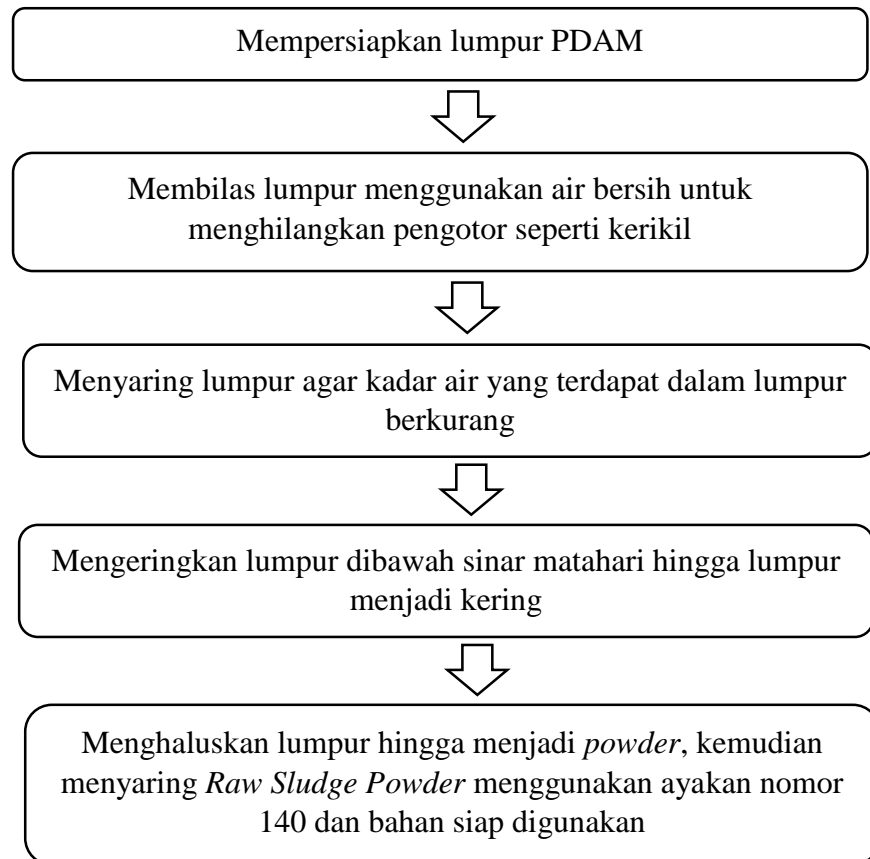


LAMPIRAN

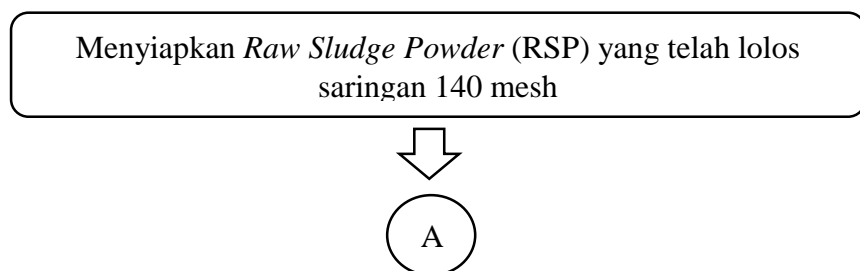
LAMPIRAN

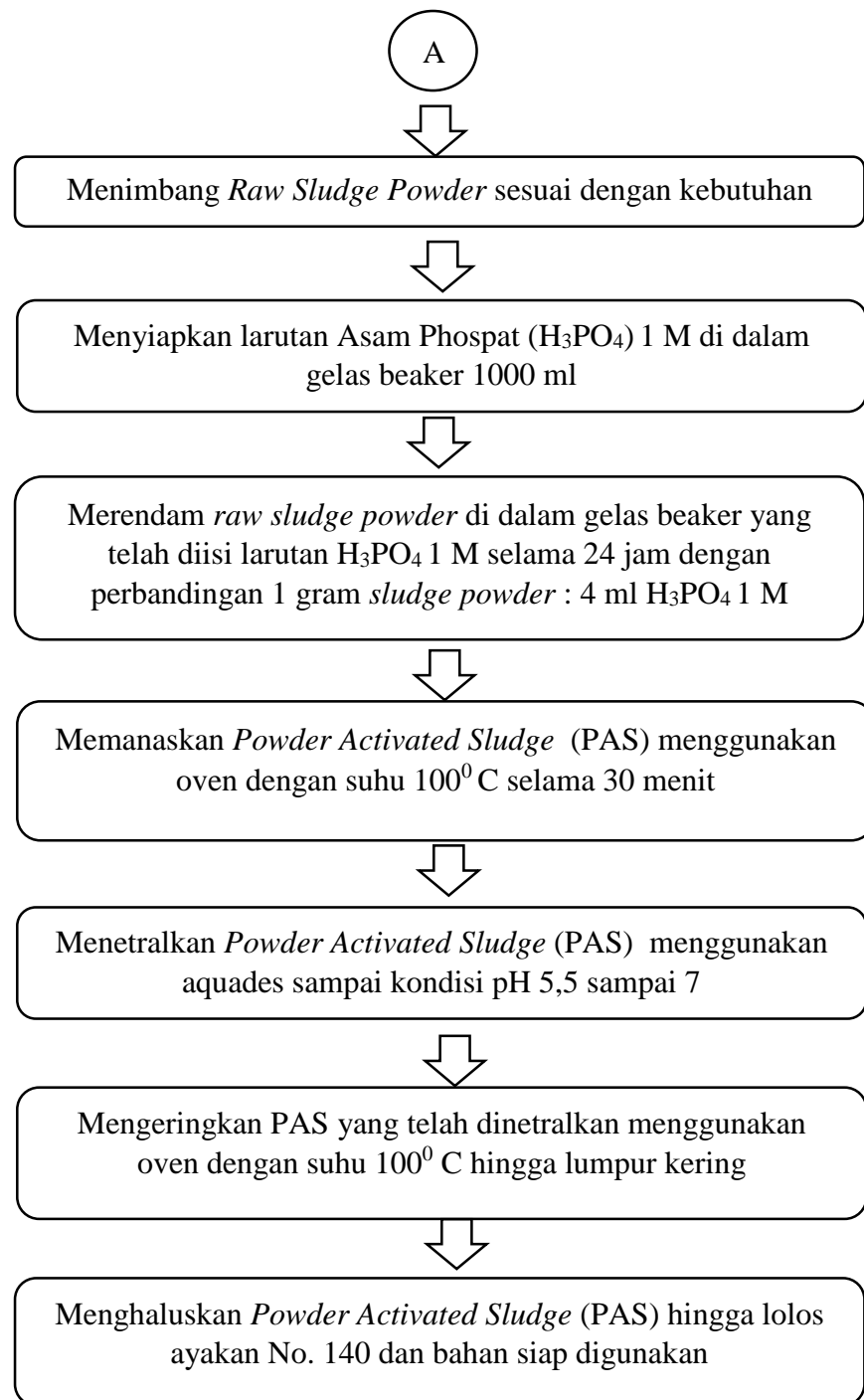
Lampiran I Langkah kerja percobaan adsorpsi logam Cadmium (Cd^{2+})

