

**KANDUNGAN LOGAM BERAT Fe, Cu, dan Cd DALAM
SAMPEL SEDIMEN DAN KANGKUNG DI PERAIRAN
SUNGAI SEMENANJUNG MURIA**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si.) Program Studi Ilmu Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jogjakarta**



Disusun Oleh :

HARIS JONI RIMBAWAN

No Mhs : 00612063

**JURUSAN ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA**

2004

**KANDUNGAN LOGAM BERAT Fe, Cu, dan Cd DALAM
SAMPEL SEDIMEN DAN KANGKUNG DI PERAIRAN
SUNGAI SEMENANJUNG MURIA**

Oleh :

**HARIS JONI RIMBAWAN
00 612 063**

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 3 Juli 2004

Dewan Penguji

1. Is Fatimah, M. Si.
2. Dwiarso Rubianto, S.Si.
3. Dr.Ir. Agus Taftazani
4. Riyanto, M.Si.

Tanda tangan



Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia



Jaka Nugraha, M.Si.)

JADIKANLAH PENGALAMAN GURU TERBAIK DALAM HIDUP

**JANGANLAH MENCINTAI, MENYAYANGI... SESUATU
BERLEBIHAN**

**INGATLAH BAHWA SEMUA YANG KITA MILIKI ADALAH
HANYA TITIPAN DARI ALLAH SWT SUATU SAAT PASTI KITA
AKAN BERPISAH**

♥ KUPERSEMBAHKAN SKRIPSIKU ♥

**Buat Bapak dan Ibunda tercinta yang menyayangiku, mendukungku, dan
memberikan segalanya**

**Mas Gimin, Mba Sri, Mba Tri, Mas Ipung, Pakde-Bude, fahmi ama adek Upik makasih
buat semua dukungannya dan selalu menemaniku disaat senang, sedih, menanggis
dan dalam kesendirianku**

**Ade' KU yang telah memberikan segalanya buat mamas (kemanapun ade'pergi...)
Sahabat2 sejawatiku Wondo, Arie, Agus, Sigit, Eka.....makasih udah bantu aku buat
segalanya, nemenin aku saat senang, sedih, dan sendiriku**

**Thanks all my best friend ~ wawan, aroel, nanang, rony, lchal, Fitri, Handi, Aam,
juanto, Anton, Oecay, Yaser, Hasim, Dedy, Eko, Heru, eno, adist~**

Temen2 angkatan 2000 sukses...

**temen2 KKN unit BT-85 (Ida, eka, titin, lia, eno, sigit, john, erwin, angga) makasih
semuanya....**

**Buat semuanya yang ngga bisa kusebutkan satu-persatu makasih udah ngasih
dukungan dan kebersamaannya**

- KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur kehadiran ALLAH SWT, yang telah memberikan rahmat dan inayah NYA kepada kita semua, sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi ini.

Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains (S.Si.) Program Studi Ilmu Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta. Maka penulis menyusun Skripsi ini dengan judul : **KANDUNGAN LOGAM BERAT Fe, Cu, dan Cd DALAM SAMPEL SEDIMEN DAN KANGKUNG DI PERAIRAN SUNGAI SEMENANJUNG MURIA**. Skripsi ini berdasarkan studi pustaka dan penelitian di Puslitbang teknologi Maju Jogjakarta. Pelaksanaan ilmu yang telah diterima selama masa perkuliahan terhadap kenyataan yang ada di lingkungan.

Untuk mencapai hasil secara maksimal perlu adanya pengamatan dan penyusunan serta pengumpulan data secara cermat dan tepat. Untuk itu penyusun tidak lupa mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Jaka Nugraha, M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta
2. Bapak Riyanto, M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta
3. Bapak Dr. Ir. Agus Taftazani selaku Dosen pembimbing Tugas akhir
4. Bapak Drs. Sudjatmoko, SU, APU selaku kepala Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Maju BATAN Jogjakarta

5. Bapak Dr. Drs. Ir. Kris Tri Basuki, M.Sc. APU selaku kepala bidang Teknofisikokimia P3TM Jogjakarta
6. Bapak Djati Pramana, BE dari laboratorium bidang Teknofisikokimia P3TM Jogjakarta yang telah membantu panalitian Tugas Akhir
7. Sahabat dan teman-temanku yang telah memberikan bantuan baik secara langsung ataupun tidak langsung dan semua pihak yang telah membantu hingga terselesaikannya Tugas Akhir ini.

Penyusun menyadari bahwa isi dari Skripsi ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharap saran dan kritik yang membangun dalam perbaikan, sehingga nantinya akan lebih baik lagi.

Akhirnya penyusun berharap semoga Skripsi ini dapat bermanfaat dan berguna bagi kita semua.

Jogjakarta, Juli 2004

Penyusun

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Halaman Pengesahan	ii
Halaman Persembahan.....	iii
Kata Pengantar	iv
Daftar isi.....	vi
Daftar Tabel	ix
Daftar Gambar.....	xi
Intisari	xii
Abstrak.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Rumusan Masalah	4
I.3 Tujuan Penelitian	4
I.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
BAB III LANDASAN TEORI	7
3.1 Spektrometri Pendar Sinar X	7
3.1.1 Terjadinya dan sifat sinar X	8
3.1.2 Prinsip dasar dan kerja Spektrometri Pendar sinar X	10
3.1.3 Eksitasi sinar X.....	11
3.1.4 Detektor.....	13

3.2	Pengertian Logam Berat	15
3.3	Logam tembaga (Cu).....	15
3.3.1	Spesifikasi tembaga (Cu).....	16
3.3.2	Sifat-sifat fisik logam tembaga (Cu).....	17
3.4	Besi (Fe).....	17
3.5	Cadmium (Cd).....	18
3.6	Sedimen	19
3.6.1	Definisi sedimen	20
3.6.2	Klasifikasi sedimen.....	20
3.7	Kangkung.....	21
3.8	Metode standar komparasi.....	22
3.9	Metode standar kalibrasi	22
3.10	Metode standar adisi.....	23
BAB IV	HIPOTESIS	25
BAB V	METODOLOGI PENELITIAN.....	26
5.1	Alat dan bahan	26
5.1.1	Alat	26
5.1.2	Bahan	27
5.2	Lokasi Penelitian.....	27
5.2.1	Lokasi pengambilan cuplikan.....	27
5.2.2	Lokasi preparasi dan analisis cuplikan	27
5.3	Cara Kerja.....	28
5.3.1	Pembuatan larutan adisi Cu.....	28

5.3.2	Pembuatan larutan adisi Cd.....	28
5.3.3	Preparasi sampel.....	29
5.3.4	Kalibrasi alat	29
5.3.5	Pembuatan komparasi standar tunggal	29
5.3.6	Pembuatan kurva kalibrasi Fe	30
5.3.7	Penambahan adisi dan pembuatan pelet	30
5.3.8	Preses pencacahan/proses analisis dengan XRF	30
BAB VI	HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	32
6.1	Uji kalibrasi alat.....	32
6.1	Kandungan Fe, Cu, dan Cd pada sampel sedimen dan kangkung ...	32
6.2	Pembahasan	36
BAB VII	KESIMPULAN DAN SARAN.....	42
7.1	Kesimpulan	42
7.2	Saran	43
DAFTAR PUSTAKA		
LAMPIRAN		

DAFTAR TABEL

Tabel 1	Harga panjang gelombang elektromagnetik	10
Tabel 2	Sifat-sifat logam tembaga (Cu)	17
Tabel 3	Uji kalibrasi alat	32
Tabel 4	Hasil kualitatif analisis dengan XRF	32
Tabel 5	Kadar unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung dengan teknik komparasi tunggal	33
Tabel 6	Kadar unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung	33
Tabel 7	Kadar Cu dan Cd sampel sedimen	35
Tabel 8	Kadar Cu dan Cd sampel kangkung	35
Tabel 9	Hasil pengukuran sampel sedimen dengan XRF tanpa penambahan larutan induk (adisi) untuk unsur Cu dan Cd	
Tabel 10	Hasil pengukuran sampel kangkung dengan XRF tanpa penambahan larutan induk (adisi) untuk unsur Cu dan Cd	
Tabel 11	Hasil pengukuran sampel sedimen unsur Cu dan Cd dengan penambahan larutan induk (adisi) menggunakan alat XRF	
Tabel 12	Hasil pengukuran sampel kangkung unsur Cu dan Cd dengan penambahan larutan induk (adisi) menggunakan alat XRF	
Tabel 13	Hasil pengukuran sampel sedimen sungai Kancilan unsur Cu dengan penambahan larutan induk (adisi) menggunakan alat XRF	

- Tabel 14 Hasil pengukuran sampel sedimen dan kangkung untuk unsur Fe tanpa penambahan larutan induk (adisi) menggunakan alat XRF
- Tabel 15 Hasil pengukuran standar sekunder Fe dengan menggunakan alat XRF
- Tabel 16 Hasil pengukuran sampel sedimen dan kangkung untuk unsur Fe dibandingkan dengan standar tunggal
- Tabel 17 Harga CV unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung dengan teknik komparasi standar tunggal
- Tabel 18 Harga CV unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung dengan teknik standar sekunder
- Tabel 19 Harga CV unsur Cu dan Cd pada sampel sedimen dengan teknik adisi
- Tabel 20 Harga CV unsur Cu dan Cd pada sampel kangkung dengan teknik adisi
- Tabel 21 Uji pada kadar Cu dan Cd sampel sedimen
- Tabel 22 Uji pada kadar Cu dan Cd sampel kangkung
- Tabel 23 Uji pada kadar Fe sampel sedimen dan kangkung

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1	Rangkaian Spektrometri Pendar Sinar X.....	14
Gambar 2	Skema alat radio isotop pendar sinar X.....	14
Gambar 3	Kurva standar kalibrasi.....	23
Gambar 4	Lokasi calon tapak pembangunan PLTN di Semenanjung Muria, Jepara (Jawa Tengah)	
Gambar 5	Lokasi pengambilan sampel tanah dan tumbuhan di semenanjung Muria	
Gambar 6	Kurva standar sekunder Fe	



**KANDUNGAN LOGAM BERAT Fe, Cu, dan Cd DALAM
SAMPEL SEDIMEN DAN KANGKUNG DI PERAIRAN
SUNGAI SEMENANJUNG MURIA**

INTISARI

**HARIS JONI RIMBAWAN
00612063**

Telah dilakukan penentuans kandungan logam berat Fe, Cu, dan Cd dalam sampel sedimen dan kangkung dianalisis dengan metode XRF. Sedimen dan kangkung dibuat jadi serbuk kering lolos 100 mesh, dan di homogenkan kemudian ditentukan kadar Fe, Cu dan Cd nya. Kandungan logam berat Cu dan Cd pada sampel sedimen dan kangkung dianalisa dengan menggunakan metode penambahan larutan induk (adisi) dan analisis unsur Fe menggunakan metode perbandingan (komparasi) dengan standar sekunder Fe. Hasil analisis menunjukan kadar Fe (%) pada sampel sedimen terbesar terdapat di sungai Balong $8,15 \pm 0,0785$, dan terendah sungai Suru $5,71 \pm 0,0401$. Pada sampel kangkung kadar terbesar terdapat di sungai Kancilan $1,86 \pm 0,0185$ dan terendah pada sungai Gelis $0,12 \pm 0,0365$. Kadar unsur Cu sampel sedimen terbesar terdapat pada sungai Suru $99,94 \pm 6,9470$ ppm, dan terendah pada sungai Gelis $13,00 \pm 5,3087$ ppm. Kadar unsur Cd sampel sedimen terbesar pada sungai Suru $30,76 \pm 0,9877$ ppm, dan terendah di sungai Wareng $15,15 \pm 0,5650$ ppm. Pada sampel kangkung kadar unsur Cu terbesar pada sungai Suru $96,33 \pm 4,7071$ ppm, dan terendah sungai Wareng $1,60 \pm 1,7510$ ppm. Untuk kadar unsur Cd sampel kangkung terbesar sungai Balong $18,64 \pm 2,1510$ ppm dan terendah sungai Kancilan $2,04 \pm 0,3110$ ppm.

Kata Kunci : *logam berat, sedimen, kangkung, adisi, XRF*

**THE CONTAINED OF HAZARDOUS METAL Fe, Cu and Cd IN THE
SEDIMENT SAMPLE AND LEAFY VEGETABLE IN THE
SEMENANJUNG MURIA RIVER**

ABSTRACT

**HARIS JONI RIMBAWAN
00612063**

Have done determining about contained hazardous metal are Fe, Cu, and Cd in the sediment sample and leafy vegetable with XRF method. Sediment and leafy vegetable are made in dry powder in 100 mesh and homogenized then determined concent Fe, Cu and Cd. Contained hazardous metal Cu and Cd in the sediment sample and leafy vegetable are analyzed used addition method. Analysis Fe element used comparison method with Fe secondary standart. Result of analyzed showed content Fe (%) on sediment sample is biggest in the Balong river is 8.15 ± 0.0785 , and is lowest in the Suru river is 5.71 ± 0.0401 . On leafy vegetable concent is biggest in the Kancilan river is 1.86 ± 0.0185 , and is lowest in the Gelis river is 0.12 ± 0.0365 . Concent Cu element sediment sample is biggest in the Suru river is 99.94 ± 6.9470 ppm, and is lowest in the Gelis river is 13.00 ± 5.3087 ppm. Concent Cd element sediment sample in biggest in the Suru river is 30.76 ± 0.9877 ppm, and is lowest in the Wareng river is 15.15 ± 0.5650 ppm. On leafy vegetable sample concent Cu element is biggest in the Suru river is 96.33 ± 4.7071 ppm, and is lowest in the Wareng river is 1.60 ± 1.7510 ppm. To concent Cd element leafy vegetable sample is biggest in the Balong river is 18.64 ± 2.1510 ppm, and is lowest in the Kancilan river is 2.04 ± 0.3110 ppm.

Key Word : *hazardous metal, sediment, leafy vegetable, addition, XRF*

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Peningkatan kegiatan industri akan berhasil jika didukung oleh peningkatan sumber energi, misalnya PLTU-Batubara, PLTN (Pusat Listrik Tenaga Nuklir) dan sebagainya. Dalam era pembangunan yang berwawasan lingkungan harus selalu memperhatikan aspek-aspek keselamatan lingkungan. Masalah pengelolaan dan keselamatan lingkungan di Indonesia akhir-akhir ini menjadi masalah yang menarik untuk dikaji dan diperhatikan secara cermat agar tidak terjadi kerusakan terhadap lingkungan akibat kemajuan teknologi.

Dengan meningkatnya sumber energi Batubara (PLTU) atau yang lain, baik di Indonesia maupun penjurus negara lainnya maka pengawasan terhadap kemungkinan pencemaran lingkungan perlu dipantau terus menerus, karena PLTU juga dapat melepaskan limbah seperti teknologi lainnya, yang apabila tidak ditangani dan diawasi secara serius akan dapat menurunkan kualitas lingkungan (Taftazani, 1995).

Semenajung Muria terletak di tepi Utara pulau Jawa, wilayah kabupaten Jepara- Jawa Tengah. Terpilih sebagai calon tapak PLTN, dan sedang dibangun PLTU-Batubara, di kawasan ini terdapat beberapa aliran sungai dari hulu gunung Muria, lima diantara sungai besar yang diambil sebagai tempat sampling adalah Sungai Kancilan, Sungai Wareng, Sungai Suru, Sungai Balong, dan Sungai Gelis. Pemilihan lokasi tapak berdasarkan studi kelayakan yang dilaksanakan oleh

konsultan Jepang *NEWJECT*. Studi kelayakan ini menghasilkan satu calon tapak PLTN terpilih yaitu di daerah Lemah Abang. Sebagai lokasi tapak PLTN kawasan memerlukan pemantaun yang berkesinambungan khususnya guna memperoleh *base line* data radioekologi dan logam berat, sebelum di operasikannya PLTN dan PLTU-Batubara tersebut (Taftazani, 1995)

Pelepasan polutan sebagai senyawa kimia ke atmosfer yang terlarut bersama aliran sungai ataupun air jatuhan (hujan) akan terakumulasi pada perairan pantai. Polutan dapat menyebar dalam bentuk anorganik, organik maupun senyawa metalo-organik dan selanjutnya dapat berinteraksi dengan media bila masuk kelingkungan. Pada tingkat konsentrasi tertentu terutama logam berat (Cd, Cu, Cr, Co, Hg, Pb dan Sc) dapat bersifat racun terhadap manusia maupun organisme lain. Masalah yang dihasilkan oleh logam berat ini akan cukup rumit, karena logam berat mempunyai sifat-sifat berikut : beracun, tidak dapat dirombak atau, dihancurkan oleh organisme hidup, dapat diakumulasi dalam tubuh organisme termasuk manusia, baik secara langsung maupun tidak langsung. Secara logis beban dampak biologis potensial dialami oleh biota ynag hidup pada daerah pantai/laut dan sungai. Adanya peningkatan konsentrasi unsur-unsur logam di dalam media akan diakumulasi di dalam jaringan hidup. Kemampuan bioakumulasi secara kimia ini dipakai sebagai dasar pemilihan beberapa spesies biota sebagai bioindikator pencemaran.

Tanah atau sedimen diambil sebagai sampel lingkungan, karena tanah merupakan tempat hidup tanaman. Pengambilan sampel tanah umumnya dikaitkan

dengan adanya tanaman yang tumbuh di atasnya dan hewan-hewan yang hidup di permukaan tanah tersebut.

