"Allah SWT adalah Tuhan semesta alam dan Nabi Muhammad SAW adalah

Pemimpin umat Islam hingga akhir zaman"

Dengan Cinta dan Kasih, Ku persembahkan skripsi ini untuk :

Kedua Orang tuaku : Bp. Mudjiono & Ibu Sumarsih, "do'a kalian telah memberikanku kebahagiaan".

Kakak dan saudaraku : Mas Agus Mbak Ita, Mas Joko Mbak Rini, Alm Mbak Susi "di surga", Mas Obay Mbak Wati', Mas Anis Mbak Era "maaf sering ngrepotin dan trim'S atas motivasinya untuk selalu semangat", Mas Kelik Mbak Vita, Gumbret Wahyu.

Keponakanku : Melia, Ninda, Arif, Ratna, Faisal, Putry, Liza, Nia,Dhidan, Marsa, Diva, Afni dan Re'va ,"Generasi masa depan ".

Untuk seseorang yang kelak menjadi istri dan ibu bagi anak-anakku

7. *My Partner in The Research*....Ita' : *Thank's for you struggle*.....ingat selalu slogan kita *"Demi masa depan"*....

8. Mas Anis Mbak 'Era yang telah memberikan bantuan dana penelitian.

9. Mr Marcono with Dea atas jasa terbaik kalian.

10. Gonde's-gonde'ster di kuncen Gg. Mawar 19/04 dan *my best friends kimia* '00 : terima kasih sudah menjadi teman sekaligus sahabat yang paling baik.

11. Komunitas Jl Malioboro Jogjakarta : anak jalanan, preman, punker, orang jualan, tukang parkir, orang ngamen, orang gila, orang yang duduk disampingku, cah ayu...manis... elex, de el ell.

12. Terima kasih yang tak terhingga pada debu-debu Malioboro ; *tanpamu aku tak'kan sepertimu*....

Akhir kata penulis menayadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Untuk itu kritik dan saran untuk perbaikan penulisan ini sangat diharapkan.

Wassalamu'alaikum Wr.Wb.

Jogjakarta, April 2005

Penulis,

PENENTUAN LOGAM TIMBAL , TEMBAGA DAN KROMIUM PADA DEBU JALAN MALIOBORO JOGJAKARTA DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

HERU. SUMARSONO
No Mhs : 00612005

INTISARI

Penelitian tentang penentuan logam Timbal, Tembaga dan Kromium pada debu Jalan Malioboro Jogjakarta dengan Spektrofotometri Serapan Atom telah dilakukan.

Sampel diambil dari Jalan Malioboro Jogjakarta dengan menggunakan vakumkliner di lima lokasi. Sampel debu kemudian dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom.

Kadar logam Pb, Cu dan Cr dari sampel debu masing-masing adalah 31,25±5,65μg/g – 729,16±0,00 μg/g untuk logam Pb, 52,13±3,73 μg/g – 656,75±10,85 μg/g untuk logam Cu, 14,03±1,45 μg/g - 80,75±3,02 μg/g untuk logam Cr.

Kata kunci : *Sampel Debu, Jalan Malioboro, Logam Timbal, logam Tembaga dan Logam Kromium , Spektrofotometri Serapan Atom*

DETERMINATION OF LEAD, COPPER AND CHROMIUM METALS ON THE DUST OF MALIOBORO STREET IN JOGJAKARTA BY USING ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY

HERU. SUMARSONO
No Mhs: 00612005

ABSTRACT

Determination of Lead, Copper and Chromium metals on The Dust of Malioboro Street in Jogjakarta by using Atomic Absorption Spectrophotometry have been carried out.

The Dust sample was taken from Malioboro street in Jogjakarta by using vacumcleaner in five locations. The Dust sample in analysis by atomic absorption spectrophotometry.

The Metal concentration of Pb, Cu and Cr were 31,25±5,65µg/g – 729,16±0,00 µg/g for Pb, 52,13±3,73 µg/g – 656,75±10,85 µg/g for Cu, 14,03±1,45 µg/g - 80,75±3,02 µg/g for Cr, respectively.

