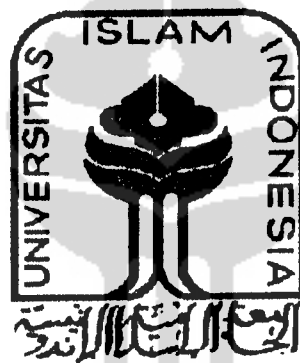


**PERBANDINGAN HASIL ANALISIS LOGAM TIMBAL (Pb)
PADA DEBU DI KAWASAN JOGJAKARTA
SECARA SSA DENGAN VARIASI METODE DESTRUKSI**

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 :

RINI INDRIYANI
No Mhs : 01612031

**JURUSAN ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA
2005**

**PERBANDINGAN HASIL ANALISIS LOGAM TIMBAL (Pb)
PADA DEBU DI KAWASAN JOGJAKARTA
SECARA SSA DENGAN VARIASI METODE DESTRUKSI**

oleh :

RINI INDRIYANI
No Mhs : 01 612 031

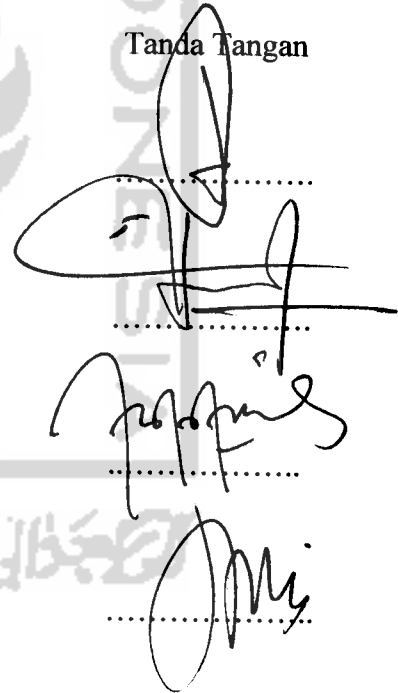
Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 27 Agustus 2005

Dewan Penguji

1. Rudy Syahputra, M.Si
2. Tatang Shabur Julianto, S.Si
3. Is Fatimah, M.Si
4. Dwiarso Rubiyanto, S.Si

Tanda Tangan



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



(Jaka Nugraha, M.Si)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Dengan setulus hati kupersembahkan karya yang sederhana ini kepada :

- ② Ayahanda dan Ibunda tercinta, terimakasih atas Do'a Restu dan kasih sayang yang tiada batasnya, serta semua pengorbanan yang telah kalian berikan kepada ananda yang tak mungkin terbalaskan.
- ② Kakak ku Koko darimulah timbul semangat dan cinta kasih abadi dan thaks ya.... Akan ku ingat selalu, aku percaya akan pemberian semangat dan dukungannya untuk mencapai harapan dan cita-cita ku semoga kita semua menjadi anak yang berbakti kepada Ayahanda dan Ibunda tercinta serta mewujudkan impian dan harapannya. Semoga Allah selalu memberikan kebahagiaan dan tetap memberikan kesempatan agar kita tetap bersama. I LOVE YOU ALL keluargaku di Lampung atas Do'anya semoga Allah SWT selalu memberikan kasih sayang dan RidhaNya.
- ② Mas Arma Risdyantoko trimakasih atas cinta, perhatian dan dukunganmu selama ini sehingga tercipta semangat dalam menjalani hidup, maaffin Rini ya mas kalau selama ini sering marah-marah..... dan smoga cepet lulus yaaaaaaa, Rini tunggu lho..... and I LOVE YOU.....

Motto

- ☉ Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman diantaramu dan orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat.

(Q.S. Mujadilah : 11)

- ☉ Usaha dan berdo'a kepada sang khalik adalah dua hal yang tidak terpisahkan untuk mencapai suatu keberhasilan dan kemenangan, jangan terlalu cepat menyerah sebelum mencapai yang kau inginkan, sabar.....karena dalam kesabaran ada keberhasilan. Saya berfikir dan terus berfikir selama berminggu-minggu, berbulan-bulan, bertahun-tahun, sembilan sepuluh kali keputusan yang salah buat selalu salah, baru pada keputusan yang ke 100 kalilah yang benar.

(A. Einstein)

" Sesungguhnya bersama kesukaran pasti ada kemudahan.....

Bersama adanya cobaan yang datang pasti semua ada hikmahnya.

Special thanks to.....

- ☺ Dosen-dosenku yang telah memberikan ilmu baru yang belum pernah aku dapatkan di tempat lain, membimbingku dan mengajariku dalam segala hal serta memberikan semangat dan dukungan dalam menyelesaikan skripsi ini.
- ☺ Pak Eko Sugiarto terima kasih banyak atas dukungan, semangat dan nasehat yang bapak berikan dari situlah saya bertambah punya motivasi untuk maju dan pantang menyerah. Maaf Rini sudah banyak merepotkan dan sudah banyak menyita waktu dan pikiran semoga dapat meneladani semangat yang mengebu-gebu dari bapak.
- ☺ Ibu Is Fatimah terima kasih juga atas bimbingannya dan kesabarannya, Maaf ya ibu kalau Rini banyak membuat Ibu gregetan atau sebel selama saya konsultasi.....itulah sifat dan keterbatasan kemampuan Rini.
- ☺ Pak Dwiarso Rubiyanto terimakasih telah bersedia menjadi dosen pembimbing II untuk menggantikan Pak Eko semoga saya dapat menambah ilmu dari bapak.
- ☺ Suci, suka duka yang kita alami selama melakukan penelitian, semoga menjadi pengalaman dan kenangan yang tak ternilai harganya, masih ingat kan dimana waktu penelitian, kita di sutting masuk tv TVRI dan ditilang polisi. Jangan pantang menyerah yaa.....dan cepat lulus yoooo....

- ④ Mas Jamal,.....pokok'e trimakasih banyak deh, udah ngebantu aku klo aku ada kesulitan.....n smoga berhasil mendapatkan bidadari yang dinantikan.....OCRE...
- ④ Mas Farhan.....makasih yaaa sudah bantu aku waktu nge-lab.makasih banget deh.....
- ④ My the best friends, Nina, Icul, lina walaupun aku merasa kita baru saja deket tapi kebaikan kalian akan selalu ku kenang. Maaf kalau selama ini aku selalu merepotkan kalian.....
- ④ Teman-teman seperjuangan (Ilmu Kimia angkatan 2001) terimakasih atas bantuan dan Do'anya.
- ④ Teman-teman kost sanggita purnama khususnya Geng Belle (Yenot, Anggot, Plada, Olley, Kundril, Upang, Wied, Ucing, Devdaszing, PHOSI, Mbul, Mamol, Whar, dan Susu) makasih atas do'a dan dukungannya smoga kalian cepet lulus juga yahhh.....
- ④ Teman-teman yang nggak bisa disebutkan satu persatu thanks yah atas persahabatan dan kebersamaanya.

KATA PENGANTAR



Alhamdulillah, puji syukur atas rahmat dan berkat pertolongan Allah SWT, penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul PERBANDINGAN HASIL ANALISIS LOGAM TIMBAL (Pb) PADA DEBU DI KAWASAN JOGJAKARTA SECARA SSA DENGAN VARIASI METODE DESTRUKSI

Penulisan skripsi ini untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Jogjakarta.

Dalam penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak untuk itu penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Jaka Nugraha, M.Si, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Bapak Rudy Syahputra, M.Si, selaku Ketua Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Ibu Is Fatimah, M.Si, selaku pembimbing I atas bimbingan dan pengarahan atas tersusunnya skripsi ini.
4. Bapak Dwiwarso Rubiyanto, S.Si, selaku pembimbing II atas bimbingan dan pengarahan atas tersusunnya skripsi ini.
5. Bapak Dr. Eko Sugiarto, selaku pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan ilmu yang diberikan selama penyusunan skripsi ini.
6. Ayahanda , Ibunda dan kakakku yang selalu memberikan dorongan, doa serta semangat yang tiada henti-hentinya.
7. Staff Laboratorium Kimia UII, atas bantuannya selama penelitian berlangsung.

Semua pihak yang telah memberikan bantuan serta dukungan dalam penyusunan skripsi ini.

Semoga Allah SWT memberikan balasan yang lebih baik pada mereka semua. Penulis menyadari hasil penelitian ini jauh dari sempurna, namun demikian penulis berharap dapat bermanfaat bagi pihak lain yang berkepentingan.

Jogjakarta, Agustus 2005



Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
INTISARI	xvi
ABSTRACT.....	xvii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
BAB II Tinjauan Pustaka.....	6
BAB III Dasar Teori.....	12
3.1 Timbal (Pb).....	12
3.1.1 Pb di udara.....	13
3.2 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	14
3.2.1 Prinsip Kerja Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	14
3.2.2 Metode analisis.....	15

3.2.2.1 Analisis hasil metode adisi standar.....	17
• Metode peparasi cuplikan.....	19
3.2.3.1 Jenis-jenis destruksi.....	19
- Instrumentasi SSA.....	20
Optimasi peralatan SSA.....	23
..... tesis.....	24
.....ologi penelitian.....	25
.....an-Bahan yang digunakan.....	25
.....Alat yang digunakan.....	25
.....Kerja.....	26
.....Sampling.....	26
.....Anti Kontaminan.....	28
.....Preparasi Sampel.....	28
4.3.3.1 Teknik destruksi kering.....	28
.....Analisa SSA.....	29
4.3.4.1 Larutan standar Pb ²⁺	29
4.3.4.2 Penentuan kondisi optimum analisis.....	29
4.3.4.3 Analisa penentuan konsentrasi Pb dengan adisi standar..	30
4.3.4.4 Penentuan unjuk kerja analitik.....	31
.....n Pembahasan.....	32
.....si Alat SSA.....	32
.....engukuran panjang gelombang.....	33
.....cepatan laju alir bahan bakar.....	34

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Kurva kalibrasi.....	16
Gambar 2.	Kurva adisi standar.....	17
Gambar 3.	Diagram SSA.....	20
Gambar 4.	Diagram skematik lampu katoda cekung.....	22
Gambar 5.	Skema alat sampling udara untuk partikel “ <i>High Volume Sampler</i> HVS-500-10”.....	27
Gambar 6.	Kurva panjang gelombang versus energi.....	33
Gambar 7.	Grafik kecepatan laju alir-asetilen (L/menit) versus absorbansi.....	35
Gambar 8.	Grafik kecepatan laju alir-udara (L/menit) versus absorbansi.....	36
Gambar 9.	Kurva tinggi pembakaran versus absorbansi.....	37
Gambar 10.	Kurva kalibrasi adisi standar untuk penentuan Pb dalam debu dengan destrukturor asam klorida 37 %.....	39
Gambar 11.	Kurva kalibrasi adisi standar untuk penentuan Pb dalam debu dengan destrukturor asam nitrat 65 %	40
Gambar 12.	Kurva kalibrasi adisi standar untuk penentuan Pb dalam debu dengan destrukturor aquaregia.....	41
Gambar 13.	Perbandingan konsentrasi logam Pb pada sampel dalam setiap destrukturor.....	53

3.2.2.1 Analisis hasil metode adisi standar.....	17
3.2.3 Metode peparasi cuplikan.....	19
3.2.3.1 Jenis-jenis destruksi.....	19
3.2.4 Instrumentasi SSA.....	20
3.2.5 Optimasi peralatan SSA.....	23
3.3 Hipotesis.....	24
BAB IV Metodologi penelitian.....	25
4.1 Bahan-Bahan yang digunakan.....	25
4.2 Alat-Alat yang digunakan	25
4.3 Cara Kerja.....	26
4.3.1 Sampling.....	26
4.3.2 Anti Kontaminan.....	28
4.3.3 Preparasi Sampel.....	28
4.3.3.1 Teknik destruksi kering.....	28
4.3.4 Analisa SSA.....	29
4.3.4.1 Larutan standar Pb ²⁺	29
4.3.4.2 Penentuan kondisi optimum analisis.....	29
4.3.4.3 Analisa penentuan konsentrasi Pb dengan adisi standar..	30
4.3.4.4 Penentuan unjuk kerja analitik.....	31
BAB V Hasil Dan Pembahasan.....	32
5.1 Optimasi Alat SSA.....	32
5.1.1 Pengukuran panjang gelombang.....	33
5.1.2 Kecepatan laju alir bahan bakar.....	34

5.1.2.1 Kecepatan laju alir-asetilen.....	34
5.1.2.2 Kecepatan laju alir-udara.....	35
5.1.3 Tinggi pembakar.....	36
5.2 Pengukuran Larutan Standar Pb.....	38
5.3 Uji Parameter SSA.....	42
5.4 Penentuan Kandungan Logam Pb dalam Debu Secara SSA.....	48
5.5 Pengaruh Jenis Sampel Debu Terhadap Kadar Pb.....	56
BAB VI Kesimpulan Dan Saran.....	59
6.1 Kesimpulan.....	59
6.2 Saran	59

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN



DAFTAR TABEL

Tabel 1. Hasil optimasi alat Spektrofotometer Serapan Atom.....	33
Tabel 2. Data absorbansi sampel debu dengan larutan standar timbal menggunakan destruktur asam klorida 37 %.....	39
Tabel 3. Data absorbansi sampel debu dengan larutan standar timbal menggunakan destruktur asam nitrat 65 %.....	40
Tabel 4. Data absorbansi sampel debu dengan larutan standar timbal menggunakan destruktur aquaregia.....	41
Tabel 5. Parameter Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dalam analisis Pb pada debu dalam tiap-tiap destruktur.....	42
Tabel 6. Persamaan regresi adisi standar logam Pb dalam tiap-tiap destruktur	51
Tabel 7. Konsentrasi timbal dalam sampel debu pada tiap-tiap destruktur di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta	52
Tabel 8. Hasil uji kadar Pb dalam sampel debu pada tiap-tiap destruktur.....	56

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1. Pembuatan larutan induk
- Lampiran 2. Pemilihan panjang gelombang emisi lampu
- Lampiran 3. Pemilihan kecepatan laju alir-asetilen (L/menit) dan pemilihan kecepatan laju alir-udara (L/menit)
- Lampiran 4. Pemilihan tinggi pembakar (nm)
- Lampiran 5. Regression: Larutan standar Pb dengan destruktur asam klorida 37%
- Lampiran 6. Regression: Larutan standar Pb dengan destruktur asam nitrat 65 %
- Lampiran 7. Regression: Larutan standar Pb dengan destruktur aquaregia
- Lampiran 8. Perhitungan standar deviasi, limit deteksi, sensitivitas, ketepatan dan ketelitian logam timbal dalam debu dengan menggunakan destruktur asam klorida 37 %
- Lampiran 9. Perhitungan standar deviasi, limit deteksi, sensitivitas, ketepatan dan ketelitian logam timbal dalam debu dengan menggunakan destruktur asam nitrat 65 %
- Lampiran 10. Perhitungan standar deviasi, limit deteksi, sensitivitas, ketepatan dan ketelitian logam timbal dalam debu dengan menggunakan destruktur aquaregia
- Lampiran 11. Perhitungan kadar Pb dalam sampel debu menggunakan destruktur asam klorida 37 % pada panjang gelombang 283,3 nm, kecepatan laju alir-asetilen 2 L/menit, kecepatan laju alir-udara 10 L/menit dan tinggi pembakar 5 nm
- Lampiran 12. Perhitungan kadar Pb dalam sampel debu menggunakan destruktur asam nitrat 65 % pada panjang gelombang 283,3 nm, kecepatan laju alir-asetilen 2 L/menit, kecepatan laju alir-udara 10 L/menit dan tinggi pembakar 5 nm
- Lampiran 13. Perhitungan kadar Pb dalam sampel debu menggunakan destruktur aquaregia pada panjang gelombang 283,3 nm, kecepatan laju alir-asetilen 2 L/menit, kecepatan laju alir-udara 10 L/menit dan tinggi pembakar 5 nm

- Lampiran 14. Tabel distribusi t
- Lampiran 15. Standar baku mutu udara dan lamanya pengambilan sampel
- Lampiran 16. Standar baku mutu udara nasional menurut peraturan pemerintah pusat: PP/RI/No.41/1999
- Lampiran 17. Standar baku mutu berdasarkan *Occupational Exposure Limit For Chemical Agents in Spain 2004*
- Lampiran 18. Standar baku mutu ambien menurut keputusan pemerintah DIY SK. Gub. DIY. No. 214/KPTS/1991
- Lampiran 19. Gambar kertas fiber glass tanpa sampel debu
- Lampiran 20. Gambar kertas filter fiber glass + sampel dan gambar proses pengambilan sampel debu di udara dengan “*High Volume Sampler HVS-500-10*”
- Lampiran 21. Gambar generator dan gambar psikometer
- Lampiran 22. Gambar anemometer dan gambar barometer
- Lampiran 23. Alat SSA
- Lampiran 24. Alat “*High Volume Sampler HVS-500-10*” tampak dari luar dan dalam
- Lampiran 25. Alat “*High Volume Sampler HVS-500-10*”
- Lampiran 26. Peta Lokasi Pengambilan sampel
- Lampiran 27. Output penentuan konsentrasi logam Pb dalam sampel debu pada tiap-tiap destruktur dengan metode adisi standar

PERBANDINGAN HASIL ANALISIS LOGAM TIMBAL (Pb) PADA DEBU DI KAWASAN JOGJAKARTA SECARA SSA DENGAN VARIASI METODE DESTRUKSI

Rini Indriyani
No Mhs : 01 612 031

INTISARI

Penelitian tentang penetapan kadar total logam timbal pada debu telah dilakukan di Jalan Kaliurang Km 5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta. Tiga buah sampel diteliti dengan metode SSA. Analisis timbal pada debu dimulai dengan pengambilan sampel menggunakan seperangkat alat hisap HVS-500-10 (*High Volume Sampler*) dengan debit 480 L/menit selama 1 jam yang ditangkap dengan kertas filter fiber glass. Kemudian sampel yang sudah didapat (menempel pada kertas filter fiber glass tersebut) dihaluskan atau digerus dengan kertasnya.

Setelah halus kertas filter fiber glass sampel, kemudian dimasukkan pada gelas beker 50 mL. Masing-masing sampel direndam dengan destruktur yang berbeda, yaitu pada sampel 1 direndam dengan destruktur HCl 37 %, sampel kedua direndam dengan destruktur HNO₃ 65 %, dan sampel ketiga direndam dengan destruktur Aquaregia (3:1), kemudian masing-masing sampel didiamkan semalam setelah itu diencerkan dengan aquadest sampai volume 50 mL lalu dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

Hasil yang diperoleh dari penetapan kadar logam Pb pada debu di Jalan Kaliurang Km 5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta; sampel 1 dengan destruktur HCl 37 % menunjukkan kadar total logam Pb 0,38 mgram/L, sampel 2 dengan destruktur HNO₃ 65 % menunjukkan kadar total logam Pb 0,00267 mgram/L dan sampel 3 dengan destruktur Aquaregia menunjukkan kadar total logam Pb 0,39 mgram/L. Sedangkan pada tiga destruktur tersebut yang merupakan destruktur yang baik dan teliti adalah destruktur HNO₃ 65 % karena t_{hitung} absolut lebih besar dari pada t_{tabel} yaitu $t_{hitung} 9,5490 > t_{tabel} 5,841$.

Kata kunci : *Logam Pb, Debu, Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).*

A COMPARISON OF ANALYSIS RESULTS ON LEAD METAL (Pb) ON DUST IN JOGJAKARTA AREA BY SSA WITH VARIATION OF DESTRUCTION METHOD

Rini Indriyani
Student Number: 01 612 031

ABSTRACT

A study on determination of total lead metal level on dust had been done in Jalan Kaliurang Km 5 exactly in intersection of the red lamp of MM UGM Yogyakarta. Three samples then were studied by SSA method. An analysis of the lead on dust was began by taking the samples using a set of suction tools HVS-500-10 (*High Volume Sampler*) with a debit 480 L/minute during 1 hour that was caught by filter paper of fiber glass. Sample that has been obtained (attached on the filter paper of fiber glass) then was crushed or ground by its paper.

After fine the filter paper of fiber glass sample then entered into a 50 mL beaker glass. Each sample was soaked with any different destructor, that is in sample 1 it is soaked with the destructor HCL 37%, the second sample was soaked with the destructor HNO₃ 65% and the third sample was soaked with the destructor Aquaregia (3:1), then each sample kept still during one night and afterward they were diluted with aquadest to the volume of 50 mL and analyzed with an Atomic Absorption Spectrophotometer (SSA).

Results obtained of the determination of metal level Pb on dust in Jalan Kaliurang Km 5 exactly in intersection of the red lamp of MM UGM Jogjakarta as follows; sample 1 with the destructor HCl 37% showed the total metal level Pb 0,38 mgram/L, sample 2 with the destructor HNO₃ 65% showed the total metal level Pb 0,00267 mgram/L and sample 3 with the destructor Aquaregia (3:1) showed the total metal level Pb 0,39 mgram/L. Whereas from those three destructors that constitutes the best and thoroughly destructor is the destructor HNO₃ 65% as its absolute t_{count} is bigger than t_{table} $9,5490 > t_{\text{table}} 5,841$.

Keywords: *Metal Pb, Dust, Atomic Absorption Spectrophotometer (SSA)*

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kemajuan yang pesat dari teknologi yang diciptakan manusia telah memberikan banyak kemudahan bagi manusia. Akan tetapi disisi lain kemajuan teknologi dan ilmu pengetahuan cukup potensial menimbulkan masalah lingkungan sebagai tempat tinggal makhluk hidup. Bukan hanya memberikan dampak yang baik bagi manusia sendiri melainkan juga mengakibatkan kematian bagi hewan dan tumbuhan.

Disadari ataupun tidak disadari problema lingkungan telah menjadi salah satu momok yang sangat menakutkan bagi sebagian manusia, karena memang hanya sebagian dari masyarakat dunia yang begitu repot mengurus masalah ini, sementara yang lainnya (sengaja atau tidak) sibuk pula untuk meningkatkan pencemaran di muka bumi ini.

Kerusakan lingkungan yang terjadi tersebut dapat mengenai berbagai unsur lingkungan salah satunya adalah udara, sehingga timbullah yang dinamakan pencemaran udara. Dewasa ini pencemaran udara telah menjadi isu sentral dunia karena penyebarannya sangat dipengaruhi angin sehingga tidak mengenal batas wilayah baik kota, daerah maupun negara.

Sumber pencemaran udara karena aktifitas manusia semakin bertambah melalui adanya pembakaran-pembakaran pada proses industri, sampah, maupun pembakaran bahan bakar melalui penggunaan berbagai alat transportasi. Aktifitas-aktifitas manusia itulah yang merombak lingkungan karena perkembangan budaya

yang pesat, yang timbal balik menimbulkan penggunaan teknologi baru serta pola konsumtif berlebihan yang justru menimbulkan banyak akses terhadap “*domestic and human waste*” .

Adanya pengotor-pengotor udara antara lain Pb, CO, dan SO₂ dari hasil pembakaran bahan bakar kendaraan bermotor maupun industri-industri perlu mendapatkan perhatian karena sifat racun dari pengotor-pengotor tersebut. Pengotor-pengotor tersebut akan berpengaruh tidak baik terhadap manusia yang berada di sekitar hasil pengotor tersebut, misalnya daerah dekat industri ataupun masyarakat yang berada atau bekerja disekitar jalan raya yang padat lalu lintasnya, apabila konsentrasi pengotor-pengotor tersebut melampaui batas ketentuan yang telah ditetapkan.