Tumbuhan kangkung yang di ambil sebagai sampel lingkungan adalah tumbuh-tumbuhan yang akan dimakan atau melalui hewan terlebih dahulu kemudian baru sampai kepada manusia. Sampel kangkung diambil sebagai sampel karena kangkung banyak dijumpai di sekitar lokasi dan sering dipakai sebagai bahan makanan yang dikonsumsi oleh manusia. Pengambilan sampel sedimen dan kangkung diambil pada lokasi yang sama atau berdekatan untuk setiap stasion pengambilan sampel.

Analisis kandungan logam dapat menggunakan metode AAS, XRF, Elektrokimia dan sebagainya. Dewi (2000) telah menentukan kandungan unsur Hg, Pb, dan Cd dengan metode AAS pada sampel bayam dan kangkung di Denpasar. Penelitian lain dilakukan oleh Serihartati (1998) yang menganalisis tentang unsur kelumit Cr, Fe, dan Cu pada cuplikan lingkungan dengan metode AAS. Penggunaan metode AAS memiliki kelemahan dalam proses analisis diantaranya proses preparasi yang lama, bentuk sampel harus berupa cair, sampel tidak dapat digunakan lagi untuk analisis selanjutnya (sampel rusak), tidak dapat menganalisis unsur secara multi unsur. Metode XRF digunakan karena metode analisis ini dapat dipergunakan untuk analisis multi unsur baik secara kualitatif dan kuantitatif unsur-unsur yang ada dalam cuplikan dengan cepat dan seksama tanpa merusak sampel, baik dalam cuplikan bentuk padat, cair maupun lumpur. XRF juga memiliki keterbatasan yakni unsur yang dapat dianalisa mempunyai nomor atom diatas 20, konsentrasi cuplikan diatas 100 ppm (tergantung jenis unsurnya),

untuk meningkatkan konsentrasi yang rendah maka dapat digunakan metode adisi, yakni menambahkan suatu unsur tertentu kedalam sampel yang akan ditinjau unsumnya.

1.2 Rumusan masalah

1. Apakah metode XRF dapat mendeteksi adanya logam berat Fe, Cu dan Cd pada sampel sedimen dan kangkung ?
2. Berapakah kandungan unsur logam berat Fe, Cu, dan Cd dalam sampel sedimen dan kangkung dari perairan sungai di Semenanjung Muria ?

1.3 Tujuan penelitian

1. Mengetahui kandungan unsur logam berat Fe, Cu, dan Cd pada sampel sedimen dan kangkung dengan metode XRF.
2. Mengetahui kandungan logam berat Fe, Cu, dan Cd dalam sampel sedimen dan kangkung dari perairan sungai di Semenanjung Muria.

1.4 Manfaat penelitian

1. Memperoleh pengetahuan cara menentukan kandungan logam berat pada sampel cuplikan lingkungan dengan metode XRF.
2. Hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai data basis lingkungan untuk pemantauan perairan di Semenanjung Muria sebagai calon tapak didirikannya PLTN maupun PLTU-Batubara.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Spektroskopi Pendar Sinar X (*X ray fluorescence*) adalah merupakan salah satu metode analisis yang dapat dipergunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif unsur-unsur yang ada dalam cuplikan secara serentak dengan cepat dan seksama, baik dalam cuplikan bentuk padat, cair, maupun lumpur (Susetyo, 1988).

Hasil penelitian dengan menggunakan metode AAN (Analisis Aktivasi Neutron) menunjukkan bahwa pada sampel lingkungan yaitu sedimen dan eceng gondok di sungai Surabaya mengandung unsur-unsur logam berat diantaranya : Hg, Co, Cr, dan Cd (Taftazani, 1999).

Keracunan logam Cd pernah terjadi sebagai epidemi pada penduduk Toyama, Jepang. Penduduk mengeluh sakit pinggang dan tulang punggungnya selama bertahun-tahun. Ternyata tulang-tulang itu mengalami pelunakan dan menjadi rapuh. Berdasarkan hasil penelitian ternyata beras yang mereka makan dari tanaman padi yang semula bertahun-tahun mendapatkan air yang telah tercemar oleh Cd, kandungan Cd didalam padi sekitar 1,6 ppm (Slamet, 1995).

Serihartati (1998), melakukan penelitian tentang unsur kelumit Cr, Fe, dan Cu dalam cuplikan bahan lingkungan, ternyata dengan menggunakan metode Spektrometri Serapan Atom pada cuplikan lingkungan algae, kerang dan carava unsur Cr, Fe, dan Cu dapat dideteksi dan diketahui kadarnya.

Unsur kelumit yang terdapat dalam jumlah yang sangat sedikit yaitu khrom, kobalt, besi, mangan, dan seng yang sangat dibutuhkan dalam makanan manusia, unsur tambahan mempunyai fungsi yang esensial pada manusia adalah: arsen, kodmium, nikel, timah, alumunium, dan vanadium (Anonim, 1987). Dari penelitian lain diperoleh bahwa sesungguhnya manusia sudah cukup menerima tembaga dari makanan sehari-hari (Winarna, 1984).

Adanya pencemaran sungai biasanya diketahui dengan cara mendeteksi kualitas air sungai atau dengan melakukan analisa kandungan unsur kimia pada indikator biologis yang ada disungai. Indikator biologis (Bioindikator) merupakan petunjuk ada tidaknya perubahan keadaan lingkungan dari keadaan seimbangnya dan melalui teknik analisa kandungan unsur kimia tertentu yang terdapat dalam hewan maupun tanaman yang terletak pada daur pencemaran lingkungan sebelum sampai pada manusia (Wardhana, 1994).

BAB III

LANDASAN TEORI

3.1 Spektrometri Pendar Sinar X

Penggunaan metode analisis spektrometri sinar x (emisi dan serapan) berkembang pesat setelah ditemukannya radiasi sinar x oleh W.C.Rontgen pada tahun 1895. C.C.Barkla (1911) membuktikan bahwa radiasi yang dipancarkan oleh cuplikan terdiri dari beberapa garis spektra dengan panjang gelombang berbeda dan dinamakan spektrum K,L,M,....., garis spektrum tersebut merupakan hasil radiasi yang dipancarkan oleh suatu cuplikan. Disusun oleh M.Loué, W.Federick dan E.P.Knipping (1912) yang menunjukkan penggunaan difraksi sinar x dengan kristal. Henry Guym Jeffers (1913) menemukan garis spektrum kuning yang terdiri dari tembaga (Cu) dan seng (Zn), hasil pengamatan menunjukkan bahwa intensitas garis spektrum tembaga (Cu) lebih kuat daripada intensitas garis spektrum seng (Zn). Berdasarkan spektra sinar x, Coster dan Hevesy pada tahun 1923 menemukan Hf (Hafnium, $Z = 72$) yang terjadi bersama-sama mineral zirkon (Zr), sedang Noddack, Tache dan Berg (1925) menemukan unsur rodium (Rh) dalam kolumbit konsentrat. Penemuan-penemuan ini kemudian dijadikan dasar analisis dengan spektrometri sinar x baik secara kualitatif maupun kuantitatif.

Teknik analisis dengan spektrometri sinar x lebih banyak digunakan dari pada analisis konvensional lainnya seperti polarografi, spektrofotometri dan gravimetri karena metode ini cepat, lebih seksama dan dapat digunakan pada

cuplikan berbentuk padat, cair maupun lumpur. Pada analisis emisi dengan spektrometri sinar x atau lazim disebut analisis pendar sinar x, sinar dari sumber pengekstasi akan mengenai cuplikan dan menyebabkan interaksi fotolistrik, hamburan compton dan pembentukan pasangan. Sinar-sinar x yang dihasilkan pada proses fotolistik tersebut akan mengenai detektor sinar x (semi konduktor) tenaga rendah yang mempunyai resolusi tinggi yaitu detektor Si(Li). Keuntungan teknik analisis ini adalah dapat menganalisis campuran atau aliasi yang sukar dipisahkan dengan cara analisis biasa, misalnya campuran Zr-Hf, Ta-Ni, aliasi U-Th-Pu, analisis dalam industri baja dan besi disamping itu analisis bisa dilakukan pada cuplikan tak merusak (non destruktif), keseksamaan dan ketelitiannya tinggi dan bahan yang dianalisis relatif sedikit. Beberapa teknik pengukuran telah dilakukan untuk mengatasi pengaruh matrix tersebut seperti metode kalibrasi standar, standar internal, standarisasi dengan sinar x terhambur, pengenceran matrix, standar adisi, dilusi dan lain-lain (Susetyo, 1988).

3.1.1 Terjadinya dan sifat sinar x

Menurut teori Bohr, atom terdiri dari inti yang bermuatan positif dan elektron-elektron yang bermuatan negatif. Elektron-elektron mengelilingi inti pada kulit-kulit diskrit dan terikat pada inti dengan gaya-gaya coulomb. Kulit-kulit ini disebut K,L,M,N, dan seterusnya. Terbentuknya sinar x berkaitan dengan susunan elektron-elektron dalam suatu atom yang pada prinsipnya dihasilkan atau sebagai hasil pengaturan kembali elektron-elektron atom yang tereksitasi oleh

sumber radiasi, karena suatu atom mempunyai kecenderungan membentuk keadaan stabil. ♥

Terbentuknya sinar x apabila atom dari suatu unsur tertentu dikenai radisai dengan tenaga radisai yang lebih besar dari tenaga ikat elektron-elektron di dalam atom tersebut, maka elektron dari atom tersebut akan dipentalkan meninggalkan tempat lowong. Tempat lowong ini akan diisi oleh elektron dari kulit yang lebih luar, demikian selanjutnya tempat lowong pada kulit yang dihasilkan karena elektronnya mengisi kekosongan pertama akan diisi oleh elektron dari kulit yang lebih luar lagi. Jadi atom kembali ke keadaan dasar secara bertahap, dimana setiap tahap terjadi loncatan dari tingkat energi lebih tinggi ke tingkat energi lebih rendah. Kelebihan tenaga akan dipancarkan dalam bentuk sinar x, dan energi radisai sinar x yang dipancarkan karakteristik untuk nomor atom unsur yang memancarkan sinar x. Jenis radiasi tergantung dari tempat tinggal akhir elektron-elektron, yang dipindahkan tersebut berada, dan elektron-elektron yang mengalami kebolehjadian pindah ke kulit sebelah dalam adalah elektron-elektron yang mengikuti tiga aturan seleksi, yaitu : $\Delta n \geq 1$, $\Delta l = \pm 1$, $\Delta j = 0$ atau ± 1 .

Sinar x seperti halnya sinar gamma merupakan gelombang radial elektromagnetik dan mempunyai daerah spektrum elektromagnet pada panjang gelombang antara 0,1 – 100 Å (1,24 kev – 124 kev). Pada tabel di bawah ini dapat dilihat harga panjang gelombang untuk beberapa macam gelombang elektromagnetik (Susetyo, 1988).

Tabel 1. Harga panjang gelombang elektromagnetik

Jenis gelombang elektromagnetik	λ (Å)
Sinar infra merah	$10^7 - 10^5$
Sinar tampak	10^4
Sinar ultra violet	10^3
Sinar x	$10^2 - 10^{-1}$
Sinar gamma	$10^{-2} - 10^{-3}$
Sinar kosmis	10^{-4}

3.1.2 Prinsip dasar dan kerja spektrometri pendar sinar x

Spektrometri pendar sinar x (*x ray fluorescence*) adalah merupakan salah satu metode analisis yang dapat dipergunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif unsur-unsur yang ada dalam cuplikan secara serentak dengan cepat dan seksama, baik dalam cuplikan bentuk cair, padat, maupun lumpur. Sinar-sinar x karakteristik yang terjadi pada pendar sinar x karena cuplikan yang elektron-elektronnya eksitasi diradiasikan dengan foton sinar x atau sinar gamma dengan tenaga yang cukup.

Secara umum, cara kerja dari pendar sinar x adalah sebagai berikut :

Sinar γ dari sumber pengekstasi akan mengenai cuplikan dan menyebabkan interaksi antara sinar x dengan cuplikan yang menimbulkan sinar x yang karakteristik untuk setiap unsur. Sinar x tersebut selanjutnya mengenai detektor Si(Li) yang akan menimbulkan pulsa listrik yang lemah, pulsa yang lemah kemudian diperkuat dengan preamplifier kemudian amplifier dan disalurkan pada

Penganalisis Saluran Ganda (*Multi Chanel Analyzer*). Tenaga sinar x yang karakteristik tersebut dapat dilihat pada tabel tenaga, sehingga dapat diketahui unsur-unsur yang ada dalam cuplikan yang dianalisis, bagan dapat dilihat pada gambar 1 dan gambar 2 (Susetyo, 1988).

3.1.3 Eksitasi sinar x

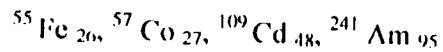
Pendar sinar x yang terjadi disebabkan oleh eksitasi sinar x yang berasal dari tabung sinar x atau sumber-sumber radio isotop pada spektrometri pendar sinar x.

a. Eksitasi dengan sumber radio isotop

Yang dimaksud dengan sumber radio isotop adalah radio isotop- radio isotop tertentu yang digunakan untuk eksitasi sinar x, dibuat dalam bentuk yang sesuai untuk keperluan. Bahan radio aktif dibungkus sedemikian rupa sehingga penyebaran kontaminasinya pada lingkungan dapat dicegah. Sumber-sumber radio isotop yang dapat digunakan untuk eksitasi sinar x meliputi :

1. Proses peluruhan radio aktif dan jenis radiasi yang dipancarkan α , β , γ atau penangkapan elektron orbital K atau L yang menghasilkan emisi garis spektra sinar x
2. Tenaga radiasi yang dipancarkan 1 – 150 kev
3. Aktivitas sumber 1 mci – 5 ci
4. Waktu paro yaitu waktu yang diperlukan untuk separuh atom-atom radio isotop meluruh, dimana aktivitas sumber akan menjadi $\frac{1}{2}$ harga semula.

Sumber radioisotop yang biasanya digunakan sebagai pengeksitasi yaitu



b. Eksitasi dengan tabung sinar x

Proses pembentukan sinar x dengan tabung sinar x sebagai berikut sinar β (primer) yang dipancarkan oleh tabung sinar x dipercepat oleh akselator menumbuk target kemudian memancarkan sinar x (sekunder). Sinar x sekunder ini yang digunakan untuk mengeksitasi cuplikan. Tabung-tabung sinar x dapat digunakan untuk eksitasi :

1. Eksitasi langsung berkas sinar x primer tanpa filter sehingga sinar x target/sasaran dan sinar x kontinyu meradiasi cuplikan
2. Eksitasi langsung oleh berkas sinar primer yang disaring sehingga garis-garis sinar x monokromatis dari sasaran saja yang meradiasi cuplikan
3. Eksitasi sasaran sekunder yang mempunyai garis terkuat pada sedikit lebih pendek daripada *absorption edge* unsur yang dianalisis, sinar-sinar x sekunder dapat mempunyai tenaga tinggi (2 - 5 kW) atau tenaga rendah (≤ 100 W).

Eksitasi sinar x sekunder dengan sumber radioisotop mempunyai beberapa keuntungan dan kerugiannya. Beberapa keuntungan penggunaan sumber radioisotop, antara lain :

1. Perakitan sumber-sumber radioisotop, detektor sangat kecil ringan, tidak mahal membuatnya
2. Dapat digunakan untuk menunjukan spesimen-spesimen yang sukar terlihat pada spektrometer dengan eksitasi tabung sinar x
3. Mudah dibawa (portable) dan tinggi kegunaannya

4. Energi eksitasi 100 – 150 keV dapat dicapai, sehingga garis-garis K dari unsur-unsur berat dapat dieksitasikan

Beberapa kerugiannya antara lain :

1. Ada beberapa *personal health* (bahaya kesehatan personal) dan keboleahajian kontaminasi sekeliling laboratorium
2. Intensitas keluaran dari sumber radioisotop lebih rendah daripada keluaran dari tabung sinar x

3.1.4 Detektor

Tiga jenis detektor yang umum digunakan pada analisis spektrokimia sinar x adalah alat cacah proposional isian gas, alat cacah sintilasi dan detektor-detektor semikonduktor. Dari ketiga jenis detektor ini, setiap foton sinar x yang sebanding dengan tenaga foton. Pada detektor-detektor ini, sinar x yang dideteksi diserap oleh atom gas, atom yodium pada lempeng NaI (TI), dan atom silikon pada lapisan Si(Li).

Pendar sinar x yang digunakan memakai detektor Si(Li). Detektor Si(Li) biasanya dimasukkan dalam dewar N₂ cair dan disebut sebagai *cryostat*. Hal ini dilakukan untuk mengatasi arus bocor bolak-balik yang disebabkan oleh efek termal, sehingga detektor Si(Li) harus diopersikan pada suhu sangat rendah, yaitu dengan menggunakan nitrogen cair (77°K) sebagai pendingin. Apabila tidak dilakukan pendinginan maka arus akan bocor dan akan merusak daya pisah detektor. Selain itu, pendingin dengan nitrogen cair juga diperlukan untuk

3.2 Pengertian Logam Berat

Logam berat adalah unsur yang memiliki densitas lebih besar dari 5 g/cm^3 dengan nomor atom 22 sampai 92. Masalah yang ditimbulkan logam berat sangat rumit karena logam berat mempunyai sifat antara lain : beracun, tidak dapat dirombak atau dihancurkan oleh organisme hidup, dan dapat diakumulasi dalam tubuh organisme termasuk manusia, baik secara langsung ataupun tidak langsung (Martopo, 1989).