1. Preparasi Adsorben *Raw Sludge Powder* (RSP)



2. Preparasi Adsorben *Powder Activated Sludge* (PAS)





Perhitungan H_3PO_4 1 M

Di ketahui = H_3PO_4 85%

$$M = \frac{\rho}{\text{BM}} \times 85\%$$

$$= \frac{1710 \text{ g/L}}{98 \text{ g/mol}} \times 0,85$$

$$= 14,83 \text{ M}$$

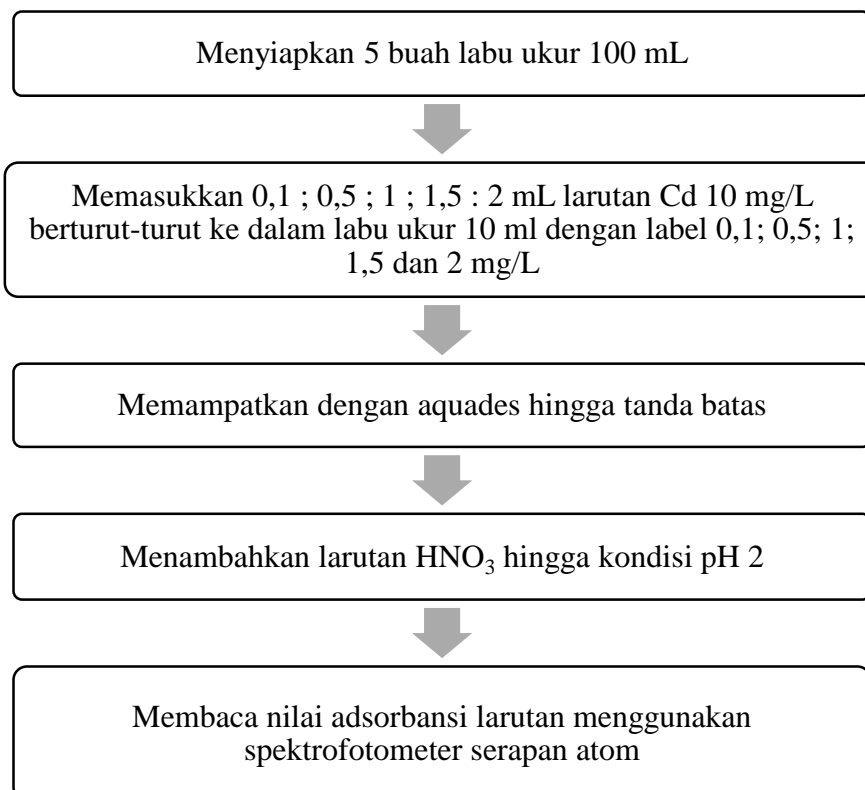
$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$A \times 14,83 \text{ M} = 1000 \text{ ml} \times 1 \text{ M}$$

$$V_1 = 1000 / 14,83$$

$$= 67,43 \text{ ml untuk 1 labu ukur 1000ml}$$

3. Pembuatan Larutan Standar Logam Kadmium (Cd^{2+})



4. Variasi Massa Adsorben

Memasukkan larutan Kadmium (Cd^{2+}) sebanyak 50 ml dengan konsentrasi 10 ppm kedalam masing-masing erlemeyer

Memasukkan *Raw Sludge Powder* dengan variasi dosis 50 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg, dan 400 mg kemudian beri tanda pada masing-masing gelas

Mengaduk larutan selama 120 menit dengan kecepatan perputaran 150 rpm

Menguji larutan menggunakan *Atomic Adsorption Spectrophotometer (AAS)*

5. Variasi pH

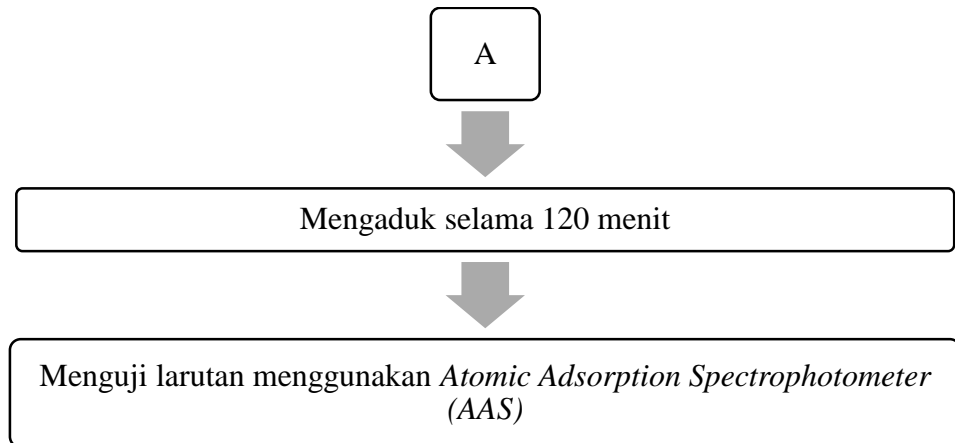
Menyiapkan gelas Erlenmeyer 100 ml sebanyak 8 buah

Memasukkan larutan Kadmium (Cd^{2+}) sebanyak 50 ml dengan konsentrasi 10 ppm kedalam masing-masing gelas

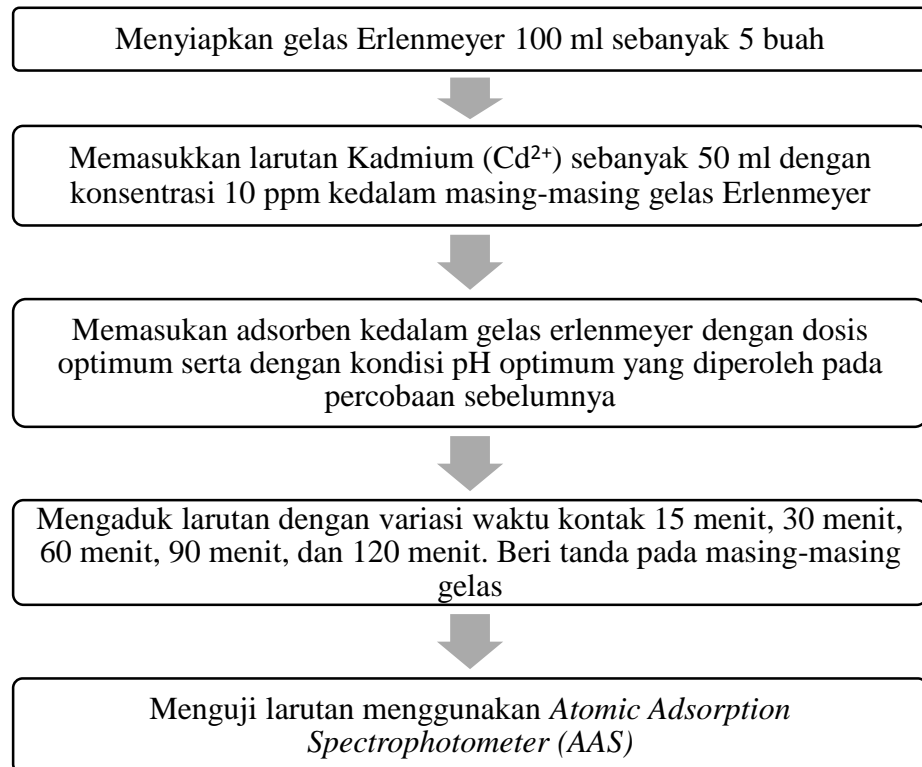
Memasukkan adsorben ke dalam erlenmeyer dengan dosis optimum pada percobaan sebelumnya kemudian atur pH dengan variasi 2,3,4, 5, 6, 7, 8, dan 9 kemudian beri tanda erlemeyer

Untuk membuat larutan dengan pH rendah maka ditambahkan HNO_3 0,1 N sedangkan untuk membuat larutan dengan pH tinggi ditambahkan NaOH 0,1 N