Timbal (Pb) banyak dihasilkan dari gas buang mesin mobil, truk dan bus dengan bahan bakar bensin yang dicampur dengan *tetra etil lead* (TEL) (Pb(C₂H₅)₄). Percampuran itu dilakukan untuk menghindari *anti knocking* pada mesin motor bakar sehingga keawetan mesin dapat terjaga. Apabila bensin di dalam mesin sudah terbakar, partikel- partikel senyawa timbal akan dikeluarkan di udara dalam wujud timbal oksida. Akibat yang tidak menguntungkan bagi manusia adalah jika debu yang terserap pernapasan terus menumpuk akan mengakibatkan gangguan pembentukan hemoglobin sehingga orang yang terkena dapat menderita anemia. Timbal sangat berbahaya bagi manusia karena bersifat racun. Dalam darah senyawa Pb akan beredar sampai otak dan hati sehingga pada jumlah tertentu dapat menyebabkan kerusakan otak dan hati sehingga dapat menyebabkan kematian.

Dalam Fardiaz, 1992, sumber polusi yang utama berasal dari transportasi, yaitu hampir 60 % sisanya bersumber dari proses industri, pembakaran dan lain-lain, serta toksisitas relatif polutan partikel menduduki tingkat tertinggi, hal inilah yang melatarbelakangi penelitian ini dilaksanakan di lokasi yang padat kendaraan bermotor yang berada di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta. Kota Jogjakarta merupakan kota besar dimana banyak pendatang dan berbagai aktifitas manusia semakin meningkat dengan pesatnya, baik dibidang industri, pariwisata, sehingga merupakan pusat bisnis dan pendidikan, tidaklah mengherankan apabila kondisi lalu lintas di kota ini cukup padat karena sarana transportasi semakin diperlukan guna menunjang berbagai kelancaran aktifitas yang dilakukan di kota ini. Dengan semakin meningkatnya sarana transportasi tersebut akan semakin meningkatkan pula tingkat pencemaran udara salah satunya adalah partikel debu.

Pencemaran udara di kota besar tidak bisa dipandang sebelah mata. Peneliti ingin mengetahui cemaran logam dengan menganalisis logam Pb yang terkandung dan terakumulasi dalam debu di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta dengan kondisinya yang selalu padat lalu lintas, pertokoan dengan papan *reklame* maupun tembok menggunakan cat maupun barang dagangan yang mengandung logam seperti keramik dan lain-lain, sehingga kemungkinan besar orang yang sering beraktifitas di jalan tersebut terpapar oleh logam berat. Pada penelitian-penelitian sebelumnya, tentang penentuan logam timbal (Pb), tembaga (Cu) dan kromium (Cr) pada debu menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dilakukan dengan langkah

destruksi. Destruksi yang dilakukan dengan Aquaregia, HNO_3 1 % dan HClO_4 . Dalam penelitian ini untuk menganalisis debu yang tercemar oleh logam Pb di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta dilakukan dengan variasi metode destruksi yaitu destruksi dilakukan dengan menggunakan destruktur HNO_3 65 %, HCl 37 % dan Aquaregia. Untuk menganalisis debu tersebut digunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), metode ini sangat tepat untuk menganalisis zat pada konsentrasi rendah dan dapat digunakan untuk menganalisis berbagai logam.

1.2 Rumusan Masalah

- a. Apakah larutan pendestruksi berpengaruh terhadap hasil analisis logam Pb terkandung dan terakumulasi di dalam debu di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta ?

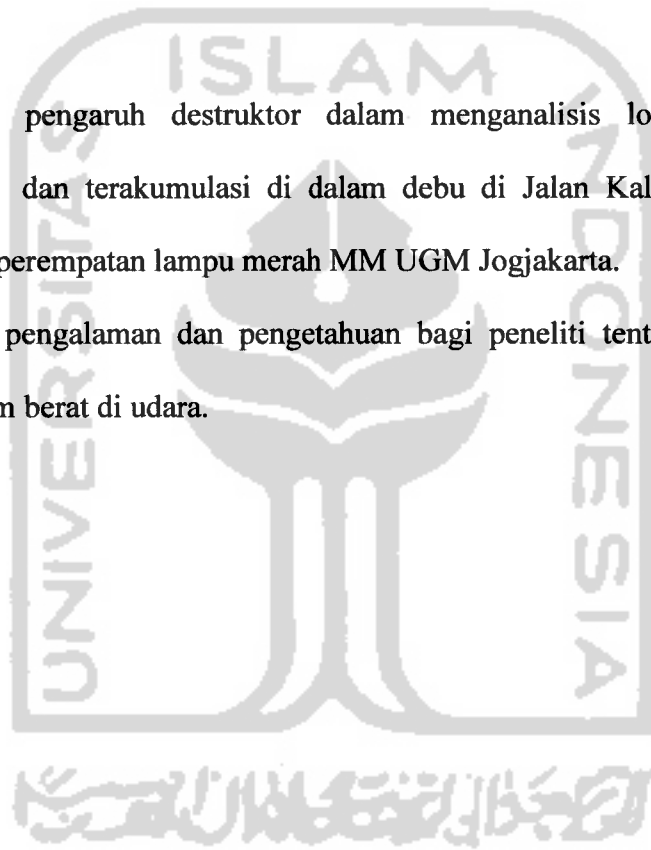
1.3 Tujuan Penelitian

- a. Mengetahui pengaruh destruktur dalam menganalisis logam Pb yang terkandung dan terakumulasi di dalam debu di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta dengan variasi metode destruksi menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

1.4 Manfaat Penelitian

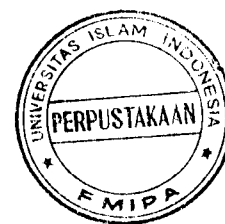
Dari hasil penelitian diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut:

1. Memberikan informasi kepada masyarakat (pembaca) tentang kandungan logam Pb yang terkandung dan terakumulasi di dalam debu di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta.
2. Mengetahui pengaruh destruktur dalam menganalisis logam Pb yang terkandung dan terakumulasi di dalam debu di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta.
3. Menambah pengalaman dan pengetahuan bagi peneliti tentang kandungan logam-logam berat di udara.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA



Menurut Undang-undang no 4 /1982 mengenai ketentuan-ketentuan pokok pengelolaan lingkungan hidup, yang dimaksud dengan pencemaran udara adalah masuknya bahan-bahan asing atau zat-zat asing di udara dalam jumlah dan waktu tertentu dan dapat menyebabkan perubahan komposisi udara bersih sehingga menimbulkan gangguan terhadap makhluk hidup dan barang-barang berharga lainnya.

Penelitian Sumarsono (2005), tentang penentuan logam timbal (Pb), tembaga (Cu) dan kromium (Cr) pada debu Jalan Malioboro Jogjakarta dengan Spektrofotometer Serapam Atom. Pengambilan sampel dilakukan di Jalan Malioboro Jogjakarta dengan menggunakan vacuum cleaner di lima lokasi. 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 plac ($120\text{ }^{\circ}\text{C}$) hingga sampel larut dan dihasilkan larutan hampir kuning. Ketika larutan sampel jernih, gelas beker ditambahkan 2 ml HClO_4 . Gelas beker ditempatkan lagi pada hot plat dan dibiarkan hampir separuhnya . Dinding gelas beker dibilas lagi dengan 1 ml HNO_3 1 % dan dipanaskan lagi minimal 5 menit untuk melarutkan residu, setelah itu dibiarkan dingin pada suhu ruang. Larutan kuantitatif dipindahkan pada sebuah

labu ukur 25ml dan volumenya disesuaikan dengan ditambah aquabidest sampai volume tersebut. Sampel selanjutnya dianalisis dengan SSA untuk penentuan Pb, Cu dan Cr. Kadar logam Pb, Cu dan Cr dari sampel debu masing-masing adalah $31,25 \pm 5,65 \mu\text{g/g}$ – $729,16 \pm 0,00 \mu\text{g/g}$ untuk logam Pb, $52,13 \pm 3,73 \mu\text{g/g}$ – $656,75 \pm 10,85 \mu\text{g/g}$ untuk logam Cu, $14,03 \pm 1,45 \mu\text{g/g}$ - $80,75 \pm 3,02 \mu\text{g/g}$ untuk logam Cr.

Penelitian yang dilakukan Rachman (2003), tentang analisis timbal (Pb^{2+}) di udara secara kalorimetri dengan menggunakan dithizone. Analisis timbal di udara dimulai dengan pengambilan sampel menggunakan seperangkat alat hisap HVS-500-10 (*High Volume Sampler*) dengan debit alir 500 L/menit selama 24 jam. Sampel yang tersaring di kertas filter didestruksi dalam campuran HNO_3 65 % dengan HClO_4 (3:1). Partikel timbal dianalisis dengan proses ekstraksi menggunakan dithizone sebagai pengompleks sehingga terbentuk kompleks Pb-dithizonat yang berwarna merah bata dan diukur serapannya pada panjang gelombang 510 nm secara spektrofotometer dengan spektronik 20 D dengan hasil sebagai berikut: sampel I absorbansinya = 0,017 ppm, sampel II absorbansinya = 0,009 ppm, sampel III absorbansinya = 0,010 ppm, sampel IV absorbansinya = 0,014 ppm, sampel V absorbansinya = 0,015 ppm. Hasil absorbansi sampel diinterpolasikan kedalam kurva baku timbal yang telah dibuat sehingga diperoleh konsentrasi timbal (μg) dalam sampel. Dari perhitungan terhadap faktor debit dan lamanya pengambilan sampel maka diperoleh konsentrasi (μg) timbal dalam sampel untuk tiap-tiap m^2 sebagai berikut: sampel I konsentrasinya = 0,001124 μg , sampel II konsentrasinya = 0,000595 μg , sampel III konsentrasinya

=0,000661 μg , sampel IV konsentrasinya = 0,000917 μg , sampel V konsentrasinya = 0,000992 μg .

Menurut Yang (1990), dalam analisis SSA sampel harus dalam bentuk larutan dan ini biasanya membutuhkan destruksi untuk memecah seng, besi dan kadmium dan unsur lain yang terkandung dalam sampel. Preparasi sampel adalah salah satu langkah yang terpenting dalam analisis unsur-unsur mikro yang menggunakan pengukuran spektrofotometri serapan atom dan voltametri. Pemilahan metode preparasi sampel sangat mempengaruhi keberhasilan suatu analisis. Menurut Johnson dan Maxwell (1981) dan Sandel (1959), secara garis besar ada dua cara yang biasa digunakan yaitu destruksi kering dan destruksi basah. Dalam destruksi kering sampel dipanaskan pada temperatur $> 500^{\circ}\text{C}$. Keuntungan metode ini adalah sederhana dan terhindar dari pengotor seperti dalam metode destruksi basah namun dapat terjadi kehilangan unsur-unsur mikro tertentu. Disamping itu dapat juga terjadi reaksi antara unsur dengan bahan wadah. Destruksi kering material yang berisi unsur yang rendah ditempatkan dalam wadah silikat atau porcelin. Unsur-unsur dalam jumlah yang cukup besar akan teradsorpsi pada permukaan wadah dengan membentuk suatu silikat yang tidak dapat dihancurkan seluruhnya oleh asam.

Penelitian yang dilakukan Widyasanti (1997), tentang perbandingan kadar debu di tiga jalan utama Jogjakarta pada hari libur dan hari kerja. Menurut Widyasanti Tingkat industri dan transportasi yang semakin meningkat menyebabkan peningkatan kadar pencemar di udara, di antaranya debu. Kota Jogjakarta yang memiliki tingkat transportasi cukup tinggi juga tidak akan terlepas

dari permasalahan ini. Selain itu, tingkat pencemaran udara juga dipengaruhi oleh pola kegiatan manusia, mengingat industri dan transportasi merupakan kegiatan manusia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perbedaan kadar debu di udara di tiga jalan utama kota Jogjakarta antara hari libur dan hari kerja. Penelitian dilakukan di tiga jalan yaitu jalan Solo, jalan Malioboro dan jalan Kaliurang, pada tiga hari kerja dan tiga hari libur. Waktu pengambilan sampel pun ada tiga yaitu pukul 07.00 WIB, pukul 13.00 WIB dan pukul 16.30 WIB. Sampel kemudian dianalisa dengan menggunakan mikroskop cahaya untuk menghitung jumlah debu per bidang pandang. Dari hasil penelitian ternyata didapatkan bahwa secara umum tidak dijumpai perbedaan kadar debu yang signifikan antara hari libur dan hari kerja di tiga jalan utama kota Jogjakarta tersebut.

Penelitian yang dilakukan Hadi (1988), tentang penentuan kadar CO, SO₂ dan partikel Pb di udara dilakukan di beberapa tempat kota Yogyakarta sebagai salah satu indikator dalam penentuan pencemaran udara di sekitar lokasi. Sampel yang terserap dalam kertas filter destruksi dalam larutan campuran HNO₃ dan HClO₃ (1:1). Pada penentuan kadar CO ditentukan dengan indikator khusus, untuk kadar SO₂ dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak dan dalam penentuan partikel Pb menggunakan AAS. Analisa yang dilakukan pada bulan November sampai Desember 1987 di empat lokasi yaitu perempatan wirobrajan, perempatan sekip, perempatan kantor pos besar dan perempatan pingit. Diperoleh hasil sebagai berikut: Kadar partikel Pb berkisar antara $7,354 \cdot 10^{-2} \mu\text{gr}/\text{m}^3$ udara- $14,318 \cdot 10^{-2} \mu\text{gr}/\text{m}^3$ udara, kadar SO₂ berkisar antara 0,0020 ppm - 0,051 ppm sedang Co diperoleh hasil antara 3,00ppm - 12,00 ppm.

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 yang dilakukan Awaluddin (2002), tentang analisis timah hitam (Pb) pada udara dengan metode Dithizone, pengambilan sampel dilakukan di udara pada tempat terbuka. Sampel diambil didaerah terminal bus karena pada tempat-tempat terbuka seperti ini kemungkinan besar memiliki udara yang mengandung unsur Pb dan senyawa lain yang sangat besar. Pada pengambilan sampel ini menggunakan alat HVS-500-10 dengan melalui kertas filter fiber untuk menyerap udara. Kemudian sampel yang sudah didapat (menempel pada kertas tersebut) dihaluskan atau digerus dengan kertasnya. Setelah halus kertasnya, kemudian masukkan pada gelas beker 100 mL dan direndam dengan HClO_4 : HNO_3 (2:3) selama semalam, kemudian dipanaskan sampai kering setelah dingin ditambahkan lagi larutan HNO_3 10 mL, kemudian dibiarkan lagi semalam untuk

mendapatkan endapan yang lebih banyak. Selanjutnya diberikan larutan aquadest 12,5 mL dan buffer Pb 15 mL dengan pH 9-11,5 dan larutan dithizone serta HNO_3 (1:4) 10 mL. Campuran tersebut dikocok sampai tidak ada gas yang keluar, maka akan terjadi pemisahan larutan. Setelah terpisah terlihatlah warna merah dari logam Pb dithizone. Setelah selesai mencampurkannya semuanya dan menghasilkan warna merah, maka dibaca dengan alat spektrometer 20 D dengan $\lambda = 510$ nm untuk panjang gelombang timah hitam (Pb), diperoleh hasil sebagai berikut :sampel 1 absorbansinya = 0,017 ppm dan konsentrasinya = $0,22 \mu\text{g}/\text{m}^3$, sampel II absorbansinya = 0,006 ppm dan konsentrasinya = $0,07 \mu\text{g}/\text{m}^3$, sampel III absorbansinya = 0,010 ppm dan konsentrasinya = $0,13 \mu\text{g}/\text{m}^3$, sampel IV absorbansinya = 0,013 ppm dan konsentrasinya = $0,17 \mu\text{g}/\text{m}^3$, V absorbansinya = 0,063 ppm dan konsentrasinya = $0,83 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

Penentuan logam-logam berat pada debu jalanan yang dilakukan Malsingh di Trinidad, sampel debu dikumpulkan dengan menyapu debu jalanan dan dibersihkan dari benda-benda, seperti plastik, batu-batuan, pecahan-pecahan gelas, 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).

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Timbal (Pb)

Timbal atau timah hitam dalam bahasa ilmiahnya dinamakan *plumbum* dan logam ini disimbolkan dengan Pb. Logam ini termasuk ke dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada tabel periodik unsur kimia. Mempunyai nomor atom (NA) 82 dengan bobot atau berat atom (BA) 207,2 gram/mol (Palar, 1994). Timbal adalah logam yang berwarna abu-abu kebiruan dengan rapatan yang tinggi (11,48 g/ml pada suhu kamar). Ia mudah melarut dalam asam nitrat yang sedang pekatnya (8M) dan terbentuk juga nitrogen oksida. Kebanyakan garam timbal hanya larut sebagian dalam air dan beberapa diantaranya misalnya PbSO_4 atau PbCrO_4 tidak larut (Vogel, 1994).

Logam timbal atau Pb mempunyai sifat-sifat yang khusus seperti berikut:

1. Merupakan logam yang lunak, sehingga dapat dipotong dengan menggunakan pisau atau dengan tangan dan dapat dibentuk dengan mudah.
2. Merupakan logam yang tahan terhadap peristiwa korosi atau karat, sehingga logam timbal sering digunakan sebagai bahan coating.
3. Mempunyai titik lebur rendah, hanya $327,5\text{ }^\circ\text{C}$ dan titik didihnya titik didih 1740°C .
4. Mempunyai kerapatan yang lebih besar dibandingkan dengan logam-logam, kecuali emas dan merkuri.
5. Merupakan penghantar listrik yang tidak baik (Palar, 1994).

3.1.1 Pb di udara

Emisi Pb dalam lapisan atmosfer bumi dapat berbentuk gas dan partikulat.

Emisi Pb yang masuk dalam bentuk gas, terutama sekali berasal dari buangan gas kendaraan bermotor. Emisi tersebut merupakan hasil samping dari pembakaran yang terjadi dalam mesin-mesin kendaraan. Pb yang merupakan hasil samping dari pembakaran ini berasal dari senyawa $(\text{CH}_3)_4\text{-Pb}$ dan $(\text{C}_2\text{H}_5)_4\text{-Pb}$ yang selalu ditambahkan dalam bahan bakar kendaraan bermotor dan berfungsi sebagai anti ketuk (anti knock) pada mesin-mesin kendaraan.

Disamping itu, dalam bahan bakar kendaraan bermotor biasanya ditambahkan pula bahan *scavenger*, yaitu etilen dibromida ($\text{C}_2\text{H}_4\text{Br}_2$) dan etilen diklorida ($\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2$). Senyawa ini dapat mengikat residu Pb yang dihasilkan setelah pembakaran, sehingga di dalam gas buangan terdapat senyawa Pb dengan halogen.

Bahan additive yang biasa dimasukkan ke dalam bahan bakar kendaraan bermotor pada umumnya terdiri dari 62% tetraetil-Pb ($\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$), 28% etilendiklorida ($\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2$), 18% etilen dibromida ($\text{C}_2\text{H}_4\text{Br}_2$) dan sekitar 2% campuran tambahan dari bahan-bahan yang lain. Jumlah senyawa Pb yang jauh lebih besar dibandingkan dengan senyawa-senyawa lain dan tidak terbakar musnahnya Pb dalam peristiwa pembakaran pada mesin menyebabkan jumlah Pb yang dibuang ke udara melalui asap buangan kendaraan menjadi sangat tinggi.

Senyawa tetrametil-Pb dan tetraetil-Pb dapat diserap oleh kulit. Hal ini disebabkan kedua senyawa tersebut dapat larut dalam minyak dan lemak. Sedangkan dalam lapisan udara terametil-Pb terurai dengan cepat karena adanya

sinar matahari. Tetraetil-Pb akan terurai membentuk trietil-Pb, dietil-Pb dan monoetil-Pb. Semua senyawa uraian dari tetraetil-Pb tersebut memiliki bau yang spesifik seperti bau bawang putih, sulit larut dalam minyak akan tetapi semua senyawa turunan ini dapat larut dengan baik dalam air. Senyawa-senyawa Pb dalam keadaan kering dapat terdispersi di dalam udara, sehingga kemudian terhirup pada saat bernafas dan sebagian akan menumpuk di kulit dan/ atau terserap oleh daun tumbuhan.

Sumber-sumber lain yang menyebabkan Pb dapat masuk ke udara ada bermacam-macam. Diantaranya sumber alternatif ini yang tergolong besar adalah pembakaran batu bara, asap dari pabrik-pabrik yang mengolah senyawa alkil-Pb. Pb-oksida, peleburan bijih Pb dan transfer bahan bakar kendaraan bermotor. Karena senyawa alkil-Pb yang terdapat dalam bahan bakar tersebut dengan mudah menguap (Palar, 1994).

3.2 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

3.2.1 Prinsip dasar Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

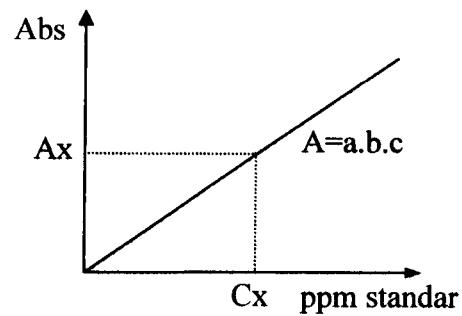
Prinsip Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan atom. Jika radiasi elektromagnetik dikenakan kepada suatu sampel, maka akan terjadi eksitasi elektron dari tingkat dasar ke tingkat tereksitasi. Radiasi yang dikenakan pada suatu sampel ada yang diserap dan ada yang diteruskan, yang diserap digunakan untuk eksitasi electron dalam sampel. 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 diabsorpsi oleh atom dalam nyala. Absorpsi 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.

3.2.2 Metode analisis

a. Metode kurva kalibrasi

Dalam metode ini 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 = $\epsilon \cdot b$. konsentrasi larutan sampel dapat dicari setelah absorbansi larutan sampel diukur dan diinterpolasi ke dalam kurva kalibrasi atau dimasukkan ke dalam persamaan garis lurus yang diperoleh dengan menggunakan program regresi linier pada kurva kalibrasi.



