



KEMERASAN LOGAM BERKAT Cu DAN Cd
DALAM SEMPURAN LAUT DANGKAL
DESDIAN PERSEKUTUAN KONGRESI ARAM MINERAL

ASAL DARI

NO. INVENTARIS

PERPUSTAKAAN PUSAT UNIV. HASANUDDIN	
Tgl. terima	20 03 97
Asal dari	Fak. MIPA
Banyaknya	1 exp.
Harga	hadiah
No. Inventaris	9724 03 035
No. Klas	



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
UJUNG PANDANG

1997

EKSTRAKSI LOGAM BERAT Cd DAN Cu
DALAM SEDIMEN LAUT DANGKAL
DENGAN BEBERAPA KOMBINASI ASAM MINERAL

Oleh :

ABDUL MALIK

90 03 046



Skripsi untuk melengkapi tugas dan
memenuhi syarat untuk memperoleh
gelar sarjana

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
UJUNG PANDANG
1997

EKSTRAKSI LOGAM BERAT Cd DAN Cu
DALAM SEDIMEN LAUT DANGKAL
DENGAN BEBERAPA KOMBINASI ASAM MINERAL

Disetujui oleh :

Pengantar Utama



Wahab

ABD. WAHID WAHAB, MS.

130 535 950

Pembimbing Pertama

Nursiah

DRA. HJ. NURSI AH LA NAFIE, MSc.

NIP. 131 755 159

Pada tanggal, Februari 1997

KATA PENGANTAR



Assalamu Alaikum Wr. Wb.

Puji Syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, karena hanya dengan berkah dan petunjukNya sehingga laporan penelitian dalam bentuk skripsi ini dapat dirampungkan. Laporan hasil penelitian bidang Kimia Analitik ini dibuat sebagai suatu keharusan untuk meraih gelar sarjana Sains (Strata Satu) di jurusan Kimia Fakultas MIPA UNHAS.

Laporan ini dapat penulis selesaikan berkat bantuan, petunjuk, pengarahan dan bimbingan Bapak Drs. H.Abd. Wahid Wahab, MS sebagai pembimbing utama dan Ibu Dra. Hj. Nursiah La Nafie, MSc. sebagai pembimbing pertama, sejak awal perencanaan penelitian (Mei 1996) sampai pada akhir penulisan (Februari 1997), untuk itu penulis mengucapkan banyak terima kasih.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan pula kepada :

1. Bapak Ketua Jurusan Kimia, Drs. Rudi Arifin, MSc. atas pengertian dan dorongan yang diberikan selama penelitian dan penulisan laporan ini.
2. Bapak Ir. Mulyono Hadisuwoyo, MSi. yang banyak memberikan saran hingga selesainya penulisan laporan ini.
3. Bapak Dr. M. Noor Jalaluddin (Ketua merangkap anggota), Dra. Hj. Rohani Bahar (Sekretaris merangkap anggota), Bapak Drs. Gunanto (anggota), dan Drs. B. Jawahir, MSi.

(anggota) sebagai tim penguji ujian sarjana jurusan Kimia Fakultas MIPA UNHAS.

4. Seluruh staf dosen dan pegawai di jurusan Kimia, atas bantuan dan arahan yang diberikan selama ini.
5. St. Fauziah atas kerja samanya selama penelitian berlangsung, serta Wanny atas fasilitas dan kesempatannya yang diberikan selama penulisan skripsi ini.
6. Kepada seluruh teman di jurusan Kimia yang tidak dapat disebutkan satu persatu, atas persahabatan dan bantuannya kepada penulis.
7. Akhirnya kepada kedua orang tua dan kakanda tercinta Fatmawati M. dan Drs. Tamrin L. atas bantuan moril dan materil selama penulis belajar di jurusan Kimia hingga selesai, serta kepada kedua adinda yang dengan caranya masing-masing telah membantu penulis.

Penulis menyadari bahwa karya ini masih jauh dari kesempurnaan, karena itu kritik dan saran akan penulis terima dengan rendah hati. Semoga karya ini dapat bermanfaat bagi pengembangan ilmu kimia.

Ujung Pandang, Februari 1997

Penulis

A B S T R A K



Telah dilakukan penelitian tentang ekstraksi logam berat Cd dan Cu dari sedimen laut dengan menggunakan asam mineral, HCl, HNO₃, H₂SO₄ dan HClO₄ dalam berbagai kombinasi. Penentuan konsentrasi logam berat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Konsentrasi logam yang paling tinggi dan standar deviasi relatif paling rendah yang diperoleh pada setiap kombinasi asam merupakan metoda ekstraksi paling baik. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kombinasi HCl-HNO₃-HClO₄ dengan perbandingan volume 1 : 1 : 1 adalah yang paling baik diantara kombinasi tiga asam lainnya, dengan konsentrasi logam Cd dan Cu yang diperoleh masing-masing 13,1635 µg/g dan 74,9300 µg/g, dan standar deviasi relatifnya masing-masing 1,23 % dan 0,58 %. Kombinasi HCl - HClO₄ dengan perbandingan volume 1 : 1 memberikan hasil yang paling baik diantara kombinasi dua asam lainnya. Konsentrasi logam Cd dan Cu yang diperoleh dengan metode ini masing-masing 12,433 µg/g dan 71,1467 µg/g dan standar deviasi relatifnya masing-masing 2,18 % dan 1,75 %. Disamping itu kombinasi HNO₃-HClO₄ diharapkan memberikan hasil yang baik untuk analisis Cd.

A B S T R A C T

The extraction of heavy metals, Cd and Cu from marine sediment by acid digestion, HCl, HNO₃, H₂SO₄ and HClO₄ in various combination had been investigated. Cd and Cu concentration was determined by atomic absorption spectrophotometer. The highest concentration and the lowest relative deviation standard found in various combination was the most favorable extraction method. The results of this research showed that the combination of HCl-HNO₃-HClO₄ with ratio 1 : 1 : 1 (volume) was the most favorable than other three acid combination, with concentration of Cd and Cu was 13,1633 µg/g and 74,9300 µg/g respectively, and relative standard deviation was 1,23 % and 0,58 % respectively. The combination of HCl-HClO₄ with ratio 1 : 1 (volume) was most favorable than other two acid combination. The concentration of Cd and Cu was 12,433 µg/g and 71,1467 µg/g respectively, and standard deviation was 2,18 % and 1,75 % respectively. More over combination of HNO₃ - HClO₄ was also hoped to give good yield in analysis of Cd.

DAFTAR ISI

Halaman

KATA PENGANTAR	iv
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR SIMBOL DAN ARTINYA	xiii
BAB I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Maksud Penelitian	3
C. Tujuan Penelitian	4
D. Kontribusi Penelitian	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	5
A. Sedimen Laut	5
B. Ekstraksi Logam	7



C. Tinjauan Umum Logam Berat	9
1. Logam Kadmium	9
- Sifat dan Pemakaian Kadmium	10
2. Logam Tembaga	10
- Sifat dan Pemakaian Tembaga	11
D. Tinjauan Tentang Asam	12
1. Asam Nitrat	13
2. Asam Klorida	14
3. Asam Sulfat	15
4. Asam Perklorat	16
E. Spektrofotometer Serapan Atom	17
BAB III. METODOLOGI PENELITIAN	20
A. Peralatan yang digunakan	20
B. Bahan yang digunakan	21
C. Metode Kerja	21
1. Pengambilan dan Penanganan Cuplikan ...	21
2. Pelarutan Cuplikan	21
D. Pembuatan Kurva Baku	23
E. Penentuan Kadar Logam Cd dan Cu dengan Metode SSA	24
F. Teknik Pengumpulan dan Analisis Data	25
G. Pengujian Metode Ekstraksi	26

BAB	IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	27
	A. Logam Kadmium (Cd)	27
	B. Logam Tembaga (Cu)	30
BAB	V. KESIMPULAN DAN SARAN	32
	A. Kesimpulan	32
	B. Saran	32
	DAFTAR PUSTAKA	33

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Sifat Fisika Asam Nitrat, HNO_3 pekat	14
Tabel 2. Sifat Fisika Asam Klorida, HCl pekat	15
Tabel 3. Sifat Fisika Asam Sulfat, H_2SO_4 pekat	16
Tabel 4. Sifat Fisika Asam Perklorat, HClO_4 pekat	17
Tabel 5. Garam yang digunakan untuk Pembuatan Kurva Baku	23
Tabel 6. Penentuan Kadar Logam Cd dan Cu dengan Metode SSA	24
Tabel 7. Konsentrasi Logam Cd ($\mu\text{g/g}$) dalam Cuplikan Sedimen Laut Hasil Analisis	28
Tabel 8. Konsentrasi Logam Cu ($\mu\text{g/g}$) dalam Cuplikan Sedimen Laut Hasil Analisis	30

DAFTAR LAMPIRAN



Halaman

Lampiran 1.	Persamaan Garis Regresi Cd	35
Lampiran 2.	Kurva Kalibrasi Cd	36
Lampiran 3.	Persamaan Garis Regresi Cu	37
Lampiran 4.	Kurva Kalibrasi Cu	38
Lampiran 5.	Absorbans dan Konsentrasi Logam Cd hasil Analisis	39
Lampiran 6.	Absorbans dan Konsentrasi Logam Cu hasil Analisis	43
Lampiran 7.	Contoh Perhitungan Konsentrasi Logam Cd atau Cu serta Standar Deviasi Relatifnya	47
Lampiran 8.	Kondisi Optimum SSA untuk Logam Cd dan Cu	48
Lampiran 9.	Skema Prosedur Kerja	49

DAFTAR SIMBOL DAN ARTINYA

A	=	Absorbans
a	=	Tetapan absorbtivitas
b	=	Panjang medium absorpsi
c	=	Konsentrasi
°C	=	Derajat Celsius
g	=	Gram
L	=	Liter
mL	=	Mililiter
nm	=	Nanometer
p.a	=	Pro analisis
Po	=	Intensitas sinar mula-mula
Pt	=	Intensitas sinar yang diteruskan
λ	=	Lambda (panjang gelombang)
ppm	=	Part per million
$\mu\text{g/L}$	=	Mikrogram per liter
$\mu\text{g/g}$	=	Mikrogram per gram
SD	=	Standar Deviasi
SDR	=	Standar Deviasi Relatif

B A B I

P E N D A H U L U A N

A. Latar Belakang

Analisis sedimen laut merupakan hal penting dalam kimia analisis lingkungan. Khususnya terhadap logam berat, dibutuhkan suatu kepentingan yang sangat berarti untuk mempelajari distribusinya sehubungan dengan dampak buruk yang akan ditimbulkan terhadap biota laut bila terdapat dalam jumlah yang melebihi ambang batas.