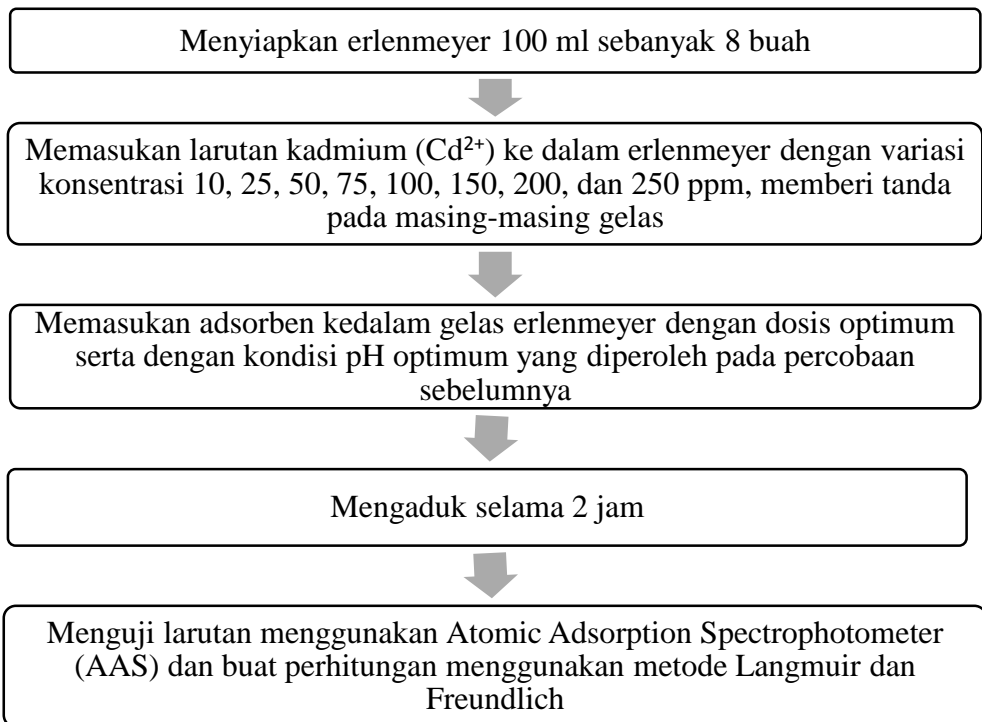
A



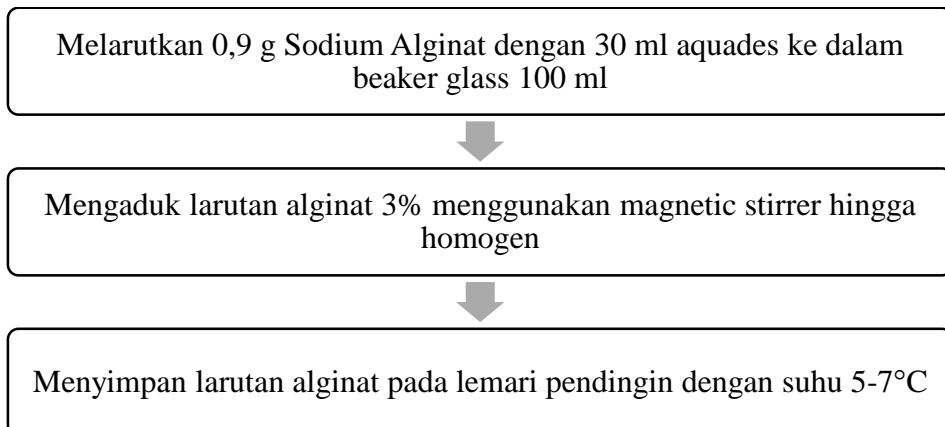
6. Variasi Waktu Kontak



7. Variasi Konsentrasi Kadmium (Cd)



8. Pembuatan Larutan Alginate 3 %



9. Pembuatan Adsorben yang dienkapsulasi dengan *Alginate Gel* (SP-AG)

Mencampurkan 30 ml larutan alginat 3% dengan 2 gram adsorben



Meneteskan larutan sodium alginat 3% yang telah dicampurkan dengan adsorben ke dalam kalsium klorida (CaCl_2) 10%



Mendiamkan selama 30 menit hingga gel memadat



Membilas adsorben yang telah di enkapsulasi dengan aquades

10. Menentukan Efisiensi Kemampuan Adsorpsi dengan Variasi Konsentrasi Kadmium (Cd)

Menyiapkan gelas Erlenmeyer 100 ml sebanyak 8 buah



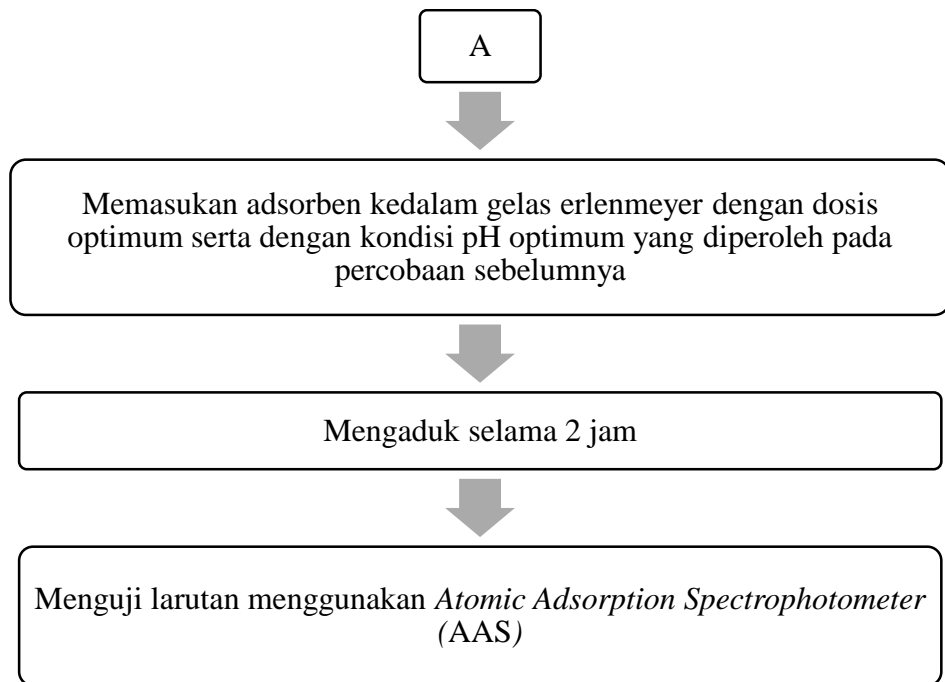
Memasukan ke dalam gelas Erlenmeyer larutan Kadmium (Cd^{2+}) dengan variasi konsentrasi 10, 25, 50, 75, 100, 150, 200, dan 250 ppm, beri tanda pada masing-masing gelas



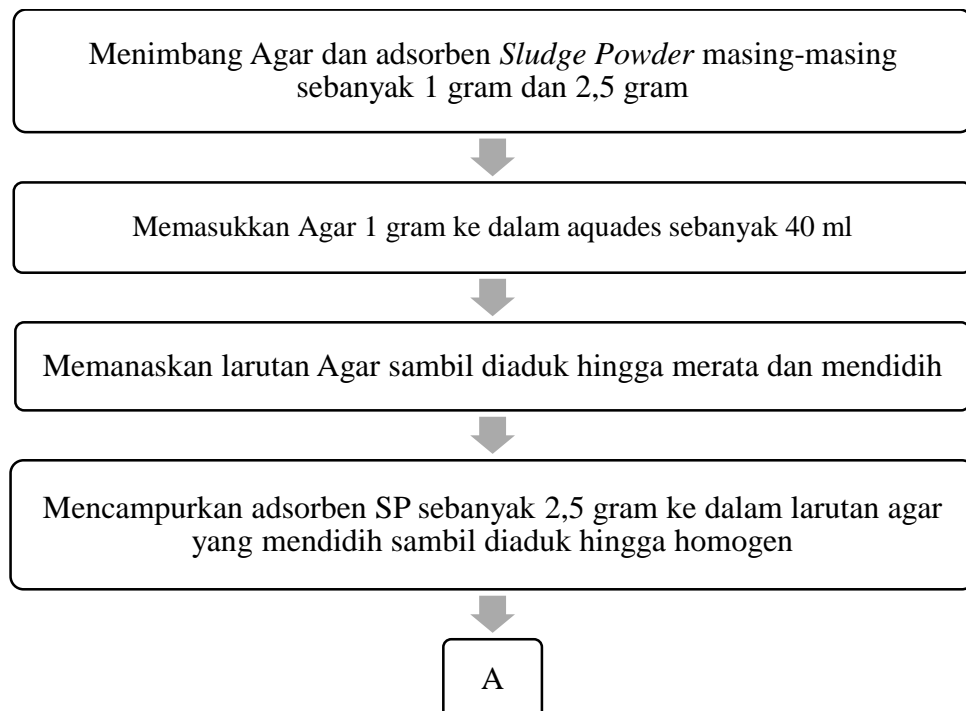
Memasukan adsorben kedalam gelas erlenmeyer dengan dosis optimum serta dengan kondisi pH optimum yang diperoleh pada percobaan sebelumnya

