



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

PENENTUAN TIMAH SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM TUNGKU GRAFIT

SKRIPSI



**PUTRI YUNITA
06932002**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ANDALAS
PADANG 2011**

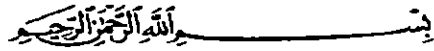
Ketika semua ini terangkum dalam suatu kalimat, hanya ucapan terimakasih atas semua pencapaian ini, karena tidak mudah untuk hal tersebut menjadi terukur, lisan menjadi tulisan, sehingga melahitkan suatu karya, hasil seperti ini.

Membuat sesuatu menjadi nyata, mungkin dahulu hanya berupa impian, mimpi yang tak bisa berhenti. Dengan hadirnya suatu hasil, hasil pencapaian diri dengan sedikit pengorbanan, pengharapan, maka apa yang didapatkan merupakan hasil tuhan yang tak pernah berhenti dicurahkan.

Jangan biarkan semuanya berlalu, tanpa arti, dan hilang ditiup angin. Fenomena yang muncul secara perlahan, menumpukannya dalam bentuk tulisan, tak ada salahnya kita membuat sesuatu yang berbeda. Membuat sesuatu menjadi berarti, karena kita mengetahui akan pentingnya memahami, lebih mengerti akan semua persoalan yang muncul dalam bentuk ide dan kreatifitas. Kadang semuanya muncul secara bersamaan, baik ide ataupun kreatifitas, tergantung tinta mana yang akan kita goreskan terlebih dahulu. Sehingga tidak membiarkan semuanya berlalu tanpa arti.

Namun, adakalanya titik hitam dalam kehidupan mewarnai langkah kita, dengan menanamkan sedikit keyakinan yang dalam, semua itu akan menjadi suatu titik pengharapan. Tapi apakah kita bisa mengubah suatu fenomena kehidupan seperti menantang arus, dan semua itu tergantung seberapa besar gaya yang kita berikan.

KATA PENGANTAR



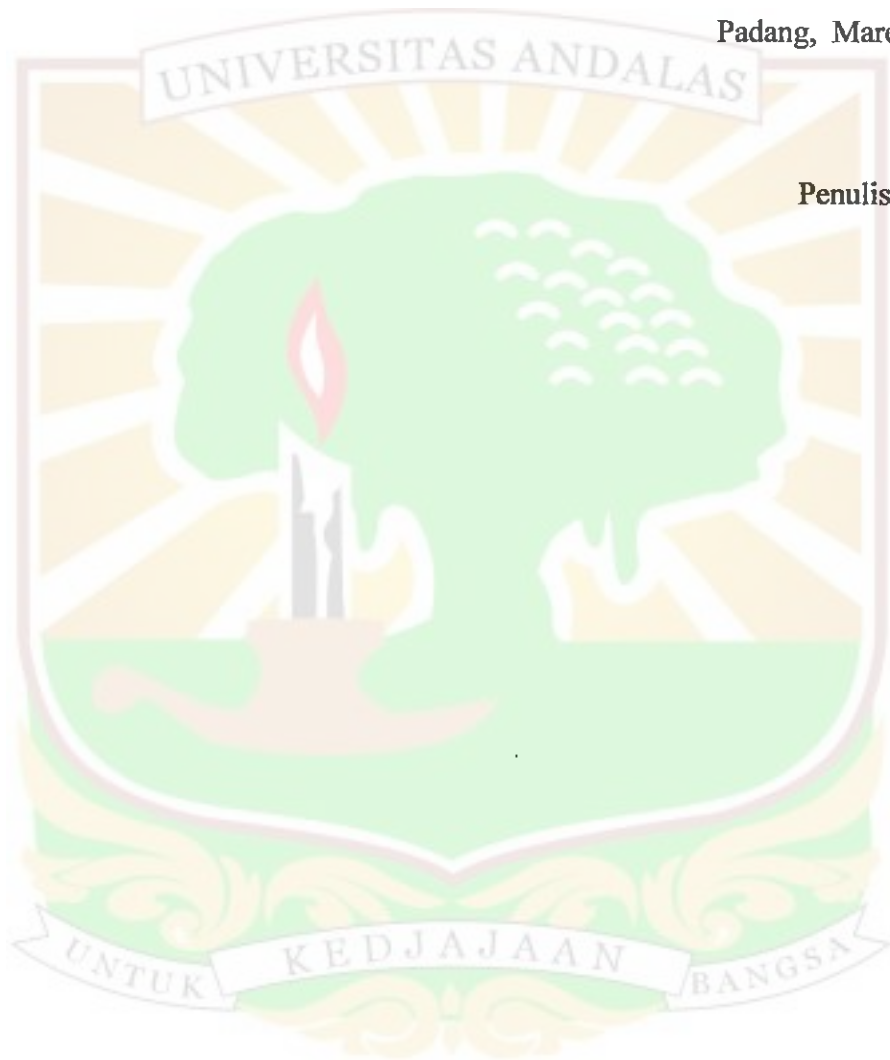
Alhamdulillahrabbi'l'alam, puji syukur kehadirat Allah SWT dan shalawat beriring salam untuk Nabi Muhammad SAW yang telah memberikan rahmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **Penentuan Timah Secara Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Grafit**. Skripsi ini ditulis sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang.