Logam berat Cd dan Cu yang terbuang ke lingkungan setiap tahun semakin bertambah, sehingga mengakibatkan meningkatnya konsentrasi logam berat tersebut pada daerah-daerah tertentu. Hal ini terjadi sebagai akibat dari pemakaian logam tersebut yang semakin luas oleh berbagai aktifitas manusia. Sumber yang menyumbangkan logam berat dalam jumlah besar ke dalam lingkungan adalah limbah rumah tangga, kegiatan industri, serta kegiatan transportasi berbagai jenis kendaraan di darat maupun di laut. Disamping itu, aliran air perkotaan diketahui telah mengakibatkan pengkayaan logam berat seperti Cd, Cu, Zn, Pb dan Ag yang berasal dari berbagai sumber. 4)

Metode penentuan logam secara spektrofotometri serapan atom merupakan teknik analisis yang paling luas



digunakan sekarang ini karena mempunyai kelebihan seperti analisisnya cepat, peka, teliti, serta tidak perlu pemisahan unsur yang akan dianalisis meskipun terdapat unsur lain secara bersama-sama. Untuk sampel padat seperti sedimen, batuan dan mineral, maka tahapan pelarutan sampel merupakan hal yang sangat mendasar untuk keberhasilan suatu analisis. Hal ini berbeda dengan sampel cair yang dapat langsung dianalisis dengan SSA. 10)

Metode pendekomposisi dan pelarutan sampel yang sering digunakan adalah :

1. Metode Kering

Metode ini sangat mudah mengerjakannya dan tidak memerlukan pereaksi, sehingga adanya kontaminasi dapat dihindari dengan menggunakan dapur listrik. Selain itu dapat juga digunakan untuk sampel dalam jumlah besar. Akan tetapi cara ini mempunyai kekurangan karena selain pengerjaannya membutuhkan waktu cukup lama, juga suhu pengerjaan relatif lebih tinggi. Dengan demikian sukar untuk menghindari penguapan dari beberapa unsur yang relatif mudah menguap baik sebagai unsur bebas maupun sebagai senyawanya.

2. Metode Basah

Metode ini menggunakan asam mineral dan ada pula yang menggunakan campuran basa atau peroksida. Asam yang digunakan dapat tunggal maupun kombinasi beberapa asam. Dengan cara ini pengerjaannya berlangsung relatif lebih cepat dan penguapan dari unsur yang dianalisis lebih kecil kemungkinannya.

Karena banyaknya cara yang dapat digunakan untuk mendekomposisi cuplikan, maka tidak ada suatu aturan umum yang dapat digunakan dalam pemilihan suatu metode. Akan tetapi yang harus diperhatikan adalah bahwa metode yang dipilih harus dapat menguraikan cuplikan secara efektif atau mampu mengekstraksi logam yang dianalisis secara efisien.

Dengan maksud tersebut di atas, maka dirasa perlu melakukan perbandingan kombinasi asam yang dapat digunakan mengekstraksi logam dari sedimen laut jika digunakan secara kombinasi (gabungan beberapa asam). Asam yang digunakan adalah HCl, HNO₃, H₂SO₄ dan HClO₄.

B. Maksud Penelitian

Penelitian ini bermaksud mempelajari penggunaan kombinasi asam mineral HCl, HNO₃, H₂SO₄ dan HClO₄ sebagai agen pengekstraksi logam Cd dan Cu dari sedimen laut jika digunakan kombinasi dua dan kombinasi tiga.

C. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kombinasi asam mineral yang baik digunakan sebagai pengekstraksi logam berat Cd dan Cu dari sedimen laut bila digunakan secara :

1. Kombinasi dua, yaitu : HCl-HNO_3 , $\text{HCl-H}_2\text{SO}_4$, HCl-HClO_4 , $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$, dan $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HClO}_4$.
2. Kombinasi tiga, yaitu : $\text{HCl-HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$, $\text{HCl-HNO}_3\text{-HClO}_4$, $\text{HCl-H}_2\text{SO}_4\text{-HClO}_4$, dan $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4\text{-HClO}_4$.

D. Kontribusi Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan menjadi masukan bagi para peneliti yang akan mengembangkan penelitian tentang logam berat yang menggunakan sampel padat, khususnya dalam lingkungan laut.

B A B II

TINJAUAN PUSTAKA



A. Sedimen Laut

Ditinjau dari asal-usulnya, sedimen laut dapat berasal dari pasokan air sungai yang membawa material anorganik (mineral) maupun senyawa-senyawa organik. Aliran air perkotaan juga membawa berbagai jenis material yang berasal dari limbah rumah tangga, produk dari kegiatan industri (berupa limbah), kegiatan transportasi dan lain-lain. Material-material tersebut akan menuju ke laut dan pada suatu saat akan mengendap sebagai lumpur laut atau sedimen. Dengan demikian sedimen laut ini merupakan material yang memiliki komposisi yang sangat kompleks. B)

Ujung Pandang merupakan sentra pertumbuhan ekonomi untuk kawasan timur Indonesia. Hal ini menyebabkan ramainya kegiatan di kawasan ini baik di darat maupun di laut yang dengan sendirinya akan menyebabkan pencemaran dari produk (berupa limbah) dari berbagai kegiatan manusia.

Keadaan pencemaran akan memberikan tekanan yang cukup kuat terhadap lingkungan pantai baik air maupun sedimennya tempat akhir mayoritas buangan kota bermuara. Pencemaran kadmium dapat bersumber dari limbah yang mengandung logam Cd seperti baterai, cat, buangan

logam yang telah disepuh dengan Kadmium, bahan-bahan solder, keramik, insektisida dan lain-lain. Sedangkan pencemaran oleh tembaga dapat disebabkan oleh buangan dari alat-alat rumah tangga, kabel listrik yang mengandung Cd dan Cu, peralatan elektronik, kaleng, korosi pipa air yang menghasilkan logam Cd, Cu, Pb, dan Zn. Hal ini akan menyebabkan peningkatan konsentrasi logam di kawasan pantai yang juga dapat disebabkan oleh kegiatan transportasi di laut. B, 13)

Sedimen permukaan di kawasan pantai adalah lokasi yang sangat baik untuk penyelidikan parameter kimiawi jangka pendek dan jangka panjang, karena mampu menampung limbah kadmium dan tembaga bentuk padat dan kesetimbangan cair-padat unsur Cd dan Cu dalam air laut-sedimen akan menghasilkan stok Cd dan Cu dalam fase padat.

Umumnya logam berat masuk ke dalam lingkungan laut berasal dari proses alamiah yang dibawa oleh aliran sungai, erosi, atau jatuhnya debu dari atmosfer. Selain itu dapat pula disebabkan oleh peningkatan kegiatan manusia di daratan ataupun di lepas pantai melalui aktifitas industri, pertanian, pertambangan dan transportasi berbagai jenis kendaraan. 7)

Aliran air badai perkotaan diketahui telah menyumbangkan sejumlah besar logam ke dalam perairan. Hal ini bersumber dari limbah-limbah rumah tangga,



seperti formula-formula detergen yang mengandung Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Zn, B dan As, korosi pipa-pipa air yang menghasilkan Cu, Cd, Pb dan Zn, serta pembuangan sampah lumpur juga dapat menyebabkan pengkayaan logam Cu, Pb, Zn, Cd dan Ag ke dalam sistem perairan. 4)

Konsentrasi logam berat dalam sedimen yang lebih tinggi umumnya ditemukan pada lumpur, endapan lumpur, pasir yang berlumpur ataupun campuran ketiganya. 8)

Karena komposisinya yang sangat kompleks, maka penanganan cuplikan untuk penentuan suatu unsur misalnya logam, membutuhkan perhatian yang lebih serius sehingga sebelum dianalisis perlu dipilih metode penyiapan cuplikan yang tepat agar dalam analisis diperoleh hasil yang dapat dipertanggungjawabkan.

B. Ekstraksi Logam

→ Unsur-unsur logam yang terdapat di alam adalah bentuk persenyawaan, baik sebagai senyawa organik, anorganik silikat maupun anorganik non silikat.