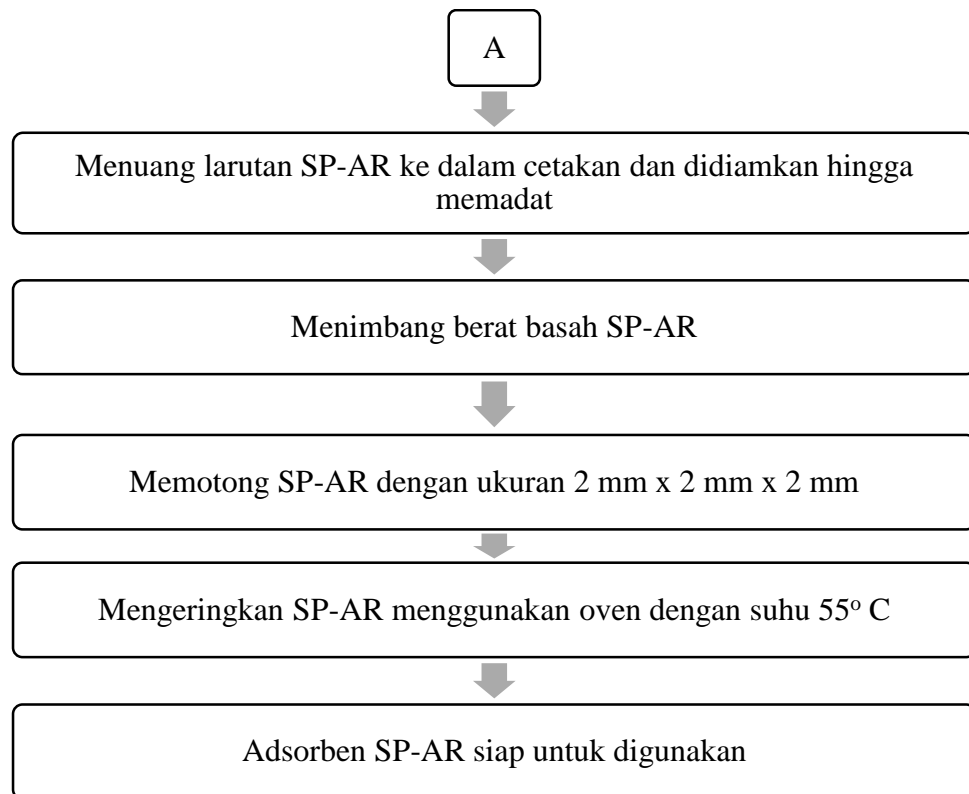


A

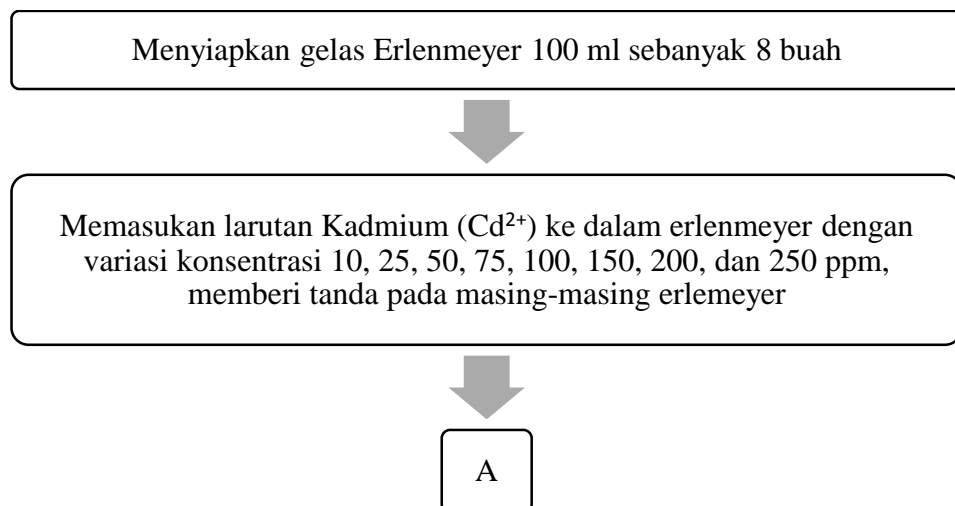


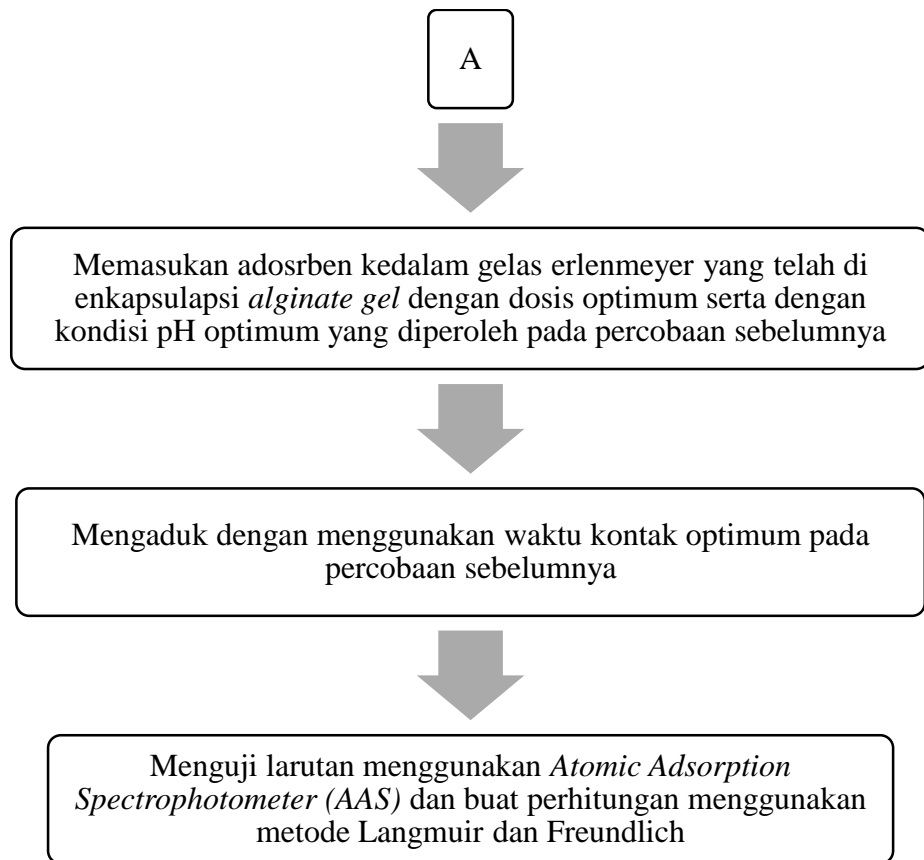
11. Pembuatan Adsorben *Sludge Powder* dengan penambahan Agar