3.3 Logam tembaga (Cu)

Tembaga (Cu) merupakan logam berat dengan berat jenis $8,95 \text{ g/cm}^3$, nomor atom 29 dan nomor massa 63,546 g/mol. Konfigurasi elektron tembaga (Cu) pada keadaan energi terendah (*ground state*) adalah $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^1$. Tembaga (Cu) mempunyai bilangan oksidasi yang stabil yaitu +1 dan -2 akan tetapi yang jumlahnya melimpah adalah tembaga dengan bilangan oksidasi +2 atau Cu (II). Tembaga (I) di air mengalami disproporsionasi sehingga stabil sebagai senyawa tidak larut atau sebagai kompleks (Lee (1994) dalam Tanabua (2001).

Adsorpsi tembaga (Cu) terlarut ke partikel-partikel tersuspensi mungkin terhambat pada jumlah besar dengan membentuk kompleks Cu organik. Logam tembaga (Cu) adalah penting tetapi toksik, secara khusus dalam tanah asam berada dalam konsentrasi yang tinggi. Penggunaan maksimum yang direkombinasikan dari air limbah adalah 280 kg/ha di Inggris dan 125-500 kg/ha di Amerika Serikat dengan batas yang didasarkan atas kapasitas tukar kation pada

3.3.2 Sifat-sifat fisik logam tembaga (Cu)

Adapun sifat-sifat fisik logam tembaga (Cu) dapat disajikan pada tabel berikut ini :

Tabel 2. Sifat-sifat logam tembaga (Cu)

Parameter	Harga
Massa Atom	63,546
Keelektronegatifan	1,900
Panas penguapan (Kj/mol)	300,300
Panas peleburan (Kj/mol)	13,050
Kapasitas panas spesifik (J/gk)	0,380
Potesial ionisasi pertama (Volt)	7,726
Volume atom (cm ³ /mol)	7,100
Jari-jari atom (Å ⁰)	1,570
Massa jenis (g/ml)	8,960
Jari-jari kovalen (Å ⁰)	1,170
Titik leleh (°C)	1038,000
Titik didih (°C)	2592,000

3.4 Besi (Fe)

Besi (Fe) adalah satu elemen kimiawi yang dapat ditemui pada hampir setiap tempat di bumi, pada semua lapisan biologis dan semua bahan air. Dalam tubuh manusia besi terdapat dalam hati, limpa, ginjal, dan sum-sum tulang, besi merupakan unsur yang penting dalam pembentukan hemoglobin dan bahan esensial dalam pembentukan warna merah darah yang berperan penting dalam respirasi.

Besi (Fe) bernomor atom 26, bermassa atom 55,847 mempunyai titik lebur 1536 °C, bermassa jenis 7,86 g/m³ dan mempunyai titik didih 3000 °C, dan mempunyai stuktur elektron (Ar) 3d⁶ 4s². Besi dalam senyawa memiliki tingkat oksidasi yaitu 0, +2, +3, +4, dan +6.

Kandungan logam dalam tanah sangat berpengaruh terhadap kandungan logam dalam tanaman yang tumbuh di atasnya, sehingga kandungan logam yang kurang atau berlebihan dalam jaringan tanaman akan mencerminkan kandungan logam dalam tanah. Tetapi ada kecualian yaitu dengan adanya suatu interaksi diantara logam itu sendiri. Sehingga terjadi hambatan penyerapan kandungan logam tersebut dalam tanaman. Logam besi (III) dalam tanaman diperlukan karena tanaman memerlukan unsur mineral untuk pertumbuhannya, dan sangat besar peranannya dalam memelihara proses biologis tanaman.

3.5 Cadmium (Cd)

Logam Cd atau cadmium mempunyai nomor atom 48, massa atom 112,40, titik didih 7765°C , dan massa jenis $8,85 \text{ g/cm}^3$. Logam cadmium dan bermacam-macam bentuk persenyawaannya dapat masuk ke lingkungan, terutama sekali merupakan efek samping dari aktivitas manusia. Boleh dikatakan bahwa semua bidang industri yang melibatkan Cd dalam proses operasional industrinya menjadi sumber pencemaran Cd (Palar, 1994).

Logam cadmium (Cd) juga mengalami proses biotransformasi dan bioakumulasi dalam organisme hidup (tumbuhan, hewan, dan manusia). Logam ini masuk ke dalam tubuh bersama makanan yang dikonsumsi, tetapi makanan tersebut telah terkontaminasi oleh logam Cd. Dalam tubuh biota perairan jumlah logam yang terakumulasi akan terus mengalami peningkatan dengan adanya proses biomagnifikasi di badan perairan. Di samping itu, tingkatan biota dalam sistem rantai makanan turut menentukan jumlah Cd yang terakumulasi. Di mana

pada biota yang lebih tinggi stratanya akan ditemukan akumulasi Cd yang banyak, sedangkan pada biota top level merupakan tempat akumulasi paling besar.

Keracunan yang bersifat kronis yang disebabkan oleh daya racun yang di bawa oleh logam Cd, terjadi dalam waktu yang sangat panjang. Peristiwa ini terjadi karena logam Cd yang masuk ke dalam tubuh dalam jumlah kecil, sehingga dapat ditolerir oleh tubuh pada saat tersebut. Akan tetapi karena proses kemasukan tersebut terus-menerus secara berkelanjutan maka tubuh pada batas akhir tidak lagi mampu memberikan toleransi terhadap daya racun yang dibawa oleh Cd. Keracunan yang bersifat kronis ini membawa akibat yang lebih buruk dan penderitaan yang lebih menakutkan bila dibandingkan dengan keracunan akut.

3.6 Sedimen

Menurut Soemarto (1993), sedimentasi adalah proses pengangkutan, melayangnya, atau mengendapnya material oleh air, udara, angin dan es. Material tersebut diendapkan di tempat-tempat yang rendah letaknya, material yang mempunyai ukuran butiran yang lebih halus dan mengandung lebih banyak bahan organik akan diangkut ke pantai dan apabila pantai itu terlindung dari gerakan ombak maka tersebut akan diendapkan sebagai lumpur. Sedimentasi merupakan masalah yang penting karena dapat menimbulkan dampak lingkungan yang ada di sekitarnya, seperti pendangkalan dasar sungai atau laut yang dapat menyebabkan banjir, adanya pengendapan di dasar waduk, berubahnya susunan batuan dan majunya garis pantai (Nyabakken, 1988).

3.6.1 Definisi sedimen

Batuan sedimen adalah batuan yang terjadi akibat litifikasi dari hancuran batuan lain atau dari hasil proses kimia tertentu (Murwanto, 1992). Menurut Katili (1963), batuan sedimen adalah batuan yang terbentuk dari batuan asal yang disebabkan oleh pelapukan, gaya-gaya air, pengikisan angin sehingga batuan asal seperti batuan beku akan dihancurkan, diangkut kemudian diendapkan di tempat-tempat yang rendah letaknya, seperti : laut, samudra dan danau.

Menurut Gross (1990), endapan sedimen adalah akumulasi dari mineral-mineral dan pecahan batuan dari daratan dan bercampur dengan hancuran cangkang dan tulang organisme laut dan beberapa partikel lain yang terbentuk oleh proses kimia dan fisika yang terjadi di laut.

3.6.2 Klasifikasi sedimen

Menurut Katili (1963), berdasarkan cara terjadinya (genesis) sedimen diklasifikasikan sebagai berikut :

- a. Sedimen mekanik (klastik), yaitu sedimen yang terdiri dari bagian-bagian fragmen batuan. Batuan sedimen ini terbentuk dari pecahan batuan asal (batuan beku, sedimen atau metamorf) yang mengalami proses pengendapan kembali, contohnya ialah batu pasir, tanah liat, lempung dan lain-lain.
- b. Sedimen kimia yaitu batuan sedimen yang diendapkan dari larutan yang mengandung berbagai unsur kimia, contohnya ialah garam dapur, gipsum, batuan gamping.

- c. Sedimen organik yaitu batuan sedimen yang diendapkan langsung dari larutan yang mengandung jasad tumbuh-tumbuhan atau hewan, contohnya terumbu karang.

Menurut Murwanto (1992), berdasarkan ukuran butiran sedimen dapat dibedakan menjadi beberapa golongan yaitu :

a. Golongan sedimen halus

Golongan ini dikenal melalui ukuran butir penyusun batuan yang relatif berukuran halus diameter kurang dari 1/16 mm dan merupakan hasil sedimentasi mekanik (misal lempung, serpih, pasir sangat halus dan lanau) dan sedimentasi kimia (misal napal).

b. Golongan sedimen kasar

Pada golongan ini ukuran penyusun batuan relatif berukuran kasar dengan diameter butirnya lebih dari 1/16 mm dan umumnya dihasilkan oleh proses sedimentasi mekanik misal batu pasir, breksi dan konglomerat.

3.7 Kangkung

Kangkung (*Ipomea aquatica sp*) merupakan tanaman menetap yang dapat tumbuh lebih dari satu tahun. Batang tanaman berbentuk bulat panjang, berbaku-baku, banyak mengandung air (*herbaceous*), dan berlubang-lubang. Batang tanaman kangkung tumbuh merambat atau menjalar dan percabangannya banyak.

Tumbuhan semusim ini tumbuh merambat dan menyukai tempat yang berair atau berlumpur seperti sawah, aliran sungai kecil, tepi danau, kolam, atau ledeng. Ditinjau dari tempat tumbuhnya itu, terdapat dua jenis kangkung yaitu

kangkung darat dan kangkung air. Kangkung air sering dijumpai ditempat-tempat yang basah, berair, atau berlumpur, sedangkan kangkung darat dijumpai di lading (Rukmana, 2003).

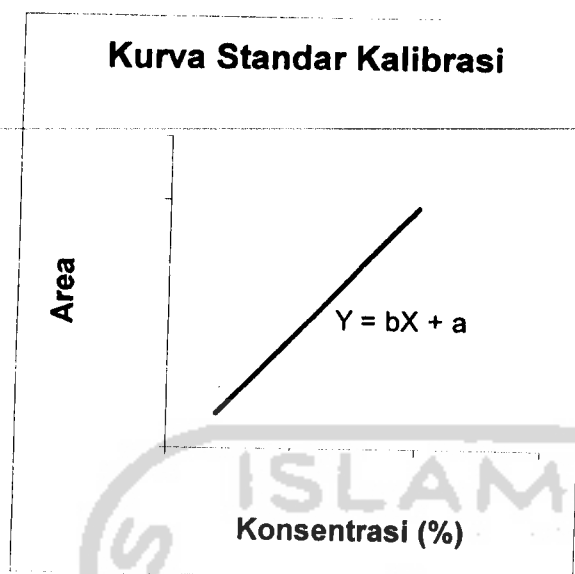
3.8 Metode komparasi

Pada metode ini dibuat perbandingan antara standar tunggal dengan sampel yang dianalisis, yakni dengan mencari area dari sampel dan standar tunggal dengan XRF. Langkah selanjutnya adalah mencari harga konsentrasi dari sampel yang dibandingkan dengan konsentrasi dari standar tunggal dengan persamaan : $C_1 \times A_1 = C_2 \times A_2$ dimana C_1 adalah konsentrasi standar tunggal, A_1 adalah area standar tunggal, C_2 adalah konsentrasi sampel dan A_2 adalah konsentrasi sampel.

3.9 Metode Standar Kalibrasi

Dalam metode ini dibuat suatu seri larutan standar dengan berbagai konsentrasi dari larutan tersebut, standar yang dibuat adalah standar sekunder Fe. Langkah selanjutnya adalah membuat grafik hubungan antara konsentrasi dengan luas area yang akan merupakan garis lurus melewati titik nol, dengan b = slope dan a = intersep, dengan persamaan regresi linier $Y = bX + a$.





Gambar 3. Kurva standar kalibrasi

3.10 Metode standar adisi

Pada prinsipnya sejumlah berat cuplikan x ditambah atau dicampur dengan unsur yang dianalisa atau sejumlah pengencer untuk mengubah konsentrasi unsur yang dianalisa C dengan jumlah tertentu $\pm \Delta C$, yaitu dari C_x menjadi $C_x \pm \Delta C$. Intesitas garis spektra unsur yang dianalisa kemudian diukur dari cuplikan yang tidak dicampur $I_{x \pm \Delta c}$ diperoleh bahwa :

$$\frac{I_x}{I_{x \pm \Delta c}} = \frac{C_x}{C_x \pm \Delta c} \dots\dots\dots(3.1)$$

Metode ini digunakan apabila hubungan antara I_A terhadap C_A tidak linier. Bila kurva kalibrasi tidak linier, kemiringan kurva ditetapkan dengan penambahan berulang. Prinsipnya sejumlah berat cuplikan X dicampur dengan sejumlah berat bahan standar S dengan konsentrasi unsur yang diketahui C_B membentuk

campuran X_s dengan konsentrasi C_x dan C_B (cuplikan dan standar) C_x adalah faktor pengenceran :

$$\frac{\text{Berat } x}{\text{Berat } x-s} \quad \text{atau} \quad \frac{\text{berat } x}{\text{berat } xs} \quad \dots\dots\dots(3.2)$$

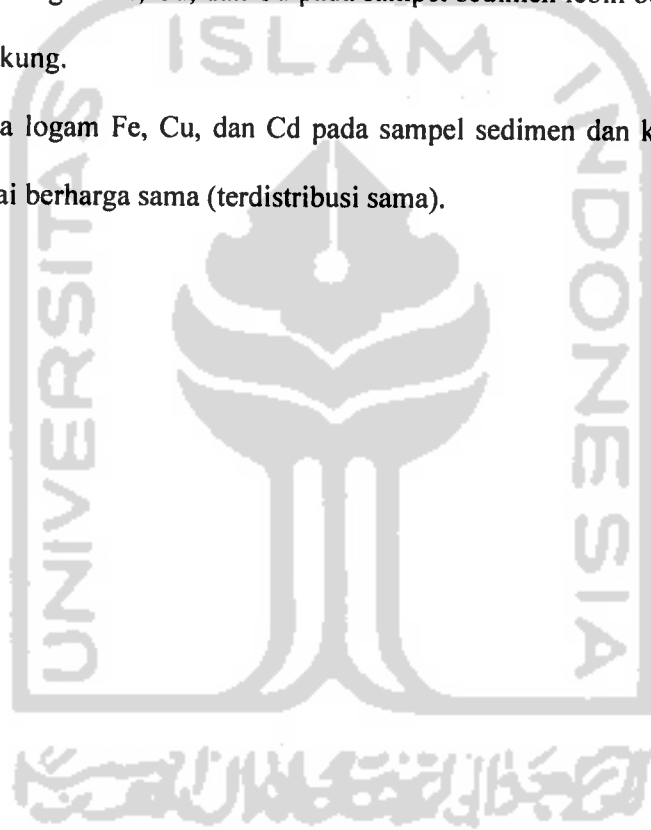


BAB IV

HIPOTESIS

4.1 Hipotesis

1. Metode XRF dapat digunakan untuk menentukan kandungan unsur logam berat Fe, Cu, dan Cd pada sampel sedimen dan kangkung.
2. Kadar logam Fe, Cu, dan Cd pada sampel sedimen lebih besar dari sampel kangkung.
3. Kadar logam Fe, Cu, dan Cd pada sampel sedimen dan kangkung dari 5 sungai berharga sama (terdistribusi sama).



BAB V

METODOLOGI PENELITIAN

5.1 Alat dan Bahan

5.1.1. Alat

1. Nampan plastik
2. Tempat penumbuk
3. Mortir
4. Sudu pengaduk
5. Sendok sungu
6. Cawan
7. kompor listrik
8. Plastik klip
9. Botol plastik
10. Lemari pengering
11. Separangkat alat gelas
12. Timbangan digital "*OHAUS GT 410*"
13. Ayakan 100 mesh (ASTME – 11 spesification)
"*U.S.A Fisher Scientific Company*"
14. Seperangkat alat XRF (Spektroskopi Pendar Sinar- X) "*ORTEC 7010*"
15. Seperangkat alat pres pembuat tablet (pellet)

5.1.2. Bahan

1. Cuplikan berupa sampel perairan sungai:

- a. Sedimen
 - b. Biota (kangkung)
2. Copper (II) Nitrat Trihidrat $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
 3. Cadmium (II) Nitrat 4-Hidrat $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
 4. Feri Sulfat 7-Hidrat $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
 5. Aquades

5.2 Lokasi Penelitian

5.2.1 Lokasi pengambilan cuplikan

Cuplikan yang akan diteliti diambil dari daerah perairan sungai di Semenanjung Muria meliputi 5 sungai yang ada di sekitarnya, yakni : 1). Sungai Kancilan, 2). Sungai Wareng, 3). Sungai Suru, 4). Sungai Balong, dan 5). Sungai Gelis. (Lampiran 1)

5.2.2 Lokasi preparasi dan analisis cuplikan

Preparasi dan analisis cuplikan dilakukan di laboratorium Dasar Inovasi Bahan Bidang Teknofisikokimia, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Maju , Badan Tenaga Nuklir Nasional, Jogjakarta.

5.3 Cara Kerja

5.3.1 Pembuatan larutan induk Cu

Menimbang 0,380 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml kemudian diencerkan sampai batas (100 cc)

$$\frac{\text{BM Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}}{\text{BA Cu}} \times 100 \text{ ml}$$

BA Cu

$$\frac{241,60 \text{ g/mol}}{63,546} \times 100 \text{ ml} = 380,19702 \text{ mg}$$

63,546

$$\text{diadakan gram} = 380,19702 / 1000 = 0,380 \text{ g}$$

5.3.2 Pembuatan larutan induk Cd

Menimbang 0,274 g $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml kemudian diencerkan sampai batas (100 cc)

$$\frac{\text{BM Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}}{\text{BA Cd}} \times 100 \text{ ml}$$

BA Cd

$$\frac{308,47 \text{ g/mol}}{112,41} \times 100 \text{ ml} = 274,39068 \text{ mg}$$

112,41

$$\text{diadakan gram} = 274,39068 / 1000 = 0,274 \text{ g}$$

5.3.3 Preparasi sampel

Sampel sedimen dan kangkung dibersihkan dari kotoran (krikil, plastik, daun, dsb) ditimbang berat basah, diletakan diatas nampan kemudian sampel dikeringkan. Sampel sedimen dikeringkan dengan cara dijemur dibawah sinar matahari, dan sampel kangkung dikeringkan dengan cara dipanaskan dengan pemanas lampu, setelah sampel kering kemudian ditumbuk sampai halus dan lolos 100 mesh, dihomogenkan dan ditimbang berat kering. Selanjutnya sampel disimpan dalam botol atau plastik klip yang diberi label dan disimpan dalam lemari kaca (Taftazani, 2002).