Keywords: *Dust sample, Malioboro street, lead metal, Copper metal and Chromium metal, Atomic Absorption Spectrophotometry*

3.7 Hipotesis..... 27

BAB IV Metodologi penelitian..... 28

4.1 Alat dan bahan yang digunakan..... 28

4.2 Cara kerja..... 29

BAB V Hasil Dan Pembahasan..... 31

BAB VI Kesimpulan Dan Saran..... 44

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

Metode Pengujian kadar partikel debu di udara secara gravimetri dengan menggunakan High Volume Air Sampler (HVS) digunakan untuk memperoleh besarnya partikel debu di udara secara gravimetri. Peralatan yang digunakan dalam pengujian ini antara lain Alat High Volume Air Sampler (HVS) ukuran normal, piring penampang, perekat, saringan adapter, tudung alat pencuplik, pengukur debit udara dll. Benda uji adalah udara yang mengandung debu dengan beberapa ketentuan.Cara pengujiannya adalah persiapan pemberian nomor kertas saring, kemudian memilih kertas saring yang tidak cacat, bersih dari debu, dan dilanjutkan dengan persiapan lain. Pengujian dilakukan dengan meletakkan kertas saring tersebut pada desikator selama 24 jam, kemudian menimbang dan menghitung kadar debu di udara dengan menggunakan rumus (Anonim, SNI : 19-4840-1998).

Penelitian Awaluddin, 2002 tentang analisa timah hitam (Pb) pada udara dengan metode dithizone, sampel diambil di udara pada suatu tempat (tempat pengambilan sampel dirahasiakan) dengan alat HVS-500-10 yang ditangkap oleh kertas filter fiber. Sampel direndam dengan larutan $HClO_4$: HNO_3 (2:3) selama semalam, kemudian dipanaskan sampai kering, setelah dingin ditambahkan larutan HNO_3 10 ml. Selanjutnya diberikan larutan aquades 12,5 ml dan Buffer Pb 15 ml dengan pH 9-11,5 larutan Dithizone serta HNO_3 (1:4) 10 ml. Setelah itu dianalisis dengan spektrofotometer 20 D dengan λ =510 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi sampel adalah : blangko : 0 $\mu g/m^3$, 2U: 0,22 $\mu g/m^3$, 15U : 0,07 $\mu g/m^3$, 16U : 0,13 $\mu g/m^3$, 17U : 0,17 $\mu g/m^3$, 33U : 0,83 $\mu g/m^3$.

dan lain-lain. Sampel debu dimasukkan ke dalam plastik, diberi label dan ditutup rapat. Setelah itu dilakukan preparasi sampel kemudian sampel dianalisis dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sampel mengandung logam Pb, Cu, Zn, Cr dan Cd. Hasil perhitungan ditunjukkan dalam % (Malsingh, J.I., 1999).

selalu berbentuk padat melainkan ada yang berbentuk cair, contohnya adalah air raksa (Hg), serium (Ce) dan gallium (Ga).

Logam berat sebetulnya telah dipergunakan secara luas terutama dalam perpustakaan ilmiah sebagai suatu istilah yang menggambarkan bentuk dari logam tertentu. Karakteristik dari kelompok logam berat adalah sebagai berikut :

a. Memiliki spesifikasi gravit yang sangat besar (lebih dari empat).
b. Memiliki nomor atom 22- 34 dan 45-50 serta unsur-unsur lantanida dan aktinida.
c. Mempunyai respon biokimia khas (spesifik) pada organisme hidup.

Kebutuhan logam berat pada kehidupan makhluk hidup dalam jumlah sangat sedikit, tetapi bila kebutuhan tersebut tidak terpenuhi dapat berakibat fatal terhadap kelangsungan hidup setiap makhluk hidup. Karena tingkat kebutuhan sangat dipentingkan maka logam tersebut dinamakan sebagai logam-logam mineral esensial tubuh. Ternyata kemudian, bila jumlah dari logam-logam esensial ini masuk ke dalam tubuh dalam jumlah berlebihan, maka akan berubah fungsi menjadi zat racun bagi tubuh. Contoh dari logam-logam berat esensial ini adalah tembaga (Cu), seng (Zn) dan Nikel (Ni) (Palar,1994).

Pencemaran logam berat terhadap lingkungan merupakan suatu proses yang erat hubungannya dengan pangguna logam tersebut oleh manusia. Pencemaran yang dihasilkan logam berat sampai tingkat tertentu dapat mengganggu kesehatan manusia.

Masalah yang dihasilkan dari logam berat ini cukup rumit, karena logam berat mempunyai sifat sebagai berikut:

Unsur tembaga di alam dapat ditemukan dalam logam bebas akan tetapi lebih banyak ditemukan dalam bentuk perenyawaan atau sebagai senyawa padat dalam bentuk mineral. Tembaga dapat masuk melalui bermacam-macam jalur dan dari bermacam-macam sumber. Secara global sumber masuknya unsur logam Cu dalam tatanan lingkungan adalah secara alamiah dan non alamiah.