Pemilihan suatu metode ekstraksi logam sangat bergantung pada jenis cuplikan, unsur yang diamati dan metode pengukuran yang digunakan dalam analisis kimia tersebut. Karena banyaknya metode yang dapat digunakan untuk ekstraksi, maka tidak ada suatu aturan umum yang dapat digunakan dalam pemilihan metode ekstraksi tersebut. Tetapi hal yang harus diperhatikan adalah bahwa

suatu metode yang dipilih harus mampu menguraikan baik senyawa-senyawa organik maupun material-material anorganik sedimen atau mampu mengekstraksi logam yang dianalisis secara efektif. 12)

Dalam analisis kimia batuan silikat untuk penentuan kandungan unsur-unsur utama dilakukan dengan melibatkan dua metode dekomposisi, yaitu peleburan dengan NaOH untuk penentuan silisium dan aluminium, dan pelarutan dengan HF, H₂SO₄ dan HNO₃ untuk analisis besi total, kalsium, magnesium, titanium, natrium, kalium, fosfor, dan mangan. 16)

Disamping itu, untuk analisis kimia batubara, digunakan campuran H₂SO₄-HNO₃ untuk penentuan unsur-unsur natrium, kalium, besi, aluminium dan magnesium. Asam mineral tersebut digunakan karena batubara merupakan mineral yang terutama tersusun dari bahan organik, sehingga untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik tersebut digunakan asam-asam pengoksidasi.

Beberapa asam mineral telah dikenal baik melarutkan material anorganik, seperti campuran HCl-HNO₃ dengan perbandingan 1 : 3 (akuaregia) dapat melarutkan emas. Selain itu HClO₄ dikenal sebagai asam yang lebih kuat yang dapat melarutkan baik material anorganik maupun organik.

C. Tinjauan Umum Logam Berat

Istilah "logam" secara khas menandakan suatu unsur yang merupakan konduktor listrik yang baik, mempunyai konduktifitas panas, massa jenis yang besar, mudah ditempa, kekerasan, dan keelektropositifan yang tinggi. Meskipun demikian, beberapa unsur yang disebut sebagai metaloid yang mempunyai satu atau lebih sifat-sifat tersebut dia-atas tidaklah cukup untuk memungkinkan membedakannya sebagai logam atau bukan logam, seperti boron, silikon, germanium, merkuri, dll. 4)

Secara umum penggolongan logam sebagai logam berat berdasarkan pada : tempatnya dalam tabel periodik, gaya berat spesifik, lantanida dan aktinida, serta tanggapan spesifik biokimiawi dalam hewan dan tumbuhan. Logam dengan berat jenis kurang dari 5 g/cm^3 digolongkan sebagai logam ringan, sedangkan logam yang mempunyai berat jenis lebih dari 5 g/cm^3 digolongkan sebagai logam berat.

1. Logam Kadmium

Kadmium (Cd) pertama kali diisolasi dan diidentifikasi oleh F. Strehmeyer pada tahun 1817 dari biji sengsmithsne (ZnCO_3). Kadmium diekstraksi secara komersial dari biji seng, seperti Zinc blende (ZnS) yang mengandung kadmium 0,1 - 5,0 % .

Di dalam kerak bumi, kadmium tersedia 0,2 mg/g, sedangkan dalam perairan yang tercemar dapat mencapai 4 mg/L. Sumber-sumber Cd yang penting dalam lingkungan perairan berasal dari sisa-sisa pertambangan, limbah industri, serta aliran lumpur kota. 13)

- Sifat dan Pemakaian Kadmium

Kadmium dengan nomor atom 48 dan berat atom 112,40 g/mol terletak pada golongan II B dalam sistem periodik unsur-unsur dengan bilangan oksidasi +2. 2)

Logam kadmium adalah logam putih kebiru-biruan, dapat membentuk paduan logam dengan tembaga untuk pembuatan kabel. Logam ini larut dalam HCl dan H_2SO_4 , larut dalam HNO_3 membentuk garam tak berwarna yang beracun, $Cd(NO_3)_2$. Garam $Cd(NO_3)_2$ ini juga digunakan sebagai pengontrol kecepatan pemecahan inti atom dalam reaksi berantai pada reaktor nuklir. 7)

2. Logam Tembaga

Tembaga ditemukan dalam bentuk paduan dengan beberapa logam seperti Pb, Zn, Fe, Mn, Sn, Si, Ni, dan Al. Persenyawaan penting tembaga dapat ditemukan dalam bentuk Cuprite (Cu_2O), Chalcocite (Cu_2S), Covellite (CuS), Chalcopyrite ($CuFeS_2$), Bornite

(Cu_5FeS_4), Enargite ($\text{Cu}_3(\text{AsSb})\text{S}_4$). Selain itu, tembaga juga ditemukan dalam bentuk seperti malachite ($\text{CuCO}_3\text{Cu}(\text{OH})_2$), azurite ($2\text{CuCO}_3\text{Cu}(\text{OH})_2$), Chrysocolla ($\text{CuSiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dan Bronchantite ($\text{Cu}_4(\text{OH})_6\text{SO}_4$). 5,12)

- Sifat dan Pemakaian Tembaga

Tembaga dengan nomor atom 29 terdapat pada golongan I B sistem periodik unsur-unsur dengan bilangan oksidasi +1 dan +2. Logam tembaga adalah logam dengan warna merah coklat, tidak mudah mengalami korosi, dapat menghantar arus listrik dengan baik. Tembaga murni bersifat lunak dan dapat digulung dalam bentuk lembaran. 5)

Pemakaian tembaga sangat luas antara lain pada industri kabel listrik, alat-alat rumah tangga serta industri peralatan elektronik. Tembaga dapat membentuk alloy dengan bermacam-macam logam, seperti Be-Cu dan Cu-Zn-Sn-Pb sebagai kuningan. Tembaga juga digunakan dalam industri cat sebagai antifoling, industri insektisida dan fungisida.



D. Tinjauan Tentang Asam

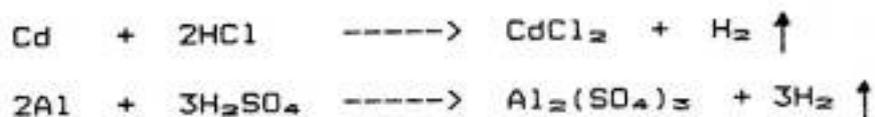
Asam berasal dari bahasa Latin "acidus" yang berarti asam atau masam. Menurut teori Arrhenius, asam adalah senyawa yang menghasilkan ion hidrogen jika dilarutkan dalam air. 10)

Secara umum asam dikelompokkan menjadi dua golongan, yakni asam organik dan asam anorganik atau asam mineral. Asam anorganik tidak terbakar sama sekali, tetapi dapat menyebabkan material yang lain terbakar jika telah mengalami kontak dengannya. Sedangkan asam organik mudah terbakar, tetapi suhu pembakaran relatif lebih tinggi dari suhu lingkungan. Kekuatan relatif asam sangat berhubungan dengan kecenderungannya menghasilkan proton yang terhidrasi dalam air. 10)

Secara umum, asam dapat mengalami reaksi-reaksi sebagai berikut : 10)

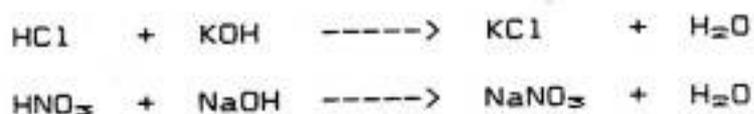
1. Reaksi dengan logam

Asam bereaksi dengan hampir semua logam membentuk garam dan hidrogen. Contoh :



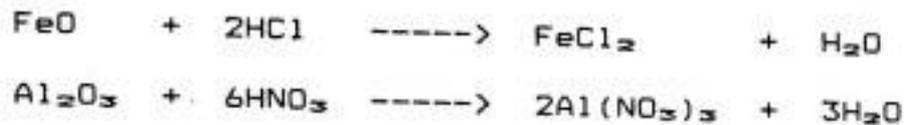
2. Reaksi dengan basa

Asam bereaksi dengan basa membentuk garam dan air. Reaksinya disebut reaksi netralisasi. Contoh :



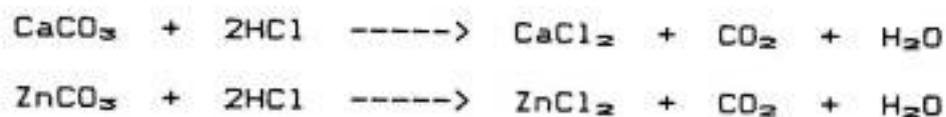
3. Reaksi dengan oksida-oksida logam

Asam bereaksi dengan oksida-oksida logam membentuk garam dan air. Contoh :



4. Reaksi dengan karbonat

Asam bereaksi dengan karbonat membentuk karbon dioksida, garam dan air. Contoh :



5. Reaksi oksidasi-reduksi (redoks)

Reaksi ini melibatkan perubahan valensi pada atom-atom yang bersangkutan. Contoh :



Reaksi di atas adalah reaksi oksidasi-reduksi, dimana valensi Mn berubah dari +4 menjadi +2, sedangkan valensi Cl berubah dari -1 menjadi 0.