5.3.4 Kalibrasi alat

Dilakukan dengan cara kalibrasi tenaga yakni untuk mencari korelasi antara tenaga dan nomor salur, merupakan metode pendekatan dengan unsur yang akan ditinjau (persamaan garis lurus). Standar unsur yang digunakan adalah Sr, Cd, dan Sm.

5.3.5 Komparasi standar tunggal

Standar tunggal Fe yang dibuat adalah konsentrasi 2 % dan 8 % kemudian dibuat tablet (pellet) dengan ukuran sama dengan sampel yakni masing-masing 5 gram di pres dengan tekanan 15 ton selama 15 menit. Kemudian standar tunggal dianalisis dengan XRF pada keadaan alat yang sama dengan analisis sampel.

5.3.6 Pembuatan kurva standar Fe

Kurva kalibrasi Fe dibuat dengan mencari persamaan garis lurus antara konsentrasi standar sekunder Fe dengan luas area yang dihasilkan. Standar sekunder Fe dibuat dengan variasi konsentrasi : 2 %, 4 %, 6 %, 8 %, dan 10 %. Setelah dibuat pellet standar sekunder Fe dianalisa dengan XRF pada keadaan alat yang sama dengan analisis sampel.

5.3.7 Penambahan adisi dan pembuatan pellet

Sampel sedimen dan kangkung halus (100 mesh) masing-masing diambil 5 gram sebanyak 5 kali pengulangan, kemudian ditambahkan larutan adisi Cu dan Cd dengan konsentrasi variasi : 0 ppm, 50 ppm, 100 ppm, 150 ppm, dan 200 ppm, dihomegenkan dan dikeringkan. Setelah itu sampel di pellet dengan cara memasukan sampel kedalam wadah dan di pres selama $\pm$ 10 menit dengan tekanan 15 ton.

5.3.8 Proses pencacahan / Proses analisis dengan XRF

Sebelum alat dioperasikan maka perlu dilakukan proses pemanasan dengan cara menghidupkan seluruh rangkaian alat dimulai dari *Drop Out realy*, *stabilizer*, *power supplay*, *bias supplay*, *spektroskopi amplifier*, MCA (*Multi Chanel Analyzer*), pemanasan dilakukan selama 30 menit. Setelah pemanasan proses selanjutnya adalah kalibrasi tenaga yakni untuk mencari korelasi antara tenaga dan nomor salur, merupakan metode pendekatan dengan unsur yang akan ditinjau (persamaan garis lurus). Proses pencacahan dilakukan dengan cara meletakan sampel yang sudah

dibuat pelet secara bergantian di atas sumber pengeksitasi (sumber sinar x) selama 500 detik, dengan sumber pengeksitasi Am^{241} . Setelah alat dioperasikan maka hasil pencacahan dapat dilihat pada layar MCA (*Multi Chanel Analyzer*). Untuk analisis kualitatif atau mengetahui unsur yang terkandung maka hasil pencacahan berupa tenaga atau energi yang dihasilkan dilihat pada buku tabel XRF, setelah unsur yang ditinjau diketahui maka diamati dan dicatat luas area yang teranalisis.



BAB VI

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

6.1 Uji kalibrasi alat

Tabel 3. Hasil kualitatif uji kalibrasi alat

NO	UNSUR	TENAGA <i>KeV</i>	NOMOR SALUR
1	Sr	$K\alpha_1 = 14,16$	443
		$K\beta_1 = 15,83$	495
2	Cd	$K\alpha_2 = 23,98$	723
		$K\beta_1 = 26,09$	815
3	Sm	$K\alpha_2 = 40,12$	1253
		$K\beta_1 = 45,40$	1417

6.2 Kandungan Fe, Cu, dan Cd pada sampel sedimen dan kangkung

Tabel 4. Hasil kualitatif analisis dengan XRF

NO	UNSUR	ENERGI (KeV)
1	Fe	6,403
2	Cu	8,047
3	Cd	23,172

Kandungan unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung dengan metode perbandingan (komparasi) dengan standar tunggal dan menggunakan standar sekunder Fe, didapat kadar Fe sebagai berikut :

Tabel 5. Kadar unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung dengan teknik komparasi standar tunggal

NO	Sampel	Kadar Fe (%)	
		Sedimen	Kangkung
1	Sungai Kancilan	7,83±0,1114	0,88±0,0080
2	Sungai Wareng	7,51±0,0433	4,30±0,0465
3	Sungai Suru	10,02±0,0455	2,15±0,0415
4	Sungai Balong	7,23±0,0647	4,38±0,1698
5	Sungai Gelis	7,75±0,0229	2,84±0,1356

Tabel 6. Kadar unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung dengan teknik standar sekunder

NO	Sampel	Kadar Fe (%)	
		Sedimen	Kangkung
1	Sungai Kancilan	7,91±0,8665	1,86±0,0185
2	Sungai Wareng	7,82±0,0487	0,15±0,0055
3	Sungai Suru	5,71±0,0401	0,38±0,0201
4	Sungai Balong	8,15±0,0785	0,16±0,0194
5	Sungai Gelis	7,55±0,0242	0,12±0,0365

Tabel 5 menunjukkan hasil dari kadar unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung menggunakan metode pembandingan standar tunggal dan Tabel 6 menunjukkan kadar Fe dengan teknik standar sekunder Fe, hal ini karena unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung memiliki area diatas limit deteksi alat.

Tabel 5 menunjukkan kadar unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung setelah dilakukan pembandingan dengan standar tunggal Fe didapat kadar Fe (%) pada sampel sedimen terbesar terdapat di sungai Suru dengan kadar 10,02±0,0455, kemudian sungai Kancilan 7,83±0,1114, sungai Gelis 7,75±0,0229,

sungai Wareng $7,51 \pm 0,0433$, dan terendah terdapat pada sungai Balong dengan kadar $7,23 \pm 0,0647$. Pada sampel kangkung kadar terbesar terdapat pada sungai Balong dengan kadar $4,38 \pm 0,1698$, kemudian sungai Wareng $4,30 \pm 0,0465$, sungai Gelis $2,84 \pm 0,1356$, sungai Suru $2,15 \pm 0,0415$, dan terendah terdapat pada sungai Kancilan dengan kadar $0,88 \pm 0,0080$. Tabel 6 menunjukkan kadar unsur Fe pada sampel sedimen setelah dilakukan perbandingan dengan standar sekunder Fe didapat kadar Fe (%) terbesar terdapat pada sungai Balong dengan kadar $8,15 \pm 0,0785$, kemudian sungai Kancilan $7,91 \pm 0,8665$, sungai Wareng $7,82 \pm 0,0487$, sungai Gelis $7,55 \pm 0,0242$, dan terendah terdapat pada sungai Suru dengan kadar $5,71 \pm 0,0401$. Sama halnya dengan sampel sedimen pada sampel kangkung untuk analisa unsur Fe digunakan metode perbandingan dengan standar sekunder Fe. Pada sampel kangkung walaupun luas area yang didapat tidak sebesar sampel sedimen tetapi sudah diatas limit deteksi dari alat XRF, hasil perbandingan menunjukkan bahwa area dari sampel kangkung masuk dalam ring area dari standar sekunder Fe. Kadar dari sampel kangkung setelah dilakukan perbandingan dengan standar sekunder didapat kadar Fe (%) terbesar di sungai Kancilan dengan kadar $1,86 \pm 0,0185$, kemudian sungai Suru $0,38 \pm 0,0201$, sungai Balong $0,16 \pm 0,0194$, sungai Wareng $0,15 \pm 0,0055$, dan terendah terdapat pada sungai Gelis dengan kadar $0,12 \pm 0,0365$.

Hasil penelitian dengan penambahan larutan induk Cu, Cd pada sampel sedimen dan kangkung didapat kadar Cu, Cd sebagai berikut :

Tabel 7. Kadar Cu dan Cd pada sampel sedimen dengan teknik adisi

NO	Sampel	Kadar (ppm)	
		Cu	Cd
1	Sedimen Kancilan	27,84±1,2017	20,95±6,9767
2	Sedimen Wareng	47,08±6,8410	15,15±0,5650
3	Sedimen Suru	99,94±6,9470	30,76±0,9877
4	Sedimen Balong	23,89±2,2965	27,12±0,6573
5	Sedimen Gelis	13,00±5,3087	25,36±1,9268

Tabel 8. Kadar Cu dan Cd pada sampel kangkung dengan teknik adisi

NO	Sampel	Kadar (ppm)	
		Cu	Cd
1	Kangkung Kancilan	67,35±2,4019	2,03±0,3110
2	Kangkung Wareng	1,60±1,7510	13,06±0,0812
3	Kangkung Suru	96,33±4,7071	12,22±0,4122
4	Kangkung Balong	10,12±0,3181	18,64±2,1510
5	Kangkung Gelis	50,19±3,4719	16,58±0,4846

Tabel 7 dan Tabel 8 menunjukkan hasil dari pengukuran kadar unsur Cu dan Cd pada sampel Sedimen dan Kangkung yakni dengan melakukan penambahan larutan induk Cu dan Cd pada masing-masing sampel (adisi), data diatas diperoleh dengan menggunakan persamaan $Y = bX + a$, dimana Y adalah luas area, X adalah konsentrasi adisi, b adalah nilai slope dan a adalah nilai intersep sehingga kadar unsur dapat diketahui dengan persamaan a/b .

Pada Tabel 7 menunjukan kandungan unsur Cu dan Cd pada sampel Sedimen di lima lokasi sungai yang berbeda, dari hasil diatas terlihat kadar unsur

Cu terbesar terdapat pada sungai Suru dengan kadar $99,94 \pm 6,9470$ ppm, kemudian sungai Wareng $47,08 \pm 6,8410$ ppm, sungai Kancilan $27,84 \pm 1,2017$ ppm, sungai Balong $23,89 \pm 2,6951$ ppm dan kadar terendah terdapat pada sungai Gelis $13,00 \pm 5,3087$ ppm. Kadar unsur Cd terbesar terdapat pada sungai Suru dengan kadar $30,76 \pm 0,9877$ ppm, kemudian sungai Balong $27,12 \pm 0,6573$ ppm, sungai Gelis $25,36 \pm 1,9268$ ppm, sungai kancilan $20,95 \pm 3,9767$ ppm, dan kadar terendah terdapat pada sungai Wareng $15,15 \pm 0,5650$ ppm.

Tabel 8 menunjukan kadar dari unsur Cu dan Cd pada sampel kangkung. dari Tabel 8 dapat dilihat kadar unsur Cu terbesar terdapat pada kangkung sungai Suru dengan kadar $96,33 \pm 4,7071$ ppm, kemudian sungai Kancilan $67,35 \pm 2,4019$ ppm, sungai Gelis $50,19 \pm 3,4719$ ppm, sungai Balong $10,12 \pm 0,3181$ ppm sedangkan terendah terdapat pada kangkung sungai Wareng dengan kadar $1,60 \pm 1,7510$ ppm. Untuk unsur Cd kadar terbesar terdapat pada sungai Balong dengan kadar $18,64 \pm 2,1510$ ppm, kemudian sungai Gelis $16,58 \pm 0,4846$ ppm, sungai Wareng $13,06 \pm 0,0812$ ppm, sungai Suru $12,22 \pm 0,4122$ ppm dan kadar terendah terdapat pada sungai Kancilan dengan kadar $2,04 \pm 0,3110$ ppm.

6.3 Pembahasan

Hasil penelitian menunjukan bahwa metode XRF dapat digunakan untuk uji kualitatif dan kuantitatif pada sampel sedimen dan kangkung. Pada penelitian ini unsur Cu dan Cd dalam sampel sedimen dan kangkung diukur dengan XRF menggunakan sumber pengekstasi Am^{241} dengan mencari luas area dari unsur Cu dan Cd dengan variasi penambahan konsenterasi larutan induk (adisi) yang

berbeda, hal ini dilakukan karena untuk melihat seberapa besar perbandingan luas area yang dihasilkan dari perbedaan variasi penambahan konsentrasi larutan induk pada setiap sampel yang dianalisis. Penambahan larutan induk (adisi) dimaksudkan untuk meningkatkan konsentrasi dari unsur yang ditinjau, karena alat XRF yang digunakan memiliki tingkatan limit deteksi yakni 100 ppm.

Adanya perbedaan kandungan kadar unsur Cu dan Cd pada sampel sedimen membuktikan bahwa pada satu lokasi memiliki kandungan kadar yang berbeda. ini disebabkan kemungkinan perbedaan letak sungai atau daerah pengambilan sampel sedimen itu sendiri dilihat secara geografis. Beberapa faktor lain yang mempengaruhi kadar dari sampel sedimen untuk analisis kandungan unsur Cu dan Cd adalah proses penambahan larutan induk (adisi) pada setiap sampel yang dimungkinkan pada setiap karakteristik unsur pada sampel memiliki tingkat konsentrasi yang berbeda sehingga akan mempengaruhi hasil pengukuran dengan alat XRF, hal ini dapat dilihat pada Lampiran 3 Tabel 11 . Dari Tabel 11 terlihat bahwa untuk berat sampel yang sama kemudian ditambahkan variasi larutan induk (adisi) yang sama juga didapatkan area yang berbeda untuk setiap lokasi sungai yang di analisis. Adanya perbedaan kandungan kadar sampel kangkung untuk unsur Cu dan Cd dimungkinkan adanya akumulasi dari letak sungai tersebut, hal ini secara tidak langsung berhubungan dengan sampel sedimen karena pengambilan sampel kangkung sama dengan pengambilan sampel sedimen untuk setiap lokasi sungai yang dijadikan pengambilan sampel.

Tabel 9 dan Tabel 10 (dalam Lampiran 2) menunjukkan hasil pengukuran dengan alat XRF untuk sampel sedimen dan kangkung tanpa penambahan larutan

induk (adisi), dari data tersebut terlihat bahwa dengan tanpa adisi ternyata unsur Cu dan Cd yang terukur dengan alat XRF memiliki area yang sangat kecil, hal inilah mengapa metode adisi digunakan untuk mengetahui kandungan unsur Cu dan Cd pada sampel sedimen dan kangkung. Penambahan larutan induk (adisi) pada sampel sedimen dan kangkung dimaksudkan untuk dapat meningkatkan konsentrasi dari unsur yang ditinjau.

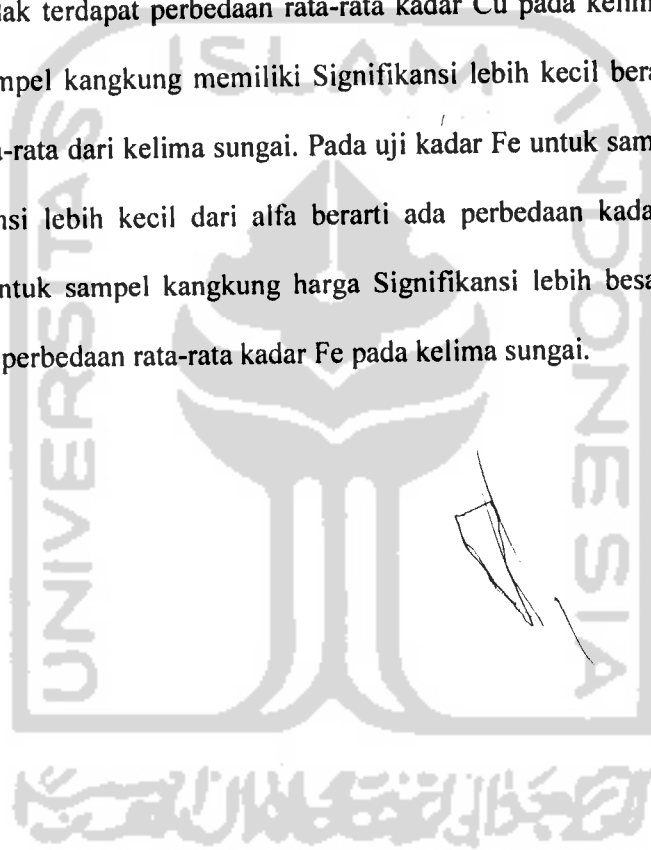
Tabel 14 (lampiran 5) menunjukkan hasil dari pengukuran sampel sedimen dan kangkung untuk analisa unsur Fe yang dibandingkan dengan standar sekunder Fe. Pada pengukuran unsur Fe tidak menggunakan metode adisi karena untuk unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung sudah memiliki area yang cukup besar dan sudah diatas dari limit deteksi alat, sehingga untuk mengetahui konsentrasi dari unsur Fe digunakan metode perbandingan dengan standar sekunder. Standar sekunder digunakan sebagai pembanding karena standar ini dapat dibuat dengan mudah, cepat dan secara ekonomi murah. Dari hasil data Tabel 14 dan Tabel 15 terlihat bahwa perbandingan area antara sampel sedimen dan standar sekunder Fe memiliki perbandingan yang relatif tidak jauh berdasarkan konsentrasi dari standar sekunder Fe yang dibandingkan dengan sampel.