12. Menentukan Efisiensi Kemampuan Adsorpsi dengan Variasi Konsentrasi Kadmium (Cd)





Lampiran II Perhitungan

1. Menghitung Asam Phospat 1 M

Perhitungan H_3PO_4 1 M

Di ketahui = H_3PO_4 85%

$$M = \frac{\rho}{\text{BM}} \times 85\%$$

$$= \frac{1710 \text{ g/L}}{98 \text{ g/mol}} \times 0,85$$

$$= 14,83 \text{ M}$$

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

$$V_1 \times 14,83 \text{ mg/L} = 1000 \text{ ml} \times 1 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 1000 / 14,83$$

$$= 67,43 \text{ ml untuk 1 labu ukur 1000ml}$$

2. Pengenceran $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

Diketahui Mr Cd : 112,4

S : 32

O : 16

H : 1

$$3 \times (112,4 + 32 + (4 \times 16)) + (8 \times ((2 \times 1) + 16)) = 769,2$$

$$\frac{769,2}{337,2} = 2,281 \text{ gram}$$

Untuk membuat larutan Cd dengan konsentrasi 1000 mg/L dalam 1000 ml.

3. Pembuatan Larutan Sandar

Diketahui larutan induk 1000 mg/L, diencerkan menjadi 10 mg/L.

Konsentrasi 10 mg/L

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

$$A \times 1000 \text{ mg/L} = 50 \text{ ml} \times 10 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 500 / 1000$$

$$= 0,5 \text{ ml}$$

Pembuatan Larutan Standar 0,1; 0,5; 1; 1,5; 2 mg/L

a. Konsentrasi 0,1 mg/L

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

$$A \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ ml} \times 0,1 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 5 / 10$$

$$= 0,5 \text{ ml}$$

b. Konsentrasi 0,5 mg/L

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

$$A \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ ml} \times 0,5 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 25 / 10$$

$$= 2,5 \text{ ml}$$

c. Konsentrasi 1 mg/L

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

$$A \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ ml} \times 1 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 50 / 10$$

$$= 5 \text{ ml}$$

d. Konsentrasi 1,5 mg/L

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

$$A \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ ml} \times 1,5 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 75 / 10$$

$$= 7,5 \text{ ml}$$

e. Konsentrasi 2 mg/L

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

$$A \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ ml} \times 2 \text{ mg/L}$$

$$V1 = 100 / 10$$

$$= 10 \text{ ml}$$

4. Larutan Berbagai Konsentrasi

Diketahui larutan induk 1000 mg/L.

a. Konsentrasi 10 mg/L

$$V1 \times M1 = V2 \times M2$$

$$A \times 1000 \text{ mg/L} = 500 \text{ ml} \times 10 \text{ mg/L}$$

$$V1 = 5000 / 1000$$

$$= 5 \text{ ml}$$

b. Konsentrasi 25 mg/L

$$V1 \times M1 = V2 \times M2$$

$$A \times 1000 \text{ mg/L} = 500 \text{ ml} \times 25 \text{ mg/L}$$

$$V1 = 12500 / 1000$$

$$= 12,5 \text{ ml}$$

c. Konsentrasi 50 mg/L

$$V1 \times M1 = V2 \times M2$$

$$A \times 1000 \text{ mg/L} = 500 \text{ ml} \times 50 \text{ mg/L}$$

$$V1 = 25000 / 1000$$

$$= 25 \text{ ml}$$

d. Konsentrasi 75 mg/L

$$V1 \times M1 = V2 \times M2$$

$$A \times 1000 \text{ mg/L} = 500 \text{ ml} \times 75 \text{ mg/L}$$

$$V1 = 37500 / 1000$$

$$= 37,5 \text{ ml}$$

e. Konsentrasi 100 mg/L

$$V1 \times M1 = V2 \times M2$$

$$A \times 1000 \text{ mg/L} = 500 \text{ ml} \times 100 \text{ mg/L}$$

$$V1 = 50000 / 1000$$

$$= 50 \text{ ml}$$

f. Konsentrasi 150 mg/L

$$V1 \times M1 = V2 \times M2$$

$$A \times 1000 \text{ mg/L} = 500 \text{ ml} \times 150 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} V1 &= 75000 / 1000 \\ &= 75 \text{ ml} \end{aligned}$$

g. Konsentrasi 200 mg/L

$$V1 \times M1 = V2 \times M2$$

$$A \times 1000 \text{ mg/L} = 500 \text{ ml} \times 200 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} V1 &= 100000 / 1000 \\ &= 100 \text{ ml} \end{aligned}$$

h. Konsentrasi 200 mg/L

$$V1 \times M1 = V2 \times M2$$

$$A \times 1000 \text{ mg/L} = 500 \text{ ml} \times 250 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} V1 &= 125000 / 1000 \\ &= 125 \text{ ml} \end{aligned}$$

5. Larutan Sodium Alginate 3%

Diketahui :

Massa sodium alginate yang digunakan = 1,8 gram

Volume Aquades = 60 ml

$$\frac{1,8 \text{ gram}}{60 \text{ ml}} \times 100\% = 3\%$$

6. Perhitungan Massa Adsorben PAS-AG

Diketahui :

Massa adsorben yang dipakai = 4 gram

Larutan Sodium Alginate = 60 ml

Data Percobaan sebelum dioven :

Alginate Basah = 50,3922 g

Massa Sodium Alginate + Massa Adsorben PAS = 1,8 g + 4 g = 5,8 g

Massa sesudah dioven 5,88 gram

Massa PAS-AG yang dipakai :

Massa optimum adsorben PAS 0,1 gram. Untuk mencari massa adsorben dengan massa 0,1 gram dilakukan pembagian dari adsorben yang dipakai yaitu 4 gram agar massa adsorben yang dipakai sebesar 0,1 gram.

4 gram adsorben : 40 = 0,1 gram

1,8 gram alginate : 40 = 0,045 gram

Jadi massa bulir adsorben PAS-AG yang dipakai :

0,1 gram + 0,045 gram = 0,145 gram

7. Perhitungan Massa Adsorben PAS-AR

Diketahui

Massa adsorben yang dipakai = 2,5 gram

Massa Agar = 1 gram

Aguades = 40 ml

Data Percobaan sebelum dioven :

Agar Basah = 34,8602 gram

Maasa Agar + Massa Adsorben PAS = 1 g + 2,5 g = 3,5 gram

Berat sesudah dioven = 3,5 gram

Massa PAS-AR yang dipakai :

Massa optimum adsorben PAS 0,1 gram. Untuk mencari massa adsorben dengan massa 0,1 gram dilakukan pembagian dari adsorben yang dipakai yaitu 2,5 gram agar massa adsorben yang dipakai sebesar 0,1 gram.

2,5 gram adsorben : 25 = 0,1 gram

1 gram Agar : 25 = 0,04 gram

Jadi massa adsorben PAS-AR yang dipakai :

$$0,1 \text{ gram} + 0,04 \text{ gram} = 0,14 \text{ gram}$$

Lampiran III Isotherm Langmuir dan Freundlich

1. Isotherm Langmuir

PAS									
C cd (ppm)	Massa Adsorben (mg)	Vol (ml)	Konsentrasi		Cr (mg/L)	Removal (%)	Langmuir		
			Awal (Cin) (mg/L)	Akhir (Ceq) (mg/L)			Qe (mg/g)	1/Qe	1/ Ce
10	100	50	11,84	0,27	11,57	97,72	5,79	0,17	3,70
25	100	50	29,98	1,28	28,70	95,73	14,35	0,07	0,78
50	100	50	61,04	8,70	52,34	85,75	26,17	0,04	0,11
150	100	50	208,80	91,80	117,00	56,03	58,50	0,02	0,01
200	100	50	229,88	136,50	93,38	40,62	46,69	0,02	0,01
250	100	50	300,00	190,25	109,75	36,58	54,88	0,02	0,01

Contoh Perhitungan Isotherm PAS

Diketahui:

$$\text{Massa Adsorben} = 100 \text{ mg}$$

$$\text{Volume Larutan} = 50 \text{ ml}$$

$$\text{Cin (awal)} = 11,84 \text{ mg/L}$$

$$\text{Ceq (equilibrium)} = 0,27 \text{ mg/L}$$

$$\text{Cr (removal)} = \text{Cin} - \text{Ceq} = 11,84 \text{ mg/L} - 0,27 \text{ mg/L} = 11,57 \text{ mg/L}$$

$$\text{Presentase removal} = (11,84 - 0,27) / 11,84 = 97,72 \%$$

$$\begin{aligned} \text{Qe} &= \frac{\text{Cr} \times \text{Vol. Larutan}}{\text{Massa Adsorben}} \\ &= \frac{11,57 \text{ mg/L} \times \left(\frac{50 \text{ ml}}{1000}\right)}{\left(\frac{100 \text{ mg}}{1000}\right)} = 5,79 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

$$\text{Qe} = 5,79 \text{ mg/g}$$

$$1/Q_e = 1 / 5,79 = 0,172$$

$$C_e = 0,27$$

$$1/C_e = 1/0,27 = 3,7$$

Langmuir

1/C _e	1/q _e			
x	y	xy	x ²	y ²
3,70	0,17	0,6402	13,7174	0,0299
0,78	0,07	0,0544	0,6094	0,0049
0,11	0,04	0,0044	0,0132	0,0015
0,01	0,02	0,0002	0,0001	0,0003
0,01	0,02	0,0002	0,0001	0,0005
0,01	0,02	0,0001	0,0000	0,0003
4,623	0,337	0,699	14,3	0,0373

Regresi Linear = $y = 0,0408x + 0,0248$ dengan $R^2 = 0.9792$

slope	0,0408
intercept	0,0248

Maka dapat diperoleh nilai *slope* (b) sebagai berikut.

$$b = \frac{\sum xy - (\sum x \cdot \sum y)/n}{\sum x^2 - ((\sum x)^2/n)}$$

$$b = \frac{0,699 - (4,62 \times 0,337)/6}{14,3 - \left(\frac{4,62}{6}\right)^2} = 0,0408$$

Sementara itu nilai intercept (a) dapat dihitung sebagai berikut.

$$a = \frac{\sum y - (b \cdot \sum x)}{n}$$

$$a = \frac{0,337 - (0,0408 \times 4,623)}{6} = 0,024$$

Sehingga, persamaan regresi linear adalah:

$$Y = bx + a$$

$$Y = 0,0408x + 0,024$$

Untuk koefisien korelasi dapat dihitung dengan rumus:

$$R = \frac{n \cdot (\Sigma XY) - (\Sigma X \cdot \Sigma Y)}{(n \cdot (\Sigma X^2) - (\Sigma X)^2)^{\frac{1}{2}} \cdot (n \cdot (\Sigma Y^2) - (\Sigma Y)^2)^{\frac{1}{2}}}$$

$$R = \frac{6x(0,699) - (4,623x0,337)}{(6x(14,34) - (24,623)^2)^{\frac{1}{2}} \cdot (6x(0,037) - (0,337)^2)^{\frac{1}{2}}} = 0,98952$$

$$R^2 = 0,9792$$

Sehingga q_m = kemampuan maksimum adsorpsi biosorben (mg/g)

$$= 1/0,024 = 40,2595 \text{ mg/g}$$

b = Konstanta

$$= 0,0248/0,0408 = 0,609$$

RSP									
C (ppm)	Massa Adsorben (mg)	Vol (ml)	Konsentrasi		Cr (ppm)	Removal (%)	Langmuir		
			Awal (Co) ppm	Akhir (Ce) ppm			Qe (mg/g)	1/Qe	1/Ce
10	100	50	11,84	1,36	10,48	88,55	5,24	0,19	0,74
25	100	50	29,98	8,18	21,81	72,73	10,90	0,09	0,12
50	100	50	61,04	25,15	35,89	58,80	17,95	0,06	0,04
150	100	50	208,80	133,10	75,7	36,25	37,85	0,03	0,01
200	100	50	229,88	179,60	50,275	21,87	25,14	0,04	0,01
250	100	50	300,00	230,88	69,125	23,04	34,56	0,03	0,004

1/(qmKL)	0,2104
1/qm	0,0401
Qm	24,95447

KL	5,249947
R²	0,943

PAS-AG									
C (ppm)	Massa Adsorben (mg)	Vol Cd (ml)	Konsentrasi		Cr (ppm)	Removal (%)	Langmuir		
			Awal (Co) ppm	Akhir (Ce) ppm			Qe (mg/g)	1/Qe	1/Ce
10	0,145	50	13,40	0,96	12,44	92,84	4,290	0,233	1,043
25	0,145	50	22,40	2,14	20,26	90,45	6,986	0,143	0,467
50	0,145	50	46,25	8,78	37,48	81,03	12,922	0,077	0,114
75	0,145	50	69,75	16,35	53,40	76,56	18,414	0,054	0,061
100	0,145	50	98,10	26,30	71,80	73,19	24,759	0,040	0,038
150	0,145	50	142,90	47,30	95,60	66,90	32,966	0,030	0,021
200	0,145	50	187,40	64,70	122,7	65,47	42,310	0,024	0,015
250	0,145	50	241,60	99,75	141,85	58,71	48,914	0,020	0,010

1/(qmKL)	0,2005
1/qm	0,0335
Qm	29,85986
KL	5,986398
R²	0,9663

PAS-AR									
C (ppm)	Massa Adsorben (mg)	Vol Cd (ml)	Konsentrasi		Cr (ppm)	Removal (%)	Langmuir		
			Awal (Co) ppm	Akhir (Ce) ppm			Qe (mg/g)	1/Qe	1/Ce
10	0,14	50	13,40	0,79	12,61	94,09	4,503	0,22	1,263
25	0,14	50	22,40	3,55	18,85	84,15	6,732	0,15	0,282
50	0,14	50	46,25	13,05	33,2	71,78	11,857	0,08	0,077
75	0,14	50	69,75	27,50	42,25	60,57	15,089	0,07	0,036
100	0,14	50	98,10	48,60	49,5	50,46	17,679	0,06	0,021
150	0,14	50	142,90	48,60	94,3	65,99	33,679	0,03	0,021
200	0,14	50	187,40	82,60	104,8	55,92	37,429	0,03	0,012
250	0,14	50	241,60	113,30	128,3	53,10	45,821	0,02	0,009

1/(qmKL)	0,1466
1/qm	0,0505
Qm	19,80554
KL	2,903966
R²	0,821

2. Isotherm Freundlich

PAS									
C (ppm)	Massa Adsorben (mg)	Vol Cd (ml)	Konsentrasi		Cr (ppm)	Removal (%)	Freundlich		
			Awal (Co) ppm	Akhir (Ceq) ppm			Qe (mg/g)	Log Qe	Log Ce
10	100	50	22,40	2,14	20,26	90,45	10,13	1,01	0,33
25	100	50	46,25	8,78	37,48	81,03	18,74	1,27	0,94
50	100	50	69,75	16,35	53,40	76,56	26,70	1,43	1,21
150	100	50	98,10	26,30	71,80	73,19	35,90	1,56	1,42
200	100	50	142,90	47,30	95,60	66,90	47,80	1,68	1,67
250	100	50	187,40	64,70	122,70	65,47	61,35	1,79	1,81