Gambar 1. Kurva kalibrasi

b. Metode adisi standar

Metode ini dipakai secara luas karena mampu meminimalkan kesalahan yang disebabkan oleh perbedaan kondisi lingkungan (matriks) sampel dan standar. Dalam metode ini dua atau lebih sejumlah volume tertentu dari sampel dipindahkan ke dalam labu takar. Satu larutan diencerkan sampai volume tertentu kemudian diukur absorbansinya tanpa ditambah dengan zat standar, sedangkan larutan yang lain sebelum diukur absorbansinya ditambah dengan zat standar, sedangkan larutan yang lain sebelum diukur absorbansinya ditambah terlebih dahulu dengan sejumlah tertentu larutan standar dan diencerkan seperti pada larutan yang pertama. Menurut hukum Beer akan berlaku hal-hal berikut:

$$A_x = k \cdot C_x$$

$$A_T = k(C_s + C_x)$$

Dimana:

C_x = Konsentrasi zat sampel

C_s = Konsentrasi zat standar yang ditambahkan ke larutan sampel

A_x = Absorbansi zat sampel (tanpa penambahan zat standar)

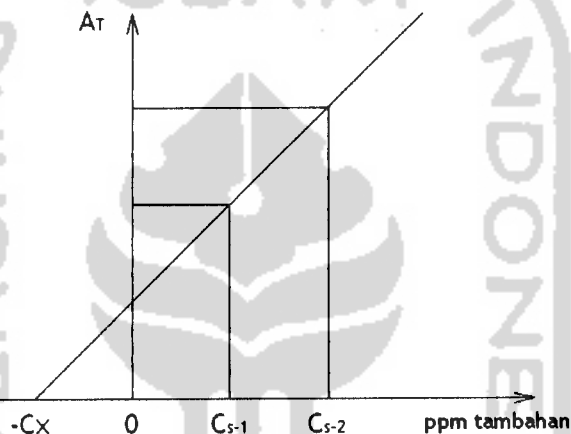
A_T = Absorbansi zat sampel + zat standar

Jika kedua persamaan diatas digabung akan diperoleh:

$$C_x = C_s \times \{A_x / (A_T - A_x)\}$$

Konsentrasi zat dalam sampel (C_s) dapat dihitung dengan mengukur A_x dan A_T dengan spektrofotometer. Jika dibuat suatu seri penambahan zat standar dapat pula dibuat suatu grafik antara A_T lawan C_s garis lurus yang diperoleh diekstrapolasi ke $A_T = 0$, sehingga diperoleh:

$$C_x = C_s \times \{A_x / (0 - A_x)\}; C_x = C_s \times \{A_x / (A_T - A_x)\}$$



Gambar 2. Kurva adisi standar

Dimana: $A-C_x$ = Absorbansi cuplikan setelah ditambahkan standar

$B-0$ = Absorbansi cuplikan sebelum ditambahkan standar

C_0-0 = Konsentrasi cuplikan sebelum ditambahkan standar

$0-C_x$ = Konsentrasi larutan standar yang ditambahkan

3.2.2.1 Analisis hasil metode adisi standar

Penentuan kandungan timbal (Pb) secara Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dilakukan dengan metode adisi standar. Dalam penelitian ini dengan menggunakan Microsoft Excel 2003 dengan menggunakan data analisis regresi linear untuk mendapatkan grafik adisi standar.

Dari analisis adisi standar didapatkan suatu grafik hubungan x (konsentrasi penambahan dengan larutan standar) dan y (absorbansi). Harga absorbansi yang diperoleh versus konsentrasi dihubungkan melalui suatu garis dengan mencari harga slope (b) dan intersep (a) dari grafik adisi penambahan standar. Untuk mencari harga tersebut dapat ditentukan dengan rumus regresi linear:

$$y = bx + a$$

$$\text{Slope} = b = \frac{\sum_i \{(x_i - \bar{x})(y_i - \hat{y}_i)\}}{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}$$

$$\text{Intersep} = a = \bar{y} - bx$$

$$\text{Koefisien korelasi} = r = \frac{\sum_i \{(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})\}}{\left\{ \left[\sum_i (x_i - \bar{x})^2 \right] \left[\sum_i (y_i - \bar{y})^2 \right] \right\}^{1/2}}$$

konsentrasi sampel debu dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

$$C_s = - C_{SA} \times \frac{V_{\text{flask}}}{V_{\text{unk}}}$$

Dimana: x = konsentrasi logam

y = absorbansi

x = konsentrasi rata-rata

y = absorbansi rata-rata

b = slope (lereng garis)

a = intersep (titik potong garis dengan sumbu y)

x_i = konsentrasi ke-i

y_i = absorbansi ke-i

n = jumlah data

r = koefisien korelasi

C_{SA} = konsentrasi standar

C_S = konsentrasi sampel

V_{flask} = volume larutan yang dianalisis

V_{unk} = volume sampel yang dianalisis

3.2.3 Metode preparasi cuplikan

Pada analisis debu, cuplikan dalam bentuk padatan tidak langsung dianalisis tetapi harus didestruksi terlebih dahulu. Sedangkan preparasi cuplikan dalam bentuk larutan dapat langsung dianalisis dengan cara mengencerkan larutan tersebut dengan pelarut tertentu. Untuk menentukan ion timbal dalam cuplikan debu dilakukan dengan menggunakan metode destruksi.

Dalam pemilihan cara destruksi didasarkan pada volatilitas masing-masing unsur yang dianalisis. Destruksi pada suatu cuplikan merupakan suatu usaha untuk melepaskan unsur yang akan dianalisis dengan terikatannya dengan senyawa lain, terutama senyawa organik.

3.2.3.1 Jenis-Jenis Destruksi

a. Destruksi basah

Destruksi basah terutama digunakan pada peleburan cuplikan untuk penentuan unsur-unsur konsentrasi rendah dan logam beracun. Di dalam pelaksanaannya ada cara pembagian penggunaan bahan kimia yakni sebagai berikut : campuran $HClO_4$ dan HNO_3 campuran dari kedua asam ini dapat dipergunakan untuk bahan-bahan yang sangat sulit mengalami oksidasi. Oksidasi cuplikan menggunakan HNO_3 akan disempurnakan

dengan menggunakan HClO_4 sehingga waktu peleburan memungkinkan untuk lebih cepat kelemahan dari penggunaan campuran ini adalah bahwa HClO_4 bersifat eksplosif (mudah meledak) sehingga cukup berbahaya.

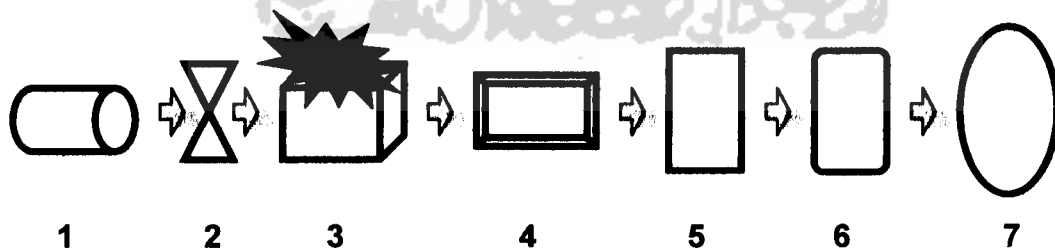
b. Destruksi kering

Destruksi kering biasanya digunakan untuk menentukan total abu dalam makanan dan hasil pertanian. Penentuan kadar abu dilakukan dengan cara mengoksidasi semua zat organik pada suhu tinggi ($500\text{-}600^\circ\text{C}$).

Pada penelitian ini menggunakan metode destruksi kering yaitu dengan cara sampel debu yang menempel pada kertas filter fiber glass diabukan. Keuntungan metode ini selain relatif sederhana dan terhindar dari pengotor seperti pada destuksi basah, yang dapat digunakan pada cuplikan dengan jumlah banyak. Namun, dalam destruksi ini dapat terjadi kehilangan unsur-unsur tertentu (Sandell, 1977).

3.2.4 Instrumentasi SSA

Intrumentasi SSA dapat dilihat pada diagram blok instrumentasi SSA yang disajikan dalam gambar 3.

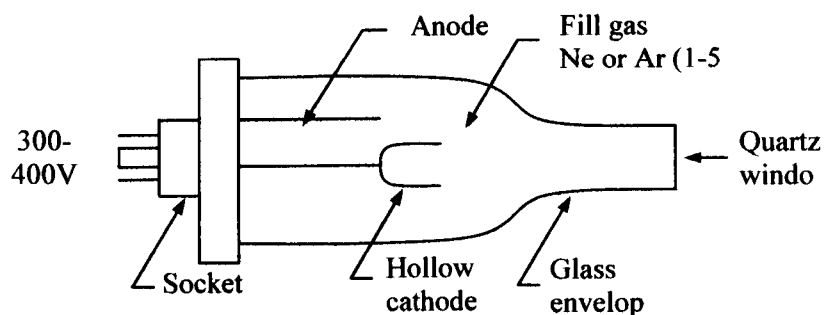


Gambar 3. Diagram Spektrometer Serapan Atom (SSA)

Keterangan :

1. Sumber sinar
 2. Pemilah (chooper)
 3. Nyala
 4. Monokromator
 5. Detektor
 6. Amplifier
 7. Meter / Rekorder
- a. Sumber sinar

Bagian ini untuk menghasilkan sinar datang dapat diserap oleh atom-atom dari sampel yang akan dianalisis. Sumber cahaya yang diperlukan adalah sumber cahaya yang menghasilkan sinar dengan sepektrum diskret. Sinar yang dihasilkan dari sumber cahaya deskret ini mempunyai garis sepektra yang kecil tetapi mempunyai intensitas sinar yang besar. Sumber cahaya yang digunakan yaitu *hallow cathode lamp* dan *elektrodeless discharge*. *Hallow cathode lamp* (*lampu katode berongga*) merupakan sumber cahaya yang paling banyak digunakan. *Hallow cathode lamp* dapat dibuat dengan satu jenis logam biasa saja (*single cathode lamp*) maupun lebih dari satu jenis logam yang diletakan secara terpisah (*multi cathode lamp*). Keuntungan *multi cathode lamp* diantaranya untuk analisis unsur yang berbeda tidak perlu mengganti lampu asalkan terdapat katoda yang berasal dari logam yang sama dengan unsur yang dianalisis. Skema peralatan sumber cahaya dapat dilihat pada gambar 4.



Gambar 4. Diagram skematik lampu katoda cekung

b. Monokromator

Berfungsi untuk mengisolasi salah satu garis resonansi dari spektrum yang dihasilkan oleh lampu katoda. Monokromator terdiri dari bagian utama berupa lensa atau kaca untuk memfokuskan radiasi yang tidak diinginkan dan medium dispersi untuk memisahkan panjang gelombang.

c. Sistem pengatoman

Berfungsi untuk menghasilkan atom-atom bebas sebagai media absorpsi. Sistem pengatoman dalam SSA merupakan salah satu bagian yang penting, karena bagian inilah sample yang akan dianalisis ditempatkan.

d. Detektor

Bagian ini adalah untuk mendeteksi sinyal-sinyal yang diterima dan diterjemahkan menjadi informasi-informasi analisis berupa pembacaan. Detektor yang digunakan tergantung pada jenis monokromatornya. Detektor yang sering digunakan adalah fotomultiplikator yang gunanya untuk merubah energi radiasi menjadi energi listrik. Sinyal listrik yang berasal dari detektor sebelum masuk pencatata dikuatkan dulu dengan amplier sehingga keluar angka digital yang mudah dibaca.

e. Pencatat

Bagian ini untuk merubah dan mencatat sinyal-sinyal listrik yang berasal dari detektor kesuatu bentuk yang mudah dibaca oprator, misalnya dalam bentuk gelvanometer atau angka-angka digital sesuai dengan hasil analisis.

3.2.5 Optimasi Peralatan AAS

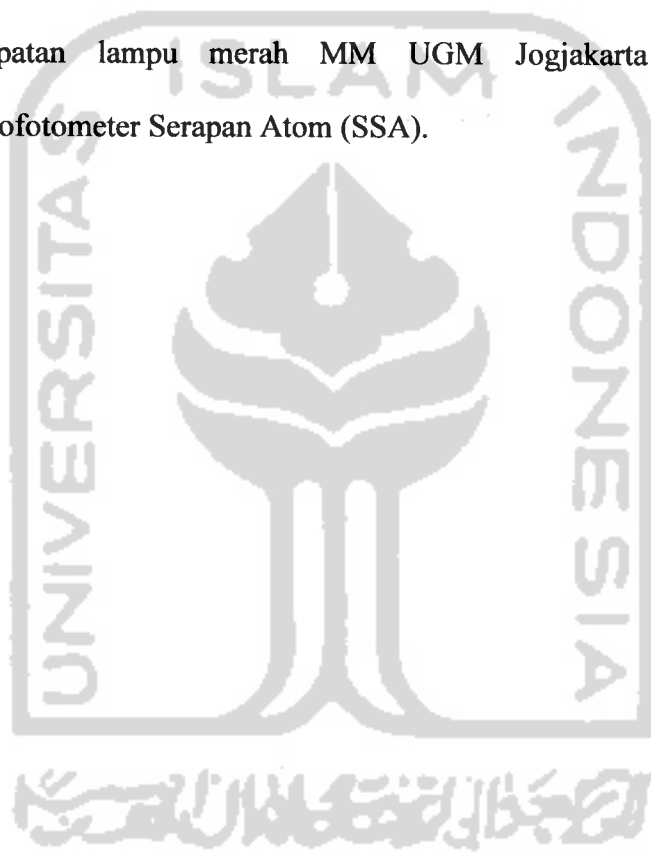
Beberapa optimasi peralatan Spektrofotometri Serapan Atom adalah sebagai berikut :

1. Menghidupkan peralatan AAS dan memilih % transmisi.
2. Memilih lampu halokatoda dan meletakkan pada AAS.
 1. Optimasi arus lampu halokatoda.
 2. Optimasi lebar celah (*slit width*).
 3. Memeriksa kedudukan lampu terhadap fokus slit
 4. Optimasi panjang gelombang (λ).
 5. Set monokromator untuk memberikan sinyal maksimum.
 6. Memilih nyala udara tekan-asetilen.
 7. Optimasi kecepatan udara tekan.
 8. Optimasi kecepatan asetilen.
 9. Optimasi burner agar memberikan absorbansi maksimum.

3.3 Hipotesis

Berdasarkan dari rumusan masalah dan tujuan penelitian maka dapat diajukan hipotesis sebagai berikut :

- a. Dalam analisis logam Pb dalam debu dengan variasi metode destruksi mempengaruhi hasil analisis logam Pb yang terkandung dan terakumulasi di dalam debu di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).



BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Bahan-Bahan yang Digunakan

- a. HNO₃ pekat 65 % p.a (merck)
- b. Aquaregia
- c. Pb(NO₃)₂ kristal p.a (merck)
- d. Sampel debu (diambil dari Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM, kota Jogjakarta)
- e. Aquadest dari Laboratorium Kimia Analitik FMIPA UGM
- f. Larutan HCl 37 % p.a (merck)

4.2 Alat-Alat yang Digunakan

- a. HVS "*High Volume Sampler 500-10*" 220V 50 HZ (merck SIBATA)
- b. Flow meter (merck SIBATA)
- c. Generator (merck YAMAHA)
- d. Spikomter (merck CASELA LONDON, ENGLAND)
- e. Barometer (merck Tischer)
- f. Anemometer
- g. Kertas filter fiber glass (merck GF/A Circles 110 mm θ cat No1821 110 Whatman)
- h. Spektrofotometri Serapan Atom (merck Hitachi Polarized Zeena)
- i. Timbangan Analitik (merck Hitachi U-2010)
- j. Seperangkat alat gelas

4.3 Cara Kerja

4.3.1 Sampling

Sebelum dilakukan analisis di laboratorium terhadap Timbal (Pb), perlu dilakukan pengambilan sampel debu di udara pada tempat terbuka. Sampel debu ini diambil satu titik dari Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM kota Jogjakarta, karena di daerah ini banyak terdapat polusi udara terutama dari asap kendaraan bermotor, mobil dan bus. Tempat-tempat terbuka seperti ini kemungkinan besar debu di udara mengandung logam Pb yang besar.

Dalam pengambilan sampel debu harus benar-benar teliti dan hati-hati karena banyak timbul kesalahan-kesalahan. Kesalahan ini dapat terjadi karena kontaminasi dari alat-alat yang dipergunakan untuk pengambilan sampel, kecepatan udara yang mengalir atau dihisap perlu diperhatikan guna memperoleh hasil yang optimal pada analisa, dan cuaca yang perlu diperhatikan apabila hujan harus dihentikan karena selain merusak alat dapat juga mengakibatkan hasil yang tidak teliti. Untuk menghindari kesalahan-kesalahan ini maka harus dijaga agar peralatan bersih tidak terkontaminasi oleh senyawa-senyawa atau zat-zat yang akan di analisa.

Sebelum pengambilan sampel alat dipersiapkan dan kemudian disusun terlebih dahulu. Pengambilan sampel ini kita menggunakan dua alat HVS-500-10, dengan melalui kertas filter fiber glass untuk menyerap debu di udara. Alat ini ditempatkan pada pinggir jalan selama 1 jam untuk mengukurnya dan menghasilkan sampel yang banyak. Karena pada tempat ini banyak dilewati

kendaraan bermotor, mobil dan bus . Kemudian setelah 1 jam sampel ini menempel pada kertas filter fiber glass tersebut dan diambil ditaruh pada amplop yang sudah diberi label dimasukkan dalam plastik dan diikat dengan rapat agar bintik-bintik atau partikel debu tidak lepas pada kertas dan tidak menguap ke udara kembali, setelah itu dilakukan analisa di laboratorium.

Pengambilan partikel Pb di udara mempergunakan alat sampling khusus untuk partikel Pb yang disebut dengan "*High Volume Sampler HVS-500-10*". Alat ini mempunyai prinsip penghisapan udara dengan kompresor dilewatkan pada filter khusus untuk perlengkapan partikel Pb. Partikel Pb bersama-sama debu terhambat pada filter ini dapat dianalisa partikel Pb nya dengan dilarutkan terlebih dahulu.

Kecepatan alir udara pada alat ini dapat di atur menurut keperluan. Secara garis besar alat sampling udara untuk partikel Pb ini dapat di gambarkan sebagai berikut:



Gambar 5. Skema Alat Sampling Udara untuk Partikel Pb "*High Volume Sampler HVS-500-10*".

4.3.2 Anti kontaminan

Anti kontaminan merupakan perlakuan terhadap peralatan-peralatan laboratorium yang digunakan untuk penelitian, sebelum digunakan untuk analisis agar terbebas dari kotoran-kotoran yang dapat menyebabkan gangguan pada saat analisis. Sebelum digunakan peralatan gelas terlebih dahulu direndam semalam dengan HNO_3 10 % (v/v). setelah itu dibilas dengan aquadest dan dikeringkan pada tempat yang bebas debu (Carasek, 2001).

4.3.3 Preparasi sampel

4.3.3.1 Teknik destruksi kering

Sebelum pengambilan sampel kertas filter fiber glass ditimbang terlebih dahulu dan sampel debu yang diperoleh yang menempel pada kertas filter fiber glass dibagi tiga dan masing-masing dipotong kecil-kecil diletakkan dalam cawan porselin dan dihaluskan dengan menggerus hingga lembut. tiga sampel yang sudah lembut dimasukkan dalam gelas beker yang berbeda-beda dan masing-masing sampel tersebut dilarutkan dengan destruktur yang berbeda yaitu sampel pertama ditambah 8 mL HNO_3 65 %, sampel kedua ditambah 8 mL HCl 37 % dan sampel ketiga ditambah 8 mL aquaregia , kemudian didiamkan semalam. Setelah itu dipindahkan dalam labu ukur 50 mL diencerkan dengan aquadest hingga tanda batas. Sampel siap dianalisis.

4.3.4. Analisa Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

4.3.4.1 Larutan standar Pb^{2+}

- a. Larutan standar Pb^{2+} sebanyak 1 gram $Pb(NO_3)_2$ dalam 100 mL aquadest dan diketahui konsentrasi Pb^{2+} dalam larutan tersebut sebesar 6256 mg/L. Kemudian larutan induk tersebut dibuat variasi konsentrasi Pb^{2+} dengan konsentrasi 0,0; 2,0; 4,0; 6,0 dan 8,0 ppm untuk digunakan dalam perhitungan adisi standar. Perhitungan larutan standar disajikan dalam lampiran 1.

4.3.4.2 Penentuan kondisi optimum analisis

- a. Penentuan panjang gelombang
Spektra panjang gelombang yang dipilih dengan membandingkan perubahan puncak yang paling mencolok antara serapan blanko dengan larutan standar, untuk Pb dipergunakan larutan standar Pb 5 ppm. Panjang gelombang optimum untuk Pb = 283,3 nm.
- b. Penentuan Kecepatan laju alir-asetilen
Optimasi kecepatan alir asetilen digunakan larutan standar. Untuk optimasi digunakan larutan standar Pb dengan konsentrasi 5 ppm. Kemudian dianalisis dengan menggunakan SSA pada kecepatan laju alir-asetilen 0,5-4,0 L/menit. Hasil penentuan kecepatan laju alir-asetilen optimum untuk Pb adalah 2,0 L/menit
- c. Penentuan kecepatan laju alir-udara
Optimasi kecepatan laju alir-udara dengan larutan standar yaitu 5 ppm, dianalisis dengan SSA pada kecepatan laju alir-udara 7,0-13,0 L/menit, diperoleh hasil optimum untuk Pb adalah 10 L/menit.

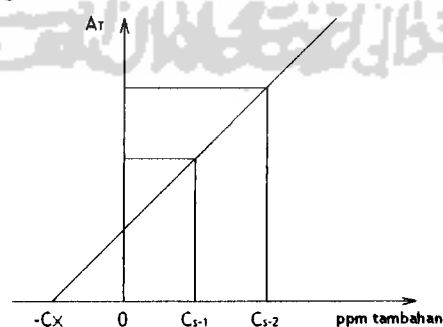
d. Penentuan tinggi pembakar

Optimasi tinggi pembakar digunakan larutan standar Pb dengan konsentrasi 5 ppm. Kemudian dianalisis dengan menggunakan SSA pada tinggi pembakar 1,0-10,0 mm, diperoleh hasil optimum untuk Pb adalah 5,0 mm.

4.3.4.3 Analisa penentuan konsentrasi Pb dengan metoda adisi standar

- Sediakan 5 labu ukur 10 mL dan tambahkan masing-masing 9 mL larutan sampel.
- Tambahkan sejumlah volume larutan standar Pb kedalam 5 labu ukur sehingga konsentrasi akhir Pb standar yang ditambahkan adalah 0, 2, 4, 6, 8 ppm.
- Diukur absorbansi dari masing-masing larutan dengan SSA.
- Membuat grafik adisi standar antara x (penambahan) dengan y (absorbansi) sehingga diperoleh harga slope dan intersep. Kemudian dapat dicari konsentrasi timbal melalui hubungan $y = bx + a$.

Perhitungan konsentrasi Pb pada tiap-tiap destruktur menggunakan regresi linier yang didapat dari kurva adisi standar.



Dari persamaan : $y = bx + a$

Dimana : $b = \text{slope (lereng garis)}$

a = intersep (titik potong garis dengan sumbu y)

y = absorbansi

x = konsentrasi yang ditambahkan

Dengan menghitung nilai x pada $y = 0$ maka konsentrasi standar adisi dapat diperoleh dengan persamaan:

$$C_{SA} = - \frac{a}{b} \dots\dots\dots(1)$$

Dimana C_{SA} merupakan konsentrasi dari cuplikan, untuk menghitung konsentrasi sampel maka:

$$C_s = - C_{SA} \times \frac{V_{flask}}{V_{unk}} \dots\dots\dots(2)$$

Dimana V_{flask} adalah volume larutan yang dianalisis dan V_{unk} adalah volume sampel yang dianalisis.