Kandungan logam berat pada suatu perairan dari waktu ke waktu akan berubah-ubah, konsentrasinya bisa semakin meningkat maupun sebaliknya menurun. Hal ini disebabkan karena kondisi air pantai (muara sungai) sangat labil. Adanya pergerakan arus, gelombang, curah hujan dan perubahan kondisi lingkungan yang berlangsung terus menerus akibat masuknya air sungai yang

membawa limbah akan ikut mempengaruhi kadar logam berat dalam air. Tingginya kandungan logam berat dalam sedimen dimungkinkan oleh sifat perairan yang tenang ombak dan pergerakan arus yang kecil, sehingga kemungkinan terjadi pengadukan sedimen relatif kecil. Keadaan ini memperbesar senyawa logam berat tersebut untuk mengendap didasar perairan. Disamping itu logam berat dalam perairan baik yang berasal dari air laut maupun organisme yang hidup dan mati pada fase akhir akan mengendap ke sedimen dasar perairan.

Kandungan logam berat dalam penelitian ini yang tertinggi selalu ditemukan dalam sedimen. Hal ini menunjukkan bahwa akumulasi tertinggi dari logam berat terjadi pada sedimen dan memberikan petunjuk bahwa sebagian besar senyawa pada logam berat yang masuk ke perairan Semenanjung Muria berbentuk partikel atau endapan dan hanya sebagian kecil yang terlarut dalam air. Logam berat dapat terakumulasi kedalam tumbuhan disekitar daerah yang mengandung logam berat, kangkung merupakan tanaman yang banyak hidup didaerah tersebut sehingga secara langsung atau tidak langsung akan terkontaminasi dan mengandung logam berat tersebut. Kangkung yang mengambil logam berat selain langsung dari air juga berasal dari sedimen, kandungan logam berat yang tinggi pada sedimen memungkinkan kandungan logam berat dalam kangkung juga tinggi. Pada penelitian ini juga menunjukkan hal demikian, pada lokasi dengan kandungan sedimen yang tinggi kandungan logam berat dalam kangkung juga tinggi. Namun secara keseluruhan bahwa kadar unsur Fe, Cd, dan Cu pada sampel sedimen lebih besar dari sampel kangkung hal ini disebabkan karena adanya pengaruh proses akumulasi logam berat yang masuk kelingkungan, logam berat

Dari hasil uji statistik dengan kepercayaan 95% diketahui bahwa dari kadar Cu dan Cd pada sampel sedimen didapat hasil bahwa pada unsur Cu diambil kesimpulan bahwa tidak terdapat rata-rata perbedaan kadar Cu pada kelima sungai ini. Untuk unsur Cd dalam sampel sedimen ada perbedaan kadar pada kelima sungai. Pada sampel kangkung untuk unsur Cu memiliki harga Signifikansi yang lebih besar dari harga alfa 0,05 maka dapat diambil kesimpulan bahwa tidak terdapat perbedaan rata-rata kadar Cu pada kelima sungai, kadar Cd dalam sampel kangkung memiliki Signifikansi lebih kecil berarti ada perbedaan kadar rata-rata dari kelima sungai. Pada uji kadar Fe untuk sampel sedimen harga Signifikansi lebih kecil dari alfa berarti ada perbedaan kadar Fe pada kelima sungai, untuk sampel kangkung harga Signifikansi lebih besar dari alfa berarti tidak ada perbedaan rata-rata kadar Fe pada kelima sungai.



BAB VII

KESIMPULAN DAN SARAN

7.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian dan pembahasan tentang kandungan logam berat Fe, Cu dan Cd pada sampel sedimen dan kangkung perairan Semenanjung Muria dengan metode XRF (Spektroskopi Pendar Sinar-X) maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

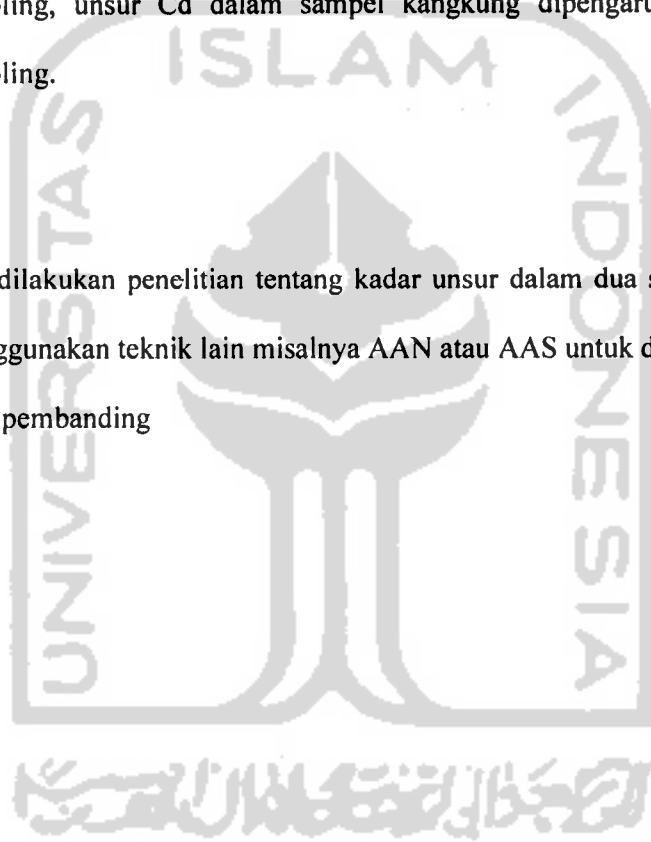
1. Metode XRF dapat menentukan kandungan unsur logam berat Fe, Cu dan Cd pada sampel sedimen dan kangkung.
2. Kadar unsur Fe (%) pada sampel sedimen terbesar terdapat di sungai Balong dengan kadar $8,15 \pm 0,0785$, dan terendah pada sungai Suru dengan kadar $5,71 \pm 0,0401$.
3. Kadar unsur Fe (%) sampel kangkung terbesar terdapat di sungai Kancilan dengan kadar $1,86 \pm 0,0185$, dan terendah pada sungai Gelis dengan kadar $0,12 \pm 0,0365$.
4. Pada sampel sedimen kadar unsur Cu terbesar terdapat di sungai Suru $99,94 \pm 6,9470$ ppm, dan terendah pada sungai Gelis $13,00 \pm 5,3087$ ppm. Kadar unsur Cd terbesar terdapat di sungai Suru $30,76 \pm 0,9877$ ppm, dan terendah pada sungai Wareng $15,15 \pm 0,5650$ ppm.
5. Pada sampel kangkung kadar unsur Cu terbesar di sungai Suru $96,33 \pm 4,7071$ ppm, dan terendah pada sungai Wareng $1,60 \pm 1,7510$ ppm.

Untuk kadar unsur Cd terbesar di sungai Balong $18,64 \pm 2,1510$ ppm, dan terendah pada sungai Kancilan $2,04 \pm 0,3110$ ppm

6. Pada kadar unsur Fe sampel sedimen dipengaruhi oleh lokasi sampling, sampel kangkung tidak dipengaruhi. Kadar Cu pada sampel sedimen tidak dipengaruhi oleh lokasi sampling, kadar Cd dipengaruhi oleh lokasi sampling. Untuk sampel kangkung kadar Cu tidak dipengaruhi oleh lokasi sampling, unsur Cd dalam sampel kangkung dipengaruhi oleh lokasi sampling.

7.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian tentang kadar unsur dalam dua sampel tersebut dengan menggunakan teknik lain misalnya AAN atau AAS untuk dapat digunakan sebagai data pembanding



akan lebih banyak terdapat di sedimen karena proses pengendapan yang relatif besar terjadi di sedimen, setelah itu barulah logam berat akan terakumulasi ketanaman yang hidup disekitarnya dalam hal ini adalah kangkung. Kadar unsur Fe sampel sedimen terbesar terdapat pada sungai Balong dengan kadar 8,15 %, kadar ini lebih besar dari keempat sungai lainnya hal ini dimungkinkan terjadi karena letak dari sungai Balong secara geografis, apakah disekitar sungai tersebut ada proses-proses lingkungan yang mengandung unsur Fe misalnya dalam bidang pertanian, industri, dan transportasi. Pada sampel kangkung kadar terbesar terdapat pada sungai Kancilan dengan kadar 1,86 % ini terajadi juga dapat dipengaruhi hal-hal di atas. Begitu halnya dengan unsur Cu dan Cd adanya perbedaan kandungan yang terdapat pada kelima lokasi sungai juga dapat dipengaruhi letak geografis sungai itu.

Adanya perbedaan kandungan kadar unsur pada sampel sedimen dan kangkung disebabkan adanya pengaruh akumulasi masuknya logam berat ke sungai tersebut dan pengaruh lingkungan lainnya. Misalnya kandungan unsur Cd pada sampel sedimen terbesar terdapat pada sungai Suru, tetapi pada sampel kangkung terbesar terdapat pada sungai Balong, artinya bahwa ada pengaruh keadaan lingkungan yang menyebabkan hal ini terjadi.

Dari hasil kadar unsur Fe, Cu, dan Cd diatas jika dibandingkan dengan sertifikat SRM (*standard reference material*) 8704 untuk sedimen maka hasilnya ternyata lebih tinggi dari sertifikat SRM 8704. Pada sampel kangkung setelah dibandingkan dengan SRM 1573 (untuk daun tomat), ternyata hasil kadar sampel juga lebih tinggi dari sertifikat SRM 1573. (lampiran 11)

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 1987, *Proyek promosi investasi industri bagian proyek penanggulangan dan pencegahan industri serta pengkajian pemakaian energi*, Buku petunjuk pencegahan dan penanggulangan pencemaran limbah padat dan cair industri
- Bertin, P.E., 1978, *Intruduction to X-Ray Spectrometric Analysis*, Plenim press, New York and London.
- Dewi, K.S.P., 2000, *Analisis logam (Hg, Pb, dan Cd) dalam sayuran di Denpasar*, J.Kim, Lingkungan, 1. 72-75
- Gross, M.G., 1990, *Oceanography a View of The Earth*. 5th Edition, New Jersey Pretice-Hall, Inc
- Katili, J.A dan Marks, P., 1963, *Geologi*, Penerbit ITB, Bandung
- Martopo, S., 1989, *Analisis Logam Berat Dalam Perairan*, UGM Press. Jogjakarta
- Murwanto, H., 1992, *Geologi Dasar*, Laboratorium Geologis Dinamis. Universitas Pembangunan Nasional Veteran, Jogjakarta
- Nyabakken, 1988, *Biologi Laut Suatu Pendekatan Ekologis*, Alih bahasa Muhammad Eidman, Cetakan Pertama, Penerbit Gramedia, Jakarta
- Palar, H., 1994, *Pencemaran dan Toksiologi Logam Berat*. Penerbit Rineka Cipta, Jakarta
- Rudolf O. Muller., 1972, *Spectrochemical Analysis by X-Ray Fluorescence*, plenum. New York.
- Rukmana, R., 2003, *Bertanam Kangkung*, Cetakan ketujuh, Penerbit Kanisius, Jogjakarta
- Serihartati Br koro, 1998, *Unsur kelumit dalam (Cr, Fe, Cu) dalam cuplikan bahan lingkungan*, skripsi, STTL, YLH, Jogjakarta
- Slamet, J.S., 1995, *Analisis Logam Berat Dalam Perairan*, UGM press, Jogjakarta
- Soemarto, C.D., 1993, *Hidrologi Teknik*, Edisi kedua, Penerbit Erlangga, Jakarta

Susetyo, W., 1988, *Spektrometri Gamma dan Penerapannya dalam Analisis Pengaktifan Neutron*, UGM Press, Jogjakarta

Taftazani, A., 1995, *The Indonesian pilot projects on Enviromental Monitoring Of and Specimen Bank (EMBSB)*. Proseding of Indonesia-German symposium on Enviromental Monitoring and Specimen Bank. Jojakarta Indonesia December 12-13 1995. ISSN 1433-5573 dan ISBN 3-89336-212-6

Taftazani, A., 1999, *Analisis kandungan logam Hg, Co Cr, dan Cd pada sedimen dan enceng gondok di sungai Surabaya dengan metode Pengaktifan Neutron*. Proseding Seminer Nasional I Kimia Analisis, Jaringan Kerja Sama Kimia Indonesia, Jogjakarta 24-25 Agustus 1999. ISSN 0854-4778

Taftazani, A., 2002, *Metode Preparasi*, lab Teknofisikokimia BATAN Jogjakarta

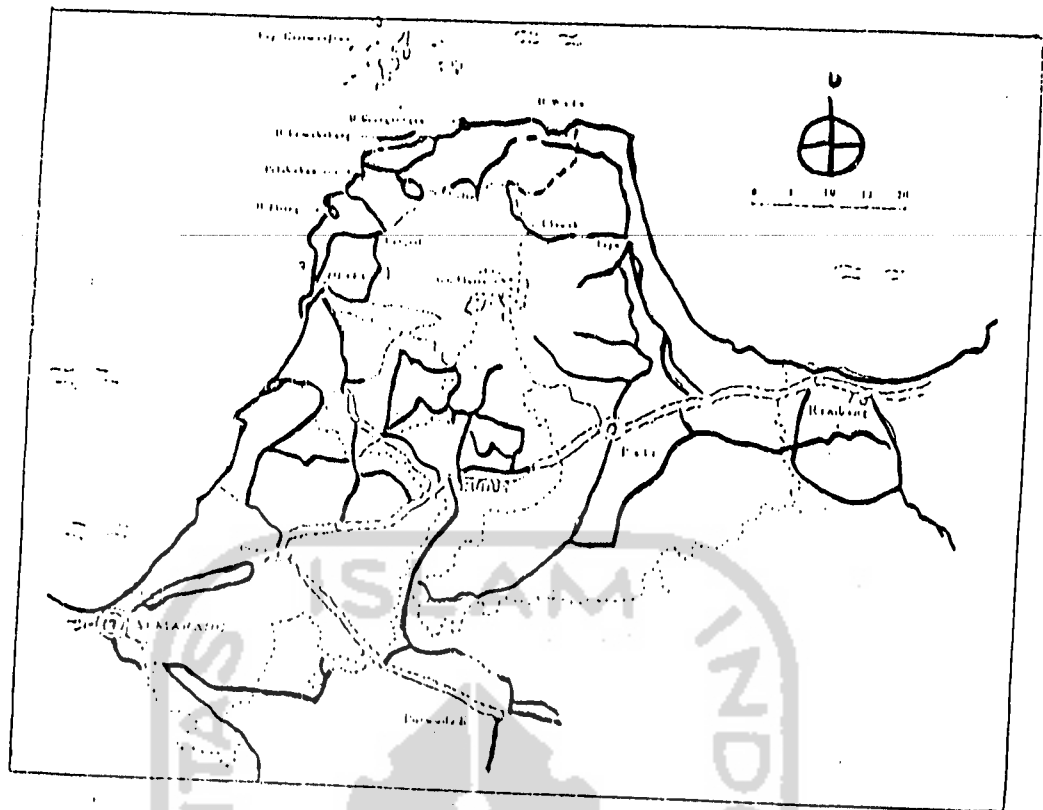
Tanabua, A., 2001, *Spesiasi Tembaga pada Sedimen Sungai Otomana dan Ajkwa*, Tesis, Program Pasca Sarjana, Universitas Gajah Mada, Jogjakarta

Wardhana, A.W., 1994, *Pengantar Teknik Analisa Radioaktivitas Lingkungan*, UGM Press, Jogjakarta

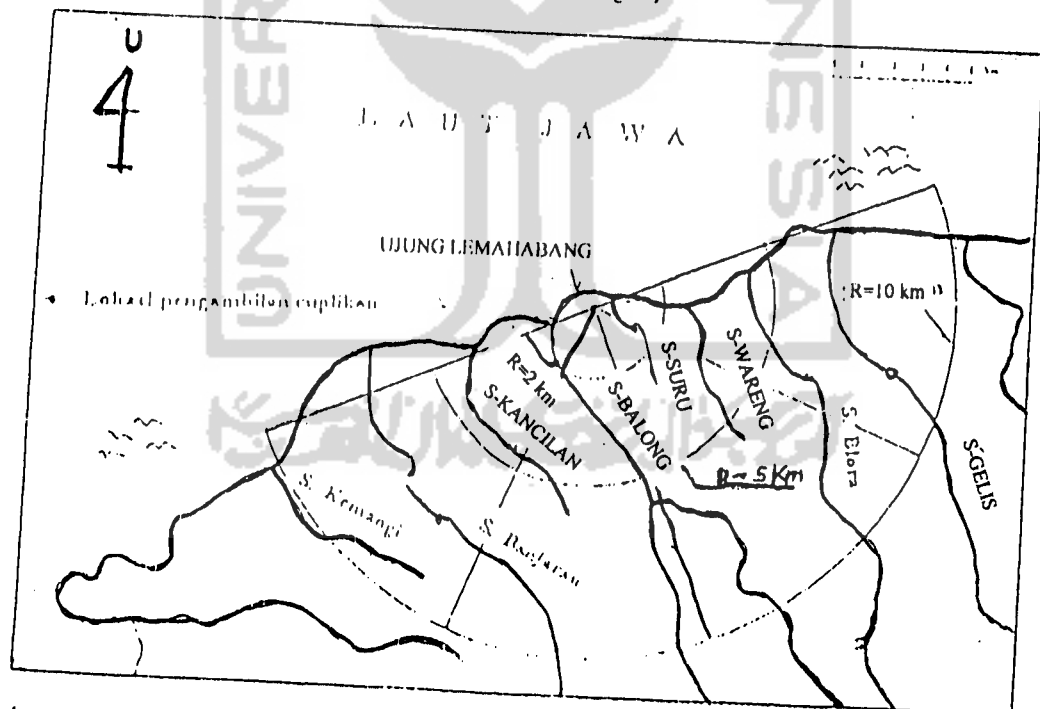
Winarna, F.G., 1984, *Gizi dan Pangan*, Penerbit Gramedia, Jakarta