1. Asam Nitrat

Asam nitrat, HNO_3 , pertama kali dikenal sebagai barang aneh oleh ahli-ahli kimia kuno, tetapi kemudian telah menjadi komoditi industri yang penting selama 10 abad setelah ditemukannya. Pada awalnya asam ini merupakan hal yang sangat menarik dalam eksperimen karena dapat melarutkan logam Cu dan Ag. 5)

Asam nitrat adalah asam kuat, pengoksidasi yang sangat kuat, serta merupakan cairan yang tidak berwarna dan bersifat merusak atau menghancurkan. Sifat-sifat fisika asam nitrat dapat dilihat pada tabel 1 berikut ini : 10)

Tabel 1. Sifat-sifat fisika asam nitrat pekat

Konsentrasi dalam air	68 - 70 %
Berat jenis (25 °C)	1,503 g/ml
Titik didih	86 °C
Titik beku	-41,6 °C
Kelarutan dalam air	sangat larut

Asam nitrat bereaksi dengan karbonat, oksida-oksida logam dan basa dengan cara yang berbeda-beda, tetapi tidak selalu membebaskan hidrogen jika bereaksi dengan logam. Secara kimia, asam nitrat dapat menghancurkan semua logam dan bukan logam (organik) sebagai pengoksidasi yang kuat. 9)

Dengan senyawa organik, HNO_3 bertindak sebagai penitrasi, pengoksidasi atau sebagai asam sederhana (katalis). Contoh yang sederhana adalah pembuatan trinitrotoluen (TNT) dari nitrasi benzena dengan katalis H_2SO_4 . 5)

2. Asam Klorida

Asam klorida adalah larutan cair dari gas hidrogen klorida (HCl). Asam ini merupakan bahan kimia yang telah digunakan secara luas oleh ratusan industri kimia, seperti pada pengolahan logam menjadi suatu penyepuh, pemurnian kembali Zn dari



buangan-buangan besi yang berlapiskan seng, untuk pembuatan senyawa-senyawa klorida, serta sebagai pelarut dalam laboratorium. 5)

HCl dapat bereaksi dengan kebanyakan material membentuk senyawa klorida yang kesemuanya dapat larut dalam air kecuali AgCl, HgCl, CuCl, dan TlCl, serta PbCl₂ yang larut dalam air panas. Baik HCl pekat maupun HCl encer adalah asam kuat. Keduanya merupakan pelarut yang efektif terhadap oksida-oksida logam dan kebanyakan hidroksida dan oksida lainnya, serta dapat merusak logam dan material yang lain. 10)

Sifat fisika HCl dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Sifat-sifat fisika HCl pekat

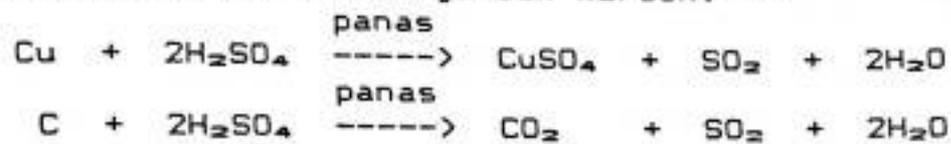
Konsentrasi dalam air	36 - 38 %
Berat jenis (25 °C)	1,2 g/ml
Titik didih	-85 °C
Titik beku	-115 °C
Kelarutan dalam air	85 g/100 g air

3. Asam Sulfat

Asam sulfat adalah asam kuat, karena ia dengan mudah menyumbang sebuah proton kepada air untuk membentuk ion hidronium, H₃O⁺, dan ion bisulfat, HSO₄⁻. Ion HSO₄⁻ hanya mempunyai kecenderungan yang sedang-sedang saja untuk menyumbang sebuah proton kepada molekul air. 9)

Meskipun H₂SO₄ encer merupakan zat pengoksid yang lemah, namun H₂SO₄ panas dan pekat adalah zat

pengoksid kuat yang dapat mengoksidasi zat-zat yang tidak aktif seperti tembaga dan karbon. 9)



Sifat fisika H_2SO_4 pekat dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Sifat-sifat fisika H_2SO_4 pekat

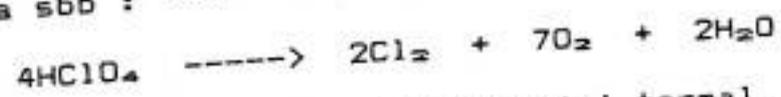
Konsentrasi dalam air	96 - 98 %
Berat jenis (25 °C)	1,80 g/ml
Titik didih	230 °C
Titik beku	10 °C
Kelarutan dalam air	sangat larut

4. Asam Perklorat

Asam mineral sederhana yang paling kuat adalah HClO_4 . Dibuat dengan mereaksikan kalium perklorat, KClO_4 , dengan asam sulfat, H_2SO_4 . Reaksinya berlangsung sbb : 11)



Jika asam perklorat dipanaskan pada tekanan yang sama dengan tekanan lingkungan, maka akan terdekomposisi dengan menimbulkan ledakan pada suhu sekitar 92 °C menghasilkan oksigen, klorin dan air. Reaksinya sbb : 11)



Disamping kemungkinan dekomposisi termal, asam perklorat juga efektif merusak sebagai suatu zat pengoksidasi terutama jika terjadi kontak dengan selulosa.

Asam perklorat yang panas merupakan suatu pengoksidasi yang sangat kuat, dapat menghancurkan alloy dan baja serta material-material yang tidak mampu dirombak oleh asam mineral lain. 14)

Sifat-sifat fisika HClO_4 pekat dapat dilihat pada tabel 4. 11)

Tabel 4. Sifat-sifat fisika HClO_4 pekat

Konsentrasi dalam air	72,4 % v/v
Berat jenis (25 °C)	1,70 g/ml
Titik didih	203 °C
Titik beku	-18 °C
Kelarutan dalam air	sangat larut

E. Spektrofotometer Serapan Atom

Spektrofotometer Serapan Atom merupakan suatu metode spektrofotometer yang mengukur penyerapan energi sinar oleh atom-atom netral dalam keadaan gas. Daerah spektrum yang dapat diukur dengan metode ini adalah sinar tampak dan ultra violet. 6)

Dalam analisis secara SSA, unsur yang dianalisis berada sebagai atom netral dalam keadaan uap, yang disinari dengan berkas sinar dari sumber sinar yang memiliki panjang gelombang (λ) monokromatis yang spesifik untuk suatu logam tertentu. Lampu katoda berongga (Hollow-cathode lamp) yang digunakan akan memancarkan sinar yang akan melalui uap atom-atom netral yang kemudian dideteksi oleh detektor setelah melewati monokromator. 10)



Salah satu keistimewaan alat ini adalah pelaksanaan analisisnya yang sangat sederhana, peka, teliti, cepat, serta analisa suatu logam tertentu dapat dilakukan meskipun terdapat unsur-unsur lain tanpa perlu pemisahan atau pemurnian terlebih dahulu. 3)

Penyerapan sinar oleh atom-atom netral unsur logam sebanding dengan konsentrasi unsur logam tersebut dalam nyala, sehingga konsentrasi unsur logam dalam contoh dapat ditentukan.

Hubungan antara penyerapan cahaya dengan konsentrasi pada panjang gelombang tertentu dinyatakan dalam "Hukum Lambert-Beer" sebagai : 6)

$$A = \log \frac{P_0}{P_t} = a.b.C$$

dimana : A = Absorbans (serapan)

P_0 = Intensitas cahaya mula-mula

P_t = Intensitas sinar yang diteruskan

a = Tetapan absorptivitas

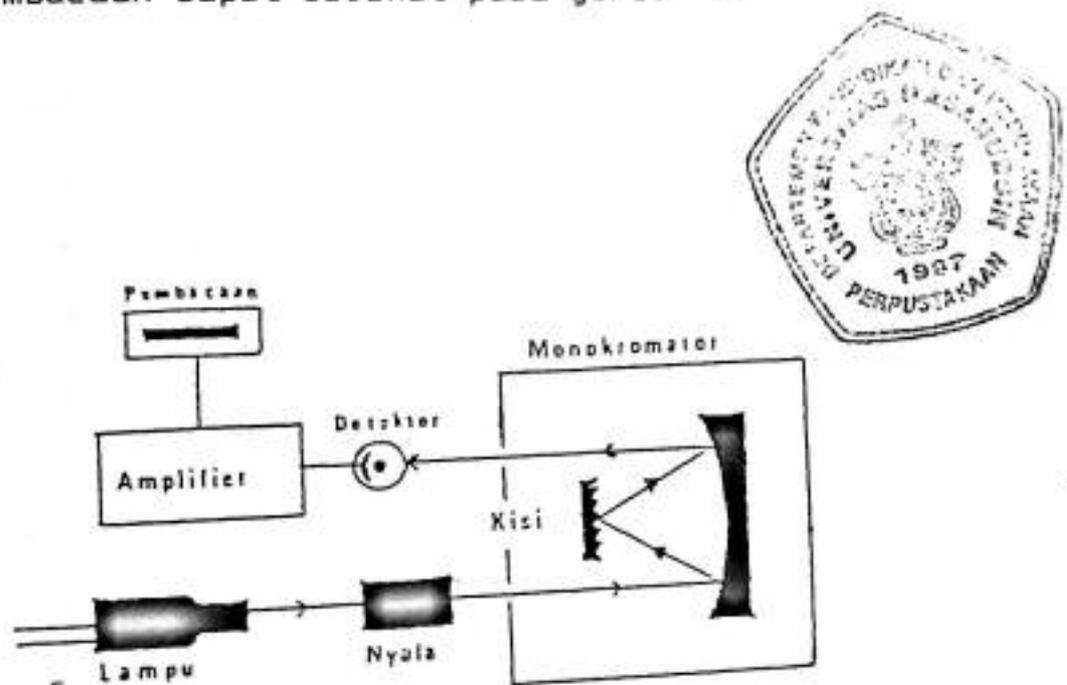
b = Panjang jalan sinar dalam nyala

C = Konsentrasi

Cara menentukan larutan cuplikan adalah dengan membandingkan absorbans (A) dari larutan cuplikan dengan absorbans (A) dari larutan standar yang diketahui konsentrasinya. Dibuat kurva kalibrasi absorbans (A) terhadap konsentrasi (C) yang berupa

garis lurus. A larutan cuplikan dialurkan pada kurva kalibrasi tersebut, maka konsentrasi unsur yang dianalisis dalam larutan cuplikan dapat ditentukan. 10)