4.3.4.3 Penentuan unjuk kerja analitik

Penentuan unjuk kerja analitik metode analisis pada penelitian ini meliputi: standar deviasi, limit deteksi, sensitivitas, ketepatan dan ketelitian. Prosedur awal untuk menentukan unjuk kerja analitik tersebut dilakukan dengan membuat kurva adisi standar. Kurva adisi standar ini juga digunakan untuk menentukan konsentrasi suatu unsur yang terdapat dalam suatu sampel, apabila absorbansi sampel diketahui maka dapat ditentukan dengan kurva adisi standar tersebut. Kurva adisi standar yang terbentuk haruslah memenuhi keabsahan hukum Beer, dimana kurva adisi standar merupakan absorbansi fungsi linear dari konsentrasi.

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN



5.1 Optimalisasi Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

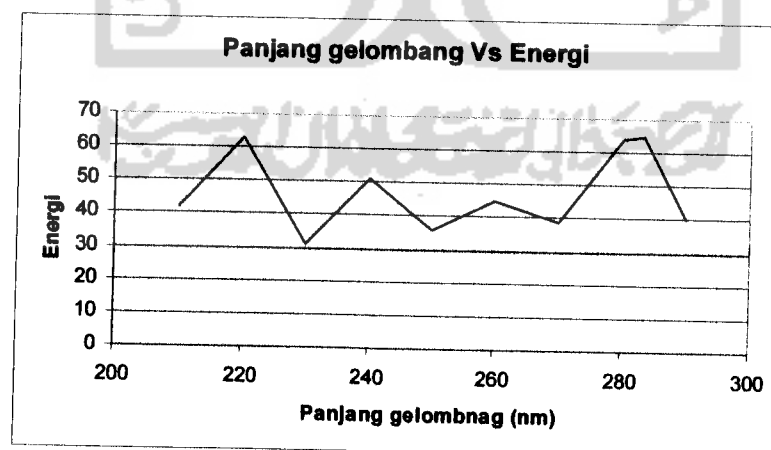
Alat spektrofotometer perlu dioptimasi terlebih dahulu untuk memperoleh hasil analisis yang baik. Dengan dilakukannya optimasi alat maka akan diperoleh populasi atom pada tingkat tenaga dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom-atom akan menyerap tenaga radiasi yang khas 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. Pada kondisi yang optimum perubahan serapan akibat perubahan konsentrasi akan lebih sensitif (Khozanah H., 2004).

Untuk mendapat kondisi dalam menganalisis timbal, beberapa variabel harus dioptimalisasi karena kondisi optimum untuk suatu unsur tidak sama satu dengan yang lain. Variabel yang perlu dioptimalisasi pada SSA antara lain :

1. Resonansi (panjang gelombang)
2. Laju alir-asetilen sebagai bahan bakar
3. Laju alir udara sebagai oksidan
4. Tinggi pembakar
5. Lebar celah
6. Arus lampu katoda (HCL)

5.1.1 Pengukuran resonansi (panjang gelombang)

Pada penentuan Pb dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom, resonansi (panjang gelombang) yang dapat memberikan serapan maksimal harus ditentukan. Penjajagan panjang gelombang yang dapat memberikan maksimal dimulai dari angka bawah panjang, penjajagan dimulai dari 210 nm-290 nm. Spektra panjang gelombang yang dipilih dengan membandingkan perubahan puncak yang paling mencolok antara serapan blangko dengan larutan standar, untuk Pb dipergunakan larutan standar Pb 5 ppm. panjang gelombang optimum pada saat absorbansi yang dihasilkan maksimum. Dalam penelitian ini di peroleh panjang gelombang optimum untuk Pb = 283,3 nm. Pada panjang gelombang ini merupakan panjang gelombang optimum untuk masing-masing ion logam yang paling kuat menghasilkan garis resonansi untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ktingkat eksitasi. Hasil pemilihan panjang gelombang dapat dilihat pada lampiran 2. Kurva antara panjang gelombang versus energi di sajikan pada gambar 6.



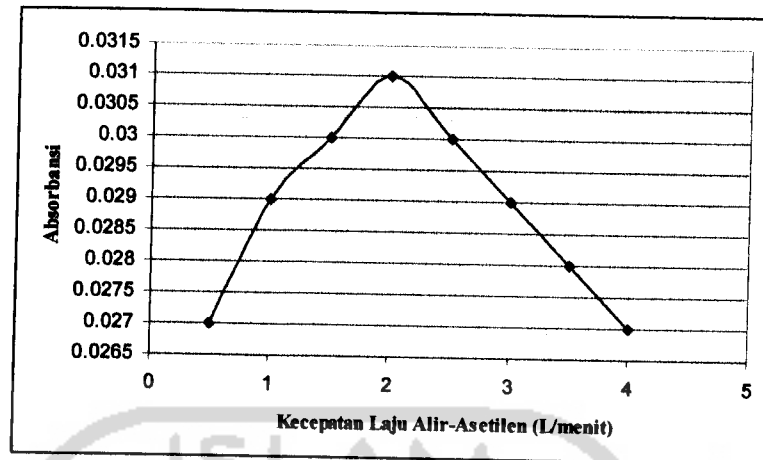
Gambar 6. Kurva Panjang Gelombang Versus Energi

5.1.2 Kecepatan laju alir bahan bakar

Penentuan bahan bakar untuk timbal digunakan asetilen dan udara. Logam-logam Pb mudah diuapkan pada suhu rendah (Khopkar, 1990). Temperatur nyala asetilen-udara yang dihasilkan $\pm 2300^{\circ}\text{C}$. Adapun keuntungan atomisasi nyala asetilen-udara adalah dapat memberikan hasil yang maksimal, dapat digunakan untuk analisis berbagai unsur dan sensitivitas dan kecermatan tinggi (Narsito, 1992).

5.1.2.1 Kecepatan laju alir-asetilen

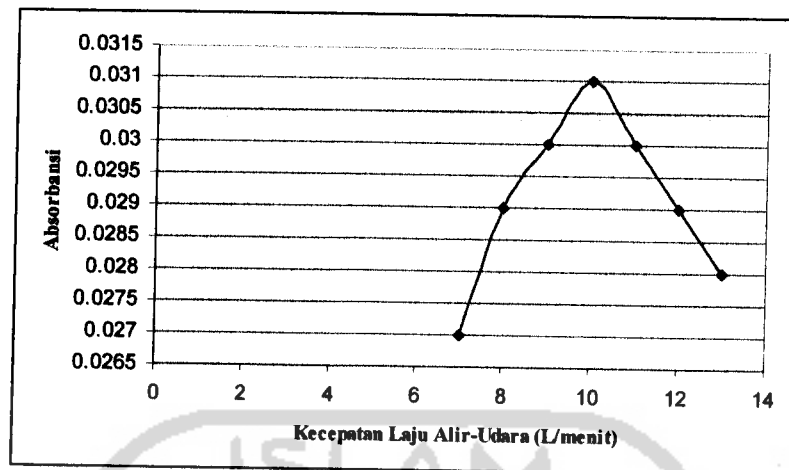
Kecepatan laju alir-asetilen yang digunakan dapat diatur, untuk asetilen kecepatan alir maksimal yang diperbolehkan 4 liter per menit. Unsur-unsur tertentu dapat diatomkan sempurna pada kecepatan alir yang berbeda-beda dan biasanya relatif pada kecepatan rendah. Tetapi ada juga unsur-unsur yang memerlukan kecepatan alir gas bakar yang tinggi. Hal ini disebabkan adanya perbedaan tenaga untuk penguapan masing-masing unsur. Pada penelitian ini optimasi kecepatan alir bahan bakar digunakan larutan standar. Untuk optimasi digunakan larutan standar Pb dengan konsentrasi 5 ppm. Kemudian dianalisis dengan menggunakan SSA pada kecepatan laju alir-asetilen 0,5-4,0 L/menit. Hasil penentuan kecepatan laju alir-asetilen optimum untuk Pb adalah 2,0 L/menit dengan absorbansi maksimum 0,031. Dengan menggunakan kecepatan laju alir-asetilen yang optimum maka proses atomisasi akan terjadi perubahan metalik menjadi uap (aerosol halus) yang masuk dalam system nyala. Kurva kecepatan laju alir-asetilen versus absorbansi disajikan pada gambar 7.



Gambar 7. Grafik Kecepatan Laju Alir-Asetilen (L/menit) Versus Absorbansi

5.1.2.2 Kecepatan laju alir-udara

Kecepatan laju alir-udara dengan larutan standar yang sama yaitu 5 ppm, dianalisis dengan SSA pada kecepatan laju alir-udara 7,0-13,0 L/menit, diperoleh hasil optimum untuk Pb adalah 10 L/menit dengan absorbansi maksimum 0,031. Dengan menggunakan kecepatan laju alir-udara yang optimum maka proses atomisasi akan terjadi proses perubahan unsur metalik menjadi uap (aerosol halus) yang masuk ke dalam sistem nyala. Kecepatan alir ini akan mempengaruhi banyaknya atom tingkat tenaga dasar pada tinggi pembakar tertentu. Kurva kecepatan laju alir-udara versus absorbansi disajikan pada gambar 8. Hasil Pemilihan kecepatan laju alir-asetilen dan kecepatan laju alir-udara dapat dilihat pada lampiran 3.

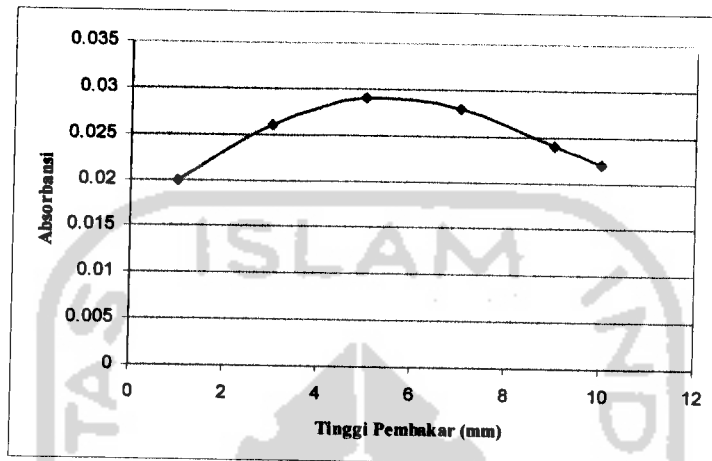


Gambar 8. Kurva Kecepatan Laju Alir-Udara (L/menit) Versus Absorbansi

5.1.3 Tinggi pembakar

Suatu unsur dapat teratomkan pada kondisi tinggi pembakar yang berbeda-beda dengan lainnya. Untuk mencari tinggi pembakar optimal dipergunakan larutan standar dengan memvariasikan tinggi pembakar sehingga diperoleh absorbansi yang maksimal. Pemilihan tinggi pembakar terus menentukan ketelitian pada penentuan suatu unsur dengan SSA, dan variasi tinggipembakar dapat digambarkan suatu grafik yang selanjutnya dapat diketahui pada ketinggian tertentu suatu unsur dapat teratomkan secara sempurna (pada serapan yang maksimal). Pemilihan tinggi pembakar terus menentukan ketelitian pada penentuan suatu unsur dengan SSA. Dari variasi tinggi pembakar dapat digambarkan suatu grafik dengan selanjutnya dapat diketahui pada ketinggian tertentu suatu unsur dapat teratomkan secara sempurna (pada serapan yang maksimal). Pada penelitian ini optimasi tinggi pembakar digunakan larutan standar. Untuk optimasi digunakan larutan standar Pb dengan konsentrasi 5 ppm. Kemudian dianalisis dengan menggunakan SSA pada tinggi pembakar 1,0-10,0

mm, diperoleh hasil optimum untuk Pb adalah 5,0 mm. Hasil pemilihan tinggi pembakar dapat dilihat pada lampiran 4. Kurva tinggi pembakar versus absorbansi disajikan pada gambar 9.



Gambar 9. Kurva Tinggi Pembakar Versus Absorbansi

Parameter kondisi optimal SSA untuk logam Pb dapat di lihat pada tabel 5 di bawah ini.

Tabel 1. Hasil Optimasi Alat Spektrofotometri Serapan Atom

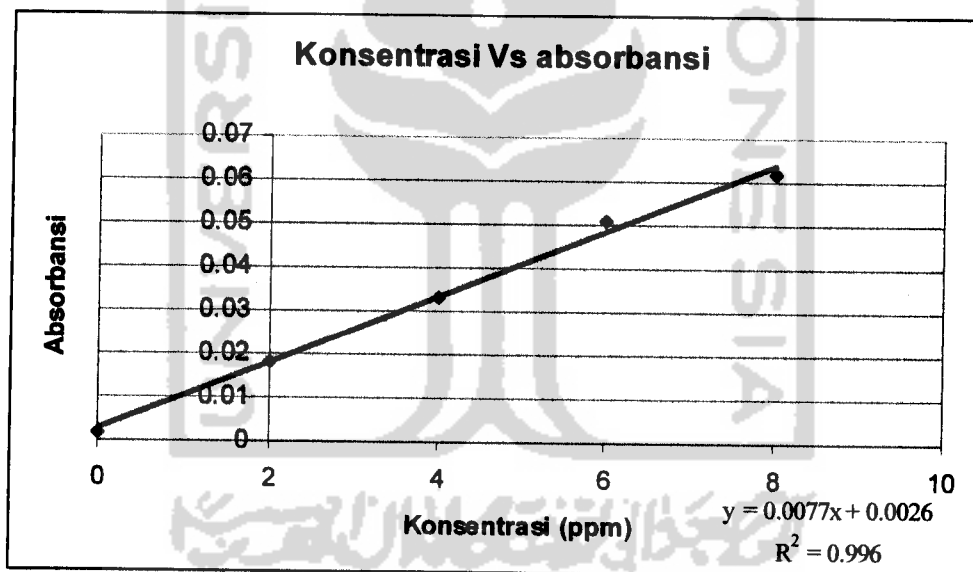
Parameter	Unsur logam	Satuan
	Timbal (Pb)	
Resonansi (panjang gelombang)	283,3	nm
Laju alir-asetilen	2	Liter/menit
Laju alir-udara	10	Liter/menit
Tinggi pembakar	5	mm
Lebar celah	0,7	nm
Jenis gas pembakar	Udara-asetilen	Liter/menit
Arus lampu katode (HCL)	5	mA

5.2 Pengukuran larutan standar timbal (Pb)

Dalam penelitian ini adalah mengukur konsentrasi logam-logam yang relatif rendah yaitu timbal sehingga larutan standar yang diperlukan untuk analisis harus juga mengandung konsentrasi yang sangat rendah dari logam-logam tersebut dan untuk mempersiapkan larutan-larutan standar dengan menimbang langsung zat pembanding yang diperlukan. Kemudian mempersiapkan larutan-larutan induk yang mengandung 100 ppm Pb. Menurut Vogel (1990) larutan induk idealnya disiapkan dari logam murni atau oksida logam murni dengan melarutkan dalam larutan asam yang sesuai, zat padat yang digunakan tentu saja harus dari kemurnian tertinggi, misalnya Reagensia Speepure Johnson Matthey. Namun dalam banyak kasus larutan itu dibuat dengan melarutkan garam logam yang cocok. Setelah pembuatan larutan induk baru kemudian dibuat larutan standar yang diperlukan dengan melakukan pengenceran. Dalam pembuatan larutan standar yang mengandung kurang dari 10 ppm seringkali rusak bila didiamkan karena zat terlarutnya teradsorpsi pada dinding bejana kaca. Jadi larutan standar yang besarnya kurang dari 10 ppm tidak boleh disimpan dari 1 atau 2 hari. Dalam penelitian ini larutan standar timbal dibuat dengan konsentrasi 0, 2, 4, 6 dan 8 ppm. Untuk perhitungan selengkapnya disajikan dalam lampiran 1, yang kemudian dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom dimulai dengan larutan blanko yaitu larutan dari campuran aquadest dan sampel, sehingga didapat absorbansi masing-masing konsentrasi larutan standar. Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali dan hasil kurva adisi standar logam timbal pada tiap-tiap destruktur disajikan dalam gambar berikut.

Tabel 2. Data absorbansi sampel debu dengan larutan standar timbal menggunakan destruktur asam klorida 37 %

No	Konsentrasi standar dalam sampel (ppm)	Absorbansi
1	L_A	0,0016
2	$L_A + Pb$ 2 ppm	0,0184
3	$L_A + Pb$ 4 ppm	0,0334
4	$L_A + Pb$ 6 ppm	0,0507
5	$L_A + Pb$ 8 ppm	0,0620



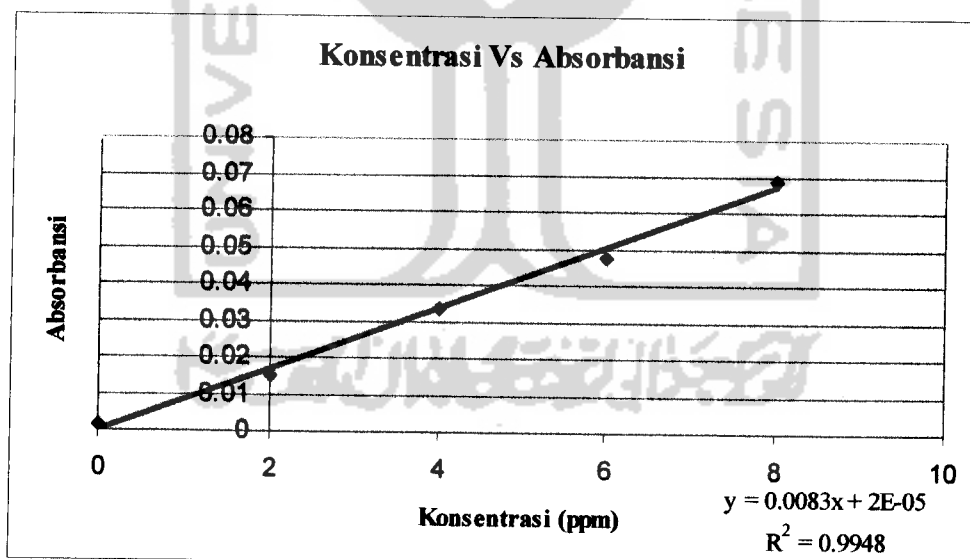
Gambar 10. Kurva kalibrasi adisi standar untuk penentuan Pb dalam debu dengan destruktur asam klorida 37 %

Kurva kalibrasi larutan standar kadmium mempunyai persamaan garis linier $y = bx + a$, yaitu $y = 0,0077x + 0,0026$ dengan r 0,996. Keterangan dari persamaan garis tersebut; y adalah absorbansi, b adalah slope, x adalah

konsentrasi larutan standar timbal dan a adalah intersep. Data analisis regresi larutan standar timbal selengkapnya disajikan pada lampiran 5.

Tabel 3. Data absorbansi sampel debu dengan larutan standar timbal menggunakan destruktur asam nitrat 65 %

No	Konsentrasi standar dalam sampel (ppm)	Absorbansi
1	L_B	0,0016
2	$L_B + Pb$ 2 ppm	0,0152
3	$L_B + Pb$ 4 ppm	0,0337
4	$L_B + Pb$ 6 ppm	0,0477
5	$L_B + Pb$ 8 ppm	0,0688



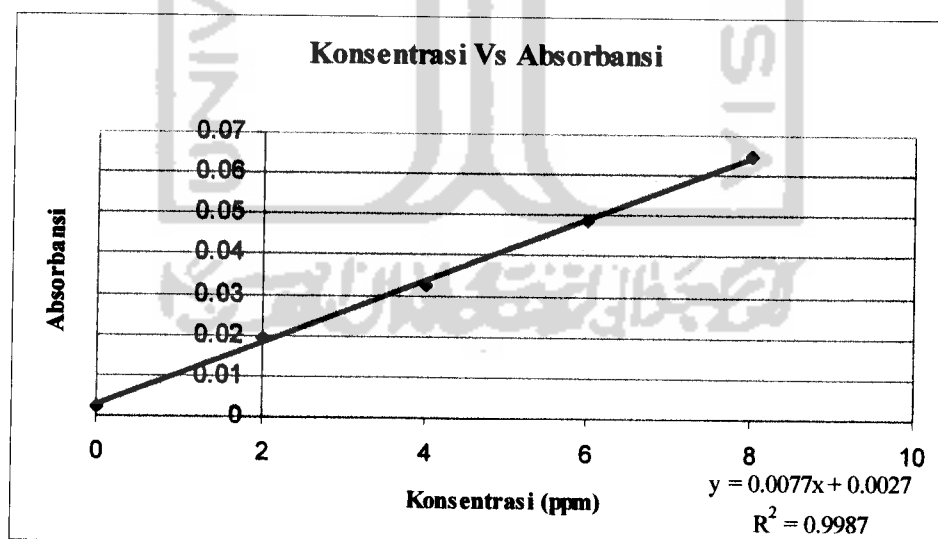
Gambar 11. Kurva kalibrasi adisi standar untuk penentuan Pb dalam debu dengan destruktur asam nitrat 65 %

Kurva kalibrasi dari larutan standar timbal mempunyai persamaan garis linier $y = bx + a$, yaitu $y = 0,0083x + 0,00002$ dengan r 0,9948. Keterangan dari

persamaan tersebut; y adalah absorbansi, b adalah slope, x adalah konsentrasi larutan standar dan a adalah intersep. Data analisis regresi larutan standar timbal selengkapnya disajikan pada lampiran 6.

Tabel 4. Data absorbansi sampel debu dengan larutan standar timbal menggunakan destruktur Aquaregia

No	Konsentrasi standar dalam sampel (ppm)	Absorbansi
1	L_C	0,0023
2	$L_C + Pb$ 2 ppm	0,0194
3	$L_C + Pb$ 4 ppm	0,0325
4	$L_C + Pb$ 6 ppm	0,0488
5	$L_C + Pb$ 8 ppm	0,0647



Gambar 12. Kurva kalibrasi adisi standar untuk penentuan Pb dalam debu dengan destruktur Aquaregia

Kurva kalibrasi dari larutan standar timbal mempunyai persamaan garis linier $y = bx + a$, yaitu $y = 0,0077x + 0,0027$ dengan r 0,9987. Keterangan dari persamaan tersebut; y adalah absorbansi, b adalah slope, x adalah konsentrasi larutan standar dan a adalah intersep. Data analisis regresi larutan standar timbal selengkapnya disajikan pada lampiran 7.

5.3 Uji parameter Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Suatu metode analisis Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dikatakan baik jika memiliki parameter yang baik, parameter tersebut adalah standar deviasi, limit deteksi, sensitivitas, ketepatan dan ketelitian. Semuanya dapat dihitung dari data larutan standar. Hasil perhitungan disajikan dalam Tabel 5.

Tabel 5. Parameter Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dalam analisis Pb pada debu dalam tiap-tiap destruktur

No	Parameter	Hasil		
		HCl 37 %	HNO ₃ 65 %	Aquaregia
1	Standar deviasi	$1,79 \times 10^{-3}$	$2,23 \times 10^{-3}$	$1,00 \times 10^{-3}$
2	Limit deteksi (ppm)	$7,97 \times 10^{-3}$	$6,70 \times 10^{-3}$	$5,71 \times 10^{-3}$
3	Sensitivitas	$2,83 \times 10^{-4}$	$3,52 \times 10^{-4}$	$1,59 \times 10^{-4}$
4	Ketepatan	0,93	0,99	0,93
5	Ketelitian	0,69	9,55	0,69

Perhitungan selengkapnya disajikan dalam lampiran 8, 9, 10.