Yolmen, Y.Y., 2001, *Spesiasi Tembaga Cu Sungai Otomana dan Ajkwa dengan menggunakan metode Potensiometri pelarutan kembali (PPK)*, Tesis, Program Pasca Sarjana, Universitas Gajah Mada, Jogjakarta





Gambar 4. Lokasi calon tapak pembangunan PLTN di Semenanjung Muria, Jepara (Jawa Tengah)



Gambar 5. Lokasi pengambilan Sample Tanah dan Tumbuhan Di Semenanjung Muria

Lampiran 2

Tabel 9. Hasil pengukuran sampel sedimen dengan XRF tanpa penambahan larutan induk (adisi) unsur Cu dan Cd

NO	Sampel Sedimen	Area (Rata-rata)	
		Cu	Cd
1	Sungai Suru	35,33	59,67
2	Sungai Kancilan	33,00	12,00
3	Sungai Balong	27,33	9,33
4	Sungai Wareng	25,67	6,33
5	Sungai Gelis	27,00	11,00

Tabel 10. Hasil pengukuran sampel kangkung dengan XRF tanpa penambahan larutan induk (adisi) unsur Cu dan Cd

NO	Sampel Kangkung	Area (Rata-rata)	
		Cu	Cd
1	Sungai Suru	64,67	28,67
2	Sungai Kancilan	75,00	46,67
3	Sungai Balong	39,00	37,33
4	Sungai Wareng	27,67	23,67
5	Sunagi Gelis	95,00	32,33

Lampiran 3

Tabel 11. Hasil pengukuran sampel sedimen unsur Cu dan Cd dengan penambahan larutan induk (adisi) menggunakan alat XRF

1. Sedimen sungai Kancilan

NO	Konsentrasi adisi (ppm)	Area	
		Cu	Cd
1	0	32	13
		34	12
		33	11
		33,00±1,0000	12±1,0000
2	50	52	69
		49	64
		51	66
		50,67±1,5275	66,33±2,5166
3	100	72	83
		76	86
		70	82
		72,67±3,0550	83,67±2,0816
4	150	134	309
		133	305
		140	305
		135,67±3,7859	306,33±2,3094
5	200	172	447
		177	434
		167	438
		172,00±5,0000	439,67±6,6583

2. Sedimen sungai Wareng

NO	Konsentrasi adisi (ppm)	Area	
		Cu	Cd
1	0	25	8
		23	5
		29	6
		25,67±3,0550	6,33±1,5275
2	50	87	53
		90	53
		96	58
		91,00±4,5825	54,67±2,8867
3	100	114	456
		121	450
		117	459
		117,33±3,5118	455,00±4,5825
4	150	165	560
		175	572
		168	566
		169,33±5,1316	566,00±6,0000
5	200	187	948
		191	949
		185	939
		187,67±3,0550	945,33±5,5075

3. Sedimen sungai Suru

NO	Konsentrasi adisi (ppm)	Area	
		Cu	Cd
1	0	34	58
		38	62
		34	59
		35,33±2,3094	59,67±2,0816
2	50	70	266
		67	256
		72	258
		69,67±2,1661	260,00±5,2915
3	100	81	306
		77	307
		72	303
		76,67±4,5092	305,33±2,0816
4	150	96	416
		99	419
		93	427
		96,00±3,0000	420,67±5,6862
5	200	126	616
		124	610
		117	616
		122,33±4,7258	614,00±3,4641

4. Sedimen sungai Balong

NO	Konsentrasi adisi (ppm)	Area	
		Cu	Cd
1	0	27	11
		27	8
		28	9
		27,33±0,5773	9,33±1,5275
2	50	47	56
		49	54
		47	57
		47,67±1,1547	55,67±1,5275
3	100	80	62
		70	55
		76	64
		75,33±5,0332	60,33±4,7258
4	150	117	420
		127	422
		121	419
		121,67±5,0332	420,33±1,5275
5	200	177	645
		164	644
		163	635
		168,00±7,8102	641,33±5,5075

5. Sedimen sungai Gelis

NO	Konsentrasi adisi (ppm)	Area	
		Cu	Cd
1	0	29	14
		23	9
		29	10
		27,00±3,4641	11,00±2,6457
2	50	36	46
		43	38
		47	44
		42,00±5,5677	42,67±4,1633
3	100	67	68
		74	64
		70	68
		70,33±3,5118	66,67±2,3094
4	150	104	269
		103	264
		110	271
		105,67±3,7859	268,00±3,6055
5	200	190	471
		189	497
		181	475
		186,67±4,9328	481,00±14,0000

Tabel 12. Hasil pengukuran sampel kangkung unsur Cu dan Cd dengan penambahan larutan induk (adisi) menggunakan alat XRF

1. Kangkung sungai Kancilan

NO	Konsentrasi adisi (ppm)	Area	
		Cu	Cd
1	0	75	49
		72	44
		78	47
		75,00±3,0000	46,67±2,5166
2	50	191	176
		190	179
		187	181
		189,33±2,0816	179,3333±1,5275
3	100	266	383
		260	380
		260	382
		262,00±3,4671	381,6667±1,5275
4	150	286	715
		282	707
		288	719
		286,33±3,3793	713,67±6,1101
5	200	389	930
		388	923
		380	924
		385,67±4,9328	925,67±3,7859

2. Kangkung sungai Wareng

NO	Konsentrasi adisi (ppm)	Area	
		Cu	Cd
1	0	29	25
		24	24
		30	22
		27,67±3,2145	23,67±1,5275
2	50	52	86
		58	85
		66	88
		58,67±7,0237	86,33±1,5275
3	100	172	216
		176	221
		168	220
		172,00±4,0000	219,00±2,6457
4	150	262	660
		266	664
		256	670
		261,33±5,0332	664,67±5,0332
5	200	364	720
		354	718
		360	722
		359,33±5,0332	720,00±2,0000

3. Kangkug sungai Suru

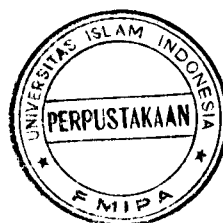
NO	Konsentrasi adisi (ppm)	Area	
		Cu	Cd
1	0	64	30
		66	27
		64	29
		64,67±1,1547	28,67±1,5275
2	50	111	63
		113	69
		108	67
		110,67±2,5166	66,33±3,0550
3	100	148	342
		143	344
		144	332
		145,00±2,6457	339,33±6,4291
4	150	192	610
		197	613
		190	611
		193,00±3,6055	611,33±1,5275
5	200	207	815
		204	814
		210	823
		207,00±3,0000	817,33±4,49328

4. Kangkung sungai Balong

NO	Konsentrasi adisi (ppm)	Area	
		Cu	Cd
1	0	38	38
		40	37
		39	37
		39,00±1,0000	37,33±0,5773
2	50	76	78
		77	83
		72	88
		75,00±2,6457	83,00±5,0000
3	100	151	167
		152	168
		154	176
		152,33±1,5175	170,33±4,9328
4	150	246	492
		247	496
		259	482
		250,67±7,2341	490,00±7,2111
5	200	340	854
		348	864
		354	848
		347,33±7,0237	855,33±8,0829

5. Kangkung sungai Gelis

NO	Konsentrasi adisi (ppm)	Area	
		Cu	Cd
1	0	97	32
		94	33
		94	32
		95,00±1,7320	32,33±0,5770
2	50	122	89
		112	90
		125	86
		119,67±6,8068	88,33±2,0816
3	100	138	247
		134	260
		134	247
		135,33±2,3094	251,33±7,5055
4	150	250	722
		251	717
		248	724
		249,67±1,5275	721,00±3,6055
5	200	342	921
		343	926
		348	923
		344,33±3,2145	923,33±2,5166



Lampiran 4

Tabel 13. Hasil pengukuran sampel sedimen sungai Kancilan unsur Cu dengan penambahan larutan induk (adisi) menggunakan alat XRF

1. Unsur Cu (pengukuran 1)

Kons(ppm)	0	50	100	150	200
Area	32	52	72	134	172

2. Unsur Cu (pengukuran 2)

Kons(ppm)	0	50	100	150	200
Area	34	49	76	133	177

3. Unsur Cu (pengukuran 3)

Kons(ppm)	0	50	100	150	200
Area	33	51	70	140	167

Contoh perhitungan menentukan kadar unsur Cu :

Dengan menggunakan persamaan $Y = bX + a$, maka kadar unsur Cu dapat diketahui dengan persamaan a/b , dimana :

Pengukuran 1

$$r = 0,9757$$

$$a = 20$$

$$b = 0,724$$

$$a/b = 27,6243$$

Pengukuran 2

$$r = 0,9764$$

$$a = 19,8$$

$$b = 0,74$$

$$a/b = 26,7567$$

Pengukuran 3

$$r = 0,9689$$

$$a = 20,8$$

$$b = 0,714$$

$$a/b = 29,1316$$

Dari data diatas maka kadar unsur Cu dapat diketahui dengan mencari harga rata-rata dari ketiga kadar tersebut, kadar Cu didapat : $27,6243 \pm 1,2017$

Persamaan dan perhitungan diatas juga dipakai untuk mencari kadar dari unsur Cd, begitu juga dengan sampel kangkung unsur Cu dan Cd dicari dengan persamaan yang sama.



Lampiran 5

Tabel 14. Hasil pengukuran sampel sedimen dan kangkung untuk unsur Fe tanpa penambahan larutan induk (adisi) menggunakan alat XRF

NO	Sampel	Area Fe	
		Sedimen	Kangkung
1	Sungai Kancilan	1712	519
		1664	521
		1689	528
		1688,33±24,0069	522,67±4,7258
2	Sungai Wareng	1766	106
		1748	108
		1765	108
		1759,67±10,1159	107,33±1,1574
3	Sungai Suru	1326	218
		1330	220
		1314	212
		1323,33±8,3266	216,67±4,1633
4	Sungai Balong	1810	106
		1836	101
		1840	109
		1828,67±16,2890	105,33±4,0414
5	Sungai Gelis	1706	154
		1710	168
		1700	166
		1705,33±5,0332	162,67±7,5718

Tabel 15. Hasil pengukuran Standar Sekunder Fe dengan menggunakan alat XRF

NO	Konsentrasi (%)	Area
1	2	230
		234
		228
		230,67±3,0550
2	4	634
		640
		638
		637,33±3,0550
3	6	1212
		1222
		1223
		1219,00±6,0827
4	8	1665
		1639
		1654
		1652,67±13,0511
5	10	1804
		1794
		1797
		1798,33±5,1316

Contoh perhitungan menentukan kadar Fe pada sampel sedimen dan kangkung :

Dari deret standar Fe digunakan persamaan regresi linier $Y = bX + a$, dari tabel

11 didapat harga $r = 0,9846$, $a = - 137,59998$, $b = 207,53333$

Penentuan kadar Fe sampel sedimen sungai Kancilan :

Pengukuran 1 :

$$Y = bX + a$$

$$1712 = 207,53333 X + (-137,59998)$$

$$X = 8,9123 \%$$

$$= 89123 \text{ ppm}$$

Pengukuran 2 :

$$Y = bX + a$$

$$1664 = 207,53333 X + (- 137,59998)$$

$$X = 7,3549 \%$$

$$= 73459 \text{ ppm}$$

Pengukuran 3 :

$$Y = bX + a$$

$$1689 = 207,53333 X + (- 137,59998)$$

$$X = 7,4754 \%$$

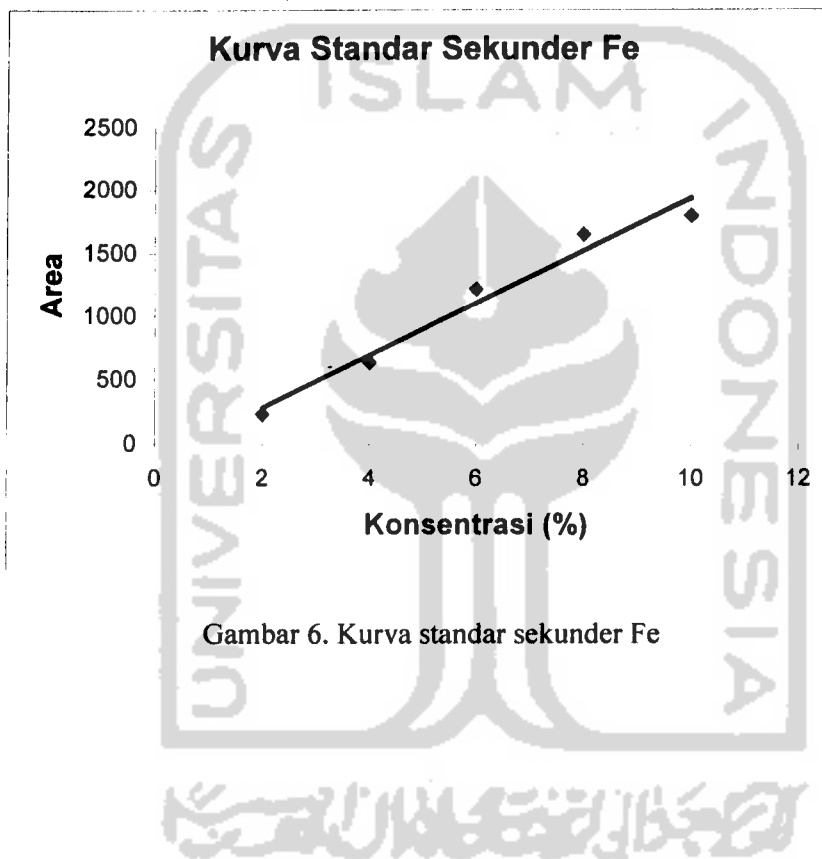
$$= 74754 \text{ ppm}$$

Dari data pengukuran 1, 2 dan 3 dicari harga rata-rata, didapat kadar Fe sampel sedimen sungai Kancilan $7,9142 \pm 0,8665$ (kadar dalam %)

Persamaan dan perhitungan diatas digunakan untuk menentukan kadar Fe pada sampel kangkung, dan untuk sungai yang lainnya.

Kurva standar sekunder Fe (Konsentrasi vs Area)

NO	Konsentrasi (%)	Area
1	2	230,67
2	4	637,33
3	6	1219,00
4	8	1652,67
5	10	1798,33



Tabel 16. Hasil pengukuran sampel sedimen dan kangkung untuk unsur Fe dibandingkan dengan standar tunggal.

NO	Sampel	Area Fe		Area standar tunggal	
		Sedimen	Kangkung	2 %	8 %
1	Kancilan	1712	519	230	1665
		1664	521	234	1639
		1689	528	228	1654
		1688,33±24,0069	522,67±4,7258	230,67±3,0550	1652,67±13,0511
2	Wareng	1766	106		
		1748	108		
		1765	108		
		1759,67±10,1159	107,33±1,1574		
3	Suru	1326	218		
		1330	220		
		1314	212		
		1323,33±8,3266	216,67±4,1633		
4	Balong	1810	106		
		1836	101		
		1840	109		
		1828,67±16,2890	105,33±4,0414		
5	Gelis	1706	154		
		1710	168		
		1700	166		
		1705,33±5,0332	162,67±7,5718		

Contoh perhitungan menentukan konsentrasi unsur Fe dengan pembandingan standar tunggal :

Untuk sampel sedimen karena area mendekati dari area standar tunggal 8% maka digunakan konsentreasi 8% sebagai pembanding.

Penentuan konsentrasi unsur Fe pada sampel sedimen sungai Kancilan :

Pengukuran 1 :

$$C_1 \times A_1 = C_2 \times A_2$$

$$8 \times 1652,67 = C_2 \times 1712$$

$$= 7,7227 \%$$

Pengukuran 2 :

$$C_1 \times A_1 = C_2 \times A_2$$

$$8 \times 1652,67 = C_2 \times 1664$$

$$= 7,9455 \%$$

Pengukuran 3 :

$$C_1 \times A_1 = C_2 \times A_2$$

$$8 \times 1652,67 = C_2 \times 1689$$

$$= 7,8279 \%$$

Dari pengukuran 1, 2 dan 3 didapat konsentrasi Fe (%) pada sampel sedimen sungai Kancilan adalah $7,83 \pm 0,1114$.

Untuk sampel kangkung menggunakan standar tunggal 2% karena area mendekati dengan konsentrasi dari standar tunggal 2%.