Dalam penulisan skripsi ini, penulis banyak mendapat bantuan, dorongan, dan saran dari berbagai pihak. Dengan ketabahan dan penuh keyakinan, akhirnya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Kedua orang tua yang senantiasa memberikan doa dan dukungan dalam berbagai aspek serta kakak-kakak yang selalu memberikan semangat sehingga penulis dapat menyelesaikan makalah ini.
2. Pembimbing I dan II, Prof.Dr. Hamzar Suyani,M.Sc, dan Deswati,MS yang telah memberikan ilmu serta saran yang tidak ternilai harganya, sehingga penelitian ini berjalan lancar dan sesuai dengan yang diharapkan.
3. Ketua Jurusan Kimia, Dr. Adlis Santoni.
4. Pembimbing Akademik, Drs. Zulfarman, MS yang selalu memberikan saran serta motivasi kepada penulis selama menuntut ilmu di universitas ini.
5. Dosen-dosen yang telah memberikan bantuan kepada penulis selama melakukan penelitian.
6. Rekan-rekan Lab. Analisa Terapan yang selalu senantiasa menemani dalam suka dan duka.
7. Rekan-rekan Kimia 2006, tanpa terkecuali, serta nama-nama yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Penulis menyadari tidak ada manusia yang sempurna, sekalipun penulis telah berupaya yang terbaik. Kritikan yang sehat dan membangun sangat penulis harapkan untuk meningkatkan kesempurnaan skripsi ini. Semoga dapat bermanfaat bagi kita semua demi meningkatkan khasanah ilmu pengetahuan, *amiin*.

Padang, Maret 2011



ABSTRAK

PENENTUAN TIMAH SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM TUNGKU GRAFIT

Oleh:

Putri Yunita

*Sarjana Sains di bidang Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Andalas*

Dibimbing oleh : Prof. Dr. Hamzar Suyani, M.Sc dan Deswati, MS

Penelitian mengenai penentuan timah secara spektrofotometri serapan atom tungku grafit dan aplikasinya terhadap air telah dilakukan. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui ketelitian dan ketepatan metode spektrofotometri serapan atom tungku grafit, serta mengetahui kadar timah dalam sampel air. Ketelitian metode (standar deviasi relatif) dengan pengulangan pengukuran larutan standar timah 300 $\mu\text{g/L}$ sebanyak 7 kali ($n = 7$) adalah 4,29 %. Ketepatan metode spektrofotometri serapan atom tungku grafit (perolehan kembali) dilakukan dengan penambahan larutan standar timah 1000 $\mu\text{g/L}$ sebanyak 1 mL, 2 mL dan 3 mL kedalam larutan sampel didapatkan perolehan kembali berturut-turut adalah 81,83 %, 76,85 % dan 86,72 %. Kelinearan kurva kalibrasi pada pengukuran deret larutan standar ditandai dengan koefisien determinasi (r^2) sebesar 0,9870. Kadar timah dalam air untuk sampel adalah 6,6 $\mu\text{g/L}$, 10,6 $\mu\text{g/L}$ dan 16,8 $\mu\text{g/L}$.