Limit deteksi menggambarkan konsentrasi terendah dari analit yang dapat memberikan sinyal yang berbeda secara signifikan dari sinyal blanko atau sebagai konsentrasi suatu unsur yang dapat menghasilkan sinyal sebesar tiga kali standar deviasi sinyal background. Limit deteksi berbagai logam dalam sistem atomisasi nyala berkisar 0,003-20 $\mu\text{g/mL}$ (Narsito, 1992).

Untuk mengetahui apakah metode analisis Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) mempunyai limit deteksi yang baik atau tidak. Uji statistik akan memperjelas hal ini (Miller & Miller, 1991).

$$y = y_d + 3 \frac{S_y}{x}$$

$$\frac{S_y}{x} = \sqrt{\frac{\sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}$$

Dimana : y = Absorbansi terukur

$\frac{S_y}{x}$ = Standar deviasi

y_i = Absorbansi berdasarkan kurva kalibrasi pada konsentrasi tersebut

a = Intersep

n = Banyaknya pengukuran

y_i dapat dihitung dari persamaan $y = y_i = bx + a$ yang mana setiap konsentrasi (x) dimasukkan dalam persamaan tersebut.

Dari perhitungan didapatkan limit deteksi dari Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) untuk tiap-tiap destruktur adalah logam timbal pada sampel debu dengan destruktur HCl 37 % = $7,97 \times 10^{-3}$ ppm atau $7,97 \times 10^{-3}$ $\mu\text{g/mL}$, logam timbal pada sampel debu dengan destruktur HNO₃ 65 % = $6,70 \times 10^{-3}$ ppm atau $6,70 \times 10^{-3}$ $\mu\text{g/mL}$ dan logam timbal pada sampel debu dengan destruktur

aquaregia = $5,71 \times 10^{-3}$ ppm atau $5,71 \times 10^{-3}$ $\mu\text{g/mL}$. Berarti metode analisis dari SSA mempunyai limit deteksi yang baik karena berada diantara 0,0003 – 20 $\mu\text{g/mL}$. Limit deteksi dari metode analisis menggambarkan kelayakan dari metode apakah metode tersebut dapat digunakan dalam analisis kimia. Metode analisis yang baik jika mempunyai limit deteksi yang kecil. Limit deteksi yang kecil berarti batas minimum konsentrasi analit yang dapat ditentukan dengan metode tersebut kecil. Diantara tiga destruktur tersebut yang mempunyai limit deteksi kecil yaitu destruktur Aquaregia yaitu $5,71 \times 10^{-3}$ ppm atau $5,71 \times 10^{-3}$ $\mu\text{g/mL}$. Untuk perhitungan selengkapnya disajikan dalam (lampiran 8, 9, 10).

Sensitivitas suatu metode menunjukkan besarnya perubahan sinyal yang terjadi apabila dilakukan perubahan kecil dari konsentrasi analit. Dari perhitungan diperoleh sensitivitas untuk analisis logam timbal dalam sampel debu adalah untuk logam timbal dalam sampel debu menggunakan destruktur HCl 37 % = $0,0077 \pm 2,83 \times 10^{-4}$ unit absorbansi per ppm, untuk logam timbal dalam sampel debu menggunakan destruktur HNO₃ 65 % = $0,0083 \pm 3,52 \times 10^{-4}$ unit absorbansi per ppm dan untuk logam timbal dalam sampel debu menggunakan destruktur aquaregia = $0,0077 \pm 1,59 \times 10^{-4}$ unit absorbansi per ppm. Sensitivitas dari metode analisis menggambarkan kelayakan dari metode apakah metode tersebut dapat digunakan dalam analisis kimia. Metode analisis yang baik jika mempunyai sensitivitas yang tinggi ini menunjukkan bahwa perubahan yang kecil dari konsentrasi analit mengakibatkan perubahan sinyal yang cukup besar. Diantara tiga destruktur tersebut yang mempunyai sensitivitas besar yaitu destruktur HNO₃ 65 % yaitu $0,0083 \pm 3,52 \times 10^{-4}$ unit absorbansi per ppm. Dalam penentuan

sensitivitas dari metode analisis logam timbal dalam sampel debu pada tiap-tiap destruktur selengkapnya disajikan pada lampiran (8, 9, 10).

Ketepatan suatu metode analisis merupakan suatu ukuran yang menggambarkan kesesuaian antara data yang dihasilkan dalam analisis dengan metode yang digunakan. Ketepatan dalam analisis sangat ditentukan oleh ada tidaknya kesalahan sistematis selama berlangsungnya analisis tersebut. Metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dapat menghasilkan data analisis dengan ketepatan yang tinggi. Untuk mengetahui apakah suatu metode mempunyai ketepatan yang baik atau tidak uji statistik akan memperjelas hal ini.

Untuk mengetahui tingkat kesalahan suatu metode dapat diketahui dengan formulasi sebagai berikut:

$$S_e = \sqrt{\frac{\sum y^2 - a \sum y - b \sum xy}{n - 2}}$$

Dimana: S_e = kesalahan standar estimasi

y = absorbansi

x = konsentrasi

n = jumlah sampel

Dari perhitungan didapat kesalahan standar estimasi (S_e) untuk logam Pb dalam sampel debu menggunakan destruktur asam klorida 37 % sebesar 7,035 % atau 0,07305 dari 100 % sehingga ketepatannya 92,965 %, untuk logam Pb menggunakan destruktur asam nitrat 65 % sebesar 0,5498 % atau 0,005498 dari

100 % sehingga ketepatannya 99,4502 % dan untuk logam Pb menggunakan destruktur aquaregia (3:1) sebesar 7,098845 % atau 0,070988 dari 100 % sehingga ketepatannya 92,901155 %.

Metode analisis Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang digunakan untuk penelitian memiliki ketepatan yang tinggi yaitu sebesar 92,965 % atau 0,93 % untuk logam timbal menggunakan destruktur HCl 37 %, 99,4502 % atau 0,99 % untuk logam timbal menggunakan destruktur HNO₃ 65 % dan 92,901155 % atau 0,93 % untuk logam timbal menggunakan destruktur aquaregia.

Ketelitian suatu metode analisis Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menggambarkan kesesuaian antara beberapa hasil yang diukur dengan cara yang sama. Dalam penelitian ini analisis logam Pb pada debu dengan variasi destruksi dilakukan dengan metode adisi standar sehingga penentuan ketepatan dan ketelitian suatu metode analisis cukup dilakukan dengan satu kali pengulangan saja. Ketelitian suatu metode analisis Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dapat dilihat dari hubungan kausalitas diantara data-data yang dihasilkan dari suatu metode tersebut. Untuk mengetahui apakah suatu metode analisis Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) memiliki tingkat ketelitian yang baik atau tidak. Uji statistik akan memperjelas hal ini. Untuk mengukur tingkat ketelitian metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dilakukan dari data larutan standar yang diinterpolasi kedalam suatu uji statistik dengan menggunakan tingkat signifikansi 1 % yang dapat dihitung dengan persamaan berikut:

$$t_{\text{hitung}} = \frac{b - \beta}{S_b}$$

$$S_b = \frac{S_e}{\sqrt{\sum_i x^2 - \frac{(\sum_i x^2)^2}{n}}}$$

Dimana: b = slope

β = hipotesis nol

S_b = kesalahan standar koefisien regresi

S_e = kesalahan standar estimasi

n = jumlah sampel

Dengan menggunakan tingkat signifikansi 1 % maka nilai kritis pengujian (t_{tabel}) ditentukan dengan formulasi sebagai berikut:

$$t\left(n - k, \frac{\alpha}{2}\right)$$

Dimana: n = jumlah sampel

k = jumlah variabel

α = tingkat signifikansi

Dari uji statistik yang digunakan maka diperoleh hasil sebagai berikut:

Untuk logam Pb dengan destruktur HCl 37 % $t_{\text{hitung}} = 0,6923 < t_{(3 : 0,005)} = 5,841$

Untuk logam Pb dengan destruktur HNO₃ 65 % $t_{\text{hitung}} = 9,5490 > t_{(3 : 0,005)} = 5,841$

Untuk logam Pb dengan destruktur Aquaregia $t_{\text{hitung}} = 0,68627 < t_{(3 : 0,005)} = 5,841$

Artinya jika t_{hitung} absolut lebih besar dari pada t_{tabel} maka metode tersebut dikatakan teliti. Pada penelitian ini destruktur HNO₃ 65 % merupakan metode analisis dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dikatakan mempunyai nilai ketelitian yang baik karena t_{hitung} absolut lebih besar dari pada t_{tabel} , yaitu t_{hitung} 9,5490 > t_{tabel} 5,841. Perhitungan selengkapnya disajikan pada lampiran 8, 9, 10.

5.4 Penentuan kandungan logam Pb dalam debu secara Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah debu yang merupakan sampel organik, sehingga untuk memperoleh kadar Pb yang terkandung didalamnya perlu dilakukan metode destruksi. Diharapkan dengan metode destruksi bahan-bahan organik yang terdapat dalam sampel debu dapat dipisahkan dengan logam yang akan dianalisis. Metode destruksi yang digunakan yaitu destruksi kering dimana sampel diabukan. Pada proses destruksi kering ini digunakan tiga pelarut yaitu sampel pertama didestruksi dengan pelarut asam klorida, sampel kedua didestruksi dengan pelarut asam nitrat dan sampel ketiga didestruksi dengan pelarut aquaregia.

Dalam melakukan analisis suatu unsur logam dalam sampel dengan menggunakan metode SSA, sampel harus dalam bentuk larutan dan biasanya membutuhkan destruksi untuk memecah ikatan timbal dengan unsur lain di dalam sampel.

Preparasi sampel adalah salah satu langkah yang penting dalam analisis unsur-unsur mikro yang menggunakan pengukuran SSA dan voltametri (Yang, 1990). Pemilihan metode preparasi sampel sangat mempengaruhi hasil yang akan didapatkan nantinya. Dalam menganalisis konsentrasi suatu logam di dalam suatu sampel, ternyata semua elemen ataupun komponen dalam hal ini logam lain yang tidak ingin kita analisis, untuk itu perlu dilakukan pengenceran larutan sampel untuk menurunkan konsentrasi logam-logam yang tidak kita inginkan tersebut pada tingkat yang tidak menyebabkan gangguan yang signifikan.

Dalam analisis sampel debu menggunakan HNO_3 , HCl dan Aquaregia sebagai destruktur. Asam-asam kuat dipakai untuk destruksi dimaksudkan untuk melarutkan zat-zat organik dalam sampel debu. HNO_3 , HCl dan Aquaregia sangat efektif dalam malarutkan timbal dari sampel dan tidak bereaksi dengan atom yang akan dianalisis atau juga HNO_3 65 %, HCl 37 % dan Aquaregia (3:1) dalam analisis menggunakan metode SSA merupakan pelarut yang paling kuat untuk memutuskan ikatan senyawa organik. Pemakaian asam klorida cukup luas penggunaannya pada dekomposisi sampel terutama untuk sampel yang banyak mengandung matrik organik dan sering dikombinasi dengan asam kuat yang lain, dimana disini dipakai HNO_3 .

Penambahan asam-asam tersebut perlu diwaspadai atau dikontrol, dikawatirkan jika larutan terlalu asam maka dapat merusak alat Spektrofotometri Serapan Atom. Sehingga perlu dilakukan pengenceran dengan menggunakan

aquades. Larutan yang stabil dapat langsung dianalisis dengan SSA, sehingga akan diperoleh absorbansi dan konsentrasi pada larutan sampel debu.

Pada analisis menggunakan SSA harus memenuhi ketentuan bahwa larutan standar harus berada dalam matrik yang identik dengan larutan sampel. Sementara dalam penelitian ini sampel yang digunakan sampel debu, dan kemungkinan konsentrasi logam yang diteliti sangat rendah oleh karena itu diperlukan metode penelitian dengan tingkat akurasi yang tinggi selain itu dalam sampel debu masih dimungkinkan adanya pengotor atau pengganggu yang dapat menginterferensi hasil analisis.

Sementara itu unsur-unsur yang terdapat didalam sampel debu relatif lengkap. Dalam proses pengukuran absorbansi dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) larutan sampel yang mengandung bahan terlarut dapat mengganggu jalannya analisis, sehingga sangat sulit untuk membuat larutan standar yang identik dengan larutan cuplikan. Oleh karena itu untuk mengatasi gangguan matrik yang ditimbulkan oleh larutan sampel debu proses pengukuran sampel menggunakan metode adisi standar karena metode ini memiliki tingkat ketelitian dan dapat mengeliminasi interferensi dalam analisis karena tiap sampel yang diukur terdapat sampel dan larutan standar yang tercampur secara homogen. Dari data absorbansi yang diperoleh dapat dibuat grafik adisi standar dengan menghubungkan konsentrasi yang ditambahkan versus absorbansi.

Dengan menggunakan bantuan Software Microsoft Excel 2003 data absorbansi yang kita peroleh dari pengukuran tiap-tiap sampel kita dapat menarik suatu persamaan:

$$y = bx + a \dots\dots\dots(1)$$

Dimana:

b = slope (lereng garis)

a = intersep (titik potong garis dengan sumbu y)

y = absorbansi

x = konsentrasi yang ditambahkan

Dengan menghitung nilai x pada $y = 0$ maka konsentrasi standar adisi dapat diperoleh dengan persamaan:

$$C_{SA} = -\frac{a}{b} \dots\dots\dots(2)$$

Dimana C_{SA} merupakan konsentrasi dari cuplikan, untuk menghitung konsentrasi sampel maka:

$$C_s = -C_{SA} \times \frac{V_{flask}}{V_{unk}} \dots\dots\dots(3)$$

Dimana V_{flask} adalah volume larutan yang dianalisis dan V_{unk} adalah volume sampel yang dianalisis.

Persamaan regresi adisi standar logam timbal untuk tiap-tiap destruktur disajikan dalam Tabel 6.

Tabel 6. Persamaan regresi adisi standar logam Pb dalam tiap-tiap destruktur

No	Logam dengan destruktur	Persamaan regresi
1	Pb dengan destrutor HCl 37 %	$y = 0,0077x + 0,0026$
2	Pb dengan destrutor HNO ₃ 65 %	$y = 0,0083x + 0,00002$
3	Pb dengan destruktur aquaregia (3:1)	$y = 0,0077x + 0,0027$

Keterangan dari persamaan tersebut ; y adalah absorbansi, b adalah slope, x adalah konsentrasi larutan standar timbal dan a adalah intersep (lihat lampiran 8, 9, 10).

Dengan menggunakan persamaan tersebut dapat diketahui kandungan logam Pb dalam sampel debu di Jalan Kaliurang Km 5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta., sehingga setelah kita mengetahui konsentrasi sampel pada tiap-tiap destruktur kita dapat membandingkan setiap logam pada setiap destruktur.

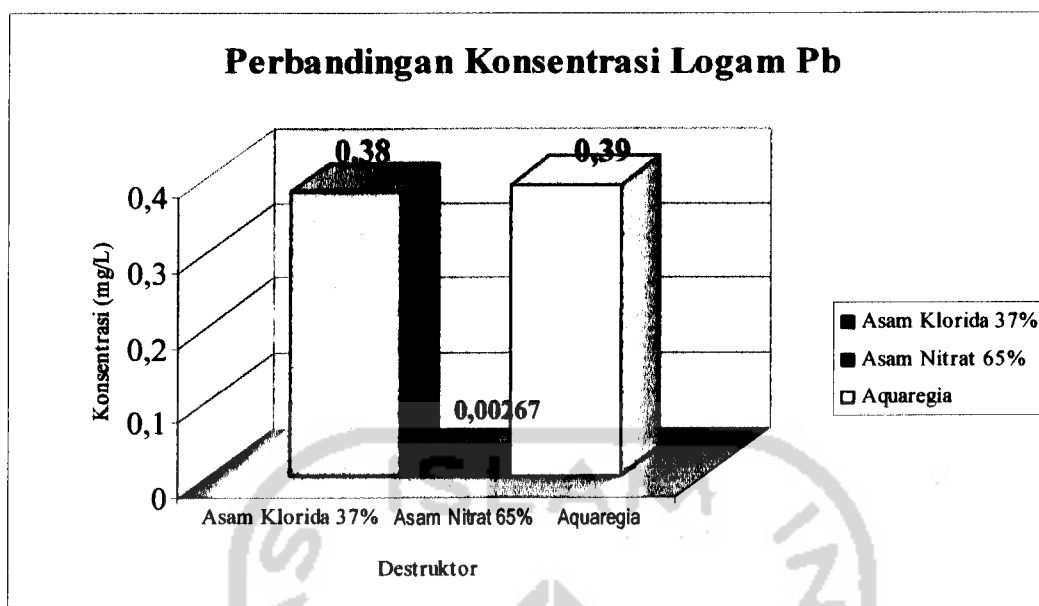
Dari hasil penelitian yang telah dilakukan didapat absorbansi sampel maupun konsentrasi sesungguhnya timbal dalam sampel, untuk data selengkapnya disajikan dalam Tabel 7 .

Tabel 7. Konsentrasi timbal dalam sampel debu pada tiap-tiap destruktur di jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta.

No	Sampel dengan Destruktor	Kadar (mg/L)
1	HCl 37 %	0,38
2	HNO ₃ 65 %	0,00267
3	Aquaregia	0,39

Perhitungan penentuan kadar timbal pada tiap-tiap destruktur selengkapnya disajikan dalam lampiran 11, 12, 13.

Perbandingan konsentrasi logam Pb pada tiap-tiap destruktur disajikan pada gambar 13.



Gambar 13. Perbandingan konsentrasi logam Pb pada sampel dalam setiap destruktur

Konsentrasi logam timbal dalam debu hasil penelitian merupakan logam total yang terakumulasi maupun yang terkandung di debu dipengaruhi oleh udara dari lokasi pengambilan sampel yaitu di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta juga bisa dipengaruhi oleh makanan yang tercemar oleh logam. Secara umum konsentrasi timbal pada debu di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta berkisar antara 0,00267 sampai 0,39 mg/L. Pada konsentrasi logam Pb pada debu dengan destruktur HCl 37 % = 0,38 mg/L dan Aquaregia = 0,39 mg/L konsentrasinya lebih besar dibanding konsentrasi logam Pb pada debu dengan destruktur HNO₃ 65 % = 0,00267 mg/L karena pada destruktur HCl 37 % dan Aquaregia terdapat atom Cl bebas yang dapat menyerap sumber radiasi sehingga absorbansinya besar dan konsentrasinya juga bertambah besar.

Jumlah kadar yang diperoleh dihasilkan dari logam yang berasal dari asap kendaraan bermotor maupun mobil-mobil yang melintas dikawasan tersebut, disamping itu juga debu-debu yang beterbangan di daerah tersebut. Kawasan di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM adalah kawasan yang sangat padat dengan kendaraan bermotor. Asap pada knalpot kendaraan bermotor telah dilepaskan Pb di udara hal ini berlangsung terus menerus sepanjang hari, sehingga kandungan Pb diudara naik secara sangat mencolok sekali. Sehingga polusi udara dikawasan Jalan Malioboro sudah sangat terasa.

Jumlah timbal di udara mengalami peningkatan bisa berasal dari asap yang keluar cerobong pabrik sampai knalpot kendaraan telah melepaskan timbal ke udara. Bahan aditif yang biasa dimasukkan ke dalam bahan bakar kendaraan bermotor umumnya terdiri 62% tetraetil-Pb ($(C_2H_5)_4-Pb$), 18% etilen diklorida ($C_2H_4Cl_2$), 18% etilen dibromida ($C_2H_4Br_2$) dan 2% campuran tambahan dari bahan lain. Jumlah senyawa timbal yang lebih besar dan tidak terbakar dalam peristiwa pembakaran pada mesin menyebabkan jumlah timbal yang dibuang ke udara semakin besar.

Logam timbal bersifat racun yang semakin lama kandungannya semakin banyak dan menumpuk. Keracunan yang timbul oleh persenyawaan logam timbal dapat terjadi karena masuknya persenyawaan tersebut kedalam tubuh. Proses masuknya persenyawaan logam tersebut kedalam tubuh dapat melalui beberapa jalur, yaitu melalui makanan, minuman, udara dan perembesan atau penetrasi pada selaput atau lapisan kulit. Keracunan yang disebabkan oleh logam timbal di dalam

tubuh mempengaruhi banyak jaringan dan organ tubuh. Organ-organ tubuh yang banyak menjadi sasaran dari peristiwa keracunan logam timbal adalah sistem syaraf, sistem ginjal, sistem reproduksi dan organ jantung.

Sumber-sumber yang menyebabkan Pb dapat masuk di udara yaitu berasal dari buangan gas kendaraan bermotor. Emisi tersebut merupakan hasil samping dari pembakaran yang terjadi dalam mesin-mesin kendaraan. Keracunan yang ditimbulkan oleh persenyawaan logam Pb dapat terjadi karena masuknya persenyawaan logam tersebut ke dalam tubuh. Sebagian besar dari Pb yang terhirup pada saat bernafas akan masuk ke dalam pembuluh darah paru-paru. Kadar timbal yang tinggi di udara dapat mengganggu pembentukan sel darah merah, yang akhirnya dapat menyebabkan gangguan kesehatan seperti anemia, kerusakan ginjal, epilepsi dan halusinasi.

Melihat hasil penelitian yang telah dilakukan tentang kandungan Pb pada debu di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta, membuktikan bahwa tingkat pencemaran udara dikawasan tersebut sangat tinggi, ini diakibatkan karena keberadaan arus lalu lintas, padatnya kendaraan, suhu yang terlalu panas ataupun aktifitas lingkungan dalam kesehariannya. Jumlah populasi kendaraan yang semakin lama meningkat menyebabkan tingkat pencemaran di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta akan semakin besar, sehingga untuk melindungi agar tidak terpapar oleh logam-logam berat baik yang berasal dari udara maupun debu-debu yang melayang dikawasan tersebut maka hendaklah

menggunakan sleyer (masker), jaket ataupun tutup kepala (topi) untuk meminimalkan cemaran logam-logam berat yang akan mengenai tubuh kita.

5.5 Pengaruh jenis sampel debu terhadap kadar Pb

Adapun data yang didapat dari penelitian, kadar Pb pada jenis sampel yang menggunakan destruktur berbeda dapat dilihat pada Tabel 8.

Tabel 8. Hasil uji kadar Pb dalam sampel debu pada tiap-tiap destruktur

Jenis sampel	Kadar Pb (mg/L)
Sampel debu dengan destruktur HCl 37 %	0,38
Sampel debu dengan destruktur HNO ₃ 65 %	0,00267
Sampel debu dengan destruktur aquaregia	0,39

a. Untuk logam Pb menggunakan destruktur HCl 37 %

Dari data diatas kemudian dianalisis untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh yang signifikan (bermakna) antara jenis sampel terhadap kadar Pb. Analisis dilakukan dengan uji regresi..