Komponen dasar dari SSA berupa : hollow-cathode lamp atomizer, monokromator, detektor, amplifier dan sistem pembacaan dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Komponen dasar SSA 7)

BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

A. Peralatan yang digunakan

1. Gelas kimia 50 ml
2. Gelas ukur 50 ml
3. Pipet skala
4. Pipet volume (gondok)
5. Hot plate
6. Erlenmeyer 100 ml
7. Neraca analitik
8. Karet isap
9. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), Shimadzu
10. Labu ukur 50 ml
11. Labu ukur 100 ml
12. Termometer
13. Van-Ven Grab
14. Tali
15. Cawan porselin
16. Kertas saring Whatman 41
17. Corong
18. Oven

B. Bahan yang digunakan

1. Udara
2. Gas asetilen
3. Akuades
4. Asam nitrat p.a E. Merck
5. Asam klorida p.a E. Merck
6. Asam perklorat p.a E. Merck
7. Asam sulfat p.a E. Merck
8. $\text{CdCl}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ E. Merck
9. $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ E. Merck

C. Metode Kerja

1. Pengambilan dan Penanganan Cuplikan

Cuplikan sedimen laut diambil dengan alat "Van-Ven Grab" dengan bantuan tali dari pantai Ujung Pandang. Cuplikan kemudian dimasukkan ke dalam kantong plastik sebelum pengerjaan.

Untuk analisis kimia, cuplikan basah terlebih dahulu dikeringkan pada suhu $\pm 90^\circ\text{C}$ dalam oven sampai diperoleh berat konstan. Cuplikan kemudian dihaluskan sampai menjadi bubuk.

2. Pelarutan Cuplikan

a. Pelarutan dengan Campuran $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$

- Cuplikan ditimbang dengan teliti sebanyak 0,5000 gram ke dalam gelas kimia yang bersih dan kering.

- Ke dalam gelas kimia tersebut ditambahkan 3 ml HNO_3 pekat kemudian diikuti penambahan 3 ml HClO_4 pekat, kemudian dibiarkan semalam.
- Gelas kimia kemudian dipanaskan pada suhu $\pm 90^\circ\text{C}$ sampai larutan menjadi jernih.
- Selanjutnya gelas kimia didinginkan pada suhu kamar.
- Ke dalam gelas kimia tersebut ditambahkan 40 ml akuades, kemudian disaring.
- Larutan tersebut ditepatkan volumenya menjadi 50 ml dengan akuades dalam labu ukur.
- Larutan siap dianalisis dengan SSA.

Prosedur pelarutan yang menggunakan campuran asam HCl-HNO_3 , HCl-HClO_4 , $\text{HCl-H}_2\text{SO}_4$, $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$, dan $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HClO}_4$ dengan perbandingan 1 : 1 dikerjakan dengan cara yang sama seperti di atas.

b. Pelarutan dengan Campuran $\text{HCl-HNO}_3\text{-HClO}_4$

- Cuplikan ditimbang dengan teliti sebanyak 0,5000 gram ke dalam gelas kimia yang bersih dan kering.
- Ke dalam gelas kimia tersebut ditambahkan 2 ml HCl pekat kemudian diikuti penambahan 2 ml HNO_3 pekat, kemudian dibiarkan semalam.

- Gelas kimia kemudian dipanaskan pada suhu ± 90 °C sampai larutan menjadi jernih.
- Selanjutnya ditambahkan 2 ml HClO₄ pekat.
- Pemanasan dilanjutkan sampai asam hampir habis menguap.
- Gelas kimia kemudian didinginkan pada suhu kamar.
- Ke dalam gelas kimia tersebut ditambahkan 40 ml akuades, kemudian disaring.
- Larutan tersebut ditepatkan volumenya menjadi 50 ml dengan akuades dalam labu ukur.
- Larutan siap dianalisis dengan SSA.

Prosedur pelarutan yang menggunakan campuran asam HCl-H₂SO₄-HClO₄, HCl-HNO₃-H₂SO₄, HNO₃-H₂SO₄-HClO₄ dengan perbandingan 1 : 1 : 1 dikerjakan dengan cara yang sama seperti di atas.

D. Pembuatan Kurva Baku

Kurva baku dibuat untuk masing-masing logam dengan empat deret konsentrasi (mg/L).

Tabel 5. Garam yang digunakan untuk pembuatan kurva baku

Logam	Garam yang digunakan
Cd	CdCl ₂ .3H ₂ O
Cu	CuCl ₂ .2H ₂ O



- Larutan baku Kadmium (Cd). Ditimbang dengan teliti 0,2112 gram $\text{CdCl}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ lalu dilarutkan dengan akuades dan ditepatkan volumenya 100 ml dalam labu ukur. Larutan induk ini setara dengan 1000 mg/L kadar Cd. Larutan induk ini diambil sejumlah volume tertentu dan diencerkan sehingga didapatkan larutan baku Cd : 0,08; 0,1; 0,2; dan 0,3 mg/L.
- Larutan baku Tembaga (Cu). Ditimbang dengan teliti 0,2862 gram $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ lalu dilarutkan dengan akuades dan ditepatkan volumenya menjadi 100 ml dalam labu ukur. Larutan induk ini setara dengan 1000 mg/L kadar Cu. Larutan induk ini diambil sejumlah volume tertentu dan diencerkan sehingga didapatkan larutan baku Cu : 0,2; 0,4; 0,6; dan 0,8 mg/L.

E. Penentuan Kadar Logam Cd dan Cu dengan Metode SSA

- Kadar logam Cd dan Cu dalam larutan cuplikan ditetapkan dengan SSA menggunakan lampu katoda berongga khusus untuk setiap logam sebagai sumber sinar.
- Pembacaan absorbans dilakukan dengan mengatur slit dan panjang gelombang (λ) seperti pada tabel 6.

Tabel 6. Penentuan Kadar Logam Cd dan Cu dengan Metode SSA.

Logam	Slit (nm)	Panjang gelombang (nm)
Kadmium (Cd)	0,38	288,8
Tembaga (Cu)	0,38	324,7



F. Teknik Pengumpulan dan Analisis Data

Pengumpulan data dilakukan dengan cara mengukur absorbans masing-masing larutan hasil ekstraksi dengan berbagai kombinasi asam mineral untuk masing-masing logam Cd dan Cu. Metoda yang digunakan adalah spektrofotometri serapan atom.

Untuk mendapatkan konsentrasi logam dari masing-masing pengerjaan, terlebih dahulu dibuat kurva kalibrasi antara absorbans (A) terhadap konsentrasi (C) dari larutan standar untuk masing-masing Cd dan Cu. Dengan bantuan persamaan garis regresi dibuat garis lurus antara serapan dan konsentrasi.

Sumbu X adalah konsentrasi dalam mg/L, sedangkan sumbu Y adalah nilai serapan (A). Persamaan garis regresi adalah : $Y = a + bX$

dimana : \bar{a} = suatu tetapan (intersep)

b = kemiringan garis ($\text{tg } \alpha$)

Nilai a dan b dapat dihitung dengan rumus : 14)

$$a = \frac{(\Sigma Y) (\Sigma X^2) - (\Sigma X) (\Sigma XY)}{n (\Sigma X^2) - (\Sigma X)^2}$$

$$b = \frac{n \Sigma(XY) - \Sigma X \cdot \Sigma Y}{n \Sigma X^2 - (\Sigma X)^2}$$

dimana n adalah banyaknya pengukuran.

Nilai serapan (A) dari larutan contoh diplotkan dalam kurva kalibrasi tersebut, sehingga diperoleh

konsentrasi logam dalam cuplikan. Kandungan logam berat Cd dan Cu dalam cuplikan dapat diketahui dengan persamaan berikut :

$$C = \frac{V \cdot c}{a}$$

dimana : C = konsentrasi Cd atau Cu dalam cuplikan
(mg/g)

V = volume penetapan (ml)

c = konsentrasi larutan contoh (mg/L)

a = berat sampel (gram)

G. Pengujian Metode Ekstraksi

Untuk tahap ini, metode ekstraksi yang paling baik dilihat dengan membandingkan kadar yang diperoleh. Disamping itu dilakukan juga uji kedapatulangan yaitu dengan melihat harga deviasi standar relatif kandungan logam Cd dan Cu dari setiap kombinasi asam yang digunakan. Suatu metode mempunyai kecermatan yang tinggi bilamana standar deviasi relatifnya kecil.

Nilai standar deviasi relatif dihitung dengan rumus : 14)

$$SDR = \frac{\text{Standar Deviasi (SD)}}{\bar{X}} \times 100\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}} \quad ; n = \text{jumlah pengukuran}$$

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Empat asam mineral masing-masing HCl , HNO_3 , H_2SO_4 , dan HClO_4 yang dikombinasikan dua dan tiga, telah diuji sebagai pengekstraksi logam Cd dan Cu dari sedimen laut. Dari analisis kimia terlihat bahwa beberapa dari kombinasi tiga asam mineral relatif lebih efektif dari pada kombinasi dua asam mineral. Hal ini dapat dilihat dari konsentrasi logam Cd dan Cu yang diperoleh.

Konsentrasi logam Cd dan Cu hasil analisis, masing-masing dapat dilihat pada tabel 7 dan 8.

A. Logam Kadmium (Cd)

Konsentrasi logam Cd hasil analisis dapat dilihat pada tabel 7 berikut. Data selengkapnya disajikan pada lampiran 5.

