

PENENTUAN Cu KELUMIT DALAM  
AIR MINERAL KEMASAN DENGAN TEKNIK  
PEMEKATAN MENGGUNAKAN KOLOM RESIN

OLEH :

**YUSTIN MANGEDONG**

95 03 111



26-9-2001  
Feb. Urip  
1 Exp.  
Hadiah  
010926166  
156514

JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR  
2001

**PENENTUAN Cu KELUMIT DALAM  
AIR MINERAL KEMASAN DENGAN TEKNIK  
PEMEKATAN MENGGUNAKAN KOLOM RESIN**

OLEH :

**YUSTIN MANGEDONG**

95 03 111

*Skripsi sebagai tugas akhir untuk memenuhi syarat  
guna memperoleh gelar sarjana*

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR  
2001**

**PANITIA UJIAN SARJANA JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN**

TIM PENGUJI

NAMA DOSEN

SEBAGAI

1. Dr. H. Abd. Rauf Patong

Ketua

2. Drs. Beddu Jawahir, MS

Sekretaris

3. Ir. Abd. Hayat Kasim, MS

Anggota

4. Drs. Yusafir Hala, MSi

Anggota (*ex. officio*)

5. Drs. H. Musa Ramang, MSi

Anggota (*ex. officio*)

**PENENTUAN Cu KELUMIT DALAM  
AIR MINERAL KEMASAN DENGAN TEKNIK  
PEMEKATAN MENGGUNAKAN KOLOM RESIN**

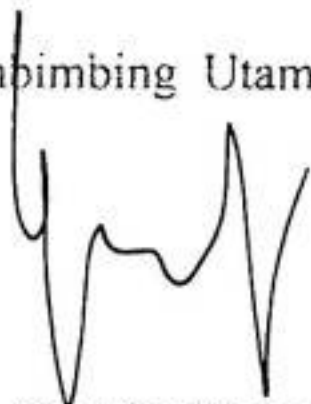
OLEH

**YUSTIN MANGEDONG**

95 03 111

Disetujui Oleh :

Pembimbing Utama,



**Drs. Yusa'ir Hala, MSi**  
NIP : 131 802 898

Pembimbing Pertama,



**Drs. H. Musa Ramang, MSi**  
NIP : 131 658 818

Pada tanggal,      Agustus 2001



**Kupersembahkan Buat :**

**Ayahanda & Ibunda  
serta Adik-adikku tercinta**

Berbahagialah orang yang mendapat hikmat,  
Orang yang memperoleh kepandaian,  
karena keuntungannya melebihi keuntungan perak  
dan hasilnya melebihi emas.  
Ia lebih berharga daripada permata,  
Apapun yang kauinginkan, tidak dapat menyamainya.

(Amsal 3 : 13 - 15)

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala cinta kasih, penyertaan, dan pemeliharaan-Nya, sehingga skripsi yang berjudul : **Penentuan Cu Kelumit Dalam Air Mineral Kemasan Dengan Teknik Pemekatan Menggunakan Kolom Resin** dapat penulis rampungkan dengan baik. Skripsi ini merupakan tugas akhir penulis dalam rangka menyelesaikan studi Jenjang S-1 pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Ucapan terima kasih yang setulus-tulusnya penulis haturkan kepada Bapak **Drs. Yusafir Hala, MSi** selaku Pembimbing Utama dan Bapak **Drs. H. Musa Ramang, MSi** selaku Pembimbing Pertama atas bimbingan, petunjuk dan nasehat-nasehat Beliau sejak awal penelitian hingga rampungnya laporan penelitian yang disusun dalam bentuk skripsi.

Dengan segala hormat dan kerendahan hati penulis haturkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
2. Bapak Ketua dan Sekretaris Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
3. Bapak **Dr. H. Abd. Rauf Patong** (Ketua), **Drs. Beddu Jawahir, MS** (Sekretaris), dan **Ir. Abd. Hayat Kasim, MS** (Anggota) sebagai tim penguji sarjana yang telah banyak memberikan saran dalam penyempurnaan isi dan penulisan skripsi ini.
4. Segenap Staf Dosen dan Analis (Pak Sugeng Asrofin, Pak Moh. Iqbal, Ibu Tini, Ibu Rini, Kak Anti, Pak Irsan, Agus, dan Pak Beddu) Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

5. Staf Akademik dan Perpustakaan (Kak Misna dan Fatma) Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
6. Teman-teman seperjuangan angkatan 95 : Syahir, SSi ; Bahja, SSi ; Khadijah ; Soraya ; Julita Ariyanti Jaya, SSi ; Maria Leri F.H, SSi ; Gertreda Latumakulita, SSi ; Esther Balipadang, SSi ; Maria Norma Sule ; Ayu Gunawati, SSi ; Suryanti, SSi ; A.Mannappiang ; Husnawati, SSi ; Nurmawati, SSi ; Rahmi A, SSi ; Thahirah ; Ansar, SSi ; Wildah Jamaluddin, SSi ; Hj. Erni Susanti, SSi ; Hasfiah Fattah, SSi ; Syamsul Qadar, SSi ; Khaelani, SSi ; Darwis, SSi ; Saparuddin ; Ida Ifdaliah, SSi ; Rosdiana, Lindayanti dan Hartina atas segala bantuan, canda tawa dan persahabatan mesra yang telah terjalin. Semoga kesuksesan dan kebahagiaan akan menjadi bahagian dalam hidup kita di hari esok.
7. Partnerku yang terkasih "**Andi Suqni Maddeppungeng**" yang senantiasa setia dan sabar dalam kebersamaan menghadapi penelitian yang begitu menjenuhkan dan melelahkan. Materi, energi, tawa terangkai setitik air mata telah teruraikan. Semoga perjuangan ini tidak akan sia-sia.
8. Fadli dan Salim (Fisika '95) yang telah menemani dan memberi hiburan saat penulis melakukan penelitian.
9. Kak Anda, Kak Sari, Kak Erna, Kak Joice, Kak Leny, Kak Eta, Kak Amma, Kak BQ, dan adik-adik Angkatan 96, 97, 98, 99 terkhusus "Ongol Team", Akkal, Musa, Saldi-Awal dan Saharuddin serta semua pihak yang tidak sempat penulis sebutkan satu persatu atas bantuan, kebersamaan dan tawa cerianya.
10. Keluarga Om Yunus Randa, Tante Hermin, Mama dan Papa Ivan, Tante Siska, Saudara-saudaraku : Desi, Yuli, Tin, Marlina, Nona, Suacaya H.Sundede, Ani'83, Papa dan Mama Ela, atas perhatian, bantuan, doa, dukungan dan kasih sayangnya.



11. Keluarga Om S. Napang atas bantuan dan nasehat-nasehat yang telah dicurahkan.
12. Teman-teman KKN-ku, waktu hanya selintas bersama kita namun kehadiranmu telah memberi arti.
13. Keluarga Pua Bariah, Kak Amir dan Kak Arma, Keluarga Ibu Tri, kawan-kawanku di Batang Rappe "Pare-Pare" : Sara, Kalla, Lalla, Tahir, Syahrul, Oktier, Iwank "Togel", atas bantuannya selama penulis ber-KKN.
14. Kedua sahabatku yang tersayang : Marcia Zuarini Beatrix Budhiningsih "Cia" dan Yulia Ningsih "Cici", semoga Tuhan mempertemukan kita kembali.

Teristimewa penulis haturkan terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada Ayahanda **Yusuf Mangedong** dan Ibunda **Orpa Sarungallo** yang terkasih serta adik-adikku **Elsye, Mia, dan Sandi** tercinta, yang dengan ketulusan hati, cinta kasih dan perhatian yang mendalam telah mencurahkan bantuan moral dan material kepada penulis.

Dengan segala kerendahan hati, penulis menyadari bahwa kandungan tulisan ini masih jauh dari kesempurnaan. Karena itu dengan senang hati kami senantiasa mengharapkan kritik dan saran yang sifatnya membangun. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca

Makassar, Agustus 2001

*Penulis,*

## ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian penentuan kandungan Cu kelumit dalam sampel air mineral kemasan melalui teknik pemekatan menggunakan kolom resin yang mengacu pada metode Pakalns. Resin yang digunakan adalah resin khelat Chelex-100 dengan ukuran pori 50–100 mesh. Pemekatan sampel dilakukan dalam 3 tahap yaitu penyiapan kolom, proses penjerapan dan proses elusi. Nilai pH kolom diatur antara 6,5–6,7. Sampel sebanyak 3 L dialirkan ke kolom dengan laju alir 2 mL per menit. Logam yang terjerap dalam resin dielusi dengan 25 mL HNO<sub>3</sub> 2 M, 5 mL aquabides, 10 mL HCl 2 M dan 2 mL aquabides. Eluat diuapkan sampai volume ± 20 mL, didinginkan dan diencerkan dalam labu ukur 25 mL dengan aquabides, sehingga diperoleh faktor pengayaan atau faktor pemekatan sebanyak 120 kali. Penentuan konsentrasi logam dilakukan dengan SSA nyala menggunakan metode adisi standar. Aquabides yang telah mengalami perlakuan seperti sampel digunakan sebagai blanko. Konsentrasi Cu dalam sampel air mineral kemasan tanpa pemekatan tidak dapat terdeteksi oleh SSA nyala, sedangkan untuk sampel air mineral kemasan yang dipekatkan diperoleh kadar Cu ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ ) sebanyak 0,1492 untuk merek AIRQITA dan sebanyak 0,1450 untuk merek CLUB.

## ABSTRACT

The appointment contents of a trace Cu in packed mineral water sample was determined preconcentration technique using resin column refer to Pakalns method. The resin that used were chelating resin Chelex-100 with pore sizes 50-100 mesh. Sample preconcentration has done into three processes were column preparation, sorption and desorption processes. The column pH was ordered between 6,5-6,7. Pass the 3 L sample through the column at a rate  $2 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ . Elute the metal with 25 mL of 2 M nitric acid, followed by 5 mL aquabidest, 10 mL of 2 M hydrochloric acid and 2 mL of aquabidest. Reduce the volume of the eluate to 20 mL by boiling. Cool, transfer to a 25 mL volumetric flask and dilute to volume with aquabidest, so that enrichment factor was got  $120^{\text{th}}$ . The flame AAS used to conclude metal concentration by standard addition method. Aquabidest have been treated like the sample that used blank Packed mineral water without preconcentration cannot detected by flame AAS, but it was get Cu concentration ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) in AIRQITA and CLUB label respectively : 0.1492 and 0.1450 with preconcentration.

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN PENGESAHAN _____	iii
KATA PENGANTAR _____	vi
ABSTRAK _____	ix
ABSTRACT _____	x
DAFTAR ISI _____	xi
DAFTAR TABEL _____	xiii
DAFTAR GAMBAR _____	xiv
DAFTAR LAMPIRAN _____	xv
BAB I. PENDAHULUAN _____	1
1.1. LATAR BELAKANG _____	1
1.2. MAKSUD PENELITIAN _____	2
1.3. TUJUAN PENELITIAN _____	3
1.4. MANFAAT PENELITIAN _____	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA _____	4
2.1. AIR MINERAL KEMASAN _____	4
2.2. ASPEK KESEHATAN TEMBAGA (Cu) _____	4
2.3. PEMEKATAN LOGAM KELUMIT _____	5
2.4. KROMATOGRAFI PENUKAR ION _____	7
2.4.1. Resin Penukar Kation _____	7
2.4.2. Resin Khelat _____	8
2.4.3. Mekanisme Penukar Ion _____	10

	<b>Halaman</b>
2.5. SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM (SSA) _____	12
2.5.1. Analisis Kualitatif _____	13
2.5.2. Kepekaan dan Limit Deteksi SSA _____	15
2.5.3. Metode Adisi Standar _____	16
<b>BAB III. METODE PENELITIAN</b> _____	<b>18</b>
3.1. KERANGKA PENELITIAN _____	18
3.2. PENYIAPAN SAMPEL _____	18
3.3. PEREAKSI DAN PERALATAN _____	19
3.4. PEMEKATAN DENGAN RESIN KHELAT (METODE PAKALNS) _____	19
3.4.1. Penyiapan Kolom _____	19
3.4.2. Proses Penyerapan ( <i>Sorpsi</i> ) _____	20
3.4.3. Proses Elusi ( <i>Desorpsi</i> ) _____	20
3.5. PERHITUNGAN HASIL ANALISIS SSA _____	21
<b>BAB IV. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b> _____	<b>23</b>
4.1. PENENTUAN EKSPERIMENTAL KEPEKAAN DAN LIMIT DETEKSI SSA _____	23
4.2. PENENTUAN Cu KELUMIT DALAM AIR MINERAL KEMASAN _____	26
<b>BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN</b> _____	<b>31</b>
5.1. KESIMPULAN _____	31
5.2. SARAN _____	31
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> _____	<b>32</b>