Lampiran 6

Contoh perhitungan pengambilan volume variasi larutan induk 50 ppm, 100 ppm, 150 ppm dan 200 ppm

1. Larutan induk 50 ppm :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1000 \mu\text{g/ml} = 5 \text{ ml} \times 50 \mu\text{g/ml}$$

$$= 5 \text{ ml} \times 50 \mu\text{g/ml} / 1000 \mu\text{g/ml}$$

$$= 0,25 \text{ ml}$$

2. Larutan induk 100 ppm :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1000 \mu\text{g/ml} = 5 \text{ ml} \times 100 \mu\text{g/ml}$$

$$= 5 \text{ ml} \times 100 \mu\text{g/ml} / 1000 \mu\text{g/ml}$$

$$= 0,50 \text{ ml}$$

3. Larutan induk 150 ppm :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1000 \mu\text{g/ml} = 5 \text{ ml} \times 150 \mu\text{g/ml}$$

$$= 5 \text{ ml} \times 150 \mu\text{g/ml} / 1000 \mu\text{g/ml}$$

$$= 0,75 \text{ ml}$$

4. Larutan induk 200 ppm :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 1000 \mu\text{g/ml} = 5 \text{ ml} \times 200 \mu\text{g/ml}$$

$$= 5 \text{ ml} \times 200 \mu\text{g/ml} / 1000 \mu\text{g/ml}$$

$$= 1,00 \text{ ml}$$

Lampiran 7

Tabel 17. Harga CV (coefficient variation) unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung dengan teknik komparasi standar tunggal

NO	Sampel	CV Fe (%)	
		Sedimen	Kangkung
1	Sungai Kancilan	0,45	3,87
2	Sungai Wareng	1,42	1,08
3	Sungai Suru	0,29	4,77
4	Sungai Balong	0,58	1,93
5	Sungai Gelis	0,89	0,90

Tabel 18. Harga CV (coefficient variation) unsur Fe pada sampel sedimen dan kangkung dengan teknik standar sekunder

NO	Sampel	CV Fe (%)	
		Sedimen	Kangkung
1	Sungai Kancilan	10,94	0,99
2	Sungai Wareng	0,62	3,67
3	Sungai Suru	0,51	5,29
4	Sungai Balong	1,04	12,12
5	Sungai Gelis	0,32	30,42

Tabel 19. Harga CV (coefficient variation) Cu dan Cd pada sampel sedimen dengan teknik adisi

NO	Sampel	CV (%)	
		Cu	Cd
1	Sedimen Kancilan	4,32	33,30
2	Sedimen Wareng	14,53	3,73
3	Sedimen Suru	9,95	3,21
4	Sedimen Balong	8,54	2,42
5	Sedimen Gelis	40,87	7,60

Tabel 20. Harga CV (coefficient variation) Cu dan Cd pada sampel kangkung dengan teknik adisi

NO	Sampel	CV (%)	
		Cu	Cd
1	Kangkung Kancilan	3,57	15,32
2	Kangkung Wareng	109,4	0,62
3	Kangkung Suru	4,89	3,37
4	Kangkung Balong	3,14	11,54
5	Kangkung Gelis	6,92	0,03



Lampiran 8

Uji statistik kepercayaan 95 %

Tabel 21 uji pada kadar Cu dan Cd sampel sedimen

One-Sample Statistics						
	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean		
Cu1	5	42.3520	34.46529	15.41335		
Cd	5	23.8680	6.01705	2.69091		

One-Sample Test						
	Test Value = 0					
	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
					Lower	Upper
Cu1	2.748	4	.051	42.35200	-.4423	85.1463
Cd	8.870	4	.001	23.86800	16.3968	31.3392

contoh analisis data :

Ho = rata-rata kadar Cu tidak berbeda antar pengamatan

Hi = rata-rata kadar Cu berbeda antar pengamatan

Berdasarkan probabilitas

Jika probabilitas > 0,05 maka Ho diterima

Jika probabilitas < 0,05 maka Ho ditolak

➤ Kesimpulan

Berdasarkan nilai probabilitas dari hasil hitung ternyata didapat nilai Sig 0.051 karena nilai tersebut lebih besar dari alfa 0.05 maka dapat diambil kesimpulan bahwa tidak terdapat rata rata perbedaan kadar Cu pada kelima sungai

Ho = rata-rata kadar Cd tidak berbeda antar pengamatan

Hi = rata-rata kadar Cd berbeda antar pengamatan

Berdasarkan probabilitas

Jika probabilitas $> 0,05$ maka Ho diterima

Jika probabilitas $< 0,05$ maka Ho ditolak

➤ Kesimpulan

Berdasarkan nilai probabilitas dari hasil hitung ternyata didapat nilai Sig 0.001 karena nilai tersebut lebih kecil dari alfa 0.05 maka dapat diambil kesimpulan bahwa ada perbedaan kadar Cd pada kelima sungai

Tabel 22 uji pada kadar Cu dan Cd pada sampel kangkung

One-Sample Statistics

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean
Cu	5	45.1180	39.56429	17.69369
Cd	5	12.5060	6.41012	2.86669

One-Sample Test

	Test Value = 0					
	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
					Lower	Upper
Cu	2.550	4	.063	45.11800	-4.0076	94.2436
Cd	4.363	4	.012	12.50600	4.5468	20.4652

Tabel 23 uji pada kadar Fe sampel sediment dan kangkung

One-Sample Statistics

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean
Sedimen	5	7.4280	.98408	.44010
Kangkun	5	.5340	.74845	.33472

One-Sample Test

	Test Value = 0					
	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
					Lower	Upper
Sedimen	16.878	4	.000	7.42800	6.2061	8.6499
Kangkun	1.595	4	.186	.53400	-.3953	1.4633

KOMPOSISI DERET STANDAR

(Dasar perhitungan relatif terhadap Stand. Primer SRM 2704 Buffalo River Sedimen)

Kode Standar	Unsur													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Fe (%)		Pb (ppm)	Zr (ppm)	Sn (ppm)	Sb (ppm)	Ba (ppm)	La (ppm)	Ce (ppm)	Nd (ppm)	Sm (ppm)	Ti (ppm)	Ca (ppm)	Zn	Al ₂ O ₃
Deret Stand. 1	2 %	50	50	4	4	400	10	50		5	2000	2000	2.732 g	22.268g
	4.5059 g	625 µl	625 µl	50 µl	50 µl	17.78 µl	125 µl	625 µl		125 µl	83.405 mg	124.805 mg		
Deret Stand. 2	4 %	100	100	8	8	600	20	100		10	3000	3000	5.351	19.649
	5.0118 g	1250 µl	1250 µl	100 µl	100 µl	26.682 µl	250 µl	1250 µl		250 µl	125.104 mg	187.294 mg		
Deret Stand. 3	6 %	200	200	12	12	800	30	150		15	4000	4000	7.971	17.029
	7.5177 g	2500 µl	2500 µl	150 µl	150 µl	35.578 µl	375 µl	1875 µl		375 µl	166.805 mg	249.726 mg		
Deret Stand. 4	8 %	300	300	16	16	1000	40	200		20	5000	5000	10.589	14.411
	10.0236 g	3750 µl	3750 µl	200 µl	200 µl	44.409 µl	500 µl	2500 µl		500 µl	208.507 mg	312.157 mg		
Deret Stand. 5	10 %	400	400	20	20	1200	50	250		25	6000	6000	13.209	11.791
	12.5205 g	5000 µl	5000 µl	250 µl	250 µl	55.171 µl	625 µl	3125 µl		625 µl	250.209 mg	374.589 mg		
Keterangan	#	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	#	#	#	

Catatan :

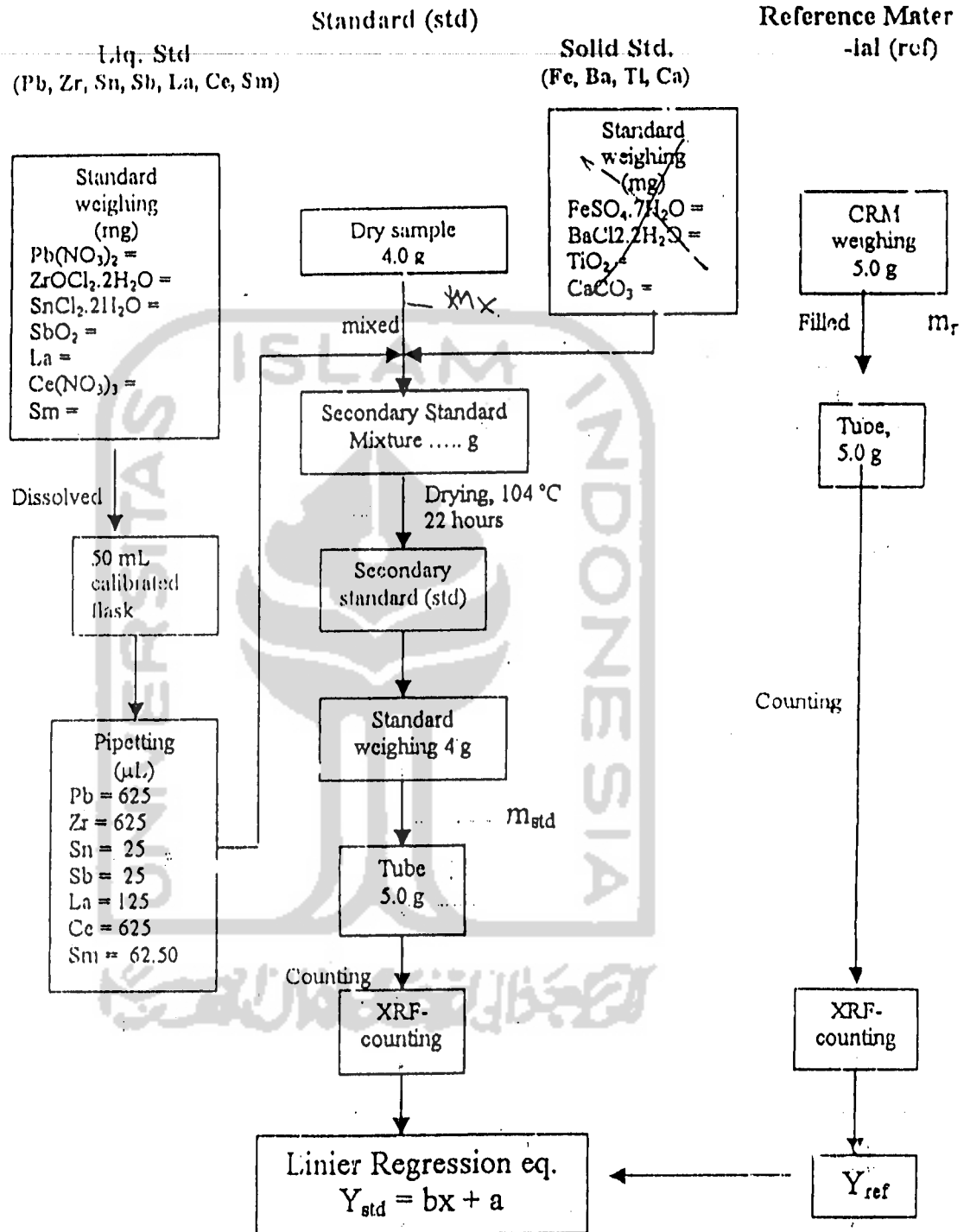
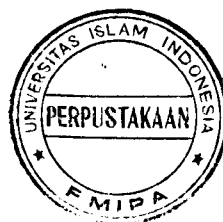
Basis perhitungan komposisi berat

= Bahan padat

✓ Bahan cair dari seri standar induk 2000 ppm, kecuali Sm 1000 ppm

Telah dikerjakan tgl 10 Jun 2002

EXPERIMENTAL DESIGN OF MULTI ELEMENTAL (Pb, Zr, Sn, Sb, La, Ce, Sm, Fe, Ba, Tl, Ca)
XRF DETERMINATION IN BIOTIC SAMPLE
BY USING INTERNAL STANDARD TECHNIQUE





National Institute of Standards & Technology

Report of Investigation

Reference Material 8704

Buffalo River Sediment

This Reference Material (RM) is intended primarily for use in the analysis of sediments, soils, or materials of a similar matrix. A unit of RM 8704 consists of 50 g of freeze-dried, radiation-sterilized, homogenized, river sediment that is very similar in composition to SRM 2704, Buffalo River Sediment, having been collected at the same time and location (see Source and Preparation of Material).

Reference Concentration Values: Reference values for concentrations of 25 elements are given in Table 1. Reference values are noncertified values that are the best estimate of the true value; however, the values do not meet the NIST criteria for certification and are provided with associated uncertainties that may not include all sources of uncertainty.

Information Concentration Value: An information value for arsenic is provided in Table 2. An information value is a noncertified value for which there is insufficient information to assign an uncertainty.

Expiration of Reference Values: The reference values of RM 8704 are valid, within the measurement uncertainties specified, until 01 January 2008, provided the RM is handled in accordance with instructions given in this report (see Instructions for Use). The reference values are nullified if the RM is contaminated or otherwise modified.

Maintenance of Reference Values: NIST will monitor this RM over the period of its validity. If substantive changes occur that affect the reference values before expiration, NIST will notify the purchaser. Return of the attached registration card will facilitate notification.

Statistical consultation was provided by W.F. Guthrie of the NIST Statistical Engineering Division.

The overall direction and coordination of the analyses were provided by G.C. Turk of the NIST Analytical Chemistry Division.

Spectrometric measurements were performed by A.P. Lindstrom, G.C. Turk, L.J. Wood, and L.L. Yu of the NIST Analytical Chemistry Division. Instrumental Neutron Activation Analysis was performed by R.R. Greenberg of the NIST Analytical Chemistry Division.

The support aspects involved in the preparation, certification, and issuance of this Standard Reference Material were coordinated through the NIST Standard Reference Materials Program by B.S. MacDonald.

Willie E. May, Chief
Analytical Chemistry Division

Thomas E. Gills, Director
Office of Measurement Services

Gaithersburg, MD 20899
Report of Investigation Issue Date: 3 March 2000

SOURCE, PREPARATION, AND ANALYSIS

Source and Preparation of Material: The river sediment for SRM 2704 Buffalo River Sediment and RM 8704 Buffalo River Sediment was collected from the Buffalo River in the area of the Ohio Street Bridge, Buffalo, NY. The U.S. Army Corps of Engineers, under contract to NIST, collected and screened approximately 908 kg of river sediment and placed it in six 55-gallon, Teflon[®]-lined drums. The drums were loaded onto a refrigerated truck and transported to the Technimed Corporation, Fort Lauderdale, FL for freeze-drying of the contents. The freeze-dried sediment was shipped to a laboratory contracted by NIST where it was screened and passed through a 150 μm (100 mesh) sieve and retained on a 38 μm (400 mesh) sieve. The SRM 2704 portion of the freeze-dried sediment was sieved and blended at NIST and subsequently radiation-sterilized, and bottled into 50 g units. The RM 8704 portion of the freeze-dried and sieved sediment was retained for approximately 6 years before being blended, radiation-sterilized, divided by a spinning riffler, and bottled into 50 g units.

Methods of Analysis

Spectrometric Comparison to SRM 2704: Samples weighing approximately 0.25 g were taken from each of 8 bottles of RM 8704 and 8 bottles of SRM 2704. The samples were put into solution using a lithium metaborate fusion procedure. The solutions of the two materials were spectrometrically compared using both inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS) and inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICPOES). Mass fraction values for 18 elements in RM 8704 were calculated from the relative signal intensities (optical and/or mass spectrometric) of RM 8704 versus SRM 2704 and the certified mass fractions of SRM 2704. ICPMS measurements were made for arsenic, barium, calcium, cadmium, cobalt, chromium, copper, iron, magnesium, nickel, lead, titanium, thallium, uranium, vanadium, and zinc. For some elements ICPMS signals were measured at more than one mass, and the equally-weighted mean value was used as the ICPMS value. ICPOES measurements were made for aluminum, barium, calcium, cobalt, chromium, iron, potassium, magnesium, manganese, sodium, lead, titanium, uranium, vanadium, and zinc. For the elements for which both ICPMS and ICPOES measurements were made, the equally-weighted mean value was used.

Combustion Analysis: Carbon was determined in 8 bottles of RM 8704 and 8 bottles of SRM 2704 at LECO Corporation, Inc. using combustion analysis with infrared detection. In a manner analogous to the spectrometric comparison, the mass fraction of carbon was calculated from the relative carbon signals of RM 8704 versus SRM 2704 and the certified mass fraction of carbon in SRM 2704. The sample size was 0.25 g.

Instrumental Neutron Activation Analysis (INAA): Samples weighing approximately 0.25 g were taken from each of 8 bottles of RM 8704 and 2 bottles of SRM 2704. Using standards prepared from dried filter papers onto which known amounts of the analytes of interest had been deposited, cerium, cobalt, chromium, cesium, europium, iron, hafnium, antimony, scandium, and thorium, were determined by INAA. SRM 2704 was analyzed as a quality control sample.

NOTICE AND WARNINGS TO USERS

Use: A minimum sample weight of 0.25 g (dry weight - see Instructions for Drying) should be used for analytical determinations relating to the reference values on this report of investigation.

Sample preparation procedures should be designed to effect complete dissolution. If volatile elements (i.e., mercury, arsenic, selenium) are to be determined, precautions should be taken in the dissolution of RM 8704 to avoid volatilization losses.

Instructions for Drying: When nonvolatile elements are to be determined, samples should be dried for 2 hours at 110 °C. Volatile elements (i.e., mercury, arsenic, selenium) should be determined on samples as received; separate samples should be dried as previously described to obtain a correction factor for moisture. Correction for moisture is to be made to the data for volatile elements before comparing to the reference values. This procedure, which was used for the determination of the volatile elements, ensures that these elements are not lost during drying. The approximate mass loss on drying has been found to be 0.8 %.

¹ Certain commercial equipment, instruments, or materials are identified in this report to adequately specify the experimental procedure. Such identification does not imply recommendation or endorsement by the NIST, nor does it imply that the materials or equipment identified are necessarily the best available for the purpose.