Secara alamiah Cu dapat masuk ke dalam suatu tatanan lingkungan sebagai akibat dari berbagai peristiwa alam. Unsur ini dapat bersumber dari peristiwa pengikisan (erosi) dari batuan mineral. Sumber lain adalah debu-debu dan atau partikulat-partikulat Cu yang ada dalam lapisan udara yang dibawa turun oleh air hujan. Melalui jalur non alamiah Cu masuk ke dalam suatu tatanan lingkungan sebagai akibat dari aktivitas manusia. Sebagai contoh adalah buangan industri yang memakai Cu dalam proses produksinya, industri galangan kapal karena digunakannya Cu sebagai campuran bahan pengawet, industri pengelolaan kayu, buangan rumah tangga dan lain-lain (Palar, 1994).

Tembaga tidak melimpah namun terdistribusi secara luas sebgai logam dalam sulfida, arsenida, klorida dan karbonat. Mineral yang paling umum adalah chalcopyrit ($CuFeS_2$). Tembaga digunakan dalam aliasi seperti kuningan dan bercampur sempurna dengan emas. Ia sangat lambat teroksidasi superfisial dalam udara, kadang-kadang menghasilkan lapisan hijau hidrokso karbonat dan hidrokso sulfat (dari SO_2 dalam atmosfer) (Cotton and Wilkinson, 1989).

3.4.1 Cu di udara

Sumber-sumber dari keberadaan debu atau uap Cu di udara sangat banyak. Namun yang terpenting diantaranya adalah yang berasal dari industri peleburan

Proses Atomisasi

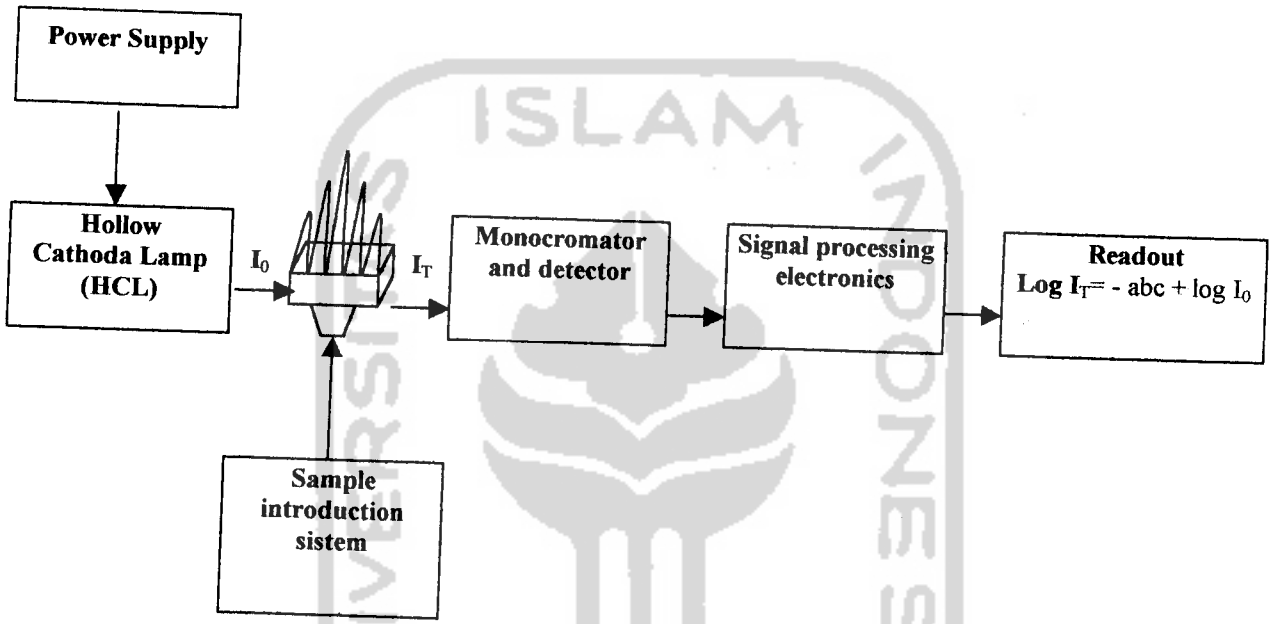
Yang dimaksud dengan proses atomisasi adalah proses pengubahan sampel dalam bentuk larutan menjadi spesies atom dalam nyala. Proses atomisasi ini akan sangat berpengaruh terhadap hubungan antara konsentrasi atom analit dalam larutan dan sinyal yang diperoleh pada detektor dan dengan demikian sangat berpengaruh terhadap sensitivitas analisis.