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
Tabel 2.1 : Suhu nyala maksimum yang digunakan dalam SSA _____	14
Tabel 4.1 : Hasil pengukuran absorbans standar Cu untuk pembuatan Kurva Standar _____	23
Tabel 4.2 : Data-data besaran Statistik Regresi untuk persamaan $A = k \cdot C$ Dari deret standar Cu _____	25
Tabel 4.3 : Kepekaan dan limit deteksi SSA untuk Tembaga (Cu) _____	26
Tabel 4.4 : Hasil pengukuran absorbans 20 mL sampel ditambah sejumlah standar yang dipekatkan hingga volume 25 mL untuk air mineral kemasan merek AIRQITA dan CLUB, dengan faktor pengenceran sebanyak 1,25 kali _____	27
Tabel 4.5 : Perbandingan hasil analisis Cu dalam sampel air mineral kemasan merek AIRQITA dan CLUB _____	28
Tabel 4.6 : Konsentrasi logam Cu dalam sampel yang sebenarnya, dengan faktor pemekatan sebanyak 120 kali _____	29

## DAFTAR GAMBAR



	<b>Halaman</b>
Gambar 2.1 : Struktur ikatan ion $\text{Cu}^{2+}$ dengan resin khelat yang mengandung gugus asam iminodiasetat _____	12
Gambar 2.2 : Kurva adisi standar _____	17
Gambar 4.1 : Kurva standar dari deret larutan Standar Cu _____	25
Gambar 4.2 : Kurva adisi standar untuk sampel air mineral kemasan merek AIRQITA _____	27
Gambar 4.3 : Kurva adisi standar untuk sampel air mineral kemasan merek CLUB _____	28

## DAFTAR LAMPIRAN

	<b>Halaman</b>
Lampiran 1 : Data dari SNI No. 01 – 3553 – 1996 tentang air minum Kemasan _____	34
Lampiran 2 : Skema kerja penyiapan kolom _____	35
Lampiran 3 : Skema kerja pemekatan sampel _____	36
Lampiran 4 : Perhitungan nilai k dan r _____	37
Lampiran 5 : Hasil Pengukuran Absorbans Sampel yang tidak dipekatkan (sampel asli) pada $\lambda$ 324,8 nm _____	38
Lampiran 6 : Karakteristik SSA Shimadzu Model AA – 6200 _____	39



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. LATAR BELAKANG

Kualitas air minum merupakan faktor penentu kesejahteraan manusia. Pencemaran air minum telah banyak mengakibatkan penyakit yang berbahaya bagi umat manusia. Pencemaran tersebut semakin meningkat seiring dengan kemajuan industri, sehingga air yang bersih dan sehat makin sulit diperoleh. Masalah ini lama-kelamaan makin meningkat, akibatnya krisis air bersih dan sehat pun mulai dirasakan.

Di tengah krisis air bersih dan sehat tersebut, muncullah suatu cara baru dan modern yaitu penyediaan air minum dalam bentuk kemasan plastik. Air minum kemasan ini biasa pula disebut air mineral kemasan, yang umumnya bersumber dari mata air pegunungan. Keberadaan air mineral kemasan ini mendapat sambutan yang baik dari seluruh lapisan masyarakat karena memiliki keistimewaan yaitu rasa, warna dan baunya tidak berubah dari rasa, warna, dan bau air alami. Dengan adanya air minum kemasan ini diharapkan dapat membantu memperoleh air minum yang sehat dan bersih. Akan tetapi berdasarkan riset yang dilakukan oleh BATAN (Badan Tenaga Atom Nasional), air mineral kemasan tersebut ada yang mengandung cacah zat radioaktif yakni radium 226 yang berbahaya. Selain itu, penelitian dari Ditjen POM (Pengawasan Obat dan Makanan) dan YLKI (Yayasan Lembaga Konsumen Indonesia) mengungkapkan bahwa beberapa air mineral kemasan yang beredar ada yang mengandung jamur *Rhizopus nigricans*, kotoran dan bakteri yang dapat menimbulkan sakit perut pada orang yang meminumnya (Hartomo, A.J dan M.C, Widiatmoko., 1994). Berdasarkan riset-riset tersebut diasumsikan bahwa kebersihan dan kesehatan air

mineral kemasan tidak terjamin lagi mutunya, bahkan mungkin masih mengandung logam-logam berat dalam konsentrasi kelumit. Kandungan logam-logam berat dalam sumber air umumnya sangat rendah (dalam dimensi  $\mu\text{g.L}^{-1}$ ). Tetapi bila dikonsumsi secara terus-menerus maka logam-logam berat tersebut akan terakumulasi dalam tubuh. Apabila kandungan logam berat di dalam tubuh sudah melampaui batas tertentu maka akan menimbulkan efek toksik dan gangguan fungsi pada berbagai jaringan tubuh. Untuk memecahkan permasalahan tersebut dibutuhkan teknik-teknik analisis yang tepat dalam penentuan kadar logam kelumit.

Dalam penelitian ini, kami mencoba melakukan pemekatan Cu kelumit yang mungkin terkandung di dalam air mineral kemasan dengan menggunakan teknik kolom resin mengacu pada metode Pakalns. Penelitian ini diawali dengan mengisi kolom dengan resin khelat, kemudian kolom dicuci hingga pH kolom berkisar antara 6,5-6,7. Sampel air mineral kemasan dialirkan ke kolom dengan laju alir 2 mL per menit. Resin yang digunakan adalah resin khelat Chelex-100 (Bio-Rad Laboratories, Richmond, California, USA) dengan gugus aktif asam iminodiasetat. Tembaga (Cu) akan terikat pada resin, dan dengan sedikit asam kuat Cu yang terikat dapat dielusi. Penentuan kadar Cu dilakukan dengan spektrofotometer serapan atom (SSA). Dengan teknik pemekatan ini, diharapkan konsentrasi kelumit (dimensi  $\mu\text{g.L}^{-1}$ ) dapat dipekatkan hingga dimensi  $\text{mg.L}^{-1}$ , sehingga masalah ketidak mampuan limit deteksi instrumen untuk penentuan sampel logam kelumit dapat teratasi.

## 1.2. MAKSUD PENELITIAN

Maksud penelitian ini adalah mempelajari proses pemekatan Cu kelumit dengan menggunakan teknik kolom dengan resin khelat.

### **1.3. TUJUAN PENELITIAN**

Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan konsentrasi Cu kelumit dalam air mineral kemasan yang beredar di kota Makassar dengan teknik pemekatan menggunakan teknik kolom dengan resin khelat.

### **1.4. MANFAAT PENELITIAN**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah tentang kandungan Cu kelumit dalam air mineral kemasan, sehingga kemungkinan keracunan yang disebabkan oleh Cu dapat diantisipasi secara lebih dini.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. AIR MINERAL KEMASAN

Air mineral kemasan adalah air yang telah diolah atau diproses, dikemas, dan aman diminum (SNI, 1996). Air mineral kemasan yang diproduksi di Indonesia umumnya bersumber dari mata air pegunungan, yang diperoleh dengan cara: pengumpulan air dari sumbernya, desinfeksi, dan pengemasan. Pengumpulan air dari sumbernya dilakukan dengan menggunakan bangunan penangkap air yang merupakan suatu bangunan untuk mengumpulkan air dari sumbernya. Bangunan penangkap air tersebut berfungsi untuk menjaga kontinuitas pengaliran. Sedangkan desinfeksi merupakan suatu proses yang paling umum digunakan dalam pengolahan bakteriologik air minum. Dalam memproduksi air mineral kemasan, senyawa kimia yang paling umum digunakan untuk membunuh mikroba adalah ozon ( $O_3$ ). Mula-mula ozon dialirkan ke dalam udara kering yang dingin. Campuran udara dan ozon dipindahkan ke dalam air dengan cara membiarkan air jatuh melalui suatu kolom gas yang berisi campuran udara dan ozon. Tahap yang terakhir adalah tahap pengemasan, di mana air minum segar yang sudah diolah kemudian dikemas ke dalam botol plastik mulai dengan volume terbatas yang hanya cukup untuk sekali minum (dalam plastik gelas) sampai kemasan besar dalam ukuran gallon (Radiah, 1997).

#### 2.2. ASPEK KESEHATAN TEMBAGA (Cu)

Konsentrasi tembaga dalam jumlah kecil sangat dibutuhkan oleh tubuh untuk melakukan berbagai proses metabolisme tubuh. Namun, tembaga pun dapat membahayakan bila konsentrasi yang masuk ke tubuh sudah berlebihan. Bentuk Cu

yang paling beracun adalah debu-debu Cu yang dapat mengakibatkan kematian pada dosis 3,5 mg/kg. Keracunan utama yang ditimbulkan akibat terpapar oleh debu atau uap logam Cu adalah terjadinya gangguan pada jalur pernapasan sebelah atas dan kerusakan atropik pada selaput lendir yang berhubungan dengan hidung. Keracunan Cu secara kronis dapat dilihat dengan timbulnya penyakit Wilson dan Kinsky. Gejala dan penyakit Wilson ini adalah terjadinya kerusakan pada hati, kerusakan pada otak, penurunan kerja ginjal, dan pengendapan Cu dalam kornea mata. Sedangkan penyakit Kinsky dapat diketahui dengan rambut menjadi kaku dan berwarna kemerahan pada penderitanya (Palar, H., 1994).

Kelebihan Cu dalam tubuh menyebabkan keracunan baik secara akut maupun kronis, begitu pula bila tubuh kekurangan Cu akan menimbulkan gangguan pada jaringan tubuh. Kekurangan Cu ditunjukkan dengan gejala anemia, kelainan jaringan ikat dan gangguan pada susunan saraf pusat. Gejala defisiensi Cu yang paling tragis adalah kematian mendadak akibat pecahnya pembuluh darah utama (Olson, 1988). Karena itu, batas maksimum logam tembaga yang diizinkan dalam bahan makanan oleh FDA adalah  $1,0 \text{ mg.L}^{-1}$  dan Ditjen POM  $2,0 \text{ mg.L}^{-1}$  (Loekman, E. 1995). Sedangkan konsentrasi Cu yang diperbolehkan dalam air minum kemasan adalah sebesar  $0,5 \text{ mg.L}^{-1}$  (SNI, 1996).

### **2.3. PEMEKATAN LOGAM KELUMIT**

Seringkali pada pengukuran logam-logam kelumit dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom terdapat gangguan matriks berupa absorpsi latar belakang. Absorpsi latar belakang tersebut akan mengganggu spektrum absorpsi atom unsur yang diukur. Absorpsi latar belakang ini dapat dikurangi dengan melakukan koreksi melalui pengukuran absorbans dari blanko sampel atau dengan teknik

pemekatan sampel sebelum pengukuran dengan SSA. Di samping itu, teknik pemekatan dapat juga dipakai untuk memekatkan konsentrasi logam kelumit dari dimensi  $\mu\text{g.L}^{-1}$  yang umumnya tak dapat dideteksi ke dimensi  $\text{mg.L}^{-1}$  yang dapat terukur oleh instrumen.

Metode-metode pemekatan untuk penentuan logam-logam kelumit dalam sampel air telah dilaporkan oleh Leyden dan Wegscheider (1981). Mereka menjelaskan teknik-teknik pemekatan yang umum dipakai untuk logam-logam kelumit dalam sampel air, diantaranya adalah penguapan pelarut, elektrodeposisi, ekstraksi pelarut, adsorpsi permukaan, pengendapan, pertukaran ion, kopresipitasi. Beberapa teknik tertentu yang digunakan untuk kasus-kasus tertentu. Teknik pemekatan ini dapat dipakai untuk menaikkan limit deteksi dari sejumlah unsur atau logam-logam kelumit dalam sampel (Haswell, 1991). Dengan adanya teknik ini, masalah keterbatasan kepekaan instrumen dalam penentuan logam yang konsentrasinya sangat rendah dapat teratasi.

Faktor pemekatan yang tinggi dapat dicapai dengan teknik pemekatan pertukaran kation, menggunakan resin khelat. Teknik ini telah dipakai oleh Riley dan Taylor untuk menentukan Cu, Ni, Co, Zn dan Cd kelumit dalam air laut dengan menggunakan resin khelat Chelex-100 (Cantle, 1982). Selain Riley dan Taylor, teknik ini juga dipakai oleh Biechler untuk menentukan logam-logam kelumit dalam limbah industri. Dari penelitian ini Biechler berhasil menemukan Cd, Cu, Fe, Ni, Pb dan Zn kelumit dari efluen industri (Haswell, 1991). Karena faktor pemekatannya yang besar sampai 100 kali dan bagian terbesar yang dapat dipisahkan, sehingga teknik pemekatan ini semakin banyak digunakan dalam penelitian untuk ion-ion logam kelumit.