Tabel 7. Konsentrasi Logam Cd ($\mu\text{g/g}$) dalam Cuplikan Sedimen Laut Hasil Analisis.

No.	Kombinasi Asam	Konsentrasi logam rata-rata ($\mu\text{g/g}$)	Standar deviasi	Standar deviasi relatif (%)
1.	HCl-HNO ₃	5,8500	0,2364	4,04
2.	HCl-HClO ₄	12,4433	0,2714	2,18
3.	HCl-H ₂ SO ₄	6,5033	0,4682	7,19
4.	HNO ₃ -HClO ₄	12,0690	0,1056	0,87
5.	HNO ₃ -H ₂ SO ₄	4,9167	0,2318	4,71
6.	H ₂ SO ₄ -HClO ₄	8,4000	0,4700	5,59
7.	HCl-HNO ₃ -HClO ₄	13,1633	0,1616	1,23
8.	HCl-H ₂ SO ₄ -HClO ₄	11,5133	0,2714	2,40
9.	HCl-HNO ₃ -H ₂ SO ₄	6,5333	0,4650	7,12
10.	HNO ₃ -H ₂ SO ₄ -HClO ₄	9,5800	0,2364	2,47

Dari tabel di atas terlihat bahwa kombinasi asam HCl-HNO₃-HClO₄, memberikan hasil yang paling baik dibandingkan dengan kombinasi tiga asam lainnya dengan konsentrasi logam Cd yang diperoleh 13,1633 $\mu\text{g/g}$ dan standar deviasi relatif sebesar 1,23 %. Disamping itu terlihat bahwa kombinasi asam HCl-HClO₄ juga memberikan hasil yang lebih besar dibandingkan dengan kombinasi dua asam lainnya dengan konsentrasi logam Cd yang diperoleh sebesar 12,4433 $\mu\text{g/g}$ dan standar deviasi relatif sebesar 2,18 %.

Kombinasi dua asam lainnya yang memberikan konsentrasi logam Cd besar adalah $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ yang hampir sama dengan HCl-HClO_4 dan standar deviasi relatifnya adalah 0,87 %. Walaupun konsentrasi logam Cd yang diperoleh hanya berbeda 0,3743 $\mu\text{g/g}$, tetapi standar deviasi relatifnya yang lebih rendah, maka kombinasi $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ ini mempunyai kecermatan yang lebih tinggi untuk ekstraksi logam Cd dengan kombinasi dua asam. Hal ini disebabkan karena kedua asam ini merupakan asam yang paling kuat.

Mekanisme terikatnya logam dalam sedimen dengan komposisi kimia dan sifat fisika yang berbeda-beda merupakan hal yang sangat penting dalam perolehan logam tersebut. Adanya perbedaan konsentrasi logam yang diperoleh dari kombinasi-kombinasi asam yang digunakan menunjukkan bahwa tidak semua asam tersebut mampu menguraikan senyawa-senyawa baik organik maupun anorganik tempat terikatnya logam. Tetapi nampak dalam tabel 7 bahwa kombinasi asam yang menggunakan HClO_4 umumnya memberikan perolehan logam yang relatif lebih besar. Hal ini disebabkan karena HClO_4 adalah asam mineral yang relatif lebih kuat dibandingkan dengan ketiga asam lainnya.

Bila dibandingkan dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Indrajaya (1991), dengan menggunakan kombinasi asam $\text{HF-HNO}_3\text{-HClO}_4$ maka konsentrasi logam

yang diperoleh pada penelitian ini lebih besar $\pm 1,45$ kali. Hal ini disebabkan oleh semakin bertambahnya konsentrasi logam Cd yang terbang ke dalam lingkungan pantai Ujung Pandang dalam kurun waktu 6 (enam) tahun. Hal ini berarti pula bahwa kombinasi asam $\text{HCl-HNO}_3\text{-HClO}_4$ dengan perbandingan 1 : 1 : 1 juga efektif digunakan untuk ekstraksi logam Cd.

B. Logam Tembaga (Cu)

Konsentrasi logam Tembaga (Cu) hasil analisis dapat dilihat pada tabel B berikut. Data selengkapnya disajikan pada lampiran 6.

Tabel B. Konsentrasi Logam Cu ($\mu\text{g/g}$) dalam Cuplikan Sedimen Laut Hasil Analisis.

No.	Kombinasi Asam	Konsentrasi logam rata-rata ($\mu\text{g/g}$)	Standar deviasi	Standar deviasi relatif (%)
1.	HCl-HNO_3	45,4467	9,2824	20,42
2.	HCl-HClO_4	71,1467	1,2450	1,75
3.	$\text{HCl-H}_2\text{SO}_4$	42,1367	1,0052	2,39
4.	$\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$	65,0500	0,5770	0,89
5.	$\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$	37,2400	0,8727	2,34
6.	$\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HClO}_4$	39,3967	1,9039	4,83
7.	$\text{HCl-HNO}_3\text{-HClO}_4$	74,9300	0,4330	0,58
8.	$\text{HCl-H}_2\text{SO}_4\text{-HClO}_4$	53,0967	0,8730	1,65
9.	$\text{HCl-HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$	45,5400	0,7500	1,65
10.	$\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4\text{-HClO}_4$	62,3130	0,6292	1,01



Dari tabel di atas terlihat bahwa untuk analisis Cu, maka kombinasi asam HCl-HNO₃-HClO₄ memberikan hasil yang paling baik dibandingkan dengan kombinasi tiga asam lainnya dengan konsentrasi logam Cu yang diperoleh 74,9300 µg/g dan standar deviasi relatif 0,58 %. Selain itu, kombinasi HCl-HClO₄ juga memberikan hasil yang lebih besar dibandingkan dengan kombinasi dua asam lainnya dengan konsentrasi logam Cu yang diperoleh sebesar 71,1467 µg/g dan standar deviasi relatifnya sebesar 1,75 %. Seperti halnya dengan analisis Cd, maka kombinasi HNO₃-HClO₄ untuk analisis tembaga (Cu) memberikan kecermatan yang lebih tinggi dengan standar deviasi relatif paling rendah diantara kombinasi dua asam lainnya sebesar 0,89 %. Akan tetapi dilihat dari konsentrasi logam Cu yang diperoleh lebih kecil dari pada konsentrasi yang diperoleh dengan menggunakan HCl-HClO₄, maka untuk analisis tembaga, kombinasi HCl-HClO₄ ini tetap diharapkan memberikan hasil yang lebih baik.

Bila dibandingkan dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Indrajaya (1991) yang menggunakan HF, maka konsentrasi Cu tertinggi yang diperoleh dari penelitian ini lebih kecil ± 0,812 kali. Hal ini diduga bahwa Cu banyak terdapat sebagai senyawa anorganik silikat yang lebih efektif larut dalam HF.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis kimia, maka dapat disimpulkan bahwa :

kombinasi asam mineral yang paling baik digunakan untuk ekstraksi logam Cd dan Cu dari sedimen laut adalah HCl-HNO₃-HClO₄, dimana konsentrasi logam Cd dan Cu yang diperoleh masing-masing 13,1633 µg/g dan 74,9300 µg/g, dan standar deviasi relatif masing-masing 1,23 % dan 0,58 % .

B. S a r a n

Karena pada penelitian ini perbandingan volume HCl-HNO₃-HClO₄ 1 : 1 : 1, serta berat sampel 500 maka perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai perbandingan volume kombinasi asam tersebut yang paling baik, serta pengaruh berat sampel yang digunakan terhadap perolehan logam.

DAFTAR PUSTAKA



1. Cantle, J.E., 1982. *Atomic Absorption Spectrometri*. Amsterdam, Oxford, New York : Elsevier Publishing Company.
2. Cotton, F.A. and G. Wilkinson., 1976. *Basic Inorganic Chemistry*. Sehu Willey & Son Inc.
3. C., Lu, Frank, 1995. *Toksikologi Dasar*, Edisi kedua, Universitas Indonesia, UI-Press.
4. Connel, Des. W., and Miller, Gregory, J., 1995. *Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran*, penerjemah Yanti Koestoev, Universitas Indonesia, UI-Press.
5. Considine, Douglas. M., 1988. *Chemical and Process Teknologi Encyclopedia*, 1st ed, Mc. Graw - Hill Book Company.
6. Day, R.A., and A.L. Underwood. 1983. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Ed. 4. Jakarta, Erlangga.
7. Diannajaya, Indra., 1991. *Distribusi Logam Berat Cu, Cd, Pb, dan Zn dalam Sedimen Permukaan Laut Dangkal*, (Skripsi Kesarjanaan, S-1). Tidak diterbitkan. Ujung Pandang : FMIPA UNHAS.
8. Geyer, R.A., 1981. *Marine Environmental Pollution*, Amsterdam, Oxford, New York : Elsevier Publishing Company.
9. Keenan, Klienfelter, Wood, 1993. *Kimia Untuk Universitas*, Jilid 2, Ed. keenam, Jakarta : Erlangga.
10. Noor, Alfian (editor), 1989. *Teknik Dasar Instrumentasi Optik Kimia untuk Riset & Pengembangan (R&D) Iptek*, Ujung Pandang : Lab. Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA UNHAS.
11. Meyer, Eugene, 1977. *Chemical of Hazardous Material*, Prentice Hall Inc. Eglewood diffs. New Jersey.
12. Ozkan, M.A., et al., 1978. *Extraction of Heavy Metals From Marine Sediments For Analysis by Atomic Absorption Spectrometry - Some Factors Affecting Extraction Efficiency*, Middle East Technical University, Turkey.