Hipotesis :

H_0 = jenis sampel tidak berpengaruh terhadap kadar Pb

H_1 = jenis sampel berpengaruh terhadap kadar Pb

Tingkat signifikansi (α) = 5 %

Jika probabilitas > α , maka H_0 diterima

Jika probabilitas < α , maka H_0 ditolak

Hasil :

Dari hasil pengujian (lampiran 5) didapat hasil:

Probabilitas $> \alpha$, maka H_0 diterima

$0,186 > 0,05$, maka H_0 diterima, ini berarti tidak terdapat pengaruh yang signifikan antara jenis sampel terhadap kadar Pb.

b. Untuk logam Pb menggunakan destruktur HNO₃ 65 %

Dari data diatas kemudian dianalisis untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh yang signifikan (bermakna) antara jenis sampel terhadap kadar Pb. Analisis dilakukan dengan uji regresi.

Hipotesis :

H_0 = jenis sampel tidak berpengaruh terhadap kadar Pb

H_i = jenis sampel berpengaruh terhadap kadar Pb

Tingkat signifikansi (α) = 5 %

Jika probabilitas $> \alpha$, maka H_0 diterima

Jika probabilitas $< \alpha$, maka H_0 ditolak

Hasil :

Dari hasil pengujian (lampiran 6) didapat hasil:

Probabilitas $> \alpha$, maka H_0 diterima

$0,933 > 0,05$, maka H_0 diterima, ini berarti tidak terdapat pengaruh yang signifikan antara jenis sampel terhadap kadar Pb.

c. Untuk logam Pb menggunakan destruktur Aquaregia 65 %

Dari data diatas kemudian dianalisis untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh yang signifikan (bermakna) antara jenis sampel terhadap kadar Pb. Analisis dilakukan dengan regresi.

Hipotesis :

H_0 = jenis sampel tidak berpengaruh terhadap kadar Pb

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 2003, *Hand Out Pelatihan Instrumentasi Kimia GC-MS, NMR, FT-IR, AAS, HPLC dan X-RD*, FMIPA UGM, Jogjakarta
- Anonim, 2002, *Metode Pemeriksaan Udara dan Kebisingan*, Seri Kimia Fisika Gas I, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Direktorat Jenderal Pemberantasan Penyakit Menular dan Penyehatan lingkungan Pemukiman, Jakarta
- Awaluddin, C., 2002, *Aanlisa Timah Hitam (Pb) Pada Udara Dengan Metode Dithizone*, Praktik Kerja Lapangan, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, UII, Jogjakarta.
- Carasek, E., Wick, Tonjes, J., Scharf, M., 2002, *A New Method of Microvolume Back Extraction Procedure for Enrichment of Pb and Cd and Determination by Flame Atomic Absorbption spectrometry*, *Talanta* 56 (2002) 185-191.
- Darmono, 1995, *Logam dan Sistem Biologi Makhluk Hidup*, Universitas Indonesia Press, Jakarta
- Dix, H. M., 1981, *Environmental Pollution*, John Wiley and Sons, New York
- Djojonegoro, W, 1997, *Rekayasa Lingkungan*, Gunadarma, Jakarta
- Eckholm, E. P, 1983, *Masalah Kesehatan Lingkungan Sebagai Sumber-Sumber Penyakit*, PT Gramedia, Jakarta
- Effendi, R, 1983, *Hubungan Antara Konsentrasi dan Jarak Dispersi Debu di Lingkungan Pabrik Indonesia di Cituereup Cibenong*, Fakultas Kesehatan masyarakat, UI, Jakarta
- Fardiaz, S, 1992, *Polusi air dan udara*, Penerbit Kanisus, Jogjakarta
- Hadi, B.S., 1988, *Penentuan Kadar CO, SO₂ dan Partikel Pb di Udara Kota Yogyakarta*, Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, UGM, Yogyakarta.
- Hantoro, A, W, 1978, *Pengaruh Pencemaran Debu Terhadap Penurunan Kapasitas Pernafasan Maksimal Karyawan Pabrik Pengecoran Besi, PT. Bharata M & E di Surabaya*, Thesis Master of Science, Fakultas Kesehatan Masyarakat, Universitas Indonesia, Jakarta, hal 8-9

- Kartawiria, J, 1979, *Kriteria Kualitas Udara dan Bising*, Pusat Penelitian Masyarakat Perkotaan dan Lingkungan, Jakarta, Hal 9, 16-18
- Khopkar, S. M, 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI Pres, Jakarta
- Khozanah H., 2004, *Penentuan Kandungan Timbal (Pb) Dan Tembaga (Cu) Pada Sayuran Sawi (Brassica Juncea) Dengan Spektrofotometri Serapan Atom*, Skripsi Jurusan Kimia, FMIPA, UII, Jogjakarta.
- Miller J.C., dan Miller J.N., 1991, *Statistika Untuk Kimia Analitik*, Diterjemahkan oleh Suroso, Edisi Kedua, ITB, Bandung
- Narsito, 1992, *Dasar-dasar Spektrofotometri Serapan Atom*, Laboratorium Analisis Kimia dan Fisika, UGM, Jogjakarta.
- Oktareno, Z, 2004, *Analisis Perbandingan Kualitas Air Minum Isi Ulang dengan Air Minum Kemasan Ditinjau dari Kadar Ca, Mg dan Fe menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom*, Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta
- Palar, H., 1994, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Rineka Cipta, Jakarta
- Pescok, R. L; Shields, L. D; Cairns, T; and Mc William, I. G, 1976, *Modern Methods of Chemical Analysis*, Second ed, John Wiley and Sons, New York
- Rachman, R, Y, 2003, *Analisis Timbal (Pb²⁺) di Udara Secara Kalorimetri dengan Menggunakan Ditizon di Balai Teknik Kesehatan Lingkungan (BTKL)*, Jogjakarta
- Ryadi, Al. S., 1978, *Pencemaran Udara (I) Dasar-Dasar dan Penanggulangannya*, Seri 013, Public Health Publication Series, Surabaya
- Soedomo, M, 1999, *Pencemaran udara*, Penerbit ITB, Bandung
- Sujayanto, 2002, *Rahasia Tubuh Tersimpan di rambut*, INTISARI, Edisi 426, Januari, 98-105
- Sumarsono, H, 2005, *Penentuan Logam Timbal, Tembaga dan Krom Pada Debu Jalan Malioboro Jogjakarta Dengan Spektrofotometer Serapan*, Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, UII, Jogjakarta
- Vogel, 1990, *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, PT Kalman Media Pusaka, Jakarta.

H_1 = jenis sampel berpengaruh terhadap kadar Pb

Tingkat signifikansi (α) = 5 %

Jika probabilitas $> \alpha$, maka H_0 diterima

Jika probabilitas $< \alpha$, maka H_0 ditolak

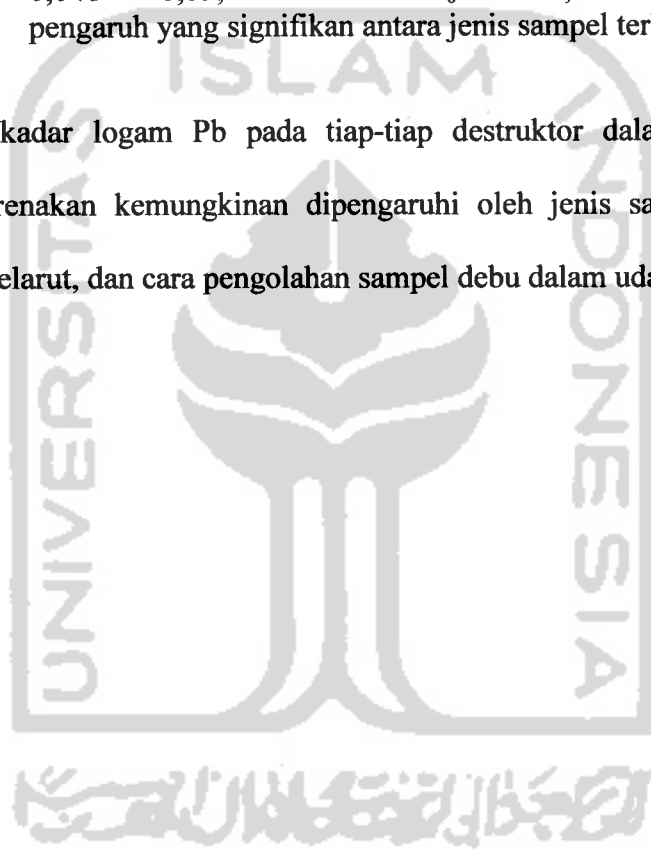
Hasil :

Dari hasil pengujian (lampiran 7) didapat hasil:

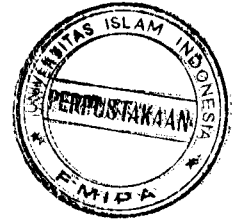
Probabilitas $> \alpha$, maka H_0 diterima

$0,048 < 0,05$, maka H_0 ditolak, ini berarti terdapat pengaruh yang signifikan antara jenis sampel terhadap kadar Pb.

Maka kadar logam Pb pada tiap-tiap destruktur dalam sampel debu berbeda, dikarenakan kemungkinan dipengaruhi oleh jenis sampel, pada saat penambahan pelarut, dan cara pengolahan sampel debu dalam udara tersebut.



BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN



6.1 Kesimpulan

1. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan penetapan kadar total logam timbal dalam sampel debu yang diambil di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) disimpulkan sampel 1 menggunakan destruktur HCl 37 % mengandung 0,38 mg/L timbal, sampel 2 menggunakan destruktur HNO₃ 65 % mengandung 0,00267 mg/L timbal, sampel 3 menggunakan destruktur Aquaregia mengandung 0,39 mg/L timbal.
2. Diantara tiga destruktur yaitu HCl 37 %, HNO₃ 65 % dan Aquaregia yang paling baik atau yang teliti yaitu destruktur HNO₃ 65% karena t_{hitung} absolut lebih besar dari pada t_{tabel} yaitu $t_{hitung} > t_{tabel}$; $9,5490 > 5,841$.

6.2 Saran

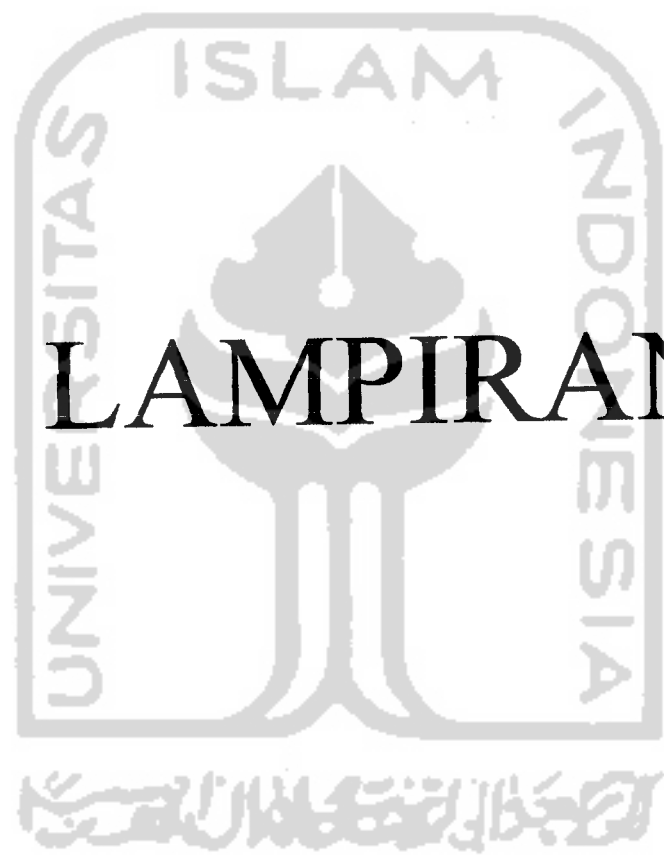
Saran yang dapat diberikan dari hasil penelitian ini sebagai berikut:

- a. Dari penetapan kadar logam total dalam debu yang diambil di Jalan Kaliurang Km 4,5 tepatnya di perempatan lampu merah MM UGM Jogjakarta secara SSA diperoleh kadar Pb yang besar sehingga dapat dianalisis komponen lain seperti tanaman, tanah, air atau rambut untuk mengetahui apa yang mempengaruhi hasil tersebut.

Yang, H.H., and Lin, S.M., 1990, Effect of Wet Decomposition Methods on The determination of Cobalt, Copper, Selenium, and Zinc in Biological Samples Using Elektrophoresis, *Analytical Chemistry*, Amsterdam, 104,13-16.

Widyasanti, E, 1997, *Perbandingan Kadar Debu Di Tiga Jalan Utama Kota Jogjakarta Pada Hari Libur Dan Hari Kerja*, Naskah Seminar, Fakultas Biologi, UGM, Jogjakarta





LAMPIRAN

Lampiran 1

1. Pembuatan larutan induk Pb^{2+}

Dibuat dari 1 gram $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam 100 mL Aquadest



$$\text{Mol } \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 = \frac{\text{Gram } \text{Pb}(\text{NO}_3)_2}{\text{BM } \text{Pb}(\text{NO}_3)_2}$$

$$= \frac{1 \text{ gram}}{331,2 \text{ gram/mol}}$$

$$= 0,00319 \text{ mol}$$

$$\text{Mol } \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 \approx \text{Mol } \text{Pb}^{2+}$$

$$\text{Gram } \text{Pb}^{2+} = \text{Mol } \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 \times \text{BM } \text{Pb}^{2+}$$

$$= 0,00319 \text{ mol} \times 207,2 \text{ gram/mol}$$

$$= 0,6256 \text{ gram}$$

$$= 0,6256 \text{ gram dalam } 100 \text{ mL}$$

$$= 625.6 \text{ mgram} / 0,1 \text{ L}$$

$$\text{Jadi } [\text{Pb}^{2+}] = 6256 \text{ mgram/L}$$

2. Pembuatan larutan standar Pb^{2+} dengan variasi konsentrasi : 0,0; 2,0; 4,0;

6,0; 8,0 ppm

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

a. Konsentrasi 0 ppm dalam labu ukur 10 mL

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 6256 = 0.10$$

$$V_1 = 0 \text{ mL} = 0 \mu\text{L}$$

b. Konsentrasi 2 ppm dalam labu ukur 10 mL

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 6256 = 2 \cdot 10$$

$$V_1 = \frac{2 \cdot 10}{6256}$$

$$V_1 = 0,003196 \text{ mL} = 3,1969 \text{ } \mu\text{L} = 3,2 \text{ } \mu\text{L}$$

Mikropipet yang digunakan pada setiap pengambilan larutan untuk pembuatan larutan standar Pb^{2+} berukuran 5-50 μL , volume sebesar 3,2 μL tidak dapat diambil dengan alat mikropipet tersebut. Sehingga untuk konsentrasi 2 ppm dibuat dari larutan standar 6 ppm dalam 10 mL larutan dengan perincian perhitungan seperti dibawah ini:

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 6 = 2 \cdot 10$$

$$V_1 = \frac{2 \cdot 10}{6}$$

$$V_1 = 3,3 \text{ mL}$$

3,3 mL larutan standar 6 ppm (dalam 10 mL larutan) tersebut dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL diencerkan sampai tanda batas sehingga konsentrasinya menjadi 2 ppm.

c. Konsentrasi 4 ppm dalam labu ukur 10 mL

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 6256 = 4 \cdot 10$$

$$V_1 = \frac{4 \cdot 10}{6256}$$

$$V_1 = 0,0006393 \text{ mL} = 6,4 \text{ } \mu\text{L}$$

6,4 μL diencerkan dengan aquadest hingga 10 mL

d. Konsentrasi 6 ppm dalam labu ukur 10 mL

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 6256 = 6 \cdot 10$$

$$V_1 = \frac{6 \cdot 10}{6256}$$

$$V_1 = 0,00959 \text{ mL} = 9,59 \mu\text{L}$$

9,59 μL diencerkan dengan aquadest hingga 25 mL

e. Konsentrasi 8 ppm dalam labu ukur 10 mL

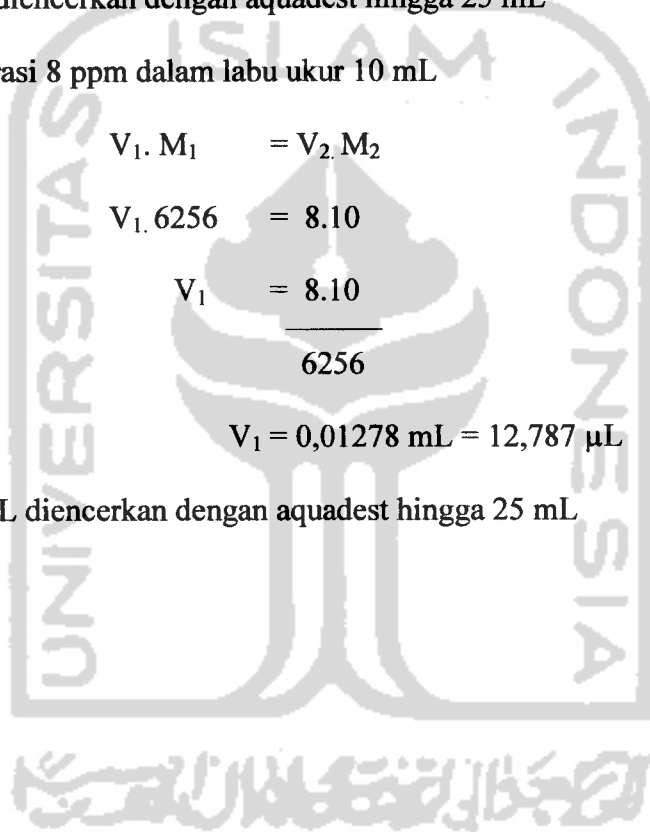
$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 6256 = 8 \cdot 10$$

$$V_1 = \frac{8 \cdot 10}{6256}$$

$$V_1 = 0,01278 \text{ mL} = 12,787 \mu\text{L}$$

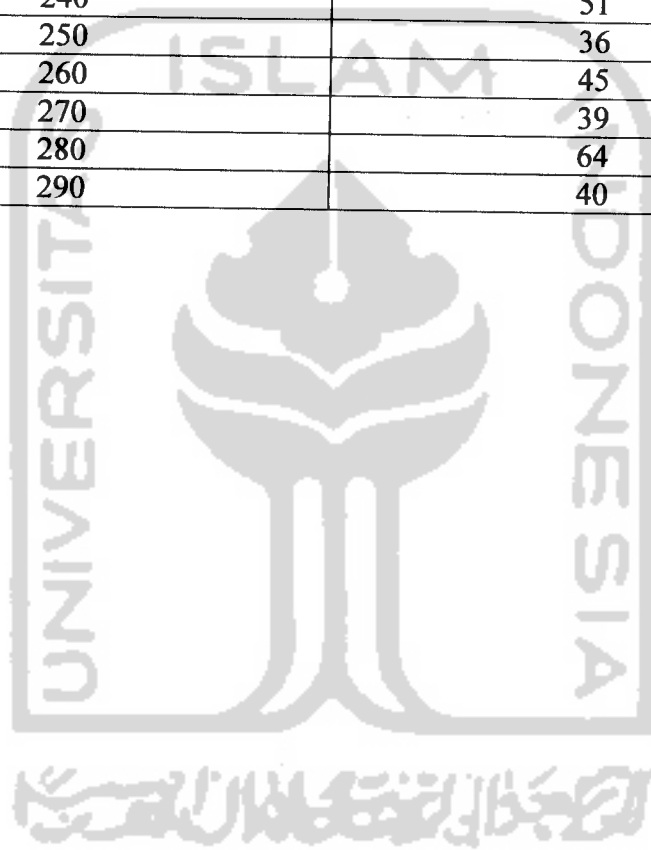
12,787 μL diencerkan dengan aquadest hingga 25 mL



Lampiran 2

Tabel 9. Pemilihan Panjang Gelombang Emisi Lampu

Panjang Gelombang (nm)	Energi
210	42
220	63
230	31
240	51
250	36
260	45
270	39
280	64
290	40



Lampiran 3

Tabel 10. Pemilihan kecepatan laju alir-asetilen (L/menit)

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi Laju Alir-Asetilen (L/menit)							
	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0
5	0.027	0.029	0.030	0.031	0.030	0.029	0.029	0.027

Tabel 11. Pemilihan kecepatan laju alir-udara (L/menit)

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi Laju Alir-Udara (L/menit)						
	7.0	8.0	9.0	10.0	11.0	12.0	13.0
5	0.029	0.029	0.030	0.031	0,030	0,029	0.028

Lampiran 4.

