

Efek Destruksi Terhadap Penentuan Kadar Cu(II) Dalam Air Sumur, Air Laut Dan Air Limbah Pelapisan Krom Menggunakan AAS

Murtini^{*)}, Dra. Rum Hastuti, M.Si^{*)}, Drs. Gunawan, M.Si^{*)}

^{*)}Lab. Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Diponegoro Semarang

Abstrak

Telah dilakukan uji terhadap efek destruksi pada penetapan kadar Cu(II) dalam sampel air sumur, air laut dan air limbah pelapisan krom dengan menggunakan AAS. Uji dilakukan menggunakan 8 metode dengan perlakuan awal destruksi dan tanpa destruksi, dengan penambahan dan tanpa penambahan larutan standar Cu²⁺. Sampel didestruksi dengan HNO₃ 1% kemudian dididihkan sampai volume sampel 10 mL. Pengenceran sampel pada perlakuan awal dilakukan dengan HNO₃ 1% dan H₂O.

Konsentrasi larutan standar Cu²⁺ yang ditambahkan 100 mg/L sebanyak 15 mL. Kandungan tembaga setelah perlakuan di analisis menggunakan spektrofotometri serapan atom nyala (AAS). Dari penelitian yang telah dilakukan diketahui bahwa sampel air sumur, air laut dan air limbah pelapisan krom dengan destruksi memberikan hasil konsentrasi Cu (mg/L) lebih tinggi dibandingkan sampel tanpa destruksi. Hasil menunjukkan perbedaan secara signifikan kecuali pada sampel dengan penambahan larutan standar Cu²⁺. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa sampel yang didestruksi memberikan hasil yang lebih baik dibanding tanpa destruksi.

Kata Kunci: Tembaga, Destruksi, AAS, HNO₃.

The Effect Destruction Toward The Determination Of Degree In Ground Water, Sea Water, And Coating Chromium Waste Water Using AAS

Abstrack

The destruction effect on determining of Cu(II) in sample of ground water, sea water, and coating chromium waste water had been done with AAS, using eight (8) methods with early treatment by destruction and without destruction, with added and without added Cu²⁺ standard solution. Sample was destructed with HNO₃ 1% then boiled until the sample volume about 10 mL. Diluted sample of early treatment was done by HNO₃ 1% and H₂O. Whereas, concentration of Cu²⁺ that was added about 100 mg/L and 15 mL. The copper content after treatment are analyzed by atomic absorption spectrophotometry (AAS). The result of three samples showed that, destruction affected the influence in determining of copper with difference of research accuracy in samples which more diluted by H₂O and HNO₃, the result of variation were 6%; 0,93% and 1,5% for the former and 2%; 2,8% and 2,2% for the latter.

Keywords: Cooper, Destruction, AAS, HNO₃.

PENDAHULUAN

Sekitar 70% permukaan bumi diselubungi oleh air. Oleh karena itu, air dapat dikatakan sebagai bagian yang esensial dari sistem kehidupan (Manahan, 1994). Air mempunyai kemampuan yang besar untuk melarutkan bermacam-macam zat, baik yang berupa gas, cairan, maupun padatan. Adanya bahan-bahan yang tidak bermanfaat akan dapat mengakibatkan penurunan kualitas air (Cahyadi, 2000).

Penurunan kualitas air ini diakibatkan oleh adanya zat pencemar, baik berupa

komponen organik maupun anorganik. Komponen anorganik diantaranya adalah logam berat yang berbahaya. Beberapa logam berat yang berbahaya dan sering mencemari lingkungan terutama adalah merkuri (Hg), timbal/timah hitam (Pb), arsen (As), tembaga (Cu), kadmium (Cd), khrom (Cr), dan nikel (Ni). Logam-logam berat tersebut diketahui dapat mengumpul di dalam tubuh organisme, dan tetap tinggal dalam tubuh dalam jangka waktu yang lama sebagai racun yang terakumulasi (Fardiaz, 1992; Palar, 1994).

Pada penelitian sebelumnya, telah dilakukan uji validasi untuk penentuan tembaga pada buah pare (Pujiastuti, 2003) dan sayur kangkung (Waluyadi, 1999) dengan menggunakan metode destruksi basah dan kering secara spektrofotometri serapan atom nyala. Dari penelitian Pujiastuti (2003), menunjukkan bahwa dengan menggunakan destruksi basah dan kering tidak berbeda secara nyata terhadap penentuan tembaga dan seng dalam buah pare. Sedangkan pada penelitian Waluyadi (1999), metode destruksi basah dan kering cukup baik untuk penentuan unsur besi, sedangkan destruksi kering lebih baik untuk penentuan unsur seng.

Pada penelitian ini akan dilakukan uji efek destruksi terhadap penentuan kadar Cu(II) pada sampel air sumur, air laut dan air limbah pelapisan krom yang berasal dari air sumur penduduk tembalang, air laut dari pelabuhan Tanjung Mas dan air limbah pelapisan krom dari daerah Banget Ayu dengan menggunakan AAS. Kandungan matriks atau ion-ion lain dapat mengganggu proses analisis logam berat dengan spektroskopi serapan atom. Hal ini mengakibatkan akurasi hasil analisis menjadi rendah. Oleh karena itu sebelum analisis dilakukan destruksi untuk menghilangkan/memisahkan kandungan ion lain, dengan perlakuan awal diharapkan kesalahan pada saat analisis dapat ditekan seminimal mungkin.

Metode perlakuan awal yang digunakan adalah metode destruksi yaitu dengan memutuskan ikatan unsur logam dengan komponen lain dalam matriks sehingga unsur tersebut berada dalam keadaan bebas kemudian dianalisis menggunakan AAS karena pengerjaannya cepat, sensitif, spesifik untuk unsur yang ditentukan, dan dapat digunakan untuk penentuan kadar unsur yang konsentrasinya sangat kecil tanpa harus dipisahkan terlebih dahulu, data yang dihasilkan kemudian dibandingkan dengan metode tanpa destruksi.

BAHAN DAN CARA KERJA

Bahan. sampel air sumur, sampel air laut, sampel air limbah pelapisan krom, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ a, HNO_3 65 % p. a, Akuades..

Alat. Beker gelas, gelas ukur, labu takar, Erlenmeyer, botol reagen, pipet ukur, karet penghisap, neraca analitis *Metler AT 200*, pemanas listrik, botol semprot, pipet tetes, corong, botol film, AAS *Perkin Elmer 3110*.

Cara Kerja

1. Preparasi Larutan Sampel

Semua sampel setelah diambil dari lokasi yang telah ditentukan, sebelum dimasukkan dalam botol penyimpanan disaring terlebih dahulu untuk menghilangkan pengotor yang berupa padatan.

Lokasi pengambilan sampel:

- Sampel air laut diambil dari daerah pelabuhan Tanjung Mas Semarang.
- Sampel air sumur diambil di sumur penduduk kecamatan Tembalang.
- Sampel air limbah pelapisan krom diambil dari Industri pelapisan krom di Banget Ayu.

1.1 Perlakuan Awal Sampel

Setiap langkah pada perlakuan analisis sampel (air sumur, air laut dan air limbah pelapisan krom) disiapkan seri a (destruksi) dan b (tanpa destruksi).

1.1.1 Tanpa Penambahan Larutan Standar Cu^{2+}

a. Destruksi

- Pengenceran dengan HNO_3 1%

Sampel sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer lalu ditambahkan 5 mL HNO_3 1%, campuran diaduk hingga homogen, kemudian dididihkan hingga campuran tinggal 10 mL. Larutan hasil destruksi didinginkan kemudian ditempatkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan HNO_3 1% sampai tanda batas.

- Pengenceran dengan Akuades

Sampel sebanyak 100 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer lalu ditambahkan 5 mL HNO_3 1%, campuran diaduk hingga homogen, kemudian dididihkan hingga campuran tinggal 10 mL. Larutan hasil destruksi didinginkan kemudian ditempatkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

b. Tanpa Destruksi

- Pengenceran dengan HNO_3 1%

Sebanyak 50 mL sampel dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan larutan HNO_3 1% sampai tanda batas.

- Pengenceran dengan Akuades

Sebanyak 50 mL sampel dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL terpisah, kemudian ditambah akuades sampai tanda batas.

1.1.2 Dengan Penambahan Larutan Standar Cu^{2+}

a. Destruksi

- Pengenceran dengan HNO_3 1%

Sampel sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu ditambahkan larutan standar Cu^{2+} 100 mg/L sebanyak 15 mL kemudian ditambah HNO_3 1% sampai tanda batas. Campuran digojog hingga homogen, kemudian ditempatkan dalam erlenmeyer dan dipanaskan sampai mendidih hingga campuran tinggal 10 mL. Larutan hasil destruksi didinginkan kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan HNO_3 1% sampai tanda batas.

- Pengenceran dengan Akuades

Sebanyak 50 mL sampel dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu ditambahkan larutan standar Cu^{2+} 100 mg/L sebanyak 15 mL kemudian ditambah HNO_3 1% sampai tanda batas. Campuran digojog hingga homogen, kemudian ditempatkan dalam erlenmeyer dan dipanaskan sampai mendidih hingga campuran tinggal 10 mL. Larutan hasil destruksi didinginkan kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

b. Tanpa Destruksi

-Pengenceran dengan HNO_3 1%

Sebanyak 50 mL sampel dimasukkan ke dalam 2 labu ukur 100 mL secara terpisah, lalu ditambahkan 15 mL larutan standar Cu^{2+} 100 mg/L kemudian ditambah HNO_3 1 % sampai tanda batas.

-Pengenceran dengan Akuades

Sebanyak 50 mL sampel dimasukkan ke dalam 2 labu ukur 100 mL secara terpisah, lalu ditambahkan 15 mL larutan standar Cu^{2+} 100 mg/L kemudian ditambah akuades sampai tanda batas.

2. Pembuatan Larutan Standar Cu^{2+} 100 mg/L Sebanyak 0,15 gram $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ dimasukkan dalam labu ukur 500 mL, kemudian diencerkan dengan menggunakan akuades sampai tanda batas.

3. Pembuatan Larutan HNO_3 1%

Sebanyak 15,38 mL HNO_3 65 % ditempatkan dalam labu ukur 1000 mL, kemudian diencerkan dengan menggunakan akuades sampai tanda batas.

4. Penentuan Absorbansi Cu

Larutan hasil yang diperoleh ditentukan absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom, pengukuran Cu dilakukan pada panjang gelombang 324,8 nm. Pada sampel tanpa destruksi, absorbansi yang dihasilkan dikalikan dua.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Destruksi merupakan salah satu proses pemutusan ikatan organologam menjadi ion anorganik bebas. Proses destruksi dilakukan menggunakan erlenmeyer, karena dapat meminimalkan letupan-letupan yang terjadi pada saat proses pemanasan dan menahan kehilangan senyawa atau unsur akibat penguapan saat proses destruksi berlangsung. Unsur-unsur logam dalam sampel dapat dilepas ikatannya dengan cara destruksi menggunakan asam nitrat.

Dalam penelitian proses destruksi digunakan asam nitrat, hal ini dikarenakan dalam keadaan panas asam ini merupakan oksidator kuat yang dapat melarutkan hampir semua logam dan dapat mencegah pengendapan unsur. Dengan pemanasan hingga mendidih, proses destruksi akan lebih cepat berlangsung. Pemanasan dilakukan hingga larutan kira-kira tinggal 10 mL.

Larutan hasil yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom nyala pada panjang gelombang 324,8 nm. Metode ini dipilih untuk menentukan kadar tembaga dalam sampel (air sumur, air laut dan air limbah pelapisan krom) yang cukup kompleks..

Hasil analisis konsentrasi rata-rata Cu (mg/L) pada berbagai perlakuan sampel menggunakan spektrofotometer serapan atom nyala ditunjukkan pada tabel 4.1

Tabel 4.1 Hasil analisis konsentrasi rata-rata Cu^{2+} (mg/L) pada sampel menggunakan AAS pada panjang gelombang 324,8 nm dengan pengenceran menggunakan H_2O

Sampel	Tanpa Destruksi		Dengan Destruksi	
	Tanpa Cu^{2+}	Dengan Cu^{2+}	Tanpa Cu^{2+}	Dengan Cu^{2+}
Air Sumur	0,00	14,77	0,22	13,90
Air Laut	0,00	14,26	0,18	14,39
Air Limbah Pelapisan Krom	0,51	14,73	0,79	14,50

Tabel 4.2 Hasil analisis konsentrasi rata-rata Cu^{2+} (mg/L) pada sampel menggunakan AAS pada panjang gelombang 324,8 nm dengan pengenceran menggunakan HNO_3

Sampel	Tanpa Destruksi		Dengan Destruksi	
	Tanpa Cu^{2+}	Dengan Cu^{2+}	Tanpa Cu^{2+}	Dengan Cu^{2+}
Air Sumur	0,00	14,58	0,15	14,29
Air Laut	0,30	14,97	0,31	14,55
Air Limbah Pelapisan Krom	1,52	14,98	1,78	14,65

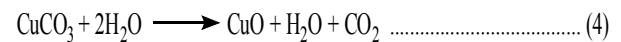
Catatan: Penambahan larutan standar Cu^{2+} 100 mg/L sebanyak 15 mL. Konsentrasi larutan standar yang disiapkan pada pengamatan dengan AAS yaitu sebesar 15 mg/L.

Dari tabel 4.1 terlihat bahwa, tanpa penambahan larutan standar baik tanpa destruksi maupun dengan destruksi teramati, kandungan tembaga pada air limbah pelapisan krom paling besar. Pada air sumur dan air laut tanpa penambahan larutan standar Cu^{2+} terbaca

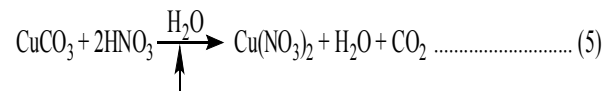
noI, ini disebabkan karena kandungan tembaga pada sampel sangat kecil dengan pengenceran H_2O akan semakin kecil sehingga tidak terbaca. Sedang pada perlakuan destruksi dan tanpa destruksi penambahan larutan standar Cu^{2+} ketiga sampel memberikan data pengamatan. Pada penambahan larutan standar Cu^{2+} memberikan data yang mendekati konsentrasi tembaga yang ditambahkan. Meskipun pada air limbah pelapisan krom tanpa perlakuan destruksi data yang ditunjukkan lebih kecil dari air sumur.

Keberadaan Cu dalam ketiga sampel sebagai senyawa organologam, pada pengenceran dengan H_2O dapat dinyatakan sebagai berikut, dengan asumsi tembaga organologam dituliskan sebagai CuCO_3 yang berada dalam larutan berair.

Tanpa destruksi:



Dengan destruksi:

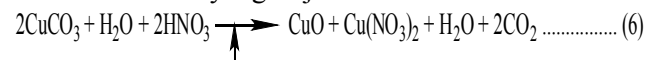


(Shevla, 1990)

Dari data dengan perlakuan awal destruksi tanpa penambahan larutan Cu^{2+} standar ketiga sampel memberikan data pengamatan dengan kandungan tembaga paling besar pada air limbah pelapisan krom, sedang dengan perlakuan awal dan dengan penambahan larutan standar Cu^{2+} data yang terbaca dari ketiga sampel sama mendekati konsentrasi larutan standar yang ditambahkan.

Dari tabel 4.2, ketiga sampel tanpa perlakuan awal destruksi dengan pengenceran HNO_3 , kandungan tembaga pada air sumur tetap tidak terbaca. Kandungan tembaga terbaca pada air laut dan air limbah pelapisan krom, dan pada penambahan larutan standar ketiga sampel kandungan tembaga semuanya terbaca dan mendekati konsentrasi larutan standar yang ditambahkan.

Perkiraan reaksi yang terjadi:

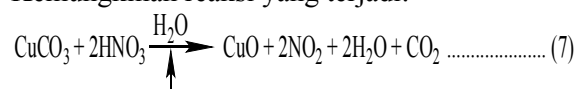


Dalam larutan berair

(Shevla, 1990)

Pengamatan pada perlakuan awal dengan pengenceran HNO₃ dari ketiga sampel, baik yang tanpa maupun dengan penambahan larutan standar semua memberikan data pengamatan. Pada penambahan larutan standar, ketiga sampel data yang ditunjukkan mendekati konsentrasi larutan standar yang ditambahkan, tetapi dengan destruksi hasilnya lebih kecil dibanding tanpa perlakuan destruksi.

Kemungkinan reaksi yang terjadi:



(Shevla, 1990)

Tabel 4.1 dan 4.2 pada penambahan larutan standar Cu²⁺ tanpa destruksi memberikan data pengamatan lebih besar dibanding dengan yang destruksi. Hal ini terjadi karena baik Cu-organologam (CuCO₃ dan Cu(NO₃)₂ sebagai larutan standar yang ditambahkan pada saat destruksi suhu tinggi akan mengalami perubahan menjadi CuO yang stabil dan NO₂. CuO yang stabil sulit untuk teratomisasi pada waktu dianalisis dengan AAS, maka dengan destruksi memberikan hasil pengamatan lebih kecil dibanding tanpa destruksi.

Asam nitrat mempunyai sifat sebagai oksidator kuat, dengan pemanasan pada proses destruksi akan mempercepat pemutusan ikatan Cu-organologam menjadi Cu-anorganik.

Dari data tabel 4.1 dan 4.2 dilakukan perbandingan persentase (%) tingkat ketelitian analisis terhadap larutan standar yang ditambahkan pada masing-masing pengenceran, yang ditunjukkan pada tabel 4.3 dan 4.4

Tabel 4.3 Tabel tingkat persentase ketelitian penentuan kandungan Cu pada sampel dengan pengenceran menggunakan H₂O.

Sampel	Tnp Destruksi	% ketelitian	Dg Destruksi	% ketelitian	Δ % ketelitian
	mg/L Cu ²⁺		mg/L Cu ²⁺		
Air Sumur	14,58	97%	14,29	95%	2,9%
Air Laut	14,97	99,8%	14,55	97%	2,8%
Air Limbah Pelapisan Krom	14,98	99,8%	14,65	97,7 %	2,2%

Tabel 4.4 Tabel tingkat persentase ketelitian penentuan kandungan Cu pada sampel dengan pengenceran menggunakan HNO₃

Sampel	Tnp Destruksi	% ketelitian	Dg Destruksi	% ketelitian	Δ % ketelitian
	mg/L Cu ²⁺		mg/L Cu ²⁺		
Air Sumur	14,77	98%	13,90	92%	6%
Air Laut	14,26	95%	14,39	95,9%	0,9%
Air Limbah Pelapisan Krom	14,73	98%	14,5	96,7%	1,3%

KESIMPULAN

Destruksi memberikan hasil yang lebih baik dibanding tanpa destruksi, kecuali pada sampel dengan penambahan larutan standar. Destruksi diperlukan untuk analisis dengan menggunakan AAS..

UCAPAN TERIMA KASIH

1. Ibu Dra. Rum Hastuti, M.Si. selaku Pembimbing I yang telah memberikan dukungan dan nasehat kepada penulis selama penelitian dan penulisan.
2. Bapak Drs. Gunawan, M.Si. selaku Pembimbing II yang telah banyak memberikan dukungan dan nasehat kepada penulis selama penelitian dan penulisan.

DAFTAR PUSTAKA

- Achmad, Rukaesih., 2004, *Kimia Lingkungan*, ANDI Offset, Yogyakarta.
- Anderson, R., 1987, *Sample Pretreatment and Separation*, John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Anonim., 1997, *Detailed Compositon of Seawater*, ozreef.org.
- Anonim., 2003, *Pengelolaan Limbah Usaha Kecil*, Minggu, 13 April 2008 <http://www.menlh.go.id/usaha-kecil/>
- American Public Health Association, Water Enviromental Federation, American Water Works Association., 1998, *Standard Method for the Exmination of Water and Wastewater*, 19th edition, American Public Health Association, Washington DC.
- Cahyadi, A. G., 2000, *Bioavailability dan Spesiasi Logam Pb dan Cu pada Sedimen di Pelabuhan Benoa*, Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA UNUD, Denpasar.
- Fardiaz, S., 1991, *Polusi Air dan Udara*, Penerbit Kanisius, Yogyakarta.
- Groos, G. M., 1990, *Oceanography A View of the Earth*, Pretince Hall, Englewood Cliffs, New Jersey.
- Hendayana, S., 1994, *Kimia Analitik Instrumen*, edisi 1, IKIP Semarang Press, Semarang..
- Hoenig, M., De Borger, R., 1983, *Particular Problems Encountered in Trace de Metal Analysis of Plant Material by Atomic Absorption Spectrometry*. Spectrochimica Acta.
- Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor: KEP51/MENLH/10/1995.*
<http://www.bapedal.go.id/kepmen>.
- Khopkar, S. M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI Press, Jakarta.
- La Grega., 2001, *Hazardous Waste Management 2nd ed*, McGraw-Hill Publication Co.
- Manahan, S. E., 1994, *Environmental Chemistry*, Sixth Edition, Lewis Publishers, United State of America.
- Meltcalfe, E., 1991 *Atomic Absorption and Emission Spectroscopy-Analytical Chemistry by Opening Learning*, John Wiley & Sons, London.
- Palar, H.,1994, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Penerbit Rineka Cipta, Jakarta.
- Pujiastuti L., 2003, *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering pada Penentuan Tembaga dan Seng dalam Buah Pare secara Spektrofotometri Serapan Atom nyala*, Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA UNDIP, Semarang.
- Raimon., 1993, *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering secara Spektrofotometri Serapan Atom*, Santika, Yogyakarta.
- Shevla., 1990, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, Edisi ke-1, Jilid II, PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta.
- Sumardi., 2001, *Makalah Penggunaan Cara Ekstrak Pelarut dalam Penentuan Logam-Logam Berkonsentrasi Rendah dalam Air*, Pusat Penelitian Kimia, LIPI, Bandung.
- Underwood, A.L. dan R. A. Day, Jr., 1998, *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi Keenam, Erlangga, Jakarta, 391- 393.
- Waluyadi, T., 1999, *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering untuk Penentuan Besi dan Seng dalam Daun Kangkung secara FAAS*, Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA UNDIP, Semarang.