13. Palar, Haryanto, 1984. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Edisi Pertama, Jakarta : Rineka Cipta.
14. Skoog., West., and Holler, 1992. *Fundamental of Analytical Chemistry*, 6th ed. Saunders College Publishing Company.
15. Sujana, 1992. *Metoda Statistika*, Tarsito, Bandung.
16. V. Pragatheeswaran, 1994. *Manual of Methods In Aquatic Environment Research-Analytical Procedures for Heavy Metals, Pesticides & Petroleum Hydrocarbon*. SNC-Lavalin International Inc. Australia.



L A M P I R A N

Lampiran 1

Persamaan garis regresi Cd.

Konsentrasi (mg/L) (X)	Serapan (Y)
0,08	0,007
0,08	0,007
0,08	0,006
0,08	0,008
0,1	0,009
0,1	0,009
0,1	0,009
0,1	0,009
0,2	0,022
0,2	0,021
0,2	0,024
0,2	0,021
0,3	0,030
0,3	0,029
0,3	0,030
0,3	0,031

Persamaan garis regresi $Y = a + bX$, dan berdasarkan pada persamaan di halaman 25 diperoleh :

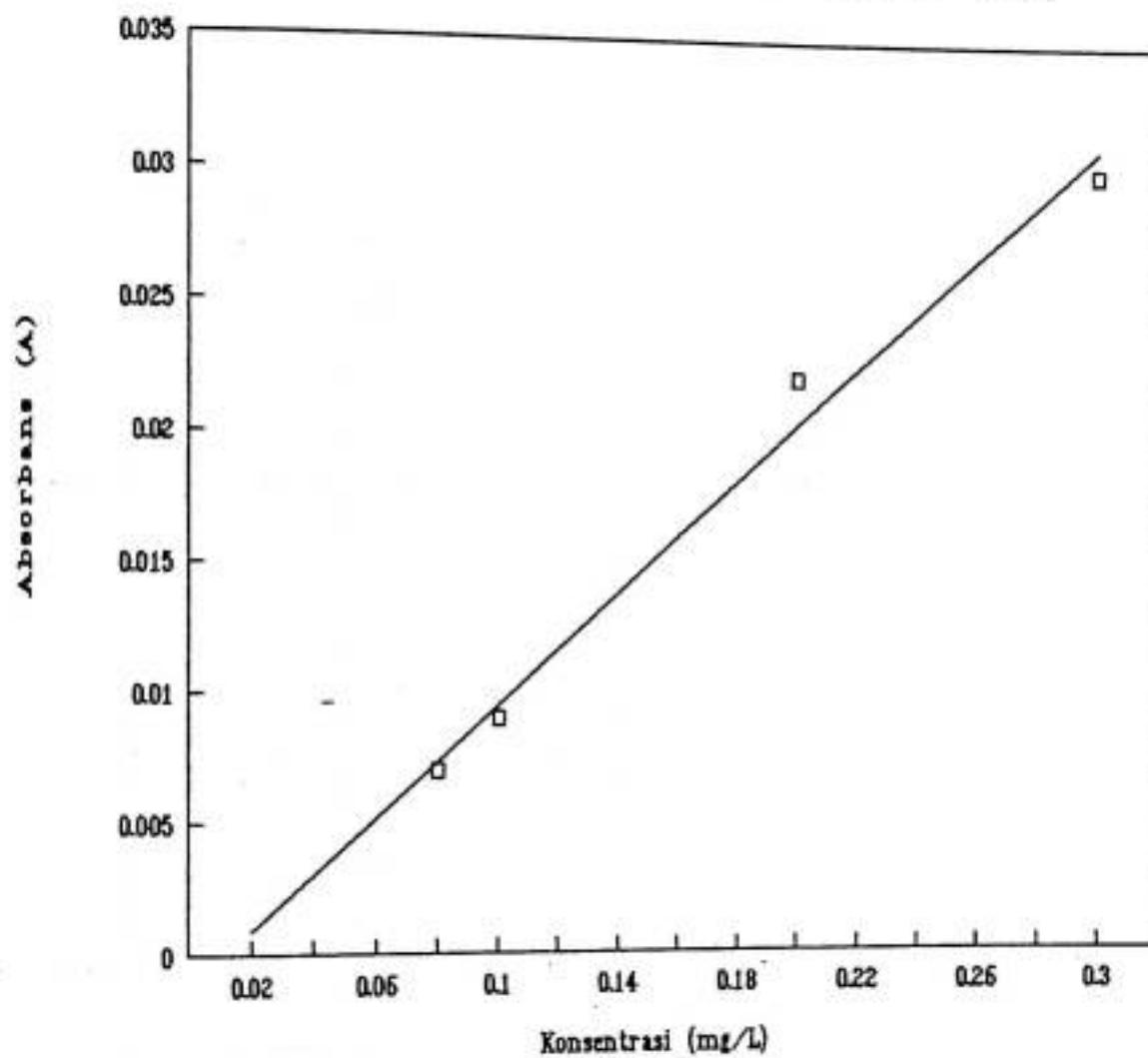
$$a = - 1,2143 \times 10^{-3}$$

$$b = 0,1071$$

$$Y = - 1,2143 \times 10^{-3} + 0,1071 \times X$$

Lampiran 2

KURVA KALIBRASI KADMIUM (Cd)



Lampiran 3

Persamaan garis regresi Cu

Konsentrasi (mg/L) (X)	Serapan (Y)
0,2	0,010
0,2	0,009
0,2	0,008
0,2	0,009
0,4	0,017
0,4	0,016
0,4	0,019
0,4	0,016
0,6	0,025
0,6	0,025
0,6	0,025
0,6	0,026
0,8	0,032
0,8	0,032
0,8	0,033
0,8	0,034

Persamaan garis regresi $Y = a + bX$, dan berdasarkan pada persamaan di halaman 25 diperoleh :

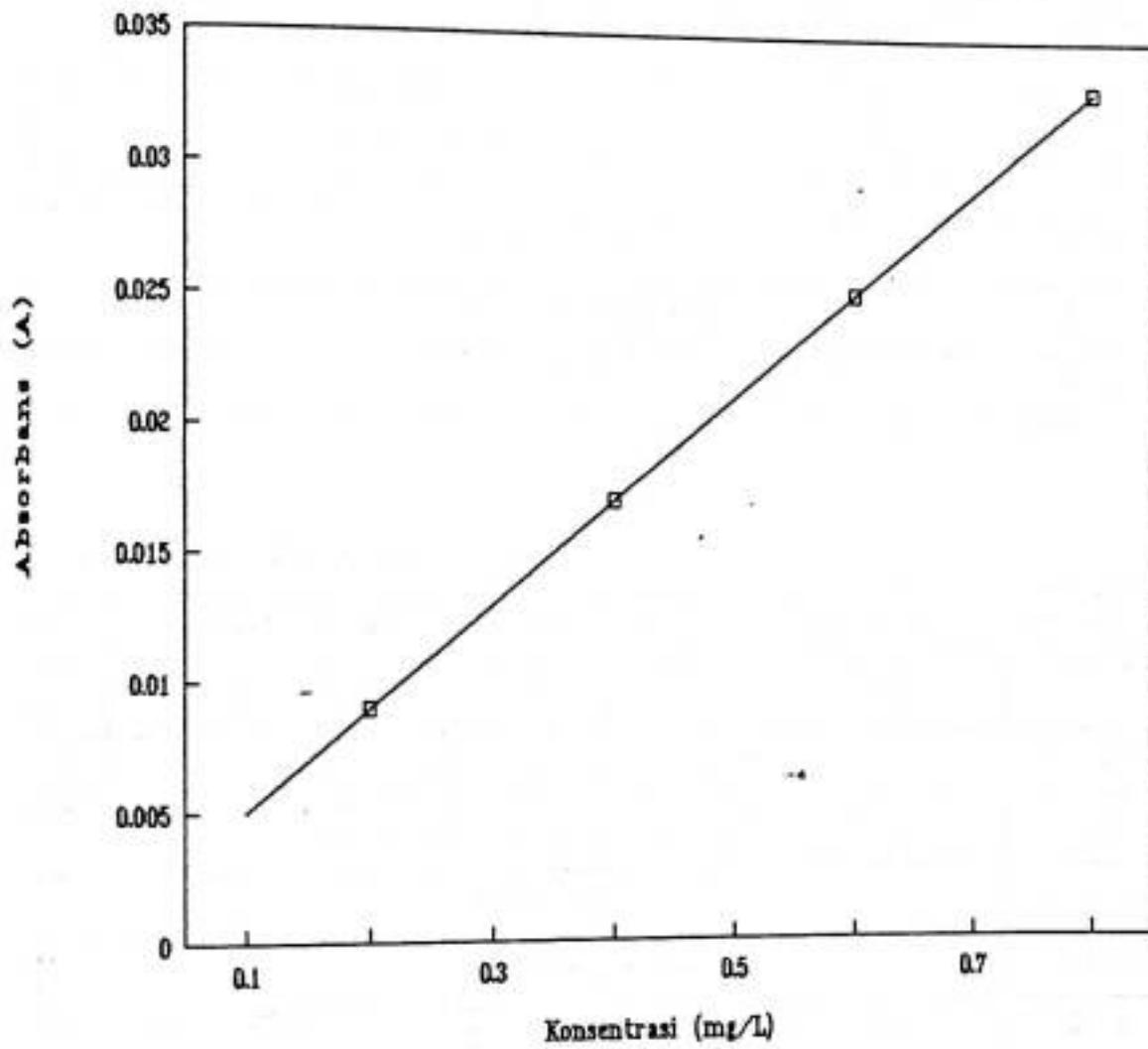
$$a = 10^{-3}$$

$$b = 0,0402$$

$$Y = 10^{-3} + 0,0402 \times X$$

Lampiran 4

KURVA KALIBRASI TEMBAGA (Cu)