Tabel 12. Pemilihan tinggi pembakar (mm)

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi Tinggi Pembakar (mm)					
	1.0	3.0	5.0	7.0	9.0	10.0
5	0.020	0.026	0.029	0.028	0.024	0.022



Lampiran 5

Regression : Larutan standar Pb dengan destrukturor asam klorida 37 %

Descriptive Statistics

	Mean	Std. Deviation	N
X	4.00	3.162	5
Y	.033220	.0242556	5

Correlations

		X	Y
Pearson Correlation	X	1.000	.998
	Y	.998	1.000
Sig. (1-tailed)	X	.	.000
	Y	.000	.
N	X	5	5
	Y	5	5

Variables Entered/Removed^b

Model	Variables Entered	Variables Removed	Method
1	Y ^a	.	Enter

a. All requested variables entered.

b. Dependent Variable: X

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	.998 ^a	.996	.995	.230

a. Predictors: (Constant), Y

ANOVA^b

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	39.841	1	39.841	750.708	.000 ^a
	Residual	.159	3	.053		
	Total	40.000	4			

a. Predictors: (Constant), Y

b. Dependent Variable: X

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.	95% Confidence Interval for B	
		B	Std. Error	Beta			Lower Bound	Upper Bound
1	(Constant)	-.322	.188		-1.711	.186	-.922	.277
	Y	130.114	4.749	.998	27.399	.000	115.001	145.227

a. Dependent Variable: X

Lampiran 6

Regression : Larutan standar Pb dengan destrukturor asam nitrat 65 %

Descriptive Statistics

	Mean	Std. Deviation	N
X	4.00	3.162	5
Y2	.033400	.0284586	5

Correlations

		X	Y2
Pearson Correlation	X	1.000	.997
	Y2	.997	1.000
Sig. (1-tailed)	X	.	.000
	Y2	.000	.
N	X	5	5
	Y2	5	5

Variables Entered/Removed^b

Model	Variables Entered	Variables Removed	Method
1	Y2 ^a	.	Enter

a. All requested variables entered.

b. Dependent Variable: X

Model Summary

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	.997 ^a	.995	.993	.264

a. Predictors: (Constant), Y2

ANOVA^b

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	39.791	1	39.791	570.072	.000 ^a
	Residual	.209	3	.070		
	Total	40.000	4			

a. Predictors: (Constant), Y2

b. Dependent Variable: X

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.	95% Confidence Interval for B	
		B	Std. Error	Beta			Lower Bound	Upper Bound
1	(Constant)	.019	.204		.091	.933	-.632	.669
	Y2	119.205	4.993	.997	23.876	.000	103.316	135.094

a. Dependent Variable: X

Lampiran 7

Regression : Larutan standar Pb dengan destruktur aquaregia (3:1)

Descriptive Statistics

	Mean	Std. Deviation	N
X	4.00	3.162	5
Y3	.033540	.0243966	5

Correlations

		X	Y3
Pearson Correlation	X	1.000	.999
	Y3	.999	1.000
Sig. (1-tailed)	X	.	.000
	Y3	.000	.
N	X	5	5
	Y3	5	5

Variables Entered/Removed^b

Model	Variables Entered	Variables Removed	Method
1	Y3 ^a	.	Enter

a. All requested variables entered.

b. Dependent Variable: X

Model Summary^b

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate
1	.999 ^a	.999	.998	.130

a. Predictors: (Constant), Y3

b. Dependent Variable: X

ANOVA^b

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	39.949	1	39.949	2371.440	.000 ^a
	Residual	.051	3	.017		
	Total	40.000	4			

a. Predictors: (Constant), Y3

b. Dependent Variable: X

Coefficients^a

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	t	Sig.	95% Confidence Interval for B	
		B	Std. Error	Beta			Lower Bound	Upper Bound
1	(Constant)	-.345	.106		-3.238	.048	-.683	-.006
	Y3	129.538	2.660	.999	48.697	.000	121.072	138.003

a. Dependent Variable: X

Lampiran 8

Perhitungan standar deviasi. Limit deteksi, sensitivitas, ketepatan dan ketelitian logam timbal dalam debu dengan menggunakan destrukturor asam klorida 37 %

Konsentrasi standar dalam sampel (ppm)	Absorbansi			Rata-rata absorbansi
	I	II	III	
L_A	0,0017	0,0017	0,0013	0,0016
$L_A + Pb$ 2 ppm	0,0186	0,0185	0,0181	0,0184
$L_A + Pb$ 4 ppm	0,0331	0,0339	0,0333	0,0334
$L_A + Pb$ 6 ppm	0,0508	0,0508	0,0504	0,0507
$L_A + Pb$ 8 ppm	0,0629	0,0627	0,0604	0,0620

Intersep = 0,0026

Slope = 0,0077

$r = 0,996$

Tabel 13. Data penentuan unjuk kerja analitik pada metode analisis Pb dalam debu dengan destrukturor HCl 37 %

No	x_i	y_i	\hat{y}_i	x_i^2	y_i^2	$x_i \cdot y_i$	$(y_i - \hat{y}_i)^2$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	0	0,0016	0,0026	0	0,00000256	0	0,000001	16
2	2	0,0184	0,018	4	0,00033856	0,0368	0,00000016	4
3	4	0,0334	0,0334	16	0,00111556	0,1336	0	0
4	6	0,0507	0,0488	36	0,00257049	0,3042	0,00000361	4
5	8	0,0620	0,0642	64	0,003844	0,496	0,00000484	16
Σ	20	0,1661	0,167	120	0,0078117	0,9706	0,00000961	40

Persamaan regresi linear: $y = bx + a$

$$= 0,0077x + 0,0026$$

1. Perhitungan standar deviasi

Absorbansi blanko teoritis: $y_b = a = 0,0026$

Standar deviasi blanko teoritis:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}$$

Dimana: y = absorbansi terukur

\hat{y} = absorbansi berdasarkan kurva kalibrasi pada konsentrasi tersebut

n = banyaknya pengukuran

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum_i (0,00000961)}{5-2}}$$

$$= 1,79 \times 10^{-3}$$

2. Perhitungan limit deteksi

$$\text{Absorbansi limit deteksi} = y = y_b + 3 \frac{S_{y/x}}{x}$$

$$= 0,0026 + 3(0,0017898)$$

$$= 7,97 \times 10^{-3} \text{ ppm}$$

$$S_a = \frac{S_{y/x}}{x} \sqrt{\frac{\sum_i x_i^2}{n \sum_i (x_i - \bar{x})^2}}$$

$$= 1,79 \times 10^{-3} \sqrt{\frac{120}{5(40)}}$$

$$= 1,79 \times 10^{-3} \times 0,774596$$

$$= 1,39 \times 10^{-3}$$

3. Perhitungan sensitivitas

$$\text{Slope (b)} = 0,0077$$

$$\text{Standar deviasi slope: } S_b = \frac{\sqrt{\frac{\sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}}{\sqrt{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}}$$

$$= \frac{\sqrt{\frac{0,00000961}{5-2}}}{\sqrt{40}}$$

$$= \frac{0,0017898}{6,325}$$

$$= 2,83 \times 10^{-4}$$

$$\text{Sensitivitas} = b \pm S_b$$

$$= 0,0077 \pm 2,83 \times 10^{-4} \text{ unit absorbansi per ppm}$$

4. Perhitungan ketepatan dan ketelitian

a. Ketepatan

$$S_e = \sqrt{\frac{\sum_i y_i^2 - a \sum_i y_i - b \sum_i x_i y_i}{n-2}}$$

$$S_e = \sqrt{\frac{0,00787117 - (0,0026 \times 0,1661) - (0,0077 \times 0,9706)}{5-2}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,00787117 - 0,00043186 - 0,00747}{3}}$$

$$= 0,07035$$

$$\therefore \text{tingkat kesalahan} = 0,07035 \text{ atau } 7,035 \%$$

Sehingga ketepatannya yaitu 92,965 % atau 0,93 %

b. Ketelitian

$$t_{\text{hitung}} = \frac{b - \beta}{S_b}$$

$$S_b = \frac{S_e}{\sqrt{\sum_i x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}}}$$

$$S_b = \frac{0,07035}{\sqrt{120 - \frac{(20)^2}{5}}} = \frac{0,07035}{6,325} = 0,011123$$

$$\begin{aligned} t_{\text{hitung}} &= \frac{b - \beta}{S_b} \\ &= \frac{0,0077 - 0}{0,011123} \\ &= 0,69 \end{aligned}$$

Dari tingkat signifikansi 1 % maka nilai $t_{\text{tabel}} (3 : 0,005) = 5,841$. Jadi $t_{\text{hitung}} < t_{\text{tabel}}$; $0,6923 < 5,841$, aka alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tersebut kurang teliti.

Lampiran 9

Perhitungan standar deviasi. Limit deteksi, sensitivitas, ketepatan dan ketelitian logam timbal dengan menggunakan destruktur asam nitrat 65 %

Konsentrasi standar dalam sampel (ppm)	Absorbansi			Rata-rata absorbansi
	I	II	III	
L_B	0,0016	0,0014	0,0020	0,0016
$L_B + Pb$ 2 ppm	0,0151	0,0148	0,0155	0,0152
$L_B + Pb$ 4 ppm	0,0341	0,0340	0,0330	0,0337
$L_B + Pb$ 6 ppm	0,0478	0,0474	0,0480	0,0477
$L_B + Pb$ 8 ppm	0,0690	0,0689	0,0686	0,0688

Intersep = 0,00002

Slope = 0,0083

$r = 0,9948$

Tabel 14. Data penentuan unjuk kerja analitik pada metode analisis Pb dalam debu dengan destruktur HNO_3 65 %

No	x_i	y_i	\hat{y}_i	x_i^2	y_i^2	$x_i \cdot y_i$	$(y_i - \hat{y}_i)^2$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	0	0,0016	0,00002	0	0,0000000004	0	0,00000249	16
2	2	0,0152	0,01662	4	0,000276224	0,0304	0,00000202	4
3	4	0,0337	0,03322	16	0,001103568	0,1348	0,00000023	0
4	6	0,0477	0,04982	36	0,002482032	0,2862	0,00000449	4
5	8	0,0688	0,06642	64	0,004411616	0,5504	0,00000566	16
Σ	20	0,0016	0,1661	120	0,00827344	1,0018	0,00001489	40

Persamaan regresi linear: $y = bx + a$

$$= 0,0083x + 0,00002$$

1. Perhitungan standar deviasi

Absorbansi blanko teoritis: $y_b = a = 0,00002$

Standar deviasi blanko teoritis:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}$$

Dimana: y_i = absorbansi terukur

\hat{y}_i = absorbansi berdasarkan kurva kalibrasi pada konsentrasi tersebut

n = banyaknya pengukuran

$$\begin{aligned} S_{y/x} &= \sqrt{\frac{\sum (0,00001489)}{5-2}} \\ &= 2,23 \times 10^{-3} \end{aligned}$$

2. Perhitungan limit deteksi

$$\begin{aligned} \text{Absorbansi limit deteksi} = y &= y_b + 3 \frac{S_{y/x}}{x} \\ &= 0,00002 + 3(0,0022278) \\ &= 6,70 \times 10^{-3} \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} S_a &= \frac{S_{y/x}}{x} \sqrt{\frac{\sum_i x_i^2}{n \sum_i (x_i - \bar{x})^2}} \\ &= 2,23 \times 10^{-3} \sqrt{\frac{120}{5(40)}} \\ &= 2,23 \times 10^{-3} \times 0,774596 \end{aligned}$$

$$= 1,73 \times 10^{-3}$$

3. Perhitungan sensitivitas

$$\text{Slope (b)} = 0,0083$$

$$\text{Standar deviasi slope: } S_b = \frac{\sqrt{\frac{\sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}}{\sqrt{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}}$$

$$= \frac{\sqrt{\frac{0,00001489}{5-2}}}{\sqrt{40}}$$

$$= \frac{0,002278}{6,325}$$

$$= 3,52 \times 10^{-4}$$

$$\text{Sensitivitas} = b \pm S_b$$

$$= 0,0083 \pm 3,52 \times 10^{-4} \text{ unit absorbansi per ppm}$$

4. Perhitungan ketepatan dan ketelitian

a. Ketepatan

$$S_e = \sqrt{\frac{\sum_i y_i^2 - a \sum_i y_i - b \sum_i x_i y_i}{n-2}}$$

$$S_e = \sqrt{\frac{0,00827344 - (0,00002 \times 0,167) - (0,0083 \times 1,0018)}{5-2}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,00827344 - 0,00000334 - 0,00831494}{3}}$$

$$= 0,005498$$

∴ tingkat kesalahan = 0,005498 atau 0,5498 %

Sehingga ketepatannya yaitu 99,4502 % atau 0,99 %

a. Ketelitian

$$t_{\text{hitung}} = \frac{b - \beta}{S_b}$$

$$S_b = \frac{S_e}{\sqrt{\sum_i x_i^2 - \frac{(\sum_i x_i)^2}{n}}}$$

$$S_b = \frac{0,005498}{\sqrt{120 - \frac{(20)^2}{5}}} = \frac{0,005498}{6,325} = 0,0008692$$

$$\begin{aligned} t_{\text{hitung}} &= \frac{b - \beta}{S_b} \\ &= \frac{0,0083 - 0}{0,0008692} \\ &= 9,5490 \end{aligned}$$

Dari tingkat signifikansi 1 % maka nilai $t_{\text{tabel}} (3 : 0,005) = 5,841$. Jadi $t_{\text{hitung}} < t_{\text{tabel}}$; $9,5490 > 5,841$, maka alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) teliti.

Lampiran 10

Perhitungan standar deviasi. Limit deteksi, sensitivitas, ketepatan dan ketelitian logam timbal dalam debu dengan menggunakan destruktur Aquaregia (3:1)

Konsentrasi standar dalam sampel (ppm)	Absorbansi			Rata-rata absorbansi
	I	II	III	
L_C	0,0027	0,0021	0,0020	0,0023
$L_C + Pb\ 2\ ppm$	0,0198	0,0192	0,0191	0,0152
$L_C + Pb\ 4\ ppm$	0,0331	0,0321	0,0323	0,0325
$L_C + Pb\ 6\ ppm$	0,0491	0,0486	0,0486	0,0488
$L_C + Pb\ 8\ ppm$	0,0634	0,0645	0,0663	0,0647

Intersep = 0,0027

Slope = 0,0077

$r = 0,9987$

Tabel 15. Data penentuan unjuk kerja analitik pada metode analisis Pb dalam debu dengan destruktur Aquaregia

No	x_i	y_i	\hat{y}_i	x_i^2	y_i^2	$x_i \cdot y_i$	$(y_i - \hat{y}_i)^2$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	0	0,0023	0,0027	0	0,00000529	0	0,00000016	16
2	2	0,0152	0,0181	4	0,00037636	0,0388	0,00000169	4
3	4	0,0325	0,0335	16	0,00105625	0,13	0,000001	0
4	6	0,0488	0,0489	36	0,00238144	0,2928	0,00000001	4
5	8	0,0647	0,0643	64	0,00418609	0,5176	0,00000016	16
Σ	20	0,0023	0,1675	120	0,00800543	0,9792	0,00000302	40

Persamaan regresi linear: $y = bx + a$

$$= 0,0077x + 0,0027$$

1. Perhitungan standar deviasi

Absorbansi blanko teoritis: $y_b = a = 0,0027$

Standar deviasi blanko teoritis:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}$$

Dimana: y = absorbansi terukur

\hat{y} = absorbansi berdasarkan kurva kalibrasi pada konsentrasi tersebut

n = banyaknya pengukuran

$$\begin{aligned} S_{y/x} &= \sqrt{\frac{\sum (0,00000302)}{5-2}} \\ &= 1,00 \times 10^{-3} \end{aligned}$$

2. Perhitungan limit deteksi

$$\begin{aligned} \text{Absorbansi limit deteksi} = y &= y_b + 3 \frac{S_{y/x}}{x} \\ &= 0,0027 + 3(0,001003327) \end{aligned}$$

$$= 5,71 \times 10^{-3} \text{ ppm}$$

$$S_a = \frac{S_{y/x}}{x} \sqrt{\frac{\sum_i x_i^2}{n \sum_i (x_i - \bar{x})^2}}$$

$$= 1,00 \times 10^{-3} \sqrt{\frac{120}{5(40)}}$$

$$= 1,00 \times 10^{-3} \times 0,774596$$

$$= 7,77 \times 10^{-4}$$

3. Perhitungan sensitivitas

$$\text{Slope (b)} = 0,0077$$

$$\text{Standar deviasi slope: } S_b = \frac{\sqrt{\frac{\sum_i (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}}{\sqrt{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}}$$

$$= \frac{\sqrt{\frac{0,00000302}{5-2}}}{\sqrt{40}}$$

$$= \frac{0,001003327}{6,325}$$

$$= 1,59 \times 10^{-4}$$

$$\text{Sensitivitas} = b \pm S_b$$

$$= 0,0077 \pm 1,59 \times 10^{-4} \text{ unit absorbansi per ppm}$$

4. Perhitungan ketepatan dan ketelitian

a. Ketepatan

$$S_e = \sqrt{\frac{\sum_i y_i^2 - a \sum_i y_i - b \sum_i x_i y_i}{n-2}}$$

$$S_e = \sqrt{\frac{0,00800543 - (0,0027 \times 0,1677) - (0,0077 \times 0,9792)}{5-2}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,008200543 - 0,000452794 - 0,00753984}{3}}$$

$$= 0,070988$$

\therefore tingkat kesalahan = 0,070988 atau 7,098845 %

Sehingga ketepatannya yaitu 92,901155 % atau 0,93 %

b. Ketelitian

$$t_{\text{hitung}} = \frac{b - \beta}{S_b}$$

$$S_b = \frac{S_e}{\sqrt{\sum_i x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n}}}$$

$$S_b = \frac{0,070988}{\sqrt{120 \frac{(20)^2}{5}}} = \frac{0,070988}{6,325} = 0,01122$$

$$\begin{aligned} t_{\text{hitung}} &= \frac{b - \beta}{S_b} \\ &= \frac{0,0077 - 0}{0,01122} \\ &= 0,68627 \end{aligned}$$

Dari tingkat signifikansi 1 % maka nilai $t_{\text{tabel}} (3 : 0,005) = 5,841$. Jadi $t_{\text{hitung}} < t_{\text{tabel}}$; $0,68627 < 5,841$, maka alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) kurang teliti.

Lampiran 11

1. Perhitungan kadar Pb dalam sampel debu menggunakan destruktur asam klorida 37 % pada panjang gelombang 283,3 nm, kecepatan laju alir-asetilen 2 Liter/menit, kecepatan laju alir-udara 10 Liter/menit dan tinggi pembakar 5 nm.

No	Konsentrasi standar dalam sampel (ppm)	Absorbansi
1	L_A	0,0016
2	$L_A + \text{Pb } 2 \text{ ppm}$	0,0184
3	$L_A + \text{Pb } 4 \text{ ppm}$	0,0334
4	$L_A + \text{Pb } 6 \text{ ppm}$	0,0507
5	$L_A + \text{Pb } 8 \text{ ppm}$	0,0620

∴ Dari data diatas diperoleh harga slope (b) dan intersep (a) dengan metode regresi dengan persamaan:

$$y = bx + a ; b = 0,0077 ; a = 0,0026 ; r = 0,996$$

dari data diatas dapat dihitung konsentrasi larutan standar adisi (C_{SA}) yaitu dengan menggunakan persamaan:

$$\begin{aligned} C_{SA} &= - \frac{a}{b} \\ &= - \frac{0,0026}{0,0077} \\ &= - 0,33766 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Sehingga konsentrasi logam Pb dalam sampel debu:

$$\begin{aligned}C_S &= -C_{SA} \times \frac{V_{\text{flask}}}{V_{\text{unk}}} \\&= -(-0,33766) \times \frac{10 \text{ mL}}{9 \text{ mL}} \\&= 0,38 \text{ mgram/L}\end{aligned}$$



Lampiran 12

1. Perhitungan kadar Pb dalam sampel debu menggunakan destruktur asam nitrat 65 % pada panjang gelombang 283,3 nm, kecepatan laju alir-asetilen 2 Liter/menit, kecepatan laju alir-udara 10 Liter/menit dan tinggi pembakar 5 nm.

No	Konsentrasi standar dalam sampel (ppm)	Absorbansi
1	L _B	0,0016
2	L _B + Pb 2 ppm	0,0152
3	L _B + Pb 4 ppm	0,0337
4	L _B + Pb 6 ppm	0,0477
5	L _B + Pb 8 ppm	0,0688

∴ Dari data diatas diperoleh harga slope (b) dan intersep (a) dengan metode regresi dengan persamaan:

$$y = bx + a ; b = 0,0083 ; a = 0,00002 ; r = 0,9948$$

dari data diatas dapat dihitung konsentrasi larutan standar adisi (C_{SA}) yaitu dengan menggunakan persamaan:

$$\begin{aligned} C_{SA} &= - \frac{a}{b} \\ &= - \frac{0,00002}{0,0083} \\ &= - 0,002409 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Sehingga konsentrasi logam Pb dalam sampel debu:

$$\begin{aligned}C_s &= -C_{SA} \times \frac{V_{\text{flask}}}{V_{\text{unk}}} \\&= -(-0,002409) \times \frac{10 \text{ mL}}{9 \text{ mL}} \\&= 0.00267 \text{ mgram/L}\end{aligned}$$



Lampiran 13

1. Perhitungan kadar Pb dalam sampel debu menggunakan destrukturAquaregia (3:1) pada panjang gelombang 283,3 nm, kecepatan laju alir-asetilen 2 Liter/menit, kecepatan laju alir-udara 10 Liter/menit dan tinggi pembakar 5 nm.

No	Konsentrasi standar dalam sampel (ppm)	Absorbansi
1	L_C	0,0023
2	$L_C + Pb$ 2 ppm	0,0194
3	$L_C + Pb$ 4 ppm	0,0325
4	$L_C + Pb$ 6 ppm	0,0488
5	$L_C + Pb$ 8 ppm	0,0647

∴ Dari data diatas diperoleh harga slope (b) dan intersep (a) dengan metode regresi dengan persamaan:

$$y = bx + a ; b = 0,0077 ; a = 0,0027 ; r = 0,9987$$

Dari data diatas dapat dihitung konsentrasi larutan standar adisi (C_{SA}) yaitu dengan menggunakan persamaan:

$$\begin{aligned} C_{SA} &= - \frac{a}{b} \\ &= - \frac{0,0027}{0,0077} \\ &= - 0,35065 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Sehingga konsentrasi logam Pb dalam sampel debu:

$$\begin{aligned}C_S &= -C_{SA} \times \frac{V_{\text{flask}}}{V_{\text{unk}}} \\&= -(-0,35065) \times \frac{10 \text{ mL}}{9 \text{ mL}} \\&= 0,39 \text{ mgram/L}\end{aligned}$$



Lampiran 14

Tabel distribusi t

df	0,10	0,05	0,025	0,01	0,005
1	3,078	6,314	12,706	31,821	63,657
2	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925
3	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841
4	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604
5	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032
6	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707
7	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499
8	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355
9	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250
10	1,373	1,812	2,228	2,764	3,169
11	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106
12	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055
13	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012
14	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977
15	1,341	1,752	2,131	2,606	2,947
16	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921
17	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898
18	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878
19	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861
20	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845
21	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831
22	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819
23	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807
24	1,318	1,711	2,064	2,492	2,797
25	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787
26	1,315	1,706	2,058	2,479	2,779
27	1,314	1,703	2,052	2,473	2,771
28	1,313	1,701	2,048	2,467	2,763
29	1,311	1,699	2,045	2,462	2,756
30	1,310	1,697	2,042	2,451	2,750
40	1,303	1,684	2,021	2,423	2,704
60	1,290	1,671	2,000	2,390	2,660
120	1,289	1,658	1,980	2,358	2,617
α	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576

Lampiran 15

Standar baku mutu udara dan lamanya pengambilan sampel

No	Parameter	Waktu	Baku mutu
1	SO _x	24 jam	0,10 ppm
2	NO _x	24 jam	0,05 ppm
3	Debu	24 jam	0,26 mg/m ³
4	H ₂ S	30 menit	0,03 ppm
5	NH ₃	24 jam	2,00 ppm
6	Pb	24 jam	0,06 mg/m ³

Lampiran 16

Standar baku mutu udara nasional menurut peraturan pemerintah pusat:
PP/RI/No.41/1999

No	Parameter	Konsentrasi
1	Sulfur dioksida (SO ₂)	900,0 µg/m ³
2	Karbon monoksida (CO)	30.000,0 µg/m ³
3	Nitrogen dioksida (NO ₂)	400,0 µg/m ³
4	Parsial debu (TSP)	230,0 µg/m ³
5	Timah hitam (Pb)	2,0 µg/m ³

Lampiran 17

Standar baku mutu berdasarkan *Occupational Exposure Limit For Chemical Agents in Spain 2004*

No	Substance	Adopted Limits			
		VLA-ED		VLA-EC	
		ppm	mg/m ³	ppm	mg/m ³
1	Carbon cl dust :				
	Anthracite		2		
	Bituminous		2		
2	Chromium, metal, ad inorganic compounds Cr (II) and Cr (III)		0.5		
3	Copper ; Fume		0.2		
	dust and mist, as Cu		1		
4	Metal dust, as Ta		5		
5	Oxide dust, as Ta		5		
6	Woods, except hard, dust		5		
7	Oxide: Fume		5	10	
	Dust		5		

VLA-ED : Daily Exposure Values

VLA-EC : Short Exposure Values

Lampiran 18

Standar baku mutu ambien menurut keputusan pemerintah DIY

SK. Gub. DIY. No. 214/KPTS/1991

No	Parameter	Konsentrasi
1	Sulfur dioksida (SO ₂)	0,3 ppm
2	Karbon monoksida (Co)	26,0 ppm
3	Nitrogen dioksida (NO ₃)	0,2 ppm
4	Oksidan photo kimia (O ₃)	0,08 ppm
5	Partikel tersuspensi	230,0 µg/m ³
6	Timah hitam (Pb)	60,0 µg/m ³
7	Hidrogen sulfide(H ₂ S)	0,03 ppm
8	Ammonia (NH ₃)	2,0 ppm
9	Hidrokarbon (HC)	0,24 ppm

Lampiran 19



Gambar14. kertas fiber glass tanpa sampel debu

Lampiran 20



Gambar 15. Kertas filter fiber glass + sampel



Gambar 16. Proses pengambilan sampel debu di udara dengan
“*High Volume Sampler HVS-500-10*”.