ABSTRACT

DETERMINATION OF TIN BY GRAPHITE FURNACE ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY

By :

Putri Yunita

*Bachelor of Science Chemistry Faculty of Mathematic and Natural Science
Andalas University*

Advised by: Prof. Dr. Hamzar Suyani, M.Sc dan Deswati, MS

The research about determination of tin by graphite furnace atomic absorption spectrophotometry and its application to water have been done. The aim of this research is to know the precision and the accurateness of graphite furnace atomic adsorption spectrophotometry method, and to measure the content of tin in water sample. The precision of method (relative deviation standard) by the seven times repetition of measurement from the 300 $\mu\text{g/L}$ of tin standard solution is 4,29 %. The precision of graphite furnace atomic absorption spectrophotometry method is done by adding the 1, 2, and 3 mL of 1000 $\mu\text{g/L}$ of tin standard solution to the sample solution and result 81,83 %, 76,85 % and 86,72 % of precision. The linearity of calibration curve in the determination of standard solution is marked by the determination coefficient (r^2) as 0,9870. The content of tin in water sample is 6,6 $\mu\text{g/L}$, 10,6 $\mu\text{g/L}$ and 16,8 $\mu\text{g/L}$.

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Timah	4
2.2 Timah dalam Air	4
2.3 Efek Timah Terhadap Manusia	4
2.4 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	5
2.5 Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Grafit (GFAAS)	6
2.5.1 Sistem Peralatan GFAAS	6
2.5.1.1 Sumber Sinar	7
2.5.1.2 Pengatoman	7
2.5.1.3 Monokromator	10
2.5.1.4 Detektor	10
2.5.2 Gangguan Pada Tungku Grafit	11

2.5.2.1 Atomisasi <i>Platform</i>	11
2.5.2.2 Koreksi Latar Belakang	12
2.5.3 Keuntungan Atomisasi Tungku Grafit	12
2.5.4 Batasan Atomisasi Tungku Grafit	12

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	13
3.2 Alat dan Bahan	13
3.2.1 Peralatan	13
3.2.2 Bahan	13
3.3 Prosedur Kerja	13
3.3.1 Persiapan Larutan Standar	13
3.3.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar.....	14
3.3.3 Program Suhu	14
3.3.4 Pengambilan Sampel.....	15
3.3.5 Penentuan Standar Deviasi relatif	15
3.3.6 Penentuan Perolehan Kembali	15

IV. HASIL DAN DISKUSI

4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timah	16
4.2 Standar Deviasi Relatif	17
4.3 Aplikasi Terhadap Sampel Air	18
4.4 Perolehan Kembali	19

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan	20
5.2 Saran.....	20

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Diagram Komponen dari Spektrofotometer Serapan Atom Tungku Grafit.....	6
Gambar 2.	Bentuk Lampu Katoda Berongga.....	7
Gambar 3.	Tungku Grafit.....	8
Gambar 4.	Kurva Pemrograman Temperatur.....	9
Gambar 5.	Sinar Masuk Pada Monokromator.....	10
Gambar 6.	Tabung Detektor Penguandaan Foton.....	10
Gambar 7.	Skema Penghamburan Fotoelektron Pada Dinoda.....	11
Gambar 8.	Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timah.....	16

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Program Suhu GFAAS untuk Timah.....	14
Tabel 2. Hasil Pengukuran Larutan Standar Timah (Sn) 300 µg/L.....	17
Tabel 3. Data Penentuan Timah dalam Sampel dengan GFAAS	18
Tabel 4. Hasil Perolehan Kembali Timah.....	19