1/N	0,3281
N	3,048
ln KF	1,0439
KF	2,8403
R ²	0,9567

Contoh Perhitungan Isoterm Freundlich Adsorben PAS

Freundlich

$$\text{Log } Q_e = \text{Log } 10,13 = 1,01$$

$$\text{Log } C_e = \text{Log } 2,14 = 0,33$$

Log Ce	Log Qe			
x	y	xy	x ²	y ²
0,33	1,01	0,3323	0,1092	1,0113
0,94	1,27	1,2005	0,8897	1,6198
1,21	1,43	1,7311	1,4726	2,0349
1,42	1,56	2,2082	2,0163	2,4183
1,67	1,68	2,8128	2,8052	2,8205
1,81	1,79	3,2376	3,2794	3,1963
7,393	8,727	11,522	10,572	13,101

$$\text{Regresi Linear} = y = 0,5257x + 0,8068 \text{ dengan } R^2 = 0,9932$$

slope	0,5257
intercept	0.8068

$$b = \frac{\sum xy - (\sum x \cdot \sum y)/n}{\sum x^2 - ((\sum x)^2/n)}$$

$$b = \frac{11,522 - (7,393 \times 8,727)/6}{10,572 - \left(\frac{(7,393)^2}{6}\right)} = 0,5257$$

Sementara itu nilai intercept (a) dapat dihitung sebagai berikut.

$$a = \frac{\sum y - (b \cdot \sum x)}{n}$$

$$a = \frac{8,727 - (0,5257 \times 7.393)}{6} = 0,8068$$

Sehingga, persamaan regresi linear adalah:

$$Y = bx + a$$

$$Y = 0,5257x + 0,8068$$

Untuk koefisien korelasi dapat dihitung dengan rumus:

$$R = \frac{n \cdot (\sum XY) - (\sum X \cdot \sum Y)}{(n \cdot (\sum X^2) - (\sum X)^2)^{\frac{1}{2}} \cdot (n \cdot (\sum Y^2) - (\sum Y)^2)^{\frac{1}{2}}}$$

$$R = \frac{6 \times (11,522) - (7,393 \times 8,727)}{(6 \times (10,572) - (7,393)^2)^{\frac{1}{2}} \times (6 \times (13,101) - (8,727)^2)^{\frac{1}{2}}} = 0.9966$$

$$R^2 = 0.9932$$

Sehingga K_f = konstanta Freundlich yang berkaitan dengan kapasitas (mg/g)

$$= e^{0,8068} = 2,2407$$

$1/n$ = konstanta Freundlich yang berkaitan dengan afinitas adsorpsi

$$= 1/0.525 = 1,905$$

RSP									
C (ppm)	Massa Adsorben (mg)	Volume Larutan (ml)	Konsentrasi		Selisih (ΔC)	Removal (%)	Freundlich		
			Awal (Co) ppm	Akhir (Ce) ppm			Qe (mg/g)	Log Qe	Log Ce
10	100	50	11,84	1,36	10,48	88,55	5,242	0,719	0,132
25	100	50	29,98	8,18	21,81	72,73	10,903	1,038	0,912
50	100	50	61,04	25,15	35,89	58,80	17,945	1,254	1,401
150	100	50	208,80	133,10	75,70	36,25	37,850	1,578	2,124
200	100	50	229,88	179,60	50,28	21,87	25,138	1,400	2,254
300	100	50	300,00	230,88	69,13	23,04	34,563	1,539	2,363

1/N	0,361
N	2,770
ln KF	0,7019
KF	2,0176
R²	0,947

PAS-AG									
C (ppm)	Massa Adsorben (mg)	Vol Cd (ml)	Konsentrasi		Selisih (ΔC)	Removal (%)	Freundlich		
			Awal (Co) ppm	Akhir (Ce) ppm			Qe (mg/g)	Log Qe	Log Ce
10	0,145	50	13,40	0,96	12,44	92,84	4,290	0,63	-0,018
25	0,145	50	22,40	2,14	20,26	90,45	6,986	0,84	0,330
50	0,145	50	46,25	8,78	37,48	81,03	12,922	1,11	0,943
75	0,145	50	69,75	16,35	53,40	76,56	18,414	1,27	1,214
100	0,145	50	98,10	26,30	71,80	73,19	24,759	1,39	1,420
150	0,145	50	142,90	47,30	95,60	66,90	32,966	1,52	1,675
200	0,145	50	187,40	64,70	122,70	65,47	42,310	1,63	1,811
250	0,145	50	241,60	99,75	141,85	58,71	48,914	1,69	1,999

1/N	0,5253
N	1,904
ln KF	0,6447
KF	1,9054
R²	0,9972

C (ppm)	Massa Adsorben (mg)	Vol Cd (ml)	Konsentrasi		Selisih (ΔC)	Removal (%)	Freundlich		
			Awal (C_0)	Akhir (C_e)			Qe (mg/g)	Log Qe	Log Ce
10	0,14	50	13,40	0,79	12,61	94,09	4,50	0,65	-0,101
25	0,14	50	22,40	3,55	18,85	84,15	6,73	0,83	0,550
50	0,14	50	46,25	13,05	33,20	71,78	11,86	1,07	1,116
75	0,14	50	69,75	27,50	42,25	60,57	15,09	1,18	1,439
100	0,14	50	98,10	48,60	49,50	50,46	17,68	1,25	1,687
150	0,14	50	142,90	48,60	94,30	65,99	33,68	1,53	1,687
200	0,14	50	187,40	82,60	104,80	55,92	37,43	1,57	1,917
250	0,14	50	241,60	113,30	128,30	53,10	45,82	1,66	2,054

1/N	0,4674
N	2,139
ln KF	0,6134
KF	1,8467
R²	0,9167

Adsorben	Langmuir			Freundlich		
	Qm (mg/g)	KL (l/mg)	R ²	Kf	n	R ²
PAS	40,260	1,641	0,979	2,840	3,048	0,957
RSP	24,954	5,250	0,943	2,018	2,770	0,947
PAS-AG	29,860	5,986	0,966	1,905	1,904	0,997
PAS-AR	19,806	2,904	0,821	1,847	2,139	0,917

Lampiran IV**SNI AIR DAN LIMBAH – BAGIAN 16: CARA UJI KADMIUM (Cd) SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA) – NYALA****SNI**

Standar Nasional Indonesia

SNI 6989.16:2009

**Air dan air limbah – Bagian 16: Cara uji kadmium
(Cd) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) –
nyala**

Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional. Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak dikomersialkan

ICS 13.060.50

Badan Standardisasi Nasional



SNI 6989.16:2009

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	2
4 Pengendalian mutu	5
5 Rekomendasi	5
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	6
Lampiran B (informatif) Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji	7
Bibliografi.....	8
Tabel B.1 – Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji	7

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk dikomersialkan"

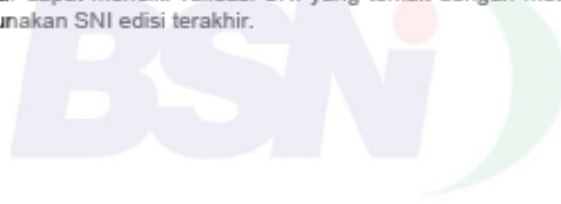
SNI 6989.16:2009

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-6989.16-2004, *Air dan air limbah – Bagian 16: Cara uji kadmium (Cd) dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition*, editor *L.S.Glesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC (2005)*. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta di konsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para stakeholder terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, pakar, dan pemerintah terkait pada tanggal 11 September 2007 di Serpong dan telah melalui konsensus nasional Jajak Pendapat pada tanggal 11 Juni 2008 sampai dengan 11 Agustus 2008.