Table 1. Reference Concentration Values for Selected Elements for RM 8704

Element	Mass Fraction (%)		
Aluminum	6.10	±	0.18
Calcium	2.641	±	0.083
Carbon	3.351	±	0.017
Iron	3.97	±	0.10
Magnesium	1.200	±	0.018
Potassium	2.001	±	0.041
Sodium	0.553	±	0.015
Titanium	0.457	±	0.020

Element	Mass Fraction (mg/kg)		
Antimony	3.07	±	0.32
Barium	413	±	13
Cadmium	2.94	±	0.29
Cerium	66.5	±	2
Cesium	5.83	±	0.12
Chromium	121.9	±	3.8
Cobalt	13.57	±	0.43
Europium	1.31	±	0.038
Hafnium	8.4	±	1.5
Lead	150	±	17
Manganese	544	±	21
Nickel	42.9	±	3.7
Scandium	11.26	±	0.19
Thorium	9.07	±	0.16
Uranium	3.09	±	0.13
Vanadium	94.6	±	4.0
Zinc	408	±	15

Reference Value Uncertainties: The uncertainty in the reference values for aluminum, calcium, potassium, and sodium, derived from spectrometric comparison to SRM 2704 using ICPOES, is expressed as an expanded uncertainty, U , at the 95 % level of confidence, and is calculated according to the ISO Guide [1]. The expanded uncertainty is calculated as $U = ku_c$, where u_c is intended to represent, at the level of one standard deviation, the combined effects of the ICPOES measurement uncertainty and the uncertainty of the SRM 2704 certified value. The uncertainty for the SRM 2704 certified value has been recalculated from the original data according to ISO measurement uncertainty guidelines. The coverage factor, k , was obtained from the Student's t -distribution corresponding to the calculated effective degrees of freedom of u_c using a level of confidence of 95 %.

The uncertainty in the reference values for cadmium and nickel, derived from spectrometric comparison to SRM 2704 using ICPMS, is expressed as an expanded uncertainty, U , at the 95 % level of confidence, and is calculated according to the ISO Guide [1]. The expanded uncertainty is calculated as $U = ku_c$, where u_c is intended to represent, at the level of one standard deviation, the combined effects of the ICPMS measurement uncertainty and the uncertainty of the certified value of SRM 2704. The uncertainty for the certified value of SRM 2704 has been recalculated from the original data according to ISO measurement uncertainty guidelines. The coverage factor, k , was obtained from the Student's t -distribution corresponding to the calculated effective degrees of freedom of u_c using a level of confidence of 95 %.

The uncertainty in the reference values for magnesium, titanium, barium, manganese, lead, uranium, vanadium, and zinc, derived from spectrometric comparison to SRM 2704 using the equally weighted mean of ICPMS and ICPOES measurements, is expressed as an expanded uncertainty, U , at the 95 % level of confidence, and is calculated according to the ISO Guide [1]. The expanded uncertainty is calculated as $U = ku_c$, where u_c is intended to represent, at the level of one standard deviation, the combined effects of the ICPOES measurement uncertainty, the ICPMS measurement uncertainty, and the uncertainty of the SRM 2704 certified value. The uncertainty for the SRM 2704 certified value has been recalculated from the original data according to ISO measurement uncertainty guidelines. The coverage factor, k , was obtained from the Student's t -distribution corresponding to the calculated effective degrees of freedom of u_c using a level of confidence of 95 %.

The uncertainty in the reference values for iron, cobalt, and chromium, derived from the equally weighed mean of a spectrometric comparison to SRM 2704 (using both ICPMS and ICPOES) and an independent INAA analysis, is expressed as an expanded uncertainty, U , at the 95 % level of confidence, and is calculated according to the ISO Guide [1]. The expanded uncertainty is calculated as $U = ku_c$, where u_c is intended to represent, at the level of one standard deviation, the combined effects of the uncertainty in the spectrometric comparison (which includes ICPMS measurement uncertainty, ICPOES measurement uncertainty, and the uncertainty of the SRM 2704 certified value), the uncertainty of the INAA measurement, and the uncertainty of corrections for method biases [2]. The uncertainty for the SRM 2704 certified value has been recalculated from the original data according to ISO measurement uncertainty guidelines. The coverage factor, k , was obtained from the Student's t -distribution corresponding to the calculated effective degrees of freedom of u_c using a level of confidence of 95 %.

The uncertainty in the reference values of cerium, cesium, europium, hafnium, antimony, scandium, and thorium, derived from INAA analysis alone, is expressed as an expanded uncertainty, U , at the 95 % level of confidence, and is calculated according to the ISO Guide [1]. The expanded uncertainty is calculated as $U = ku_c$, where u_c is intended to represent, at the level of one standard deviation, the uncertainty of the INAA measurements. The coverage factor, k , was obtained from the Student's t -distribution corresponding to the calculated effective degrees of freedom of u_c using a level of confidence of 95 %.

The uncertainty in the reference value of carbon, derived from comparison to SRM 2704 using combustion analysis, is expressed as an expanded uncertainty, U , at the 95 % level of confidence, and is calculated according to the ISO Guide [1]. The expanded uncertainty is calculated as $U = ku_c$, where u_c is intended to represent, at the level of one standard deviation, the combined effects of the combustion analysis measurement uncertainty and the uncertainty of the SRM 2704 certified value. The uncertainty for the SRM 2704 certified value has been recalculated from the original data according to ISO measurement uncertainty guidelines. The coverage factor, k , was obtained from the Student's t -distribution corresponding to the calculated effective degrees of freedom of u_c using a level of confidence of 95 %.

Table 2. Information Concentration Value for Arsenic for RM 8704

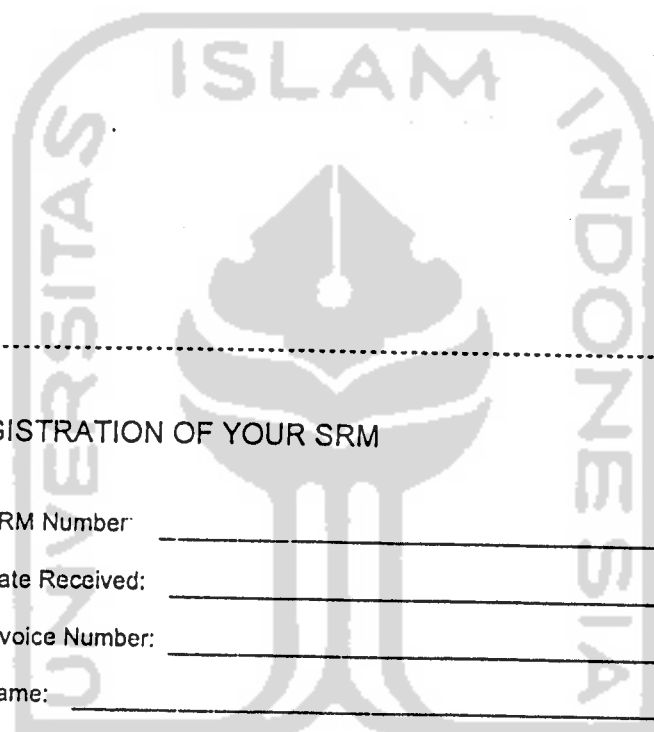
Element	Mass Fraction (mg/kg)
Arsenic	17

Information Value for Arsenic: This information value was determined by spectrometric comparison to SRM 2704 using ICPMS after adjusting the certified value of arsenic in SRM 2704 downward by 6 %. The adjustment is based on measurements made at NIST since 1996, that indicate the certified value for SRM 2704 is no longer valid due to a loss of approximately 6 % of the arsenic from SRM 2704. The arsenic value in RM 8704 is given for information only because there is insufficient information to assign an uncertainty.

REFERENCES

- [1] *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*, ISBN 92-67-10188-9, 1st Ed. ISO, Geneva, Switzerland, (1993); see also Taylor, B.N. and Kuyatt, C.E., "Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results," NIST Technical Note 1297, U.S. Government Printing Office, Washington DC, (1994).
- [2] Levenson, M.S., et al, "An ISO GUM Approach to Combining Results from Multiple Methods," unpublished manuscript.

Users of this RM should ensure that the report of investigation in their possession is current. This can be accomplished by contacting the SRM Program at: Phone (301) 975-6776 (select "Certificates"), Fax (301) 926-4751, e-mail srminfo@nist.gov, or via the Internet <http://ts.nist.gov/srm>.



REGISTRATION OF YOUR SRM

Please complete and return this registration sheet to the address given on the reverse side. Frequently, we have difficulty contacting the actual users of SI because the addresses to which we ship are often those of procurement agents. The information on this registration sheet will enable us to inform you directly of any changes in the Certificate or other matters related to the use of this SRM and any update in its certification.

Thank you.

SRM Number: _____
Date Received: _____
Invoice Number: _____
Name: _____
Title: _____
Address: _____

Phone: _____

S. Department of Commerce
Elliot L. Richardson,
Secretary

National Bureau of Standards
Ernest Ambler, Acting Director

National Bureau of Standards

Certificate of Analysis

Standard Reference Material 1573

Tomato Leaves

This Standard Reference Material is intended primarily for calibrating instrumentation and evaluating the reliability of analytical methods for the determination of major, minor, and trace elements in botanical materials and other agricultural products.

Certified Values of Constituent Elements: The certified values for the constituent elements are shown in Table I. They are based on results obtained either by reference methods of known accuracy or by two or more independent, reliable analytical methods. Non-certified values, which are given for information only, appear in Table 2. All values are based on a minimum sample size of 500 mg of the material dried as indicated under "Instructions for Drying."

Notice and Warnings to Users:

Expiration of Certification: This certification will be invalid 5 years after the shipping date. Should it be invalidated before then, purchasers will be notified by NBS.

Stability: The material should be kept in its original bottle and stored at temperatures between 10-30 °C. It should not be exposed to intense sources of radiation, including ultraviolet lamps or sunlight. Ideally, the bottle should be kept in a desiccator in the dark at the temperature indicated.

Use: The bottle should be shaken well before each use. A minimum sample of 500 mg of the *dried* material (see Instructions for Drying) should be used for any analytical determination to be related to the certified values of this certificate.

The overall direction and coordination of the technical measurements leading to this certificate were performed under the chairmanship of H. L. Rook. The overall coordination of the cooperative work performed by the Commission of European Communities, Joint Research Center, Ispra Establishment, Italy, was by G. Rossi of the Chemistry Division.

The technical and support aspects involved in the preparation, certification, and issuance of this Standard Reference Material were coordinated through the Office of Standard Reference Materials by T. W. Meiers and R. Alvarez.

Washington, D.C. 20234
October 18, 1976

J. Paul Cali, Chief
Office of Standard Reference Materials

(over)

Table 1. Certified Values of Constituent Elements*

Major and Minor Constituents

<u>Element</u>	<u>Content Wt. Percent</u>
Potassium	4.46 ± 0.03
Calcium	3.00 ± 0.03
Phosphorus	0.34 ± 0.02

Trace Constituents

<u>Element</u>	<u>Content μg/g</u>	<u>Element</u>	<u>Content μg/g</u>
Iron	690 ± 25	Lead	6.3 ± 0.3
Manganese	238 ± 7	Chromium	4.5 ± 0.5
Zinc	62 ± 6	Arsenic	0.27 ± 0.05
Strontium	44.9 ± 0.3	Thorium	0.17 ± 0.03
Rubidium	16.5 ± 0.1	Uranium	0.061 ± 0.003
Copper	11 ± 1		

*Analytical values are based on the "dry-weight" of material (See Instructions for Drying).

The uncertainties of the values shown in Table 1 include allowances for inhomogeneity, method imprecision, and an estimate of possible biases of the analytical methods used.

Table 2. Non-certified Values for Constituent Elements*

NOTE: The following values are not certified because they are not based on the results of either a reference method of known accuracy or two or more independent methods. These values are included for information only.

Major and Minor Constituents

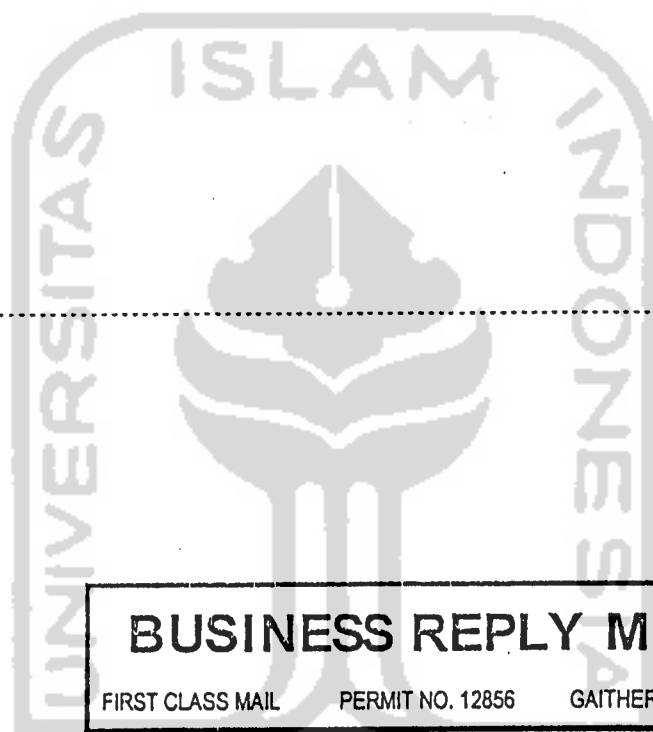
<u>Element</u>	<u>Content Wt. Percent</u>
Nitrogen	(5.0)
Magnesium	(0.7)
Aluminum	(0.12)

Trace Constituents

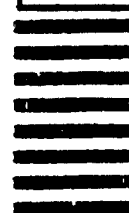
<u>Element</u>	<u>Content μg/g</u>	<u>Element</u>	<u>Content μg/g</u>
Boron	(30)	Cobalt	(0.6)
Bromine	(26)	Scandium	(0.13)
Cadmium ^b	(3)	Mercury	(0.1)
Cerium	(1.6)	Thallium	(0.05)
Lanthanum	(0.9)	Europium	(0.04)

*Analytical values are based on the "dry weight" of material (See Instructions for Drying).

^bCadmium was not sufficiently homogeneous for certification.



NO POSTAGE
NECESSARY
IF MAILED
IN THE
UNITED STATES



BUSINESS REPLY MAIL

FIRST CLASS MAIL PERMIT NO. 12856 GAITHERSBURG, MD

POSTAGE WILL BE PAID BY THE ADDRESSEE

STANDARD REFERENCE MATERIALS PROGRAM
NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY
BUILDING 202 ROOM 215
GAITHERSBURG MD 20878-9950



Instructions for Drying: Samples of this Standard Reference Material *must* be dried before weighing by either the following procedures:

1. Drying in air in an oven at 85 °C for 2 hours.
2. Lyophilization using a cold trap at or below -50 °C at a pressure *not greater* than 30 Pa (0.2 mm Hg) for 24 hours.

NOTE: Drying either in an oven at 105 °C or in a vacuum oven at 75 °C causes large losses of volatiles other than water and should *not* be used.

Additional Information on Analyses: This Standard Reference Material contains siliceous material, which is an integral part of the sample. The analyses reported in Tables 1 and 2 were performed on the entire sample. Therefore, dissolution procedures should be capable of complete dissolution of the sample, but should not result in losses of volatile elements, such as arsenic and mercury.

Source and Preparation of Material: The plant material for this SRM was collected and prepared under the direction of A. L. Kenworthy of Michigan State University, East Lansing, Mich. Its source was a field plot of seedling tomatoes that had been established at the Horticultural Research Center of the University. For the preparation of the SRM, the terminal portions of the plants were clipped, air-dried, and ground in a comminuting machine. After grinding, the material was dried at 85 °C, thoroughly mixed in a feed blender, packaged in polyethylene-lined fiber drums, and sterilized in situ with cobalt-60 radiation. The sterilization procedure was carried out at the U.S. Army Research and Development Command, Natick, Mass. under the direction of A. Brynjolfsson. At NBS, a preliminary evaluation of the material homogeneity indicated that improvement would be required to establish more reliable certified values. Therefore, the material was resieved and the portion that had passed a polypropylene sieve having openings of 0.25 mm (equivalent to a U.S. series 60 standard sieve) was retained for the SRM.

Homogeneity Assessment: Material homogeneity was evaluated by determining nine of the certified elements, Fe, Mn, Zn, Rb, Cu, Cr, As, and U on samples of 500 mg or less taken at various locations of the freeze-dried bulk material. The other certified elements, K, Ca, Sr, Pb, and Th were determined using sample weights not exceeding one gram. The uncertainties of the concentrations given in Table 1 include these results.

Analytical Methods Used and Analysts

Analytical Methods

- A. Atomic absorption spectroscopy
- B. Isotope dilution mass spectrometry
- C. Isotope dilution spark source mass spectrometry
- D. Kjeldahl method for nitrogen
- E. Neutron activation
- F. Nuclear track technique
- G. Optical emission spectroscopy
- H. Spectrophotometry
- I. Polarography

(over)

Analysts

Analytical Chemistry Division, National Bureau of Standards

- | | |
|-----------------------|---------------------|
| 1. R. W. Burke | 11. S. H. Harrison |
| 2. B. S. Carpenter | 12. R. M. Lindstrom |
| 3. E. R. Deardorff | 13. L. A. Machlan |
| 4. B. I. Diamondstone | 14. L. T. McClendon |
| 5. L. J. Dunstan | 15. L. J. Moore |
| 6. M. S. Epstein | 16. T. J. Murphy |
| 7. R. H. Filby | 17. P. J. Paulsen |
| 8. E. L. Garner | 18. T. C. Rains |
| 9. T. E. Gills | 19. H. L. Rook |
| 10. J. W. Gramlich | |

Cooperating Analysts

20. Chemistry Division, Standards and Reference Substances Secretariat, Commission of European Communities, Joint Research Center, Ispra Establishment, Italy.

G. Serrini	F. Orthmann	E. Colombo
G. Renaux	R. Pietra	E. Girardi
W. Leyendecker	G. Guzzi	N. Toussaint

21. Y. Nemoto, K. Okamoto, and K. Fuwa, Division of Chemistry and Physics, National Institute for Environmental Studies, Yatabe, Ibaraki, Japan.
22. L. Kosta, Institute "Josip Stelan," Ljubljana, Yugoslavia.
23. J. B. Jones, Jr. and R. Isaac, University of Georgia, Athens, Georgia.