Lampiran 21

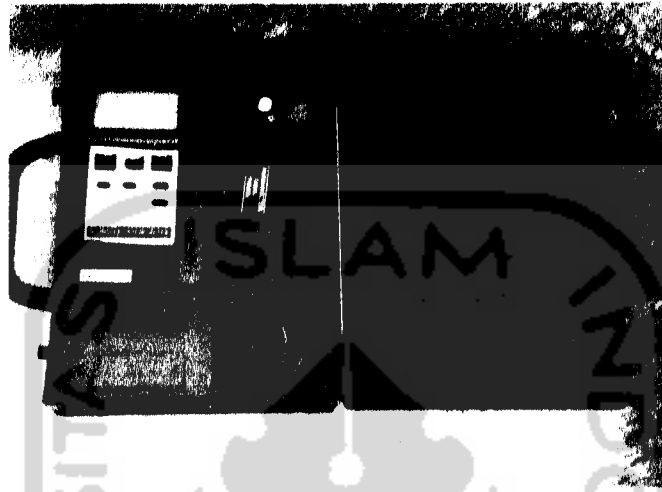


Gambar 17. Generator

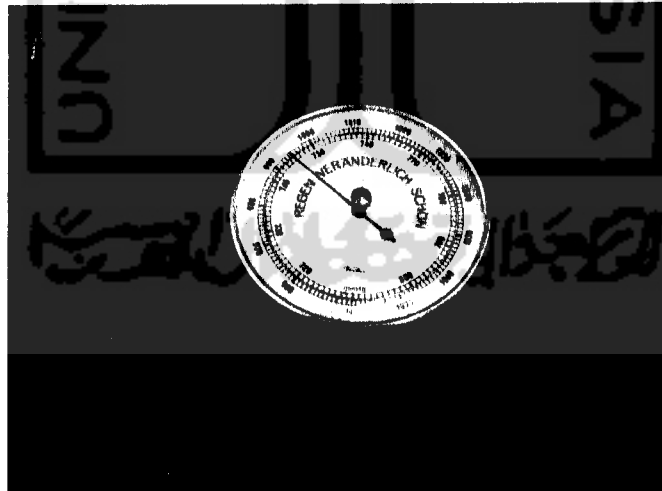


Gambar 18. Psikometer

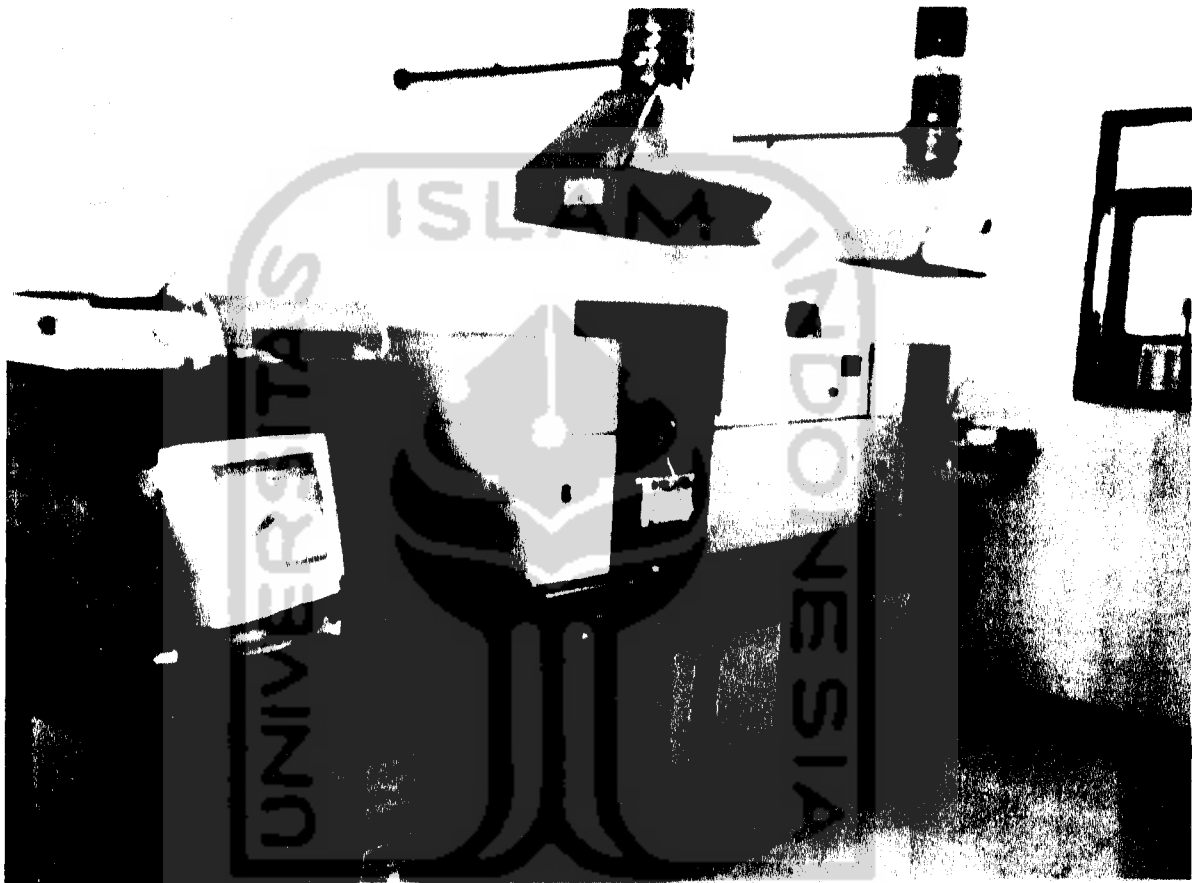
Lampiran 22



Gambar 19. Anemometer

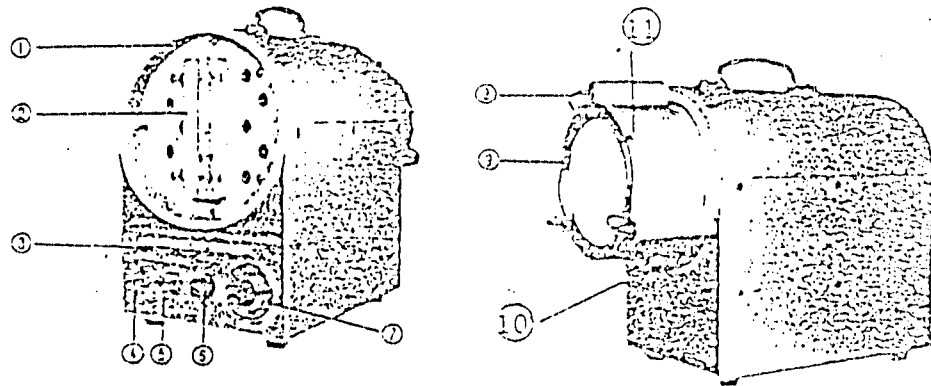


Gambar 20. Barometer



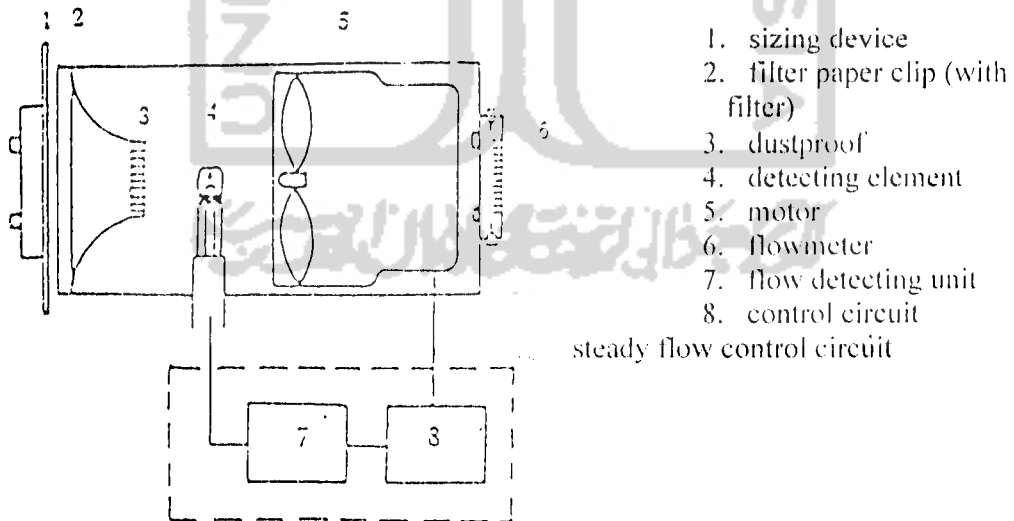
Gambar 21. Alat Spektrofotometer Serapan Atom

Lampiran 24

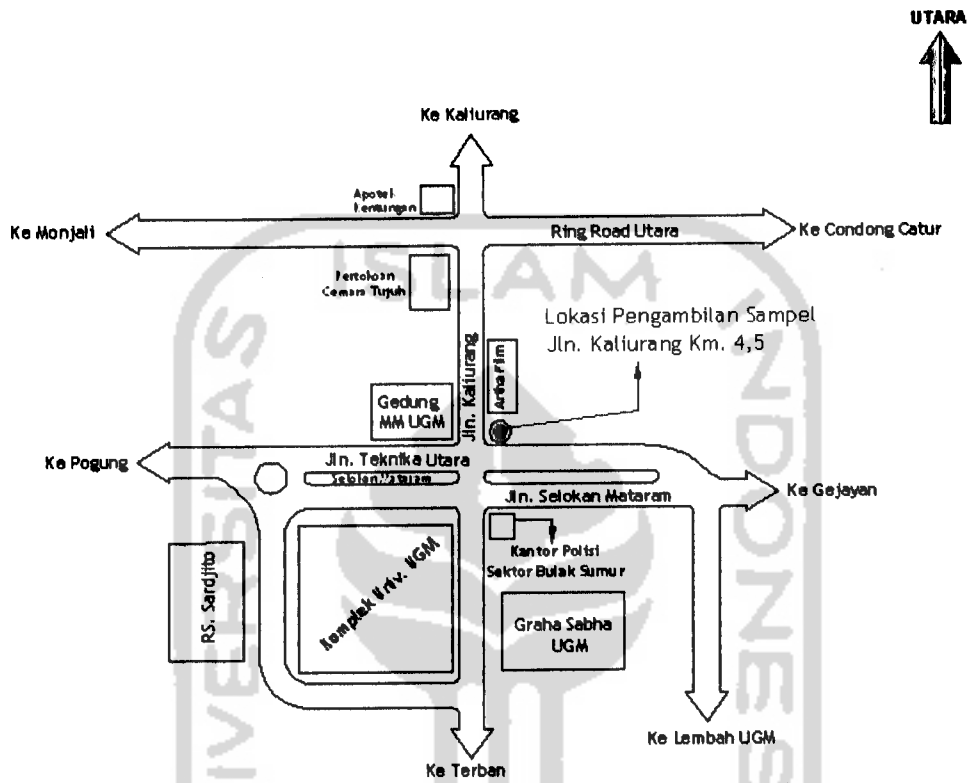


1. motor unit (main body)
2. flowmeter
3. electric circuit box
4. power switch
5. flow rate setting dial
6. fuse holder
7. power receptacle (25 ϕ 3P)
8. clip ring stopper
9. clip ring
10. detecting element
11. clip takeoff slit

Gambar 22 Alat HVS (Haigh Volume Sampler) Tampak dari Luar



Gambar 23 Alat HVS (Haigh Volume Sampler) Tampak dari Dalam



Gambar 25. Denah lokasi pengambilan sampel

Destruktor Hcl 37%

Seq. No.	AS Loc:	Date:		
1		6/28/05		
Sample ID: Callb Blank				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			-0.0123	11:00:51
			-0.0125	11:00:54
			-0.0127	11:00:57
Auto-zero performed.				
Mean:			-0.0125	
SD:			0.00021	
%RSD:			1.66	
2		6/28/05		
Sample ID: Callb Blank				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			0.0002	11:01:00
			-0.0014	11:01:03
			-0.0013	11:01:06
Auto-zero performed.				
Mean:			-0.0008	
SD:			0.00090	
%RSD:			113.13	
3		6/28/05		
Sample ID: Sample001				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb	mg/L	mg/L	0.0017	11:01:17
	mg/L	mg/L	0.0017	11:01:19
	mg/L	mg/L	0.0013	11:01:22
Mean:	0.201mg/L	0.201mg/L	0.0016	
SD:	mg/L	mg/L	0.00022	
%RSD:			14.08	
4		6/28/05		
Sample ID: Add 1				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			0.0217	11:01:45
			0.0223	11:01:48
			0.0209	11:01:51
Addition number 1 applied. [2] X				
Correlation Coefficient: 1.0000 Slope: 0.0100				
Mean:			0.0216	
SD:			0.00069	
%RSD:			3.20	
5		6/28/05		
Sample ID: Add 2				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			0.0331	11:01:59
			0.0339	11:02:02
			0.0333	11:02:04
Addition number 2 applied. [4]				
Correlation Coefficient: 0.9508 Slope: 0.0085				
Mean:			0.0334	
SD:			0.00040	
%RSD:			1.20	
6		6/28/05		
Sample ID: Add 3				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			0.0508	11:02:14
			0.0608	11:02:16

Pb 0.0604 11:02:19

Addition number 3 applied. [6]

Correlation Coefficient: 0.9871 Slope: 0.0083

Mean: 0.0507
SD: 0.00024
%RSD: 0.48

Seq. No. 7 AS Loc: Date: 6/28/05

Sample ID: Add 4

Elem SampleConc StndConc Blank Corr Signal Time

Pb 0.0629 11:02:30
0.0627 11:02:33
0.0604 11:02:36

The calibration curve may not be linear.

Addition number 4 applied. [8]

Correlation Coefficient: 0.9884 Slope: 0.0079

[Pb] Sample Concentration 0.200 mg/L

Mean: 0.0620
SD: 0.00140
%RSD: 2.26

Seq. No. 8 AS Loc: Date: 6/28/05

Sample ID: Add 1

Elem SampleConc StndConc Blank Corr Signal Time

Pb 0.0218 11:03:10
0.0217 11:03:13
0.0216 11:03:16

Addition number 1 applied. [2]

Correlation Coefficient: 0.9881 Slope: 0.0079

[Pb] Sample Concentration 0.200 mg/L

Mean: 0.0217
SD: 0.00009
%RSD: 0.39

Seq. No. 9 AS Loc: Date: 6/28/05

Sample ID: Add 1

Elem SampleConc StndConc Blank Corr Signal Time

Pb 0.0186 11:05:22
0.0186 11:05:26
0.0181 11:05:28

Addition number 1 applied. [2]

Correlation Coefficient: 0.9954 Slope: 0.0078

[Pb] Sample Concentration 0.201 mg/L

Mean: 0.0184
SD: 0.00025
%RSD: 1.36

Destruktor HNO₃ 65%

Seq. No.	AS Loc:	Date:		
1		6/29/05		
Sample ID: Calib Blank				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			0.0012	14:34:22
			0.0014	14:34:25
			0.0013	14:34:28
Auto-zero performed.				
Mean:			0.0013	
SD:			0.00011	
%RSD:			8.17	
2		6/29/05		
Sample ID: Calib Blank				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			-0.0000	14:34:31
			-0.0002	14:34:34
			-0.0000	14:34:36
Auto-zero performed.				
Mean:			-0.0001	
SD:			0.00010	
%RSD:			130.58	
3		6/29/05		
Sample ID: Sample002				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			-0.0000	14:34:46
			-0.0010	14:34:48
			-0.0007	14:34:51
Mean:			-0.0006	
SD:			0.00051	
%RSD:			88.15	
4		6/29/05		
Sample ID: Sample003				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			-0.0007	14:34:57
			0.0003	14:34:59
			-0.0012	14:35:02
Mean:			-0.0006	
SD:			0.00072	
%RSD:			137.47	
5		6/29/05		
Sample ID: Calib Blank				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			0.0004	14:35:16
			0.0001	14:35:19
			-0.0000	14:35:22
Auto-zero performed.				
Mean:			0.0002	
SD:			0.00023	
%RSD:			147.91	
6		6/29/05		
Sample ID: Sample004				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb	mg/L	mg/L	0.0016	14:35:35
	mg/L	mg/L	0.0014	14:35:37
	mg/L	mg/L	0.0020	14:35:40
Mean:	0.203mg/L	0.203mg/L	0.0016	
SD:	mg/L	mg/L	0.00030	

%RSD: 18.33

Seq. No. 7 AS Loc: Date: 6/29/05

Sample ID: Add 1

Elem SampleConc StndConc Blank Corr Signal Time

Pb 0.0151 14:35:52
0.0148 14:35:55
0.0155 14:35:57

Addition number 1 applied. [2]

Correlation Coefficient 1.0000 Slope: 0.0068

Mean: 0.0152
SD: 0.00037
%RSD: 2.44

Seq. No. 8 AS Loc: Date: 6/29/05

Sample ID: Add 2

Elem SampleConc StndConc Blank Corr Signal Time

Pb 0.0341 14:36:07
0.0340 14:36:10
0.0330 14:36:12

Addition number 2 applied. [4]

Correlation Coefficient 0.9789 Slope: 0.0078

Mean: 0.0337
SD: 0.00061
%RSD: 1.82

Seq. No. 9 AS Loc: Date: 6/29/05

Sample ID: Add 3

Elem SampleConc StndConc Blank Corr Signal Time

Pb 0.0478 14:36:22
0.0474 14:36:25
0.0480 14:36:28

Addition number 3 applied. [6]

Correlation Coefficient 0.9946 Slope: 0.0077

Mean: 0.0477
SD: 0.00032
%RSD: 0.66

Seq. No. 10 AS Loc: Date: 6/29/05

Sample ID: Add 4

Elem SampleConc StndConc Blank Corr Signal Time

Pb 0.0690 14:36:38
0.0689 14:36:41
0.0686 14:36:43

The calibration curve may not be linear.

Addition number 4 applied. [8]

Correlation Coefficient 0.9926 Slope: 0.0081

[Pb] Sample Concentration 0.203 mg/L

Mean: 0.0688
SD: 0.00022
%RSD: 0.31

Seq. No.	AS Loc:	Date:		
1		7/6/05		
Sample ID: Calib Blank				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			-0.0008	10:11:28
			-0.0011	10:11:30
			-0.0010	10:11:33
Auto-zero performed.				
Mean:			-0.0010	
SD:			0.00014	
%RSD:			14.37	
2		7/6/05		
Sample ID: Sample001				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			0.0013	10:11:52
			0.0015	10:11:55
			0.0004	10:11:57
Mean:			0.0011	
SD:			0.00057	
%RSD:			52.40	
3		7/6/05		
Sample ID: Calib Blank				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			-0.0006	10:12:10
			-0.0003	10:12:12
			-0.0001	10:12:15
Auto-zero performed.				
Mean:			-0.0003	
SD:			0.00026	
%RSD:			78.00	
4		7/6/05		
Sample ID: Sample002				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb	mg/L	mg/L	0.0027	10:12:33
	mg/L	mg/L	0.0021	10:12:35
	mg/L	mg/L	0.0020	10:12:38
Mean:	0.293mg/L	0.293mg/L	0.0023	
SD:	mg/L	mg/L	0.00041	
%RSD:			17.99	
5		7/6/05		
Sample ID: Add 1				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			0.0198	10:12:50
			0.0192	10:12:53
			0.0191	10:12:56
Addition number 1 applied. [2]				
Correlation Coefficient: 1.0000		Slope: 0.0085		
Mean:			0.0194	
SD:			0.00039	
%RSD:			2.02	
6		7/6/05		
Sample ID: Add 2				
Elem	SampleConc	StndConc	Blank Corr Signal	Time
Pb			0.0331	10:13:05
			0.0321	10:13:08
			0.0323	10:13:10

Addition number 2 applied. [4]

Pb

Correlation Coefficient: 0.9867

Slope: 0.0078

Mean:

0.0325

SD:

0.00052

%RSD:

1.59

Seq. No. 7

AS Loc:

Date: 7/6/05

Sample ID: Add 3

Elem

SampleConc

StdConc

Blank Corr Signal

Time

Pb

0.0491

10:13:20

0.0486

10:13:23

0.0486

10:13:25

Addition number 3 applied. [6]

Correlation Coefficient: 0.9967

Slope: 0.0078

Mean:

0.0488

SD:

0.00032

%RSD:

0.65

Seq. No. 8

AS Loc:

Date: 7/6/05

Sample ID: Add 4

Elem

SampleConc

StdConc

Blank Corr Signal

Time

Pb

0.0634

10:13:36

0.0645

10:13:39

0.0663

10:13:41

Addition number 4 applied. [8]

Correlation Coefficient: 0.9986

Slope: 0.0078

[Pb] Sample Concentration 0.293 mg/L

Mean:

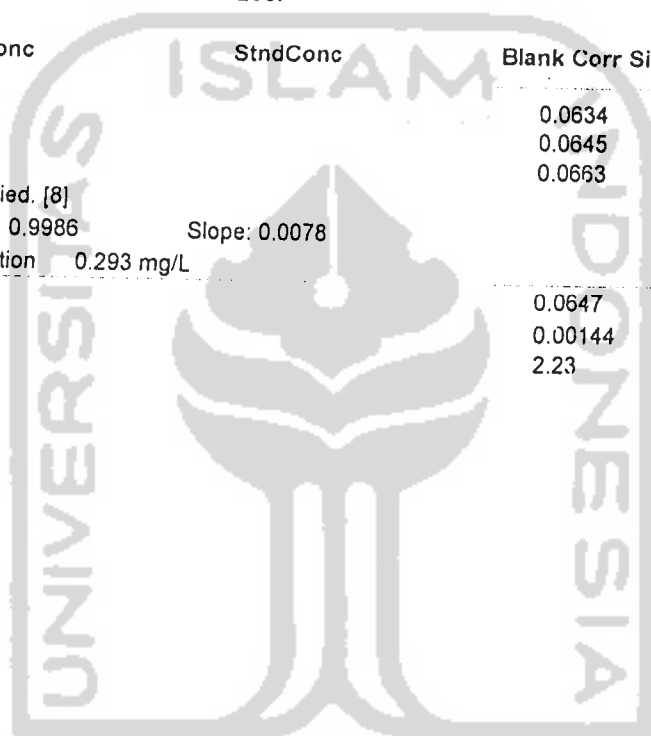
0.0647

SD:

0.00144

%RSD:

2.23



UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA