO}_3$  dengan normalitas 0,03N yang digunakan untuk membuat larutan  $\text{AgNO}_3$  0,01N. Standarisasi dilakukan dengan menggunakan larutan standar primer  $\text{NaCl}$  0,01N. Standarisasi dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali dengan hasil volume titran yaitu 3,80 ml, 3,70 ml dan 3,80 ml. Rata - rata volume titran dari 3 kali titrasi tersebut adalah 3,77 ml. Setelah dilakukan perhitungan diperoleh konsentrasi larutan standar  $\text{AgNO}_3$  sebesar 0,01N.

#### **4.2 Titrasi sampel menggunakan metode Argentometri Mohr**

Sampel yang digunakan pada percobaan ini adalah larutan hasil pengolahan limbah tekstil artificial dengan nomor kode 6 0,5 5, 9 1,0 20 dan 12 0,5 20. Metode titrasi yang digunakan adalah metode Argentometri Mohr dengan parameter analisis kadar klorida. Titrasi Argentometri Mohr adalah titrasi dengan menggunakan larutan perak nitrat sebagai titran dan indikator  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ . Ion perak akan bereaksi dengan ion klorida membentuk garam perak klorida yang sukar

larut. Pada saat ion klorida habis bereaksi maka kelebihan ion perak akan bereaksi dengan  $K_2CrO_4$  membentuk garam perak kromat ( $Ag_2CrO_4$ ) yang berupa endapan merah bata. Timbulnya endapan merah bata ini menunjukkan titik akhir titrasinya (Eka,2014).

Sebelum melakukan tahap ini sampel yang digunakan diencerkan terlebih dahulu sebesar 20 kali yaitu dengan mengambil 2,5 ml masing-masing sampel kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml kemudian diencerkan dengan aquadest sampai tanda batas. Setelah semua sampel diencerkan maka larutan tersebut siap untuk dianalisis. Tahap ini dilakukan dengan memipet sebanyak 5 ml sampel yang telah diencerkan tadi lalu dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 ml, kemudian ditambahkan indikator  $K_2CrO_4$  sebanyak 1 ml, lalu dihomogenkan. Setelah larutan tersebut homogen barulah larutan tersebut dititrasikan dengan menggunakan larutan  $AgNO_3$  yang telah distandarisasi sebelumnya. Tiap sampel dilakukan sekali saja karena data tersebut sudah dapat digunakan acuan untuk mencari kadar sebenarnya yang selanjutnya dilanjutkan ke tahap validasi metode uji khususnya parameter akurasi.

### **4.3 Validasi Metode**

#### **4.3.1 Presisi**

Keseeksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien relasi). Keseeksamaan dapat dinyatakan sebagai *Relative Standard Deviation (RSD)*. Pada analisis ini menggunakan metode keterulangan (*repeatability*). Keterulangan ialah keseeksamaan metode yang dilakukan secara berulang kali oleh analis yang sama dan kondisi yang sama dalam interval waktu yang pendek. Keterulangan dinilai melalui pelaksanaan penetapan terpisah lengkap terhadap sampel-sampel identik yang terpisah dari *batch* yang sama,

jadi memberikan ukuran keseksamaan pada kondisi yang normal (Harmita, 2004).

Untuk mengevaluasi ketelitian dari data analisis adalah dengan menganalisis masing-masing sampel sebanyak 7 kali. Hasil perhitungan nilai RSD disajikan pada tabel 4.1

**Tabel 4.1 Hasil Presisi**

Kode Sampel	RSD (%)
6 0,5 5	4,89
9 1,0 20	8,81
12 0,5 20	10,7

Berdasarkan tabel di atas menunjukkan bahwa nilai RSD pada metode Argentometri Mohr yang menunjukkan presisi yang baik ialah kode sampel 6 0,5 5, hal ini dikarenakan nilai RSD kurang dari 5%. Besarnya nilai RSD mungkin disebabkan adanya kesalahan dalam analisis.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil percobaan yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa metode Argentometri Mohr teliti untuk penentuan kadar klorida pada sampel dengan kode sampel 6 0,5 5.

#### **5.2 Saran**

Saran dari penelitian ini ialah sebelum melakukan suatu metode perlu dilakukan validasi terlebih dahulu, hal tersebut dikarenakan suatu metode teliti untuk sampel tertentu tapi tidak untuk sampel yang lain.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2014. *Begini, Cara Mengenali Beras Impor Berklorin*.  
<http://repository.usu.ac.id/123456789/13905/1/09E02375.pdf-artikel>  
 diakses tanggal 24 September 2017
- Day, R.A. dan Underwood, A.L., 2002, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi V, diterjemahkan oleh: AloysiusHadyanaPudjaatmaka, Erlangga, Jakarta
- Farmasitri. 2016. *Validasi dan Verifikasi Metode*. [http://farmasitri.com/wp-content/uploads/2016/03/validasi\\_dan\\_verifikasi\\_metode.pdf-artikel](http://farmasitri.com/wp-content/uploads/2016/03/validasi_dan_verifikasi_metode.pdf-artikel)  
 diakses 25 September 2017
- Hadi, A. 2014. Penentuan akurasi melalui uji perolehan kembali (*Recoverytest,%R*). (Online),  
<http://www.infolabling.com/2014/03/penentuan-akurasimelalui-uji-perolehan.html#>, diakses 10 November 2017).
- Harjadi,W. 1985. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. PT. GRAMEDIA. Jakarta
- Harmita. 2004. Review Artikel. Petunjuk Pelaksanaan Validasi. Metode dan Cara Perhitungannya. *Jurnal Majalah Ilmu Kefarmasian, Departemen FarmasiFMIPA UI*, 1(3)
- Kartika, Eka Yulli. 2014. Titrasi Argentometri dengan cara Mohr. *Jurnal Kimia Analitik 2*. Jakarta.
- Lorimer, J.P., Mason T.J., Plattes, M., and Phull S.S., 2000, Dye Effluent Decolourisation Using Ultrasonically Assisted Electro-Oxidation, *Ultrason Sonochem.*, 7, 237-242.
- Lorimer, J.P., Mason T.J., Plattes, M., Phull S.S., and Walton D.J., 2001, Degradation of Dye Effluent, *Pure Appl. Chem.*, 73, 1957-1968.
- Mohan, N., Balasubramanian, N., and Basha, C.A., 2007, Electrochemical Oxidation of Textile Wastewater and its Reuse,*J. Hazard. Mater.*,147, 644-651.
- Noviarani, F.A., 2014, Abu Layang Ampas Tebu Hasil Aktivasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sebagai Adsorben Zat Warna Naftolat As, *Skripsi*, Jurusan Kimia FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Nurhayati F. 2015. *Titration Argentometri*.  
[http://eprints.undip.ac.d/47830/6/BAB\\_II.pdf-artikel](http://eprints.undip.ac.d/47830/6/BAB_II.pdf-artikel) diakses tanggal 24 September 2017
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi*. Deepublish: Yogyakarta

- Rodiani&Suprijadi. 2013. *Analisis Titrimetri dan Gravimetri*.Kementerian Pendidikan Nasional Pusat Pengembangan dan Pemberdayaan Pendidik dan Tenaga Kependidikan Pertanian Cianjur. Cianjur
- Rusgiyono A., dkk. 2013. Pemetaan Produksi dan Komposisi Garam. *Prosiding Seminar Nasional Statistika Universitas Diponegoro* 2013, ISBN: 978-602-14387-0-1.
- Sindjia. 2013. *ArgentometriMohr*. <http://www.syindjia.com/2013/11/metode-dalam-titrasi-argentometri.html-artikel> diakses tanggal 24 September 2017
- Ulya, A., 2012, Pengaruh Variasi pH dan Suhu Terhadap Kemampuan Degradasi Fenol dan Pertumbuhan Bakteri Pendegradasi Fenol dari Limbah Cair Tekstil, *Skripsi*, Program Studi Biologi, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Kalijaga, Yogyakarta.
- Vogel. 1985. *Buku Teks Analisis Anorganik Kuantitatif Makro dan Semimikro*. PT. Kalman Media Pustaka. Jakarta
- Widodo, D.S., Gunawan, dan Kristanto, W.A., 2008, Elektroremediasi Perairan Tercemar: Penggunaan Grafit pada Elektrokolorisasi Larutan Remazol Black B, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 11, 89-93.
- Yashid, LD Bashar. 2013. *Titrimetri*.<http://www.atlm.web.id/2013/04/makalah-titrimetri.html-artikel> diakses 21 September 2017

# LAMPIRAN

## Lampiran 1. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan larutan NaCl 0,01 N sebanyak 100 ml

$$(V \times C) \text{ NaCl } 0,1 \text{ N} = (V \times C) \text{ NaCl } 0,01 \text{ N}$$

$$V \times 0,1 = 100 \times 0,01$$

$$V = 10 \text{ ml}$$

Jadi, memipet sebanyak 10 ml NaCl 0,1 N ke dalam labu takar 100 ml kemudian ditambahkan air bebas CO<sub>2</sub> hingga tanda batas.

2. Pembuatan larutan AgNO<sub>3</sub> 0,01 N sebanyak 500 ml

$$(V \times C) \text{ AgNO}_3 0,03 \text{ N} = (V \times C) \text{ AgNO}_3 0,01 \text{ N}$$

$$V \times 0,03 = 500 \times 0,01$$

$$V = 166,67 \text{ ml}$$

Jadi, mengambil sebanyak 166,67 ml AgNO<sub>3</sub> 0,03 N ke dalam gelas beaker 500 ml kemudian ditambahkan air bebas CO<sub>2</sub> hingga tanda batas. Lalu memindahkan larutan ke dalam botol gelap.

3. Pembuatan indikator K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> 2%

$$\text{Massa indikator kromat} = \frac{2}{100} \times 100$$

$$= 2 \text{ gram}$$

Jadi, menimbang sebanyak 2 gram kalium kromat ke dalam labu takar 100 ml dan melarutkan dengan akuades hingga tanda batas.

## Lampiran 2. Data Pengamatan

### 1. Standarisasi larutan AgNO<sub>3</sub> dengan larutan NaCl standar

- 3,80 ml
- 3,70 ml
- 3,80 ml

Volume rata – rata = 3,77 ml

Perhitungan Standarisasi

$$(V \times C) \text{ AgNO}_3 = (V \times C) \text{ NaCl}$$

$$3,77 \times C = 5 \times 0,01$$

$$C = 0,01 \text{ N}$$

### 2. Titrasi kode sampel 6 0,5 5

Volume titran (ml)	$x - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1,50	0,09	0,0081
1,50	0,09	0,0081
1,30	0,11	0,0121
1,40	-0,01	0,0001
1,40	-0,01	0,0001
1,40	-0,01	0,0001
1,40	-0,01	0,0001
$\bar{x}=1,41$		$\Sigma=0,0287$

3. Titrasi kode sampel 9 1,0 20

Volume titran(ml)	$x - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1,70	0,26	0,0676
1,40	-0,04	0,0016
1,30	-0,14	0,0196
1,40	-0,04	0,0016
1,50	0,06	0,0036
1,40	-0,04	0,0016
1,40	-0,04	0,0016
$\bar{x} = 1,44$		$\Sigma = 0,0972$

4. Titrasi kode sampel 12 0,5 20

Volume titran (ml)	$x - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1,20	0,04	0,0016
1,20	0,04	0,0016
1,10	-0,06	0,0036
1,10	-0,06	0,0036
1,20	0,04	0,0016
1,20	0,04	0,0036
1,10	-0,06	0,0016
$\bar{x} = 1,16$		$\Sigma = 0,0172$

### Lampiran 3. Perhitungan Presisi

a. Kode sampel 6 0,5 5

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0287}{7-1}}$$

$$SD = 0,069$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$RSD = \frac{0,069}{1,41} \times 100\%$$

$$RSD = 4,89\%$$

b. Kode sampel 9 0,1 20

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0972}{7-1}}$$

$$SD = 0,127$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$RSD = \frac{0,127}{1,44} \times 100\%$$

$$RSD = 8,81\%$$

c. Kode sampel 12 0,5 20

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0172}{7-1}}$$

$$SD = 0,125$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

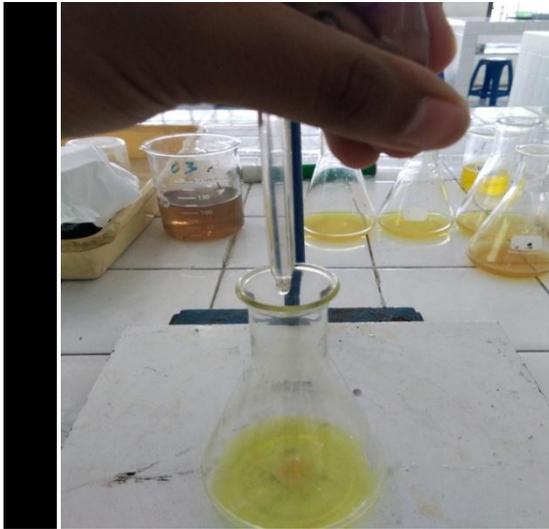
$$RSD = \frac{0,125}{1,16} \times 100\%$$

$$RSD = 10,7\%$$

Lampiran 4. Gambar Sampel



**Lampiran 5. Gambar Proses Analisis Metode Titrasi Argentometri Mohr**



Saat titrasi



Titik akhir titrasi

## Lampiran 6. Validasi Metode Uji Parameter Presisi



Sampel sebelum titrasi



Sampel setelah titrasi