3.6.2 Prinsip-prinsip Spektrofotometri Serapan Atom

Larutan sampel diaspirasikan ke suatu nyala dan unsur- unsur di dalam sampel diubah menjadi uap atom sehingga nyala mengandung atom unsur-unsur yang dianalisis. Beberapa diantara atom akan tereksitasi secara termal oleh nyala, tetapi kebanyakan atom tetap tinggal sebagai atom netral dalam keadaan dasar (ground state). Atom-atom ground state ini kemudian menyerap radiasi yang diberikan oleh sumber radiasi yang terbuat dari unsur-unsur yang bersangkutan. Panjang gelombang yang dihasilkan oleh sumber radiasi adalah sama dengan panjang gelombang yang diabsorbsi oleh atom dalam nyala. Absorbsi ini mengikuti hukum Lambert-Beer, yakni absorbansi berbanding lurus dengan panjang nyala yang dilalui sinar dan konsentrasi uap atom dalam nyala. Kedua variabel ini sulit untuk ditentukan tetapi panjang nyala dapat dibuat konstan sehingga absorbansi hanya berbanding langsung dengan konsentrasi analit dalam larutan sampel. Teknik-teknik analisisnya sama seperti pada spektrofotometri UV-Vis yaitu standar tunggal, kurva kalibrasi dan kurva adisi standar.

3.6.3 Instrumentasi AAS

Diagram blok dari instrumentasi AAS pada Gambar 1.



(Anonim, 2003)

Gambar 1. Diagram Spektrometer Serapan Atom (SSA)

1. Hollow Cathode Lamp (lampu katoda cekung)

Lampu ini merupakan sumber radiasi dengan spektra yang tajam dan mengemisikan gelombang monokhromatis. Lampu ini terdiri dari katoda cekung yang silindris yang terbuat dari unsur yang akan ditentukan atau campurannya (*alloy*) dan anoda yang terbuat dari tungsten. Elektroda-elektroda ini berada dalam tabung gelas dengan jendela quartz karena panjang gelombang emisinya sering berada pada daerah ultraviolet. Tabung gelas tersebut dibuat bertekanan rendah dan diisi dengan gas inert Ar atau Ne. Beda voltase yang cukup tinggi dikenakan

unsur-unsur As dan Se, karena lampu HCl untuk unsur-unsur ini mempunyai sinyal yang lemah dan tidak stabil (Anonim , 2003).

2. Pembakar dan Tanur

Masalahnya adalah memperoleh populasi atom berkenaan dasar dari suatu larutan sampel, yang absorbansnya dikaitkan secara sederhana dengan konsentrasi analit dalam larutan. Paling sering hal ini dicapai dengan nyala.

Pengabutan dalam tanur grafit yang dipanasi secara listrik kadang-kadang lebih unggul bila dituntut kepekaan paling tinggi. Lebih banyak analit yang muncul sebagai atom-atom pada suatu saat daripada dalam hal nyala.

3. Monokromator

Monokromator melewatkan garis resonansi yang dipilih, tanpa dibarengi garis-garis lain dalam spektrum sumber cahaya yang timbul dari katode logam atau gas lambannya. Biasanya dapat ditemukan suatu garis sumber yang memuaskan yang cukup berjauhan dari garis-garis lain, sehingga tak menuntut monokromator terbaik untuk memencilkannya.

4. Detektor

Lazimnya detektor adalah tabung pengganda foton (photomultiplier tube), karena garis-garis yang ditangani umumnya terletak dalam daerah UV- tampak dari spektrum.

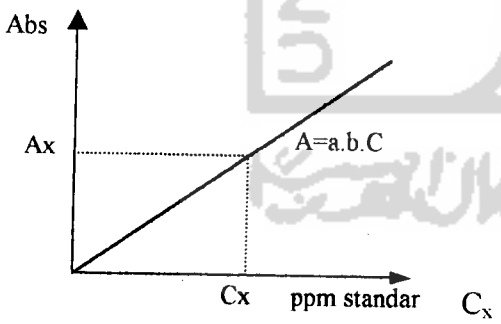
5. Piranti baca

Piranti baca dapat berupa galvanometer sederhana, voltmeter digital atau potensiometer perekam pena tinta ; untuk laboratoria dengan beban yang berat,

keluaran penguat dapat didigitkan dan diproses dengan komputer (Underwood, 1996).