Dengan dirumuskannya SNI ini, maka penerapan SNI 06-6989.16-2004, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



Air dan air limbah – Bagian 16: Cara uji kadmium (Cd) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan logam kadmium (Cd) total dan terlarut dalam air dan air limbah secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-nyala pada kisaran kadar Cd 0,05 mg/L sampai dengan 2 mg/L dengan panjang gelombang 228,8 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1

air bebas mineral

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktivitas lebih kecil dari 2 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

2.2

blind sample

larutan dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji.

2.3

kadmium terlarut

kadmium dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm .

2.4

kadmium total

kadmium yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat.

2.5

kurva kalibrasi

kurva yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus.

2.6

larutan induk kadmium

larutan yang mempunyai kadar logam kadmium 100 mg Cd/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah.

2.7

larutan baku logam kadmium (Cd)

larutan induk logam kadmium yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu.

2.8

larutan kerja logam kadmium (Cd)

larutan baku logam kadmium yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi.

2.9

larutan blanko

air bebas mineral yang diasamkan atau perlakuannya sama dengan contoh uji.

SNI 6989.16:2009

2.10

larutan pengencer

larutan yang digunakan untuk mengencerkan larutan kerja, yang dibuat dengan cara menambahkan asam nitrat pekat ke dalam air bebas mineral hingga $\text{pH} \leq 2$.

2.11

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik.

2.12

matrix modifier

bahan yang digunakan untuk mengurangi gangguan matriks contoh uji.

2.13

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Analit logam kadmium dalam nyala udara-asetilen diubah menjadi bentuk atomnya, menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit.

3.2 Bahan

- a) Air bebas mineral.
- b) Asam nitrat (HNO_3) pekat p.a.
- c) Logam kadmium (Cd) dengan kemurnian minimum 99,5 %.
- d) Gas asetilen (C_2H_2) HP dengan tekanan minimum 100 psi.
- e) Larutan pengencer HNO_3 0,05 M.
Larutkan 3,5 mL HNO_3 pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
- f) Larutan pencuci HNO_3 5% (v/v).
Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- g) Udara tekan HP atau udara tekan dari kompresor.

3.3 Peralatan

- a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala.
- b) Lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp/HCL*) kadmium.
- c) Gelas piala 100 mL dan 250 mL.
- d) Pipet volumetrik 10,0 mL dan 50,0 mL.
- e) Labu ukur 50,0 mL; 100,0 mL; dan 1000,0 mL.
- f) *Erlenmeyer* 100 mL.
- g) Corong gelas.
- h) Kaca arloji.
- i) Pemanas listrik.
- j) Seperangkat alat saring vakum.
- k) Saringan membran dengan ukuran pori 0,45 μm .
- l) Timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g.
- m) Labu semprot.

SNI 6989.16:2009

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik (<i>polyethylene</i>) atau botol gelas
Pengawet	:	a) Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 hingga $\text{pH} < 2$ b) Untuk logam total, asamkan dengan HNO_3 hingga $\text{pH} < 2$
Lama Penyimpanan	:	6 bulan
Kondisi Penyimpanan	:	Suhu ruang

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji kadmium terlarut

Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

3.5.2 Persiapan contoh uji kadmium total

Siapkan contoh uji untuk pengujian kadmium total, dengan tahapan sebagai berikut:

- Homogenkan contoh uji, pipet 50,0 mL contoh uji dan masukkan ke dalam gelas piala 100 mL atau *Erlenmeyer* 100 mL.
- Tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *Erlenmeyer* gunakan corong sebagai penutup.
- Panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL sampai dengan 20 mL.
- Jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *Erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih.

CATATAN Jika destruksi tidak sempurna, lihat Lampiran B.

- Bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala.
- Pindahkan contoh uji ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.
- Contoh uji siap diukur serapannya.

3.5.3 Pembuatan larutan induk logam kadmium 100 mg Cd/L

- Timbang $\pm 0,100$ g logam kadmium, masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL. Tambahkan 4 mL HNO_3 pekat sampai larut (≈ 100 mg Cd/L).
- Tambahkan 8 mL HNO_3 pekat dan air bebas mineral hingga tepat tanda tera dan homogenkan.
- Hitung kadar kadmium berdasarkan hasil penimbangan.

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg Cd/L siap pakai.

SNI 6989.16:2009

3.5.4 Pembuatan larutan baku logam kadmium 10 mg Cd/L

- Pipet 10,0 mL larutan induk 100 mg Cd/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL.
- Tepatan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.

3.5.5 Pembuatan larutan kerja logam kadmium (Cd)

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.

3.6 Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran kadmium.

CATATAN 1 Salah satu cara optimasi alat dengan uji sensitivitas.

CATATAN 2 Tambahkan *matrix modifier* dan atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan SSA yang digunakan.

- Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol.
- Aspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 228,8 nm, kemudian catat.
- Lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer.
- Buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurusnya.
- Jika koefisien korelasi regresi linier (r) < 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 b) sampai dengan c) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

3.6.2 Cara uji

Uji kadar kadmium dengan tahapan sebagai berikut:

- Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala dan ukur serapannya pada panjang gelombang 228,8 nm. Bila diperlukan, lakukan pengenceran.
- Catat hasil pengukuran.

3.7 Perhitungan

Kadar logam kadmium (Cd) dihitung sebagai berikut:

$$Cd \text{ (mg/L)} = C \times fp \quad (1)$$

Keterangan:

C adalah kadar yang didapat hasil pengukuran (mg/L).

fp adalah faktor pengenceran.

4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia pro analisis (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5 % sampai dengan 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference/RPD*) sama dengan 10 % maka dilakukan pengukuran ketiga.

Persen RPD:

$$\% \text{RPD} = \frac{|\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}|}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran}) / 2} \times 100\% \quad (2)$$

- Lakukan kontrol akurasi dengan *spike matrix* atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5 % - 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran persen temu balik untuk *spike matrix* adalah 85 % - 115 % dan untuk standar kerja 90 % - 110 %.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\% R = \left(\frac{A - B}{C} \right) \times 100\% \quad (3)$$

Keterangan:

- A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*) (mg/L);
 B adalah kadar contoh uji (mg/L);
 C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*) (mg/L).

CATATAN 1 Volume *spike matrix* yang ditambahkan maksimal 5% dari volume contoh uji.

CATATAN 2 Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah diperkaya berada pada kisaran rentang pengukuran.

- Standar ini telah melalui uji banding metode dengan peserta 10 laboratorium pada kadar 1 mg Cd/L dengan tingkat presisi (% RSD) 6,90 % dan akurasi (bias metode) 1,25 %.

5 Rekomendasi

- Lakukan analisis *blind sample*.
- Buat *control chart* untuk akurasi dan presisi analisis.

SNI 6989.16:2009

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analisis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi atau kromatografi.
- 6) Nomor contoh uji.
- 7) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 8) Rekaman hasil perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau standar kerja dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- 10) Kadar analit dalam contoh uji.



SNI 6989.16:2009

Lampiran B
(informatif)
Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat untuk persiapan contoh uji

**Tabel B.1 - Pemakaian asam lain bersama dengan asam nitrat
untuk persiapan contoh uji**

Asam	Disarankan untuk analisis	Bisa berguna untuk contoh uji	Tidak disarankan untuk analisis
HCl	Ag	Sb, Ru, Sn	Th, Pb
H ₂ SO ₄	Ti	-	Ag, Pb, Ba
HClO ₄	-	mengandung bahan organik	-
HF	-	mengandung silika	-



SNI 6989.16:2009

Bibliografi

Standard Methods for the Examination of water and wastewater 21st Edition, 2005, Method 3111B.

Komite Akreditasi Nasional, SR 02, *Persyaratan tambahan untuk akreditasi laboratorium pengujian kimia dan biologi*, 2004