Lampiran 5 (lanjutan)

3. Kombinasi HCl-H₂SO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Cuplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0160	0,1607	8,035	6,07
2.	5	0,5000	0,0164	0,1644	8,220	6,44
3.	5	0,5000	0,0170	0,1700	8,500	7,00
Rata-rata						6,5033
Standar deviasi						0,4682
Standar deviasi relatif (%)						7,19

4. Kombinasi HNO₃-HClO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0225	0,2213	11,0650	12,130
2.	5	0,5000	0,0223	0,2195	10,9733	11,947
3.	5	0,5000	0,0225	0,2213	11,0650	12,130
Rata-rata						12,0690
Standar deviasi						0,1056
Standar deviasi relatif (%)						0,87

5. Kombinasi HNO₃-H₂SO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Cuplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0150	0,1513	7,5650	5,130
2.	5	0,5000	0,0145	0,1467	7,3350	4,670
3.	5	0,5000	0,0148	0,1495	7,4750	4,950
Rata-rata						4,9167
Standar deviasi						0,2318
Standar deviasi relatif (%)						4,71

6. Kombinasi H₂SO₄+HClO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Cuplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0190	0,1887	9,4350	8,87
2.	5	0,5000	0,0185	0,1840	9,2000	8,40
3.	5	0,5000	0,0180	0,1793	8,9650	7,93
Rata-rata						8,4000
Standar deviasi						0,4700
Standar deviasi relatif (%)						5,59

7. Kombinasi HCl+HNO₃+HClO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0238	0,2335	11,6750	13,35
2.	5	0,5000	0,0235	0,2307	11,5350	13,07
3.	5	0,5000	0,0235	0,2307	11,5350	13,07
Rata-rata						13,1633
Standar deviasi						0,1616
Standar deviasi relatif (%)						1,23

8. Kombinasi HCl+H₂SO₄+HClO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0220	0,2167	10,8350	11,67
2.	5	0,5000	0,0220	0,2167	10,8350	11,67
3.	5	0,5000	0,0215	0,2120	10,6000	11,20
Rata-rata						11,5133
Standar deviasi						0,2714
Standar deviasi relatif (%)						2,40

9. Kombinasi HCl-HNO₃-H₂SO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Cuplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0170	0,1700	8,5000	7,00
2.	5	0,5000	0,0165	0,1653	8,2650	6,53
3.	5	0,5000	0,0160	0,1607	8,0350	6,07
Rata-rata						6,5333
Standar deviasi						0,4650
Standar deviasi relatif (%)						7,12

10. Kombinasi HNO₃-H₂SO₄-HClO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Cuplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0195	0,1933	9,6650	9,33
2.	5	0,5000	0,0200	0,1980	9,9000	9,80
3.	5	0,5000	0,0198	0,1961	9,8050	9,61
Rata-rata						9,5800
Standar deviasi						0,2364
Standar deviasi relatif (%)						2,47



Lampiran 6

Absorbans dan Konsentrasi Logam Cu Hasil Analisis

1. Kombinasi HCl+HNO₃

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Cuplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0250	0,5978	29,890	49,78
2.	5	0,5000	0,0258	0,6177	30,885	51,77
3.	5	0,5000	0,0230	0,4479	22,395	34,79
Rata-rata						45,4467
Standar deviasi						9,2824
Standar deviasi relatif (%)						20,42

2. Kombinasi HCl+HClO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Cuplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0335	0,8115	40,5750	71,15
2.	5	0,5000	0,0330	0,7990	39,9500	69,90
3.	5	0,5000	0,0340	0,8239	41,1950	72,39
Rata-rata						71,1467
Standar deviasi						1,2450
Standar deviasi relatif (%)						1,75

Lampiran 6 (lanjutan)

3. Kombinasi HCl-H₂SO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0210	0,5230	26,1500	42,30
2.	5	0,5000	0,0223	0,5305	26,5250	43,05
3.	5	0,5000	0,0215	0,5116	25,5300	41,06
Rata-rata						42,1367
Standar deviasi						1,0050
Standar deviasi relatif (%)						2,39

4. Kombinasi HNO₃-HClO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0310	0,7472	37,3600	64,72
2.	5	0,5000	0,0314	0,7572	37,8600	65,72
3.	5	0,5000	0,0310	0,7472	37,3600	64,72
Rata-rata						65,0500
Standar deviasi						0,5770
Standar deviasi relatif (%)						0,89

5. Kombinasi HNO₃-H₂SO₄

No.	Penambahan logam (µg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (µg)	Konsentrasi (µg/g)
1.	5	0,5000	0,0203	0,4807	24,0350	38,07
2.	5	0,5000	0,0200	0,4732	23,6600	37,32
3.	5	0,5000	0,0196	0,4633	23,1650	36,33
Rata-rata						37,2400
Standar deviasi						0,8727
Standar deviasi relatif (%)						2,34

Lampiran 6 (lanjutan)

6. Kombinasi $H_2SO_4 + HClO_4$ 

No.	Penambahan logam (μg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (μg)	Konsentrasi ($\mu\text{g/g}$)
1.	5	0,5000	0,0200	0,4732	23,6600	37,32
2.	5	0,5000	0,0215	0,5106	25,5300	41,06
3.	5	0,5000	0,0210	0,4981	24,9050	39,81
Rata-rata						39,3967
Standar deviasi						1,9039
Standar deviasi relatif (%)						4,83

7. Kombinasi $HCl + HNO_3 + HClO_4$

No.	Penambahan logam (μg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (μg)	Konsentrasi ($\mu\text{g/g}$)
1.	5	0,5000	0,0350	0,8468	42,3400	74,68
2.	5	0,5000	0,0353	0,8543	42,7150	75,43
3.	5	0,5000	0,0350	0,8468	42,3400	74,68
Rata-rata						74,9300
Standar deviasi						0,4330
Standar deviasi relatif (%)						0,58

8. Kombinasi $HCl + H_2SO_4 + HClO_4$

No.	Penambahan logam (μg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (μg)	Konsentrasi ($\mu\text{g/g}$)
1.	5	0,5000	0,0263	0,6301	31,5050	53,01
2.	5	0,5000	0,0267	0,6401	32,0050	54,01
3.	5	0,5000	0,0260	0,6227	31,1350	52,27
Rata-rata						53,0967
Standar deviasi						0,8730
Standar deviasi relatif (%)						1,64

Lampiran 6 (lanjutan)

9. Kombinasi $\text{HCl} + \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$

No.	Penambahan logam (μg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (μg)	Konsentrasi ($\mu\text{g/g}$)
1.	5	0,5000	0,0230	0,5479	27,3950	44,79
2.	5	0,5000	0,0236	0,5629	28,1450	46,29
3.	5	0,5000	0,0233	0,5554	27,7700	45,54
Rata-rata						45,5400
Standar deviasi						0,75
Standar deviasi relatif (%)						1,65

10. Kombinasi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HClO}_4$

No.	Penambahan logam (μg)	Berat Duplikan (gram)	Absorban rata-rata	Konsentrasi (mg/L)	Kandungan logam/50 ml (μg)	Konsentrasi ($\mu\text{g/g}$)
1.	5	0,5000	0,0300	0,7223	36,1150	62,23
2.	5	0,5000	0,0303	0,7298	36,4900	62,98
3.	5	0,5000	0,0298	0,7173	35,8650	61,73
Rata-rata						62,3130
Standar deviasi						0,6292
Standar deviasi relatif (%)						1,01

Lampiran 7

Contoh perhitungan konsentrasi logam Cd atau Cu serta standar deviasi relatifnya.

Dari lampiran 5 untuk kombinasi HCl-HNO₃ diperoleh absorbans rata-rata sebesar 0,0156 pada pengerjaan pertama. Nilai absorbans ini diplot dalam kurva kalibrasi Cd, diperoleh konsentrasi larutan contoh = 0,1588 mg/L, dengan volume penetapan 50 ml dari 0,5000 gram cuplikan yang dianalisis.

$$\text{Dari persamaan : } C = \frac{V \times c}{a}$$

diperoleh konsentrasi logam Cd dalam sedimen yaitu :

$$C = \frac{(50 \text{ ml} \times 0,1588 \text{ mg/L}) - 5 \mu\text{g}}{0,5000 \text{ gram}} \\ = 5,88 \mu\text{g/g}$$

Untuk perhitungan standar deviasi relatif, diambil konsentrasi logam Cd setiap pengerjaan, sbb:

No.	Konsentrasi ($\mu\text{g/g}$) x_i	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1.	5,88	0,03	0,0009
2.	6,07	0,22	0,0484
3.	5,60	-0,25	0,0625
$\bar{x} = 5,85$		$\Sigma(x_i - \bar{x})^2 = 0,1118$	

Berdasarkan persamaan pada halaman 26, diperoleh :

$$SD = \sqrt{\frac{0,1118}{2}} = 0,2364$$

$$SDR = \frac{0,2364}{5,85} \times 100 \% = 4,04 \%$$

Lampiran 8

Kondisi Optimum SSA untuk Logam Cd dan Cu.

No.	K o n d i s i	Logam	
		Cd	Cu
1.	Panjang gelombang, λ (nm)	228,8	324,7
2.	Arus lampu (mA)	5	5
3.	Lebar celah ($^{\circ}$ A)	3,8	3,8
4.	Laju alir udara (L/menit)	10	10
5.	Laju alir asetilen (L/menit)	4	2,3

Lampiran 9

Skema Prosedur Kerja