3.6.4 Kurva Kalibrasi

Dalam metode kurva kalibrasi dibuat suatu seri larutan standar dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi dari larutan tersebut diukur dengan AAS. Langkah selanjutnya adalah membuat grafik antara konsentrasi (C) dengan Absorbansi (A) yang akan merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope =ε.b atau slope = a.b. Konsentrasi larutan sampel dapat dicari setelah absorbansi larutan sampel diukur dan diintrapolasi ke dalam kurva kalibrasi atau dimasukkan ke dalam persamaan garis lurus yang diperoleh dengan menggunakan program regresi linear pada kurva kalibrasi (Anonim, 2003).



C_x= Konsentrasi zat sampel

C_s = Konsentrasi zat standar yang ditambahkan ke larutan sampel

A_x= Absorbansi zat sampel (tanpa penambahan zat standar)

Gambar 3. Kurva kalibrasi dalam analisis Spektrometri Serapan Atom (SSA)

BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan bahan yang digunakan:

4.1.1 Alat-alat yang digunakan:

1. Alat penyedot debu (vakumkliner)
2. Peralatan gelas laboratorium
3. Timbangan digital listrik
4. Pemanas (hot plate)
5. Seperangkat alat SSA Hitachi Polarized Zeeman
6. Kertas filter fiber (0.8 μm cellulose ester membrane)
7. Botol dan plastik
8. Aki 65D26R (NS70) 12 V, 6.5 Ah, 433 CCA Merk: INCOE
9. Termometer

4.1.2 Bahan-bahan yang digunakan:

1. HNO_3 pekat 65 % (b/v) buatan E. Merk
2. Larutan HNO_3 1% (v/v)
3. Aquabidest
4. Sampel debu (diambil dari jalan Malioboro)
5. Aquaregia (3:1)
6. Spektrosol 1000 ppm
7. $HClO_4$ pekat 60 % (b/v) buatan E. Merk

4.2 Cara Kerja:

4.2.1 Sampling

Sampel debu diambil dari Jalan Malioboro Jogjakarta pada waktu siang hari selama ± 6 jam untuk setiap pengambilan sampel .Sampel diambil di daerah yang banyak terdapat polusi udara terutama dari asap kendaraan bermotor, mobil dan bus.

4.2.2 Teknik pengambilan sampel

Teknik pengambilan sampel dilakukan secara random atau acak. Sebelum pengambilan sampel alat disusun terlebih dahulu. Alat diletakkan di pinggir jalan (trotoar) yang banyak terdapat polusi udara. Debu yang telah menempel kertas saring kemudian dimasukkan dalam plastik dan diberi label serta ditutup rapat sehingga partikel debu tidak hilang oleh udara.

4.2.3 Preparasi sampel

Sebelum pengambilan sampel kertas filter ditimbang terlebih dulu dan setelah sampel debu diambil dari lokasi dikumpulkan dan dibiarkan semalam pada suhu ruang. Sampel ditimbang kurang lebih 300 mg, setelah itu dimasukkan dalam gelas beker. Dalam gelas beker ditambahkan 10 ml aquaregia dan ditutup dengan kaca arloji. Larutan dipanaskan pada hot plat (120 °C) hingga sampel larut dan dihasilkan larutan hampir kuning. Ketika larutan sampel jernih, gelas beker ditambahkan 2 ml $HClO_4$. Baker ditempatkan lagi pada hot plat dan dibiarkan hampir separuhnya . Dinding beker dibilas lagi dengan 1 ml HNO_3 1 % dan dipanaskan lagi minimal 5 menit untuk melarutkan residu, setelah itu

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Optimasi peralatan Spektrofotometer Serapan Atom

Alat spektrofotometer perlu dioptimasi terlebih dahulu untuk memperoleh hasil analisis yang baik. Dengan dilakukannya optimasi alat maka akan diperoleh populasi atom pada tingkat tenaga dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom-atom akan menyerap tenaga radiasi yang khas untuk atom-atom tersebut dan kemudian berubah kekeadaan tereksitasi. Semakin banyak atom pada keadaan dasar maka radiasi yang diserap makin banyak pula. Pada kondisi yang optimum akan diperoleh serapan yang maksimum.

Parameter-parameter yang dioptimasi adalah panjang gelombang, laju alir asetilen sebagai bahan bakar, laju alir udara sebagai oksidan, kuat arus lampu katoda cekung (HCL), tinggi pembakar dan lebar celah. Pada kondisi yang optimum perubahan serapan akibat perubahan konsentrasi akan lebih sensitif (Khozanah H., 2004). Hasil optimasi spektrofotometri dapat dilihat pada tabel 2 di bawah ini :

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
PERPUSTAKAAN
FMIPA