## 2.4. KROMATOGRAFI PENUKAR ION

Kromatografi penukar ion merupakan salah satu jenis kromatografi yang sudah banyak digunakan untuk pemisahan terutama dalam analisis unsur anorganik (Wilcox, F., 1995). Penukar ion dalam larutan encer terdiri dari anion, kation, dan air, di mana penukar kation atau anion secara kimia terikat pada matriks yang tidak larut (Haddad dan Jackson, 1994). Penukar ion dari bahan padat yang tidak dapat larut (*insoluble*) tersebut mengandung anion atau kation yang dapat dipertukarkan. Ion-ion dapat dipertukarkan secara ekuivalen dengan ion-ion yang ada dalam suatu larutan elektrolit. Zat-zat yang berbentuk anion-anion yang dapat dipertukarkan disebut penukar anion dan yang mengandung kation-kation dapat ditukar disebut penukar kation. Bahan yang dapat menukarkan kation dan anion sekaligus disebut pertukaran ion amfoter (Minczewski, Chwastowska, dan Dybezyński, 1982).

### 2.4.1. Resin Penukar Kation

Resin penukar kation yang paling banyak digunakan adalah resin dengan struktur dasar polistirena (PS). Resin polistirena dari penukar kation dibuat dengan cara kopolimerisasi stirena dengan divinilbenzen (DVB) membentuk struktur tiga dimensi. Kandungan divinilbenzen stirena bervariasi dari 1-16 % (Harris, D., 1991). Pada rantai kopolimernya terjadi pengikatan gugus-gugus terion, seperti: sulfonat  $-\text{SO}_3^-$ , karboksilat  $-\text{COO}^-$ , fosfonat  $-\text{PO}_3^-$ , fosfinat  $-\text{HPO}_2^-$ , dan sebagainya. Gugus-gugus fungsi tersebut bersama dengan kation  $\text{H}^+$ , akan berperan dalam penukar kation yang terdapat dalam larutan setelah berinteraksi dengan resin (Minczewski, Chwastowska, dan Dybezyński, 1982).


Sifat-sifat dari penukar kation tergantung pada jenis dan jumlah gugus fungsi, derajat ionisasi, jenis dan tingkat ikatan silang dalam resin, dan konfigurasi gugus-gugus fungsionalnya. Sintesis penukar kation dilakukan dengan cara kondensasi atau kopolimerisasi, kemudian sulfonasi fenol dan berikutnya kondensasi formaldehid menghasilkan penukar kation yang terdiri atas gugus sulfonat asam kuat dan fenolat asam lemah. Hasil kopolimerisasi stirena dengan divinilbenzen (S-DVB) menghasilkan resin dengan gugus fungsi sulfonat yang dikenal dengan nama dagang Dowex-50, Dowex-50W, Zerolit 225, Amberlit IR-20, KU-2, dan sebagainya sedangkan kopolimerisasi asam akrilik atau metakrilik dengan divinilbenzen menghasilkan resin dengan gugus fungsi karboksilat. Resin-resin yang termasuk jenis ini, misalnya: Amberlite IRC-50, Zerolit 226, Duolite CS-11, KB-1, dan sebagainya. Rentang ukuran partikel resin yang biasa digunakan adalah 20-50, 100- 200, 200-400 mesh (Minczewski, Chwastowska, dan Dybezynski, 1982).

Teknik pemekatan dengan menggunakan resin penukar kation telah dilakukan oleh Hala (1997) untuk penentuan kandungan Ni, Cu, Zn dan Cd kelumit dalam sampel air yang diambil dari Waduk Saguling, Jawa Barat. Resin yang digunakan dalam penelitiannya adalah resin Dowex-50W X-8 dan penentuan logamnya dilakukan dengan metode SSA nyala. Dari penelitian ini, berhasil diperoleh konsentrasi rata-rata logam ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ ) Ni sebanyak 1,167 ; Cu sebanyak 1,548 ; Zn sebanyak 1,390 dan untuk Cd sebanyak 0,180.

#### 2.4.2. Resin Khelat

Penggunaan zat-zat pengompleks dalam larutan untuk meningkatkan efisiensi pemisahan campuran kation-kation dengan menggunakan penukar kation atau anion konvensional, telah banyak dilakukan orang. Saat ini, telah dikembangkan suatu





penerapan alternatif dan pembentuk kompleks yaitu dengan penggunaan resin pembentuk khelat yang merupakan penukar ion yang ke dalamnya telah dimasukkan berbagai gugus khelat (penyepit) misalnya dimetilglioksim atau asam iminodiasetat yang melekat pada resin (Pudjaatmaka, H., 1994).

Resin khelat Chelex-100 dari Bio-Rad laboratories merupakan hasil pemurnian dari Dowex A-1, yang penggunaannya semakin meningkat untuk pemisahan dan pemekatan logam-logam kelumit dalam air alam. Hal ini didukung oleh penggunaannya yang cocok sebab pemisahan logam dapat terjadi pada rentang pH dari air alami, yaitu pH 6-8 di mana koefisien distribusinya mencapai orde  $10^5$  pada pengukurannya (Pakalns dan Cameron, 1978). Resin Chelex-100 terdiri dari matriks polistirena - divinilbenzen (PS - DVB) dengan gugus fungsi iminodiasetat,  $-RCH_2N(CH_2COO^-)_2$ , termasuk resin penukar kation asam lemah, dengan jumlah ikatan silang 1 % DVB. Resin ini cukup stabil digunakan pada rentang pH 4-14 dan dapat juga digunakan pada rentang pH 0-14 untuk tujuan pemurnian pereaksi-pereaksi anion dan buffer. Chelex-100 juga baik digunakan sampai pada suhu 75 °C dalam berbagai jenis pelarut seperti aseton, alkohol, dan sebagainya. Dalam penggunaannya, resin Chelex-100 akan mengikat kontaminan logam yang kadarnya sangat rendah, tanpa mempengaruhi kandungan ion-ion bukan logam yang juga banyak terkandung dalam sampel (Hala, 1997).

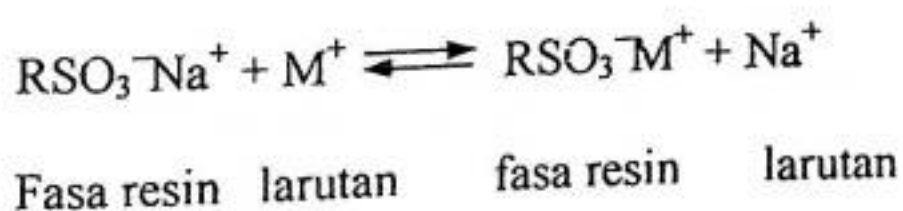
Karakteristik pengkhelat dari resin Chelex-100 telah diteliti oleh Pai, Whung, dan Lai (1988) untuk seleksi logam-logam berat dalam medium air laut. Dari penelitian mereka, diperoleh informasi bahwa efisiensi pengkhelat logam dari resin Chelex-100 lebih rendah pada air laut dibandingkan pada air tawar. Perbedaan ini disebabkan oleh spesiasi yang rumit dari logam-logam Mg dan Ca yang bersaing dengan ion-ion logam

berat. Nilai pH optimum untuk operasi kolom pengaruhnya sangat kuat bagi matriks garam. Pemilihan kondisi optimum sangat perlu untuk menghindari kehilangan Cd dan Mg dalam air laut. Agar hasilnya lebih sempurna, peneliti menganjurkan supaya sampel air diatur pH-nya antara 6-7 sebelum dimasukkan ke kolom yang telah diisi dengan resin Chelex-100 (Pai, Whung, dan Lai, 1988).

Penggunaan resin khelat (Chelex-100) lebih praktis dibanding dengan resin penukar kation biasa (misalnya Dowex-50W X-8), di mana resin khelat hanya menggunakan kolom tunggal dengan laju alir lebih cepat, sedang teknik pemekatan dengan resin penukar kation biasa menggunakan dua kolom dengan laju alir yang relatif lambat, sehingga potensi hilangnya analit cukup besar saat pemindahan resin dari kolom pertama ke kolom kedua (Hala, 1997). Dengan teknik pemekatan menggunakan resin khelat Diaion CR-11 dan Chelex-100, berhasil menentukan konsentrasi logam-logam kelumit ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ ) dalam sampel air Waduk Saguling. Logam-logam kelumit yang ditemukan adalah logam Ni, Cu, Zn dan Cd. Konsentrasi logam-logam kelumit ( $\mu\text{g.L}^{-1}$ ) dengan resin khelat Diaion CR-11 masing-masing sebanyak : 1,274 untuk Ni ; 1,590 untuk Cu ; 1,508 untuk Zn dan 0,203 untuk Cd. Untuk resin khelat Chelex-100, konsentrasi logam-logam kelumit masing-masing sebanyak 1,259 untuk Ni ; 1,579 untuk Cu ; 1,476 untuk Zn dan 0,234 untuk Cd.

### 2.4.3. Mekanisme Penukar Ion

Mekanisme penukar kation pada resin bergugus fungsi sulfonat,  $\text{RSO}_3\text{Na}^+$ , dengan kation analit,  $\text{M}^+$ , dapat digambarkan sebagai berikut:



Karena afinitas berbagai senyawa terhadap gugus fungsi resin berbeda-beda, maka pemisahan campuran senyawa ion dapat dilakukan dengan teknik ini. Kesetimbangan yang terjadi dalam proses pertukaran kation tersebut dinyatakan dengan persamaan berikut:

$$K = \frac{[\text{RSO}_3^- \text{M}^+][\text{Na}^+]}{[\text{RSO}_3^- \text{Na}^+][\text{M}^+]} = k' \frac{V_m}{V_s} \quad (2.1)$$

di mana  $k'$  adalah faktor kapasitas,  $V_m$  dan  $V_s$  adalah volume fasa gerak dan volume fasa diam. Makin besar harga  $K$  (koefisien distribusi) makin kuat ion analit berinteraksi dengan resin penukar kation. Koefisien distribusi merupakan fungsi dari banyak parameter percobaan, seperti: pH, muatan ion, jari-jari ion, porositas resin, kekuatan ion, suhu, dan sebagainya (Johnson, 1991).

Angka banding distribusi adalah suatu parameter yang harus diperhatikan dalam kesetimbangan pertukaran kation. Secara sederhana angka banding distribusi dapat ditulis sebagai berikut:

$$D = \frac{\text{Konsentrasi ion dalam resin}}{\text{Konsentrasi ion dalam larutan}} \quad (2.2)$$

$$\text{Satuan-satuan } D \text{ yang umum adalah } = \frac{\text{Kuantitas / kilogram resin}}{\text{Kuantitas / liter resin}}$$

Faktor kuantitas dapat dalam milligram, mol, atau miliekivalen (meq). Suatu angka banding distribusi dengan satuan-satuan lain kadang-kadang digunakan dengan lambang  $D_v$ :

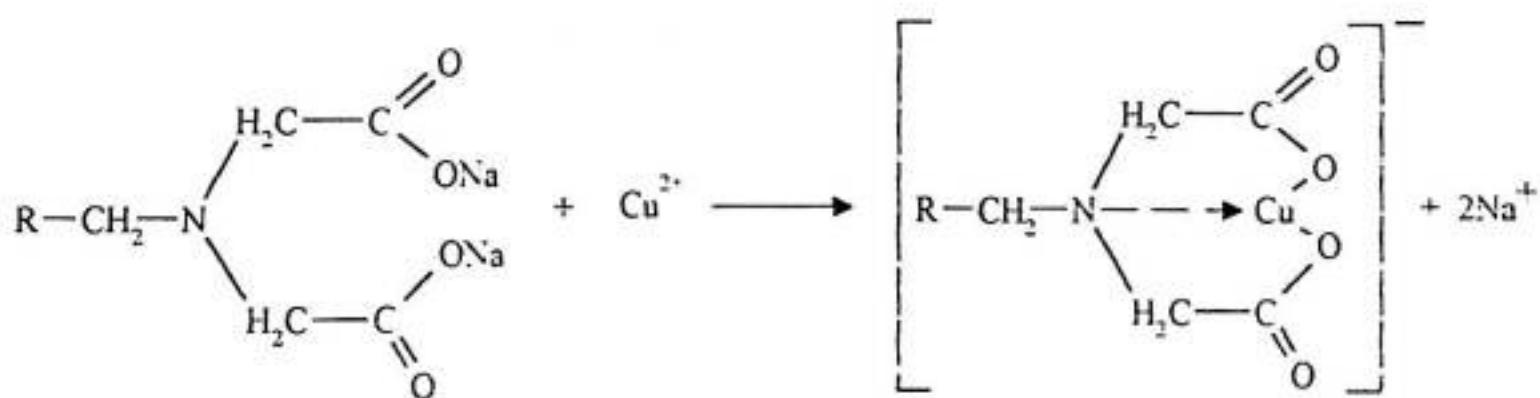
$$D_v = \frac{\text{Kuantitas / liter hamparan resin}}{\text{Kuantitas / liter resin}} \quad (2.3)$$

Faktor konversi untuk  $\bar{D}$  ke  $D_v$  adalah rapatan hamparan (bed),  $\rho$ , dalam dimensi

$$D_v = D \times \rho \quad (2.4)$$

kilogram resin kering per liter hamparan resin basah. Aspek penukar ion yang penting adalah selektivitasnya; artinya nilai  $D$  berbeda-beda untuk berbagai ion (Day dan Underwood, 1992). Koefisien selektivitas tergantung pada konsentrasi total ion-ion dalam fasa resin. Selektivitas resin bertambah dengan bertambahnya derajat ikatan silang (Khopkar, 1985).

Pengikatan suatu ion seperti  $\text{Cu}^{2+}$  oleh suatu resin khelat yang mengandung gugus asam iminodiasetat dapat digambarkan sebagai berikut (Day dan Underwood, 1992):



Gambar 2.1 Struktur ikatan ion  $\text{Cu}^{2+}$  dengan resin khelat yang mengandung gugus asam iminodiasetat

## 2.5. SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM (SSA)

Spektrofotometer serapan atom merupakan salah satu metode analisis kuantitatif yang umum digunakan untuk penentuan unsur-unsur logam. Dalam jumlah yang besar maupun konsentrasi kelumit (Cantle, 1982). Prinsip metode ini adalah sampel cair diaspirasikan ke dalam nyala. Dalam nyala unsur itu akan diubah menjadi uap atom, tetapi masih pada keadaan dasar (ground state). Ke dalam uap atom pada keadaan dasar ini dilewatkan sinar yang berasal dari lampu katoda berongga dengan panjang gelombang spesifik untuk setiap unsur logam yang di analisis. Sinar tersebut

akan diserap oleh unsur bersangkutan dalam jumlah tertentu sebanding dengan konsentrasi unsur itu dalam uap atom. Sinar yang tidak terserap akan diteruskan ke monokromator dan diteruskan ke detektor.

### 2.5.1. Analisis Kuantitatif

Untuk tujuan analisis kuantitatif, teknik ini mengacu pada hukum Lambert-Beer. Bila  $P_0$  adalah daya radiasi yang masuk dan  $P_t$  adalah daya radiasi yang dipancarkan dari suatu lapisan medium yang tebalnya  $b$ , dengan konsentrasi atom yang menyerap sinar  $C$ , maka dapat dinyatakan hubungan:

$$\ln \frac{P_0}{P_t} = a \cdot b \cdot C \quad (2.5)$$

di mana  $a$  adalah tetapan, biasanya persamaan tersebut ditulis dengan logaritma berbasis 10 menjadi:

$$\log \frac{P_0}{P_t} = a \cdot b \cdot C \quad (2.6)$$

Atau

$$\log \frac{P_0}{P_t} = \varepsilon \cdot b \cdot C \quad (2.7)$$

di mana  $a$  adalah koefisien absorptivitas, bila  $C$  dalam unit  $\text{g.L}^{-1}$  dan bila  $C$  dalam unit molar per liter digunakan lambang  $\varepsilon$  (koefisien absorptivitas molar). Besaran  $P_t/P_0$  disebut transmittan,  $T$ . (Day, 1992), sehingga hukum Lambert-Beer dapat dituliskan sebagai berikut :

$$\log \frac{1}{T} = a \cdot b \cdot C \quad (2.8)$$

Atau dengan dinyatakan dalam absorbans,  $A$ ,

$$A = a \cdot b \cdot C \quad (2.9)$$

Sehingga persamaannya dapat dituliskan:

$$\log \frac{1}{I} = A$$

Karena  $a$  tetap untuk zat dan kondisi sama dan  $b$  tetap untuk alat yang sama (kuvet / tempat sampel sama), maka hubungan  $A$  dan  $C$  mengikuti persamaan garis lurus yang melalui titik nol. Dengan demikian, persamaan 2.9 dapat ditulis menjadi persamaan 2.11:

$$A = k \cdot C \tag{2.11}$$

di mana  $k$  adalah suatu tetapan yang menunjukkan kemiringan kurva.

Komponen-komponen spektrofotometer serapan atom terdiri dari sumber cahaya, yang berupa tabung katoda berongga, nyala pengatur, monokromator, detektor, amplifier dan sistem pembacaan (*Read out-device*). Kombinasi gas nyala yang paling sering digunakan adalah udara dan asetilen yang temperatur nyalanya sekitar 2400-2700 K. Temperatur maksimum dari beberapa nyala disajikan pada Tabel 2.1 (Harris, 1991).

**Tabel 2.1 Suhu Nyala Maksimum yang Digunakan dalam SSA**

Nyala	Gas	Suhu (K)
Asetilen	Udara	2400 – 2700
Asetilen	NO	2900 – 3100
Asetilen	Oksigen	3300 – 3400
Hidrogen	Udara	2300 – 2400
Hidrogen	Oksigen	2800 – 3000
Hidrogen	Oksigen	4800

Gangguan dalam SSA adalah peristiwa yang menyebabkan pembacaan yang diukur yaitu serapan atom unsur sampel menjadi lebih kecil atau lebih besar daripada yang sesuai dengan konsentrasi cuplikan. Gangguan ini terutama terjadi di dalam nyala,



disebabkan terjadinya interaksi yang menentukan jumlah banyaknya atom dalam nyala yang terdapat di jalan berkas sinar yang melalui nyala itu. Beberapa faktor yang dapat menimbulkan gangguan dalam SSA (Hadisuwoyo dan Musa, R., 1992), yaitu :

- a. Laju aspirasi sampel ke dalam nyala. Ini tergantung pada tekanan udara, ukuran kapiler dan viskositas larutan.
- b. Derajat dispersi atau atomisasi larutan : hanya tetesan lebih halus tersedot dalam nyala, sedangkan tetesan lebih besar turun dan keluar lewat pembuangan. Bagian tetesan halus tergantung dari tekanan udara, suhu "nozzle" tempat terjadinya atomisasi dan tegangan permukaan larutan.
- c. Suhu nyala. Ini mempengaruhi derajat penguraian senyawa menjadi atom-atom dan berpengaruh terhadap garis serapan
- d. Kedudukan berkas sinar dalam nyala
- e. Pengaruh antar unsur, yang paling nyata disebabkan oleh reaksi kimia dalam nyala

Metode SSA makin populer penggunaannya karena kepekaan dan ketelitiannya yang tinggi, analisisnya yang cepat dan langkah kerjanya relatif sederhana terutama dalam hal penanganan sampel, di mana sampel yang akan dianalisis tidak perlu dipisahkan terlebih dahulu dari unsur-unsur yang lain.

### **2.5.2 Kepekaan dan Limit Deteksi dari SSA**

Makin populernya penggunaan metode SSA untuk keperluan analisis disebabkan oleh kemampuan deteksinya. Limit deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi terendah yang masih dapat dideteksi oleh SSA pada tingkat kepercayaan 95 % (Cantle, 1982), di mana sinyal yang diberikan setara dengan dua kali deviasi baku dari blanko. Faktor-faktor yang mempengaruhi nilai limit deteksi antara lain kondisi pengabutan, matriks sampel, suhu, panjang lintasan, dan faktor instrumen itu sendiri (Day, 1992).

Selain limit deteksinya, SSA juga memiliki kepekaan yang tinggi. Kepekaan didefinisikan sebagai konsentrasi suatu unsur dalam larutan yang dapat memberikan absorbans sebesar 0,0044 atau sebanding dengan penurunan sebanyak 1 % nilai transmitans radiasi. Baik kepekaan dan limit deteksi dapat bervariasi dengan adanya perubahan nyala dan lebar pita spektra. Karena nilai kepekaan dan limit deteksi tersebut dapat berubah bila nyala yang digunakan berbeda, maka jenis nyala yang digunakan harus disebutkan seperti asetilen (AA), hidrogen (AH), N<sub>2</sub>O-asetilen (NA) dan AP untuk nyala propana (Khopkar, 1990).

### 2.5.3. Metode Adisi Standar

Metode adisi standar ini sangat baik digunakan untuk penentuan konsentrasi unsur yang sangat kecil, dan dapat meminimalkan kesalahan. Metode ini dilakukan dengan cara membuat beberapa larutan sampel, kemudian ke dalam masing-masing larutan itu ditambahkan variasi jumlah larutan standar unsur yang akan dianalisis. Selain itu dibuat juga larutan sampel yang tidak ditambah larutan standar. Larutan-larutan tersebut kemudian diencerkan hingga volume yang sama. Setelah itu, dilakukan pengukuran absorbans pada panjang gelombang ( $\lambda$ ) yang sama dari masing-masing larutan yang telah disiapkan. Langkah selanjutnya adalah membuat kurva adisi standar yang merupakan hubungan absorbans terhadap konsentrasi larutan standar yang telah ditambahkan. Jika konsentrasi adalah [X] dan konsentrasi dari larutan standar yang ditambah adalah [S], dapat dikatakan bahwa :

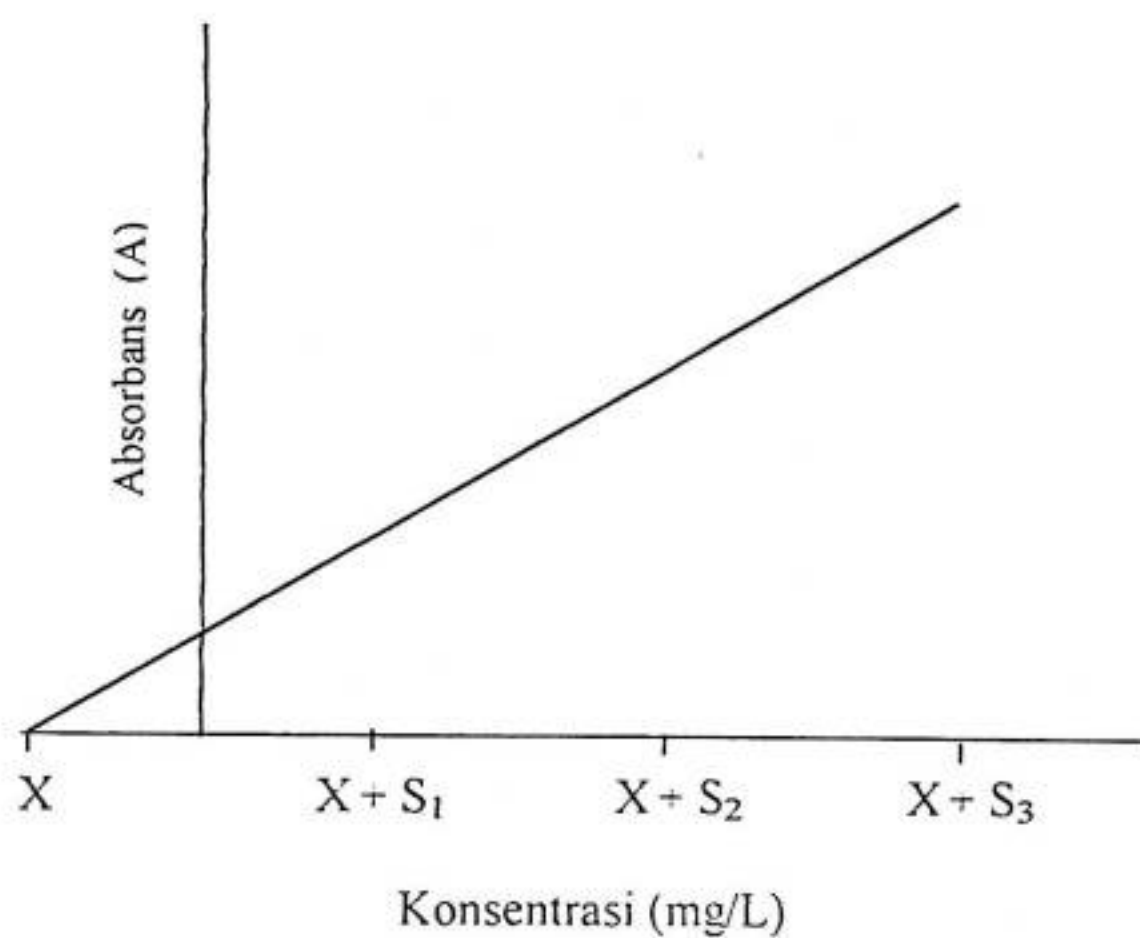
$$\frac{[X]}{[X] + [S]} = \frac{Ax}{A(s + x)} \quad (2.12)$$

di mana : Ax : absorbans sampel

A(s + x) : absorbans sampel ditambahkan larutan standar



Kurva adisi standar dapat dibuat dengan memplotkan absorbans dan konsentrasi seperti pada Gambar 2.5 (Harris, D.C., 1991)



Gambar 2.2. Kurva Adisi Standar (Harris, D.C., 1991)

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1. KERANGKA PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dengan teknik kromatografi penukar kation menggunakan resin khelat Chelex-100 sesuai dengan metode Pakalns untuk penentuan kandungan Cu kelumit dalam sampel air mineral kemasan yang beredar di Kota Makassar. Pemekatan sampel dilakukan dalam 3 tahap, yaitu: (a) Penyiapan kolom yang meliputi pengisian kolom dengan Resin Khelat Chelex-100 yang telah digembungkan, pencucian kolom, dan pengaturan pH kolom; (b) proses penyerapan (*sorpsi*) dilakukan dengan mengalirkan 3 L sampel ke kolom dengan laju alir 2 mL/menit; (c) proses elusi (*desorpsi*) yaitu logam yang terikat pada resin dielusi dengan asam dan ditampung dalam labu ukur 25 mL dan dianalisis dengan instrumen SSA.

#### 3.2. PENYIAPAN SAMPEL

Sampel air mineral kemasan yang digunakan dalam penelitian ini ada dua, yaitu merek AIRQITA dan CLUB. Sampel AIRQITA (kode A\*) diperoleh dari pedagang kaki lima yang ada di Makassar Mal yang dibeli pada tanggal 1 Juni 2001. Sampel tersebut dibeli dalam kemasan ukuran 500 mL sebanyak 30 botol dengan masa berlaku sampai tanggal 30 Mei 2003. Sedang sampel CLUB (kode C\*) diperoleh dari Sejahtera Departement Store, yang dibeli dalam kemasan berukuran 1500 mL sebanyak 10 botol pada tanggal 21 Mei 2001 dan masa berlakunya sampai tanggal 2 April 2003.

### **3.3. PEREAKSI DAN PERALATAN**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian adalah alat-alat kaca yang umum digunakan di Laboratorium Kimia. Kolom kaca dengan diameter 1,1 cm dan pH meter ORION model 710 A, semuanya merupakan peralatan Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin serta instrumen SSA Shimadzu model AA-6200.

Bahan-bahan yang digunakan adalah resin khelat Chelex-100 (Bio-Rad Laboratories, Richmond, California, USA). Resin khelat ini mempunyai ukuran partikel 50-100 mesh, merupakan resin asam lemah dengan gugus penukar asam iminodiasetat. Aquabides, disiapkan dengan mendestilasi air PAM sebanyak dua kali. Larutan Buffer asetat, dibuat dengan melarutkan 23,8 gram garam natrium asetat trihidrat dalam 50 mL aquabides, kemudian ditambahkan 10,2 mL asam asetat glasial, dan diencerkan hingga volume 100 mL. Larutan natrium hidroksida 10 %, dibuat dengan cara menimbang 10 gram NaOH, lalu dilarutkan dengan aquabides hingga volume 100 mL. Larutan HNO<sub>3</sub> 2 M, dibuat dengan cara memipet 12,76 mL HNO<sub>3</sub> pekat, kemudian diencerkan hingga volume 100 mL. Larutan asam klorida 2 M, dibuat dengan cara memipet 16,57 mL HCl pekat, lalu diencerkan hingga volume 100 mL. Larutan natrium hidroksida 1 %, dibuat dengan cara menimbang 1 gram NaOH lalu diencerkan hingga volume 100 mL.

### **3.4. PEMEKATAN DENGAN RESIN KHELAT (METODE PAKALNS)**

#### **3.4.1. Penyiapan Kolom**

Kolom diisi dengan resin Chelex-100, yang sebelumnya telah digembungkan dalam aquabides, hingga mencapai ketinggian 7,5 cm dalam kolom. Melalui kolom dialirkan 20 mL aquabides yang mengandung 1 mL larutan NaOH 1 %, lalu berturut-

turut dialirkan 40 mL aquabides dan 20 mL aquabides yang mengandung 1,8 mL larutan buffer asetat.

Selanjutnya, kolom dicuci dengan 2 x 20 mL aquabides hingga pH dari 10 mL aliran terakhir, disebut pH kolom, berkisar antara 6,5-6,7. Jika nilai pH-nya terlampaui rendah, dapat ditingkatkan dengan pencucian kolom secara berulang-ulang dengan aquabides. Dianjurkan agar kolom segera digunakan. Jika tidak, kolom dapat diubah ke dalam bentuk natrium untuk disimpan, setelah logam-logam terikat dielusi dengan asam. Kolom dicuci dengan 30 mL aquabides, 10 mL larutan NaOH 10 %, dan akhirnya dicuci dengan 50 mL aquabides. Kolom ini dapat digunakan secara berulang-ulang sampai delapan kali.

Keasaman kolom diatur sampai pH berkisar 6,5-6,7. Jika pH sampel lebih besar dari 7,5 maka pH sampel dapat diatur sampai 6,6 dengan menambahkan tetes demi tetes HNO<sub>3</sub> 0,05 M ke dalam setiap 250 mL sampel. Untuk sampel yang bersifat asam, atau jika langkah penambahan standar dilakukan untuk menentukan perolehan kembali (recovery), ditambahkan 5 gram natrium tripolifosfat per 250 mL sampel untuk mencegah terjadinya presipitasi dari hidroksida-hidroksida logam saat pengaturan pH dilakukan.

#### **3.4.2. Proses Penyerapan (*Sorpsi*)**

Sampel air mineral kemasan sebanyak 3 L dialirkan ke kolom dengan laju alir 2 mL per menit. Wadah sampel dibilas dengan 100 mL aquabides yang kemudian ditambahkan juga ke dalam kolom. Air yang keluar ditampung dalam wadah.

#### **3.4.3. Proses Elusi (*Desorpsi*)**

Logam-logam kelumit yang terikat di dalam kolom dielusi dengan mengalirkan 25 mL larutan HNO<sub>3</sub> 2 M, lalu berturut-turut dengan 5 mL aquabides, 10 mL larutan

HCl 2 M, dan terakhir dengan 2 mL aquabides. Eluat dididihkan perlahan hingga volumenya sekitar 20 mL. Selanjutnya eluat didinginkan, kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan sampai tanda batas lalu dikocok. Selanjutnya sampel dipindahkan ke dalam botol-botol vial. Penentuan konsentrasi logam dilakukan dengan menggunakan instrumen SSA nyala.

### 3.5. PERHITUNGAN HASIL ANALISIS SSA

Dalam penelitian ini, digunakan dua bentuk kurva, yaitu kurva standar biasa dan kurva adisi standar. Kurva standar biasa dibuat dari hubungan hasil pengukuran absorbans dan konsentrasi dari deret larutan standar yang dibuat dan konsentrasinya diketahui secara pasti. Hasil pengolahan data dari kurva standar biasa ini akan diperoleh nilai  $k$  yang dapat digunakan untuk menghitung nilai kepekaan dan limit deteksi instrumen. Berdasarkan persamaan 2.8, maka kepekaan  $C$ , dapat dihitung :

$$C = \frac{0,0044}{k} \quad (3.1)$$

di mana  $k$  adalah *slope* atau kemiringan kurva.

Limit deteksi ditentukan dari harga absorbans terkecil ( $A_L$ ) yang masih dapat ditentukan dan dibedakan dari sinyal yang diberikan oleh analit.

Limit deteksi,  $C_L$ , dapat dihitung berdasarkan pada persamaan 3.2.

$$C_L = \frac{A_L}{k} \quad (3.2)$$

Penentuan konsentrasi Cu kelumit yang terkandung dalam air mineral kemasan setelah pemekatan dengan menggunakan resin khelat Chelex-100 dilakukan berdasarkan pada metode adisi standar, dengan cara memipet sejumlah standar Cu yang

konsentrasinya telah diketahui secara pasti ke dalam 20 mL volume sampel yang konsentrasinya belum diketahui. Campuran sampel dan larutan standar ditambah standar kemudian diukur absorbannya. Selanjutnya dibuat kurva adisi standar di mana kurva tersebut merupakan hubungan antara absorbans dan konsentrasi dari deret standar Cu ditambah sampel.

Berdasarkan hasil pengukuran konsentrasi sampel setelah pemekatan, maka kandungan Cu kelumit dalam sampel yang sebenarnya dapat ditentukan. Perhitungan tersebut melibatkan suatu faktor pemekatan,  $P$ , jika konsentrasi Cu dalam eluat yang diperoleh setelah pemekatan adalah  $C_p$   $\text{mg.L}^{-1}$ , dengan volume eluat,  $V_e$  mL, dan volume sampel,  $V_s$  mL, maka konsentrasi Cu yang sebenarnya dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 3.3.

$$C = \frac{C_p}{P} \quad (3.3)$$

di mana faktor pemekatan diperoleh dari hasil perbandingan volume sampel dan volume eluat.

$$P = \frac{V_s}{V_e} \quad (3.4)$$

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1. PENENTUAN EKSPERIMENTAL KEPEKAAN DAN LIMIT DETEKSI SSA

Defenisi tentang kepekaan dan limit deteksi telah disajikan dalam BAB II. Kepekaan sangat penting artinya dalam penentuan konsentrasi logam dan umumnya tergantung pada instrumen yang digunakan (Cantle, 1982). Penentuan kepekaan dan limit deteksi berdasarkan pada kurva standar yang telah dibuat, di mana kurva ini merupakan hubungan antara absorbans dengan konsentrasi dari suatu deret standar Cu. Deret larutan standar Cu dibuat dengan mengencerkan larutan induk Cu  $1000 \text{ mg.L}^{-1}$ . Deret larutan standar Cu yang dibuat adalah 0,10; 0,20; 0,30; dan 0,40  $\text{mg.L}^{-1}$ . Dalam hal ini, aquabides sebagai larutan blanko sampel dipekatkan dengan cara mengalirkan 3 L aquabides ke dalam kolom yang telah diisi resin khelat Chelex-100 dengan laju alir 2 mL/menit. Cara kerja pemekatan aquabides sesuai dengan Lampiran 3. Hasil pengukuran harga absorbans dari deret larutan standar Cu disajikan dalam Tabel 4.1.

**Tabel 4.1 Hasil pengukuran absorbans standar Cu untuk pembuatan kurva standar pada  $\lambda$  324,8 nm.**

No.	Konsentrasi standar Cu ( $\text{mg.L}^{-1}$ )	Absorbans (A)
1.	0,10	0,0857
2.	0,20	0,1655
3.	0,30	0,2452
4.	0,40	0,3249
5.	0,50	0,4047

Berdasarkan hasil pengukuran absorbans ( $A_i$ ) dari berbagai konsentrasi standar Cu ( $C_i$ ), maka dapat dibuat kurva standar yang mengikuti fungsi garis lurus (*linear*) yang sesuai dengan Hukum Lambert - Beer (persamaan 2.9). Karena nilai dari koefisien absorptivitas,  $a$ , dan tebal lintasan,  $b$ , tetap selama pengukuran, maka persamaan 2.11 dapat disederhanakan menjadi persamaan 4.1. Hubungan antara  $A$  dan  $C$  dalam persamaan 2.11 adalah persamaan regresi garis lurus yang melalui titik nol. Dari persamaan 4.1 tersebut diketahui bahwa  $k$  adalah tetapan yang menunjukkan kemiringan kurva, sedangkan besaran dari  $k$  dihitung dengan menggunakan persamaan 4.1.

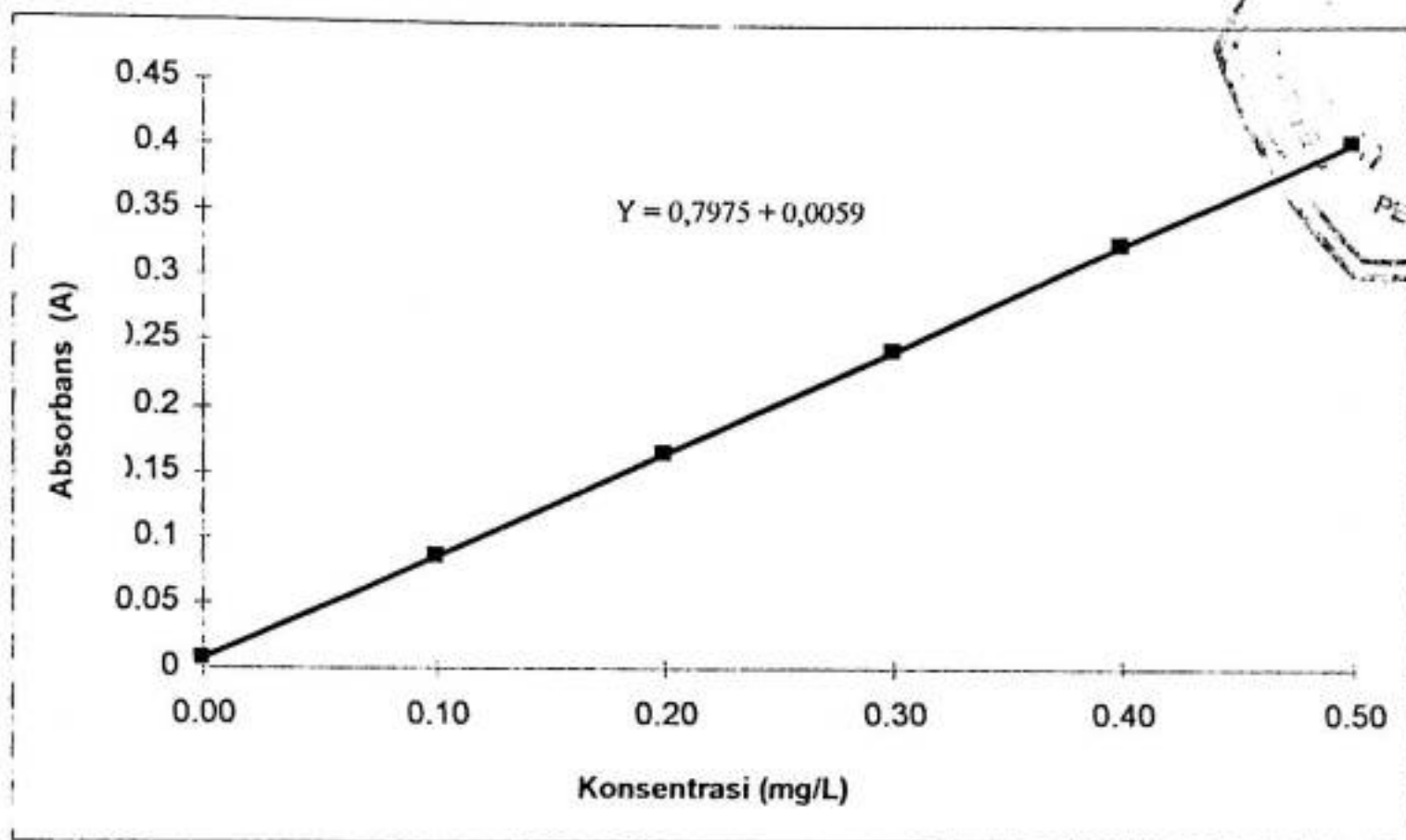
$$k = \frac{\sum(A_i \cdot C_i)}{\sum(C_i)^2} \quad (4.1)$$

Hubungan antara absorbans dan konsentrasi dapat diuji seberapa jauh hubungan ini membentuk garis lurus, koefisien korelasi,  $r$  dihitung dengan menggunakan persamaan 4.2.

$$r = \frac{\sum(C_i - \bar{C})(A_i - \bar{A})}{[\sum(C_i - \bar{C})^2 \cdot \sum(A_i - \bar{A})^2]^{1/2}} \quad (4.2)$$

Bila nilai  $r = 1$  berarti ada korelasi antara  $A$  dan  $C$  yang sempurna. Jika  $r = 0,99$  berarti bahwa kurva standar pada gambar 4.1 berikut ini dapat digunakan.





Gambar 4.1. Kurva standar dari deret larutan standar Cu

Dalam Tabel 4.2 berikut ini disajikan data-data besaran statistik regresi dari persamaan  $A = k \cdot C$ , untuk deret baku yang tercantum pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Data-data besaran statistik regresi untuk persamaan  $A = k \cdot C$  dari deret standar Cu

No.	C (mg.L <sup>-1</sup> )	A	C <sup>2</sup>	A . C
1.	0,10	0,0857	0,01	0,00857
2.	0,20	0,1655	0,04	0,03310
3.	0,30	0,2452	0,09	0,07356
4.	0,40	0,3249	0,16	0,12996
5.	0,50	0,4047	0,25	0,20235
	$\bar{C} = 0,25$	$\bar{A} = 0,2452$	$\Sigma = 0,55$	$\Sigma = 0,44754$

Nilai k dihitung berdasarkan pada persamaan 4.1, sehingga nilai k yang diperoleh adalah 0,8137. Nilai koefisien korelasi r berdasarkan persamaan 4.2 adalah 0,9999. Hal ini berarti bahwa kurva standar tersebut layak digunakan untuk penentuan analisis pengukuran. Cara perhitungan nilai k dan r disajikan pada Lampiran 4. Setelah

diperoleh nilai k maka dapat ditentukan persamaan garis lurus dari kurva kalibrasi standar sederetan standar Cu, yaitu:

$$A = 0,8137 \cdot C \quad (4.3)$$

Berdasarkan persamaan 2.11, maka kepekaan ditentukan oleh lereng kurva regresi, k yang diperoleh. Perhitungan kepekaan berdasarkan persamaan 3.1, diperoleh nilai kepekaan sebagaimana yang tercantum pada Tabel 4.3. Sebagaimana halnya dengan kepekaan, limit deteksi juga tergantung pada besarnya nilai k. Berdasarkan persamaan 3.2, maka nilai limit deteksi logam Cu dapat dihitung sesuai dengan harga k, dan hasilnya ditampilkan pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3. Kepekaan dan limit deteksi SSA untuk logam Cu secara eksperimen Berdasarkan pada kurva standar**

Logam	$\lambda$ (nm)	Kepekaan (mg.L <sup>-1</sup> ) x 10 <sup>-3</sup>	Limit deteksi (mg.L <sup>-1</sup> ) x 10 <sup>-3</sup>
Cu	324,8	5,40	7,25

Penentuan kepekaan dan limit deteksi ini perlu dikaji ulang karena kadangkala terdapat perbedaan antara limit deteksi dan kepekaan yang diberikan oleh produsen dengan kepekaan dan limit deteksi dari hasil perhitungan. Nilai kepekaan dan limit deteksi akan berbeda apabila instrumen yang digunakan juga berbeda.

#### **4.2.PENENTUAN Cu KELUMIT DALAM AIR MINERAL KEMASAN**

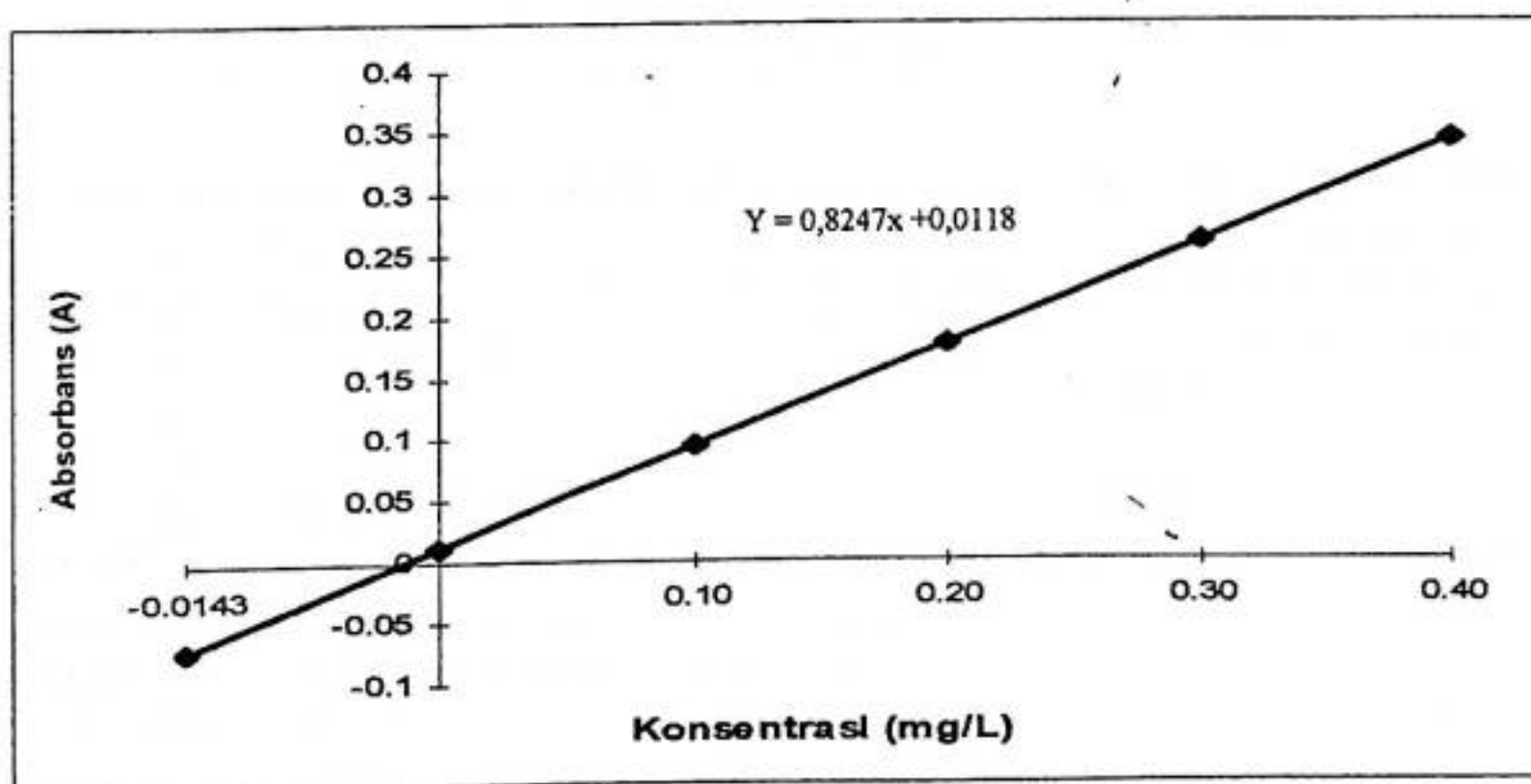
Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan sampel air mineral kemasan yang beredar di kota Makassar dengan teknik pemekatan menggunakan resin khelat Chelex-100. Penentuan Cu kelumit dalam sampel dilakukan dengan instrumen SSA Shimadzu

model AA-6200 yang telah dilengkapi dengan peralatan komputer, pada panjang gelombang 324,8 nm dan gas pembakarnya adalah udara asetilen (AA). Karena hasil pengukuran absorbans dari masing-masing sampel relatif kecil, maka penentuan konsentrasi Cu dalam setiap sampel dilakukan dengan menggunakan metode adisi standar. Hasil pengukuran absorbans Cu kelulut dalam sampel disajikan dalam Tabel 4.4.

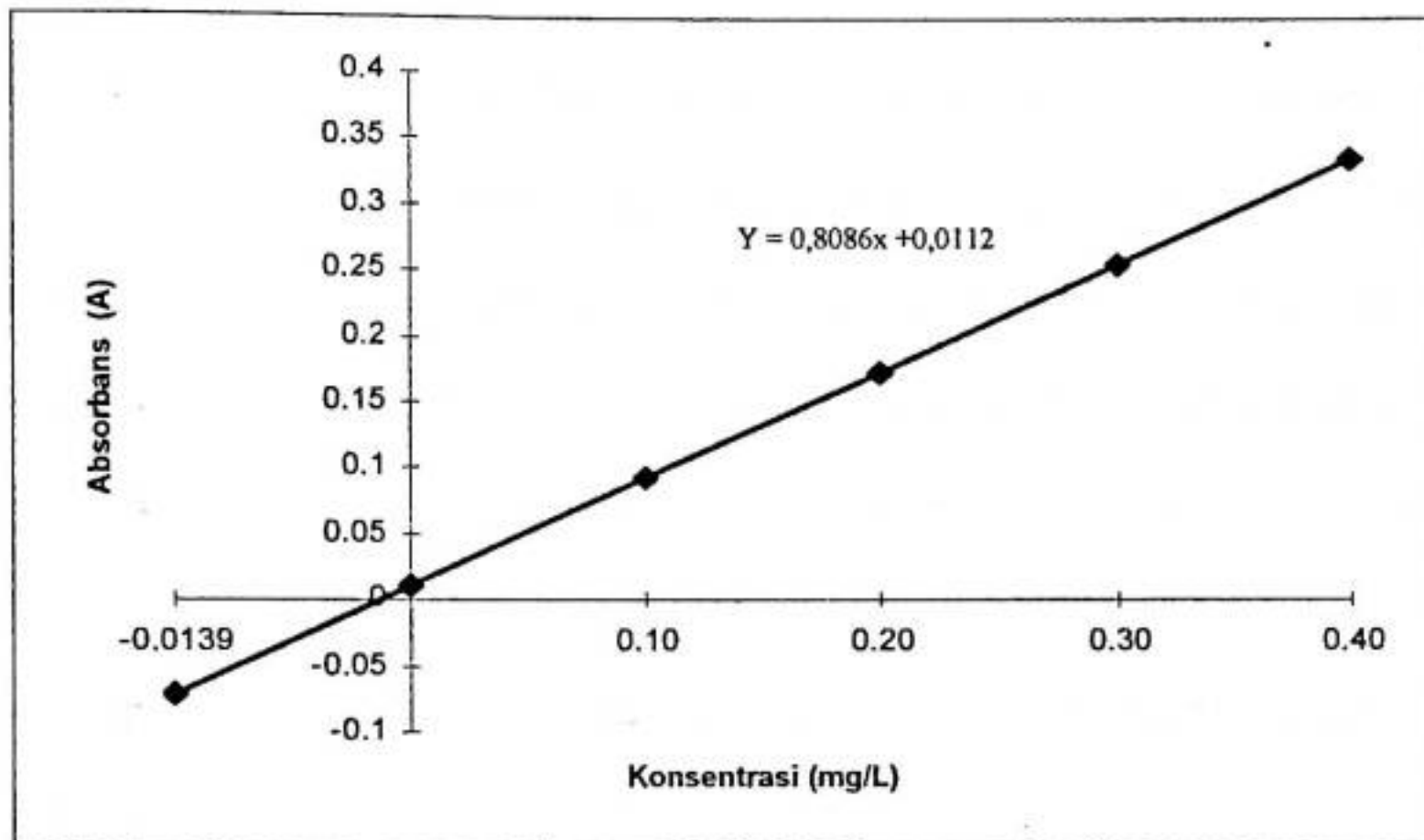
**Tabel 4.4. Hasil pengukuran absorbans 20 mL sampel ditambah sejumlah standar pada air mineral kemasan merek AIRQITA dan CLUB, dengan faktor pengenceran sebanyak 1,25 kali**

No	Standar (mg.L <sup>-1</sup> )	Absorbans	
		AIRQITA	CLUB
1.	0,00	0,0118	0,0112
2.	0,10	0,0943	0,0920
3.	0,20	0,1767	0,1729
4.	0,30	0,2592	0,2538
5.	0,40	0,3417	0,3346

Berdasarkan data pada Tabel 4.4, maka dapat dibuat kurva adisi standar untuk masing-masing merek, sebagaimana yang disajikan pada Gambar 4.2 dan 4.3 berikut ini :



**Gambar 4.2. Kurva adisi standar untuk sampel air mineral kemasan merek AIRQITA**



**Gambar 4.3 Kurva adisi standar untuk sampel air mineral kemasan merek CLUB**

Dari kurva adisi standar pada Gambar 4.2 diperoleh persamaan garis lurus,  $y = 0,8247x + 0,0118$  dan persamaan garis lurus dari Gambar 4.3 yaitu  $y = 0,8086x + 0,0112$ . Dengan menggunakan persamaan garis lurus dari kurva adisi standar, maka konsentrasi dari masing-masing sampel dapat ditentukan. Perbandingan Konsentrasi Cu kelumit dalam sampel setelah pemekatan disajikan dalam Tabel 4.5.

**Tabel 4.5. Perbandingan hasil analisis logam Cu dalam sampel air mineral kemasan merek AIRQITA dan CLUB**

No.	Kode sampel	Konsentrasi sampel asli (mg.L <sup>-1</sup> )	Konsentrasi setelah pemekatan dengan resin Chelex-100 (mg.L <sup>-1</sup> )
1.	A*	tt	0,0179
2.	C*	tt	0,0174

A\* adalah sampel air mineral kemasan merek AIRQITA  
 C\* adalah sampel air mineral kemasan merek CLUB  
 tt = tidak terdeteksi

Konsentrasi Cu kelumit dalam sampel yang disajikan dalam Tabel 4.5 bukanlah konsentrasi yang sebenarnya. Karena pada saat pemekatan dilakukan ada faktor pemekatan yang dilibatkan, yaitu sampel dari volume 3 L dipekatkan sehingga didapat volume eluat sebanyak 25 mL. Jadi berdasarkan persamaan 3.4 diperoleh faktor pemekatan sebanyak 120 kali. Konsentrasi Cu kelumit dalam sampel air mineral kemasan yang sebenarnya dapat dihitung dengan cara membagi konsentrasi eluat dengan faktor pengayaannya sesuai dengan persamaan 3.3. Hasil perhitungan konsentrasi Cu kelumit yang sebenarnya dalam sampel air mineral kemasan merek AIRQITA dan CLUB disajikan dalam Tabel 4.6.

Selain itu di dalam penelitian ini pula dilakukan pemeriksaan terhadap sampel yang tidak dipekatkan (sampel asli) baik merek AIRQITA maupun CLUB. Hasil pemeriksaannya disajikan pada Lampiran 5 menunjukkan bahwa sampel asli dari kedua merek yang digunakan absorbansnya tidak dapat dideteksi dengan SSA. Dari data-data tersebut menunjukkan bahwa sampel asli dari kedua merek yang digunakan berhasil mengungkapkan bahwa pemekatan adalah suatu teknik yang dapat digunakan untuk memekatkan konsentrasi sampel, sehingga konsentrasi logam-logam kelumit dapat diperkaya dan dapat dideteksi oleh instrumen SSA nyala.

**Tabel 4.6. Konsentrasi logam Cu dalam sampel yang sebenarnya dengan faktor pemekatan sebanyak 120 kali**

Merek Sampel	Konsentrasi sampel asli (mg.L <sup>-1</sup> )	Konsentrasi setelah pemekatan dengan resin Chelex-100 (mg.L <sup>-1</sup> )	Konsentrasi logam Cu yang sebenarnya (µg.L <sup>-1</sup> )
AIRQITA	tt	0,0179	0,1492
CLUB	tt	0,0174	0,1450

tt = tidak terdeteksi

Berdasarkan pengolahan data yang telah dilakukan, dapat mengungkapkan adanya kandungan Cu kelumit dalam sampel air mineral kemasan merek AIRQITA dan CLUB. Hal ini merupakan informasi yang penting bagi konsumen air mineral kemasan, karena pada label yang terdapat pada kemasan botol plastik tidak tercantum adanya kandungan Cu. Akan tetapi, bila hasil penelitian ini dibandingkan dengan batas maksimum kandungan Cu dalam air mineral kemasan yang ditetapkan dalam SNI No. 01-3553-1996 sebesar  $0,5 \text{ mg.L}^{-1}$  (lihat Lampiran 1), maka hasil yang diperoleh dalam penelitian ini sangat kecil. Namun, nilai yang kecil tersebut berpotensi mengganggu apabila konsumsi air mineral kemasan dilakukan secara terus menerus karena logam akan terakumulasi di dalam tubuh. Bila konsentrasinya telah melampaui batas ambang, akan menimbulkan efek keracunan Cu.

Dalam penelitian ini juga berhasil menjelaskan bahwa pemekatan dengan resin khelat merupakan suatu teknik yang dapat digunakan untuk memekatkan atau memperkaya konsentrasi logam-logam kelumit (dimensi  $\mu\text{g.L}^{-1}$ ) menjadi konsentrasi dalam dimensi  $\text{mg.L}^{-1}$ . Konsentrasi logam kelumit tidak dapat terdeteksi bila diukur langsung pada spektrofotometer serapan atom (SSA) nyala, tetapi dengan teknik pemekatan logam-logam kelumit yang tadinya tidak dapat terdeteksi dapat ditentukan konsentrasinya dengan SSA nyala.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis data yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan:

1. Konsentrasi Cu dalam sampel air mineral kemasan tanpa pemekatan (sampel asli) tidak dapat dideteksi dengan SSA nyala.
2. Konsentrasi Cu dari sampel air mineral kemasan dengan pemekatan menggunakan resin khelat Chelex-100 adalah  $0,1492 \mu\text{g.L}^{-1}$  untuk merek AIRQITA dan  $0,1450 \mu\text{g.L}^{-1}$  untuk merek CLUB.

#### 5.2. SARAN

Agar pada penelitian selanjutnya, dilakukan dengan menggunakan resin khelat yang mempunyai ukuran pori lebih halus, misalnya resin khelat Chelex-100 dengan ukuran pori 100-200 mesh, atau dilakukan perbandingan antara metode adisi standar dengan metode kurva standar biasa terhadap teknik pemekatan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Cantle, J. E., **Atomic Absorption Spectrometry, Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry**, 5, Elsevier Science Publishers, B. V. Amsterdam, 1982, 72-76.
- Christian, G. D., **Analytical Chemistry**, 5<sup>th</sup> Ed. John Wiley & Sons Inc., New York, 1994, 476, 517-522.
- Day, R. A., **Analisis Kimia Kuantitatif**, Edisi 5, Alih Bahasa A. H. Pudjaatmaka, Penerbit Erlangga, Jakarta, 1992, 391-393, 534-538.
- Haddad, R., Paul dan Peter, E. Jackson., **Ion Chromatography Principles and Application**, Journal of Chromatography Library, Volume 46, Elsevier, Netherlands, 1994, 15.
- Hala, Y., **Prekonsentrasi Logam-logam Kelumit dalam Air Alam Menggunakan Kolom Resin**, Tesis Magister ITB, 1997.
- Hadisuwoyo, Mulyono dan Musa Ramang., **Penuntun Praktikum Spektrofotometer Nyala dan Serapan Atom**, Kursus Penggunaan Instrumentasi Analisis Kimia, Staf Akademik Perguruan Tinggi Negeri Indonesia Timur, 17 Pebruari – 20 Maret 1992, 6-7.
- Harris, C., D., **Quantitative Chemical Analysis**, 3<sup>rd</sup> Edition, Freeman W. H. and Company, New York, 1991, 681 - 683.
- Hartomo, A. J., **Teknologi Membran Pemurnian Air**, Penerbit Andi Offset. Yogyakarta, 1994.
- Haswell, S. J., **Atomic Absorption Spectrometry Theory, Design and Applications**, Volume 5, Elsevier, Amsterdam, 1991, 55-57, 91-92.
- Johnson, E. L., **Dasar Kromatografi Cair**, Terjemahan oleh Kosasih Padmawinata, Penerbit ITB, Bandung, 1991, 120-142.
- Khopkar, S. M., **Konsep Dasar Kimia Analitik**, UI-Press, 1990, 114, 279.
- Leyden, E. D., **Pre-concentration for Trace Element Determination in Aqueous Sample**, Analytical Chemistry Journals, 53, No. 9, August, 1981, 1059A-1064.
- Loekman, E., **Analisis Logam Berat dalam Daging Kaleng (Corned Beef) yang Beredar di Ujungpandang**, Skripsi Farmasi FMIPA Unhas, 1995.
- Minczewski, J., Chwastowska, J., dan Dybezyński, **Separation and Pre-concentration Methods in Inorganic Trace Analysis**, Ellis Horwood Limited, Chichester, 1982, 283-287.



- Olson, E., R., dkk (editor), **Pengetahuan Gizi Mutakhir Mineral**, Penerbit PT. Gramedia, Jakarta, 1988, 129 - 135.
- Pakalns, P., Batley, G. E., and Cameron, A. J., **The Effect of Surfactants on the Concentration of Heavy Metals from Natural Water on Chelex - 100 Resin**, Anal. Chem. Acta 99 1978 333 - 342.
- Palar, H., **Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat**, Penerbit Rineka Cipta, Jakarta, 1994, 116.
- Pay, Su-Cheng, Whung, Pai-Yee, dan Lai, Ruci-Lung, **Pre-concentration Efficiency of Chelex - 100 Resin for Heavy Metals in Seawater, Part I Effects of pH and Salts on the Distribution Ratios of Heavy Metals**, Analytical Chimica Acta, 211, 1988, 257-270.
- Pudjaatmaka, H. A., (editor), **Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik**, 1994, 192-206.
- Radiah, St., **Analisis Kandungan Nitrit dalam Air Mineral Kemasan yang Beredar di Ujungpandang**, Skripsi Farmasi FMIPA Unhas, 1995.
- Riley, J. P., dan D. Taylor., **Chelating Resin for the Concentration of Trace Elements form Seawater and Their Analytical Use in Conjunction with Atomic Spectrophotometer**, Anal. Chim. Acta, 40, 1968, 479-485.
- SNI, No. 01 3553, **Air Minum dalam Kemasan**, Departemen Perindustrian Republik Indonesia, Balai Industri, Makassar, 1996, 1 - 2.
- Wilcox, F., Charles, Jr., and F.M.Wilcox., **Experimental Organic Chemistry**, 2<sup>nd</sup> Edition, Prentice - Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, 1995, 126.



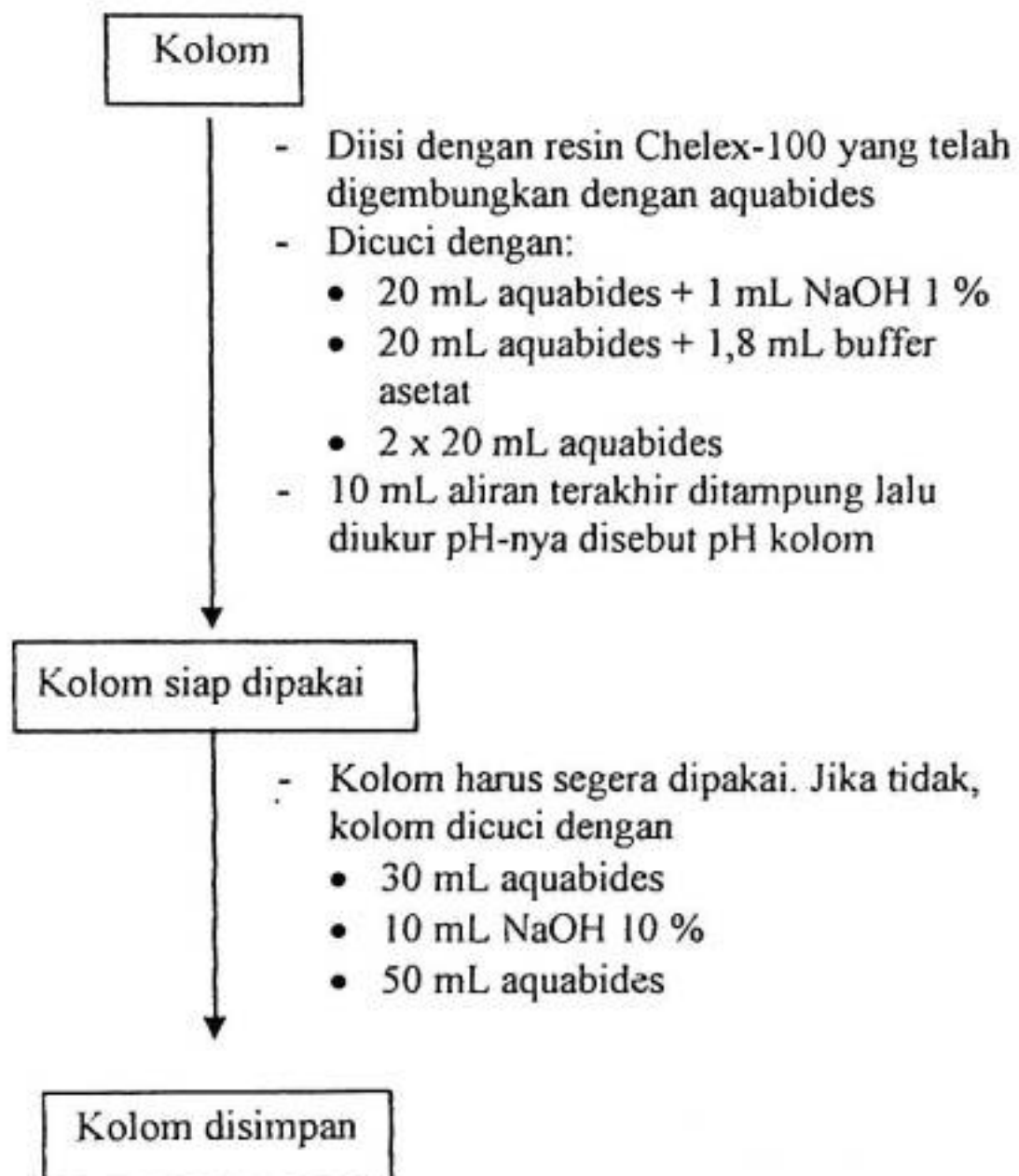
Lampiran 1. Data dari SNI No. 01-3553-1996 Tentang Air Minum Kemasan

No.	Kriteria Uji	Satuan	Persyaratan
1.	Keadaan		
1.1.	Bau	-	Tidak berbau
1.2.	Rasa	-	Normal
1.3.	Warna	unit pt.C	Maks. 2,5
2.	pH		6,5 – 8,5
3.	Kelarutan	NTU	Maks. 5
4.	Kesadahan, dihitung CaCO <sub>3</sub>	mg/L	Maks. 170
5.	Zat yang terlarut	mg/L	Maks. 500
6.	Zat organik (sebagai angka KMnO <sub>4</sub> )	mg/L	Maks. 1,0
7.	Nitrat (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	mg/L	Maks. 45
8.	Nitrit (NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> )	mg/L	Maks. 0,005
9.	Amonium (NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> )	mg/L	Maks. 0,15
10.	Sulfat (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	mg/L	Maks. 200
11.	Klorida (Cl <sup>-</sup> )	mg/L	Maks. 250
12.	Fluorida (F <sup>-</sup> )	mg/L	Maks. 1,0
13.	Sianida (CN <sup>-</sup> )	mg/L	Maks. 0,05
14.	Besi (Fe)	mg/L	Maks. 0,3
15.	Mangan (Mn)	mg/L	Maks. 0,05
16.	Klor bebas	mg/L	Maks. 0,1
17.	Cemaran logam:		
17.1.	Timbal (Pb)	mg/L	Maks. 0,05
17.2.	<b>Tembaga (Cu)</b>	<b>mg/L</b>	<b>Maks. 0,5</b>
17.3.	Kadmium (Cd)	mg/L	Maks. 0,1
17.4.	Raksa (Hg)	mg/L	Maks. 0,001
18.	Cemaran Arsen (As)	mg/L	Maks. 0,05
19.	Cemaran mikroba:		
19.1.	Angka lempeng total awal*	koloni/mL	Maks. 1,0 x 10 <sup>2</sup>
19.2.	Angka lempeng total akhir**	koloni/mL	Maks. 1,0 x 10 <sup>5</sup>
19.3.	Bakteri bentuk coli	APM/100 mL	< 2
		koloni/mL	nol
19.4.	C. perfringens	-	negatif/100 mL
19.5.	Salmonella	-	negatif/100 mL

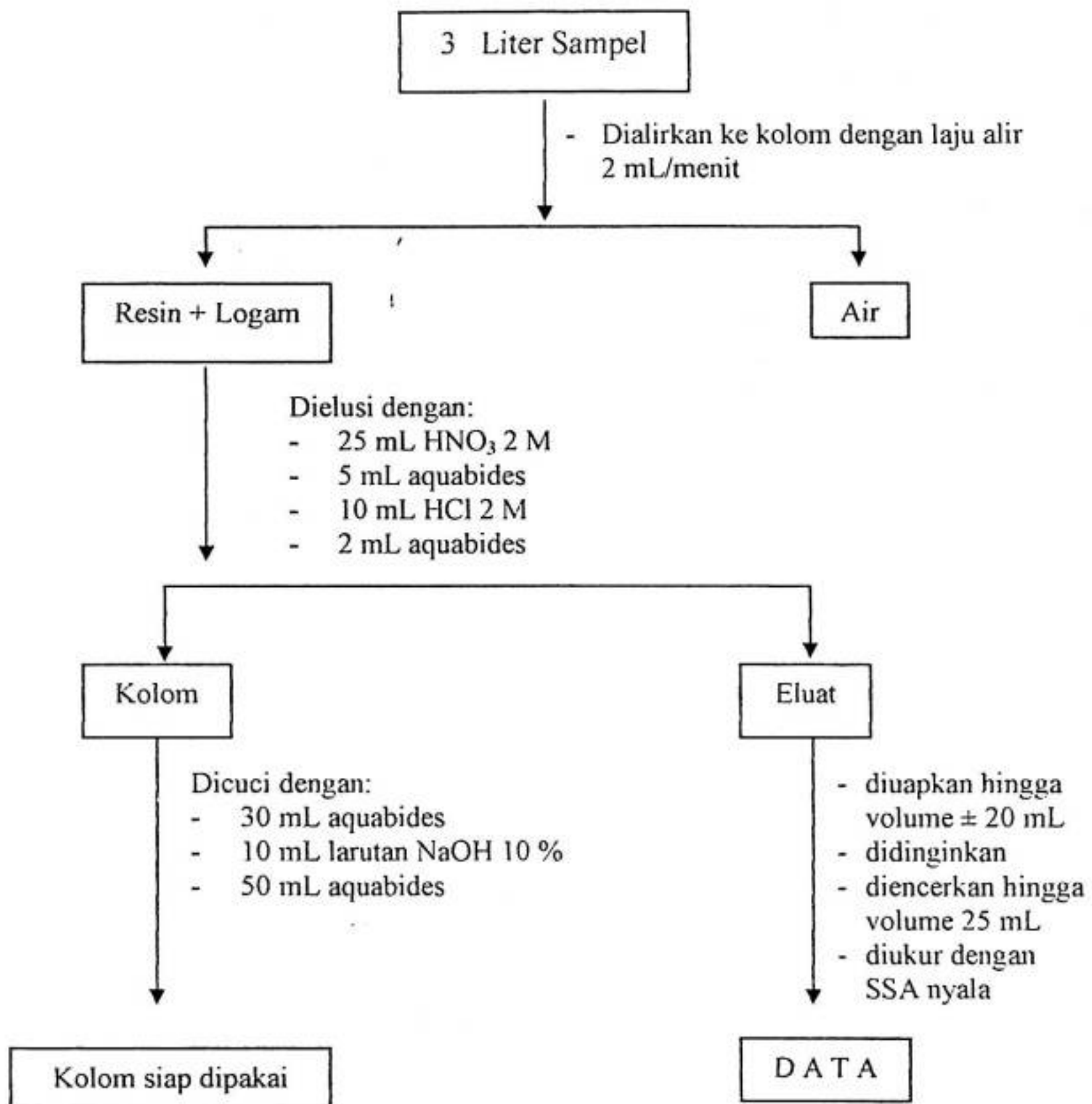
\*) di pabrik

\*\*\*) di pasaran

## Lampiran 2. Skema kerja penyiapan kolom



Lampiran 3. Skema kerja prekonsentrasi sampel



Lampiran 4. Perhitungan nilai k dan r

No	C (ppm)	C <sup>2</sup>	A	A . C	C - $\bar{C}$	A - $\bar{A}$
1.	0,10	0,01	0,0857	0,00857	0,15	0,1595
2.	0,20	0,04	0,1655	0,03310	0,05	0,0797
3.	0,30	0,09	0,2452	0,07356	0,05	0,0000
4.	0,40	0,16	0,3249	0,12996	0,15	0,0797
5.	0,50	0,25	0,4047	0,20235	0,25	0,1595
	$\bar{C} = 0,25$	$\Sigma = 0,55$	$\bar{A} = 0,2452$	$\Sigma = 0,44754$	$\Sigma = 0,65$	$\Sigma = 0,4784$

Nilai k :

$$k = \frac{\sum (A_i \cdot C_i)}{\sum (C_i)^2}$$

$$= \frac{0,44754}{0,55}$$

$$k = 0,8137$$

Nilai r :

$$r = \frac{\sum (C_i \cdot \bar{C}) (A_i - \bar{A})}{\left[ \sum (C_i - \bar{C})^2 \cdot \sum (A_i - \bar{A})^2 \right]^{1/2}}$$

$$r = \frac{(0,65)(0,4784)}{\left[ (0,65)^2 \cdot (0,4784)^2 \right]^{1/2}}$$

$$= \frac{0,31096}{\left[ 0,4225 \cdot 0,2289 \right]^{1/2}}$$

$$= \frac{0,31096}{0,31098}$$

$$r = 0,9999$$

**Lampiran 5. Hasil pengukuran absorbans sampel yang tidak dipekatkan (sampel asli) pada  $\lambda$  324,8 nm**

No.	Merek sampel	Absorbans
1.	AIRQITA	tt
2.	CLUB	tt

tt = tidak terdeteksi

Lampiran 6. Karakteristik SSA Shimadzu model AA-6200

Spektrofotometer Serapan Atom AA-6200	
Optik	Sinar ganda (kaca chopper)
Monokromator	Penyimpangan dikoreksi dengan monokromator Czerny – Turner Holographic grating (1,600 lines/mm)
Batasan panjang gelombang	190 – 900 nm
Celah	Seleksi otomatis panjang gelombang
Koreksi latar belakang	0,2 nm, 0,7 nm diatur secara manual
Lampu Turret	Metode lampu D2 Berturut-turut 2-lampu lit ( <i>manual turret</i> )
Model lampu	Emission, Non-BGC, BGC-D2
Frekuensi	100 Hz
Nebulizer	Nebulizer diintegrasikan impact bead and jacket tip Pt/Ir capillary
Chamber	Polypropylene
Burner	Gabungan posisi belakang/depan dan berat burner (Tombol sederhana dari udara/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> and burner N <sub>2</sub> O/C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> ) Celah burner Titanium 10 cm (temperatur optimal burner)
Kontrol gas	Laju alir diatur secara manual Sistem tombol otomatis udara /N <sub>2</sub> O
Keamanan	Monitor tekanan gas untuk menjaga <i>flashback</i> Monitor nyala otomatis Sambungan yang aman dari penyalahgunaan burner Memadamkan nyala secara otomatis ketika daya padam Tekan tombol pembakar
Pembakaran	Perangkat lunak tipe Microsoft™ Windows®
Perangkat lunak	W690 x D425 x H370 mm, 38 kg
Dimensi and berat	AC220V, 230V, 50/60 Hz, 300 VA
Syarat daya	Temperatur : 10 – 35 °C
Temperatur Ambient dan Batasan kelembaban	Kelembaban : 45 – 80 % (tetapi kurang dari 70 % jika temperatur di bawah 30 °C)

Sumber: www.shimadzu.com, Maret 2001