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Penentuan Persamaan Regresi Larutan Standar Timah pada GFAAS.....	23
Lampiran 2. Penentuan Koefisien Korelasi (r) dan Koefisien Determinasi (r^2) larutan standar.....	24
Lampiran 3. Penentuan Standar Deviasi (SD) dan Standar Deviasi Relatif (SDR).....	25
Lampiran 4. Penentuan Konsentrasi Timah dalam Sampel Air dengan GFAAS.....	26
Lampiran 5. Penentuan Recovery Sampel dengan GFAAS.....	27
Lampiran 6. Gambar Alat.....	30
Lampiran 7. Baku Mutu Air Laut untuk Perairan Pelabuhan.....	32
Lampiran 8. Baku Mutu Air Laut untuk Biota Laut.....	33

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Timah (Sn) termasuk logam golongan IVA berwarna putih keperakan, mengkilap dengan titik leleh 232°C dan bilangan oksidasi +2 dan +4. Kelimpahan timah di alam tergolong rendah dan timah tidak terjadi secara alami, harus diambil dari senyawa dasarnya. Biasanya Kasiterit (SnO_2) merupakan satu-satunya sumber penting secara komersial. Penggunaan utama dari timah adalah untuk paduan solder pada aplikasi industri listrik/elektronik. Timah juga digunakan dalam kemasan makanan, cat antifouling pada lambung kapal, pengawetan kayu, dan fungisida untuk tanaman ^{1,2}.

Sumber utama penyerapan timah oleh manusia berasal dari makanan kalengan, kecuali pada kawasan industri yang tercemar, dimana konsentrasi timah dalam air dan udara cukup tinggi. Meningkatnya kadar timah pada air diakibatkan adanya aktivitas di laut yang berasal dari kapal-kapal. Sedangkan aktivitas di darat berasal dari limbah industri, pertanian, dan rumah tangga. Masuknya limbah tersebut dalam perairan umum dapat mengakibatkan terganggunya pertumbuhan dan perkembangan organisme air dan ikan yang terdapat didalamnya dan secara tidak langsung dapat berakibat buruk bagi manusia ^{3,4}.

Penentuan logam biasanya menggunakan metode spektrofotometri serapan atom, karena metode ini dapat digunakan untuk penentuan logam dalam konsentrasi rendah. Metoda ini berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom dalam keadaan tereksitasi. Pengatoman dapat dilakukan dengan menggunakan nyala dan tanpa nyala (tungku grafit). Proses atomisasi dengan nyala memiliki kekurangan yaitu banyaknya analit yang menguap sebelum terjadi atomisasi dan pada saat pengatoman atom-atom yang dihasilkan dapat lepas ke udara terbuka sehingga penyerapan sinar oleh atom semakin kecil. Batas deteksi AAS nyala yaitu pada tingkat ppm (10^{-6}). Sedangkan dengan menggunakan tanpa nyala (tungku grafit), analit yang telah di atomisasi ditahan di dalam tabung selama waktu yang ditentukan untuk menyerap sinar dari lampu katoda sehingga penyerapan lebih

sempurna. Batas deteksi tanpa nyala yaitu ppb (10^{-9}). Sehingga spektrofotometri serapan atom tungku grafit lebih sensitif dalam penentuan konsentrasi logam dibandingkan spektrofotometri serapan atom dengan menggunakan nyala ⁵.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui kandungan timah di beberapa perairan di kota Padang. Metode yang digunakan untuk penentuan kadar timah dalam perairan ini adalah spektrofotometri serapan atom tungku grafit. Metode spektrofotometri serapan atom tungku grafit didasarkan pada penyerapan radiasi optik oleh atom bebas dalam keadaan gas. Spektrofotometri serapan atom tungku grafit merupakan metode penentuan analisa sampel dalam konsentrasi runtu. Metode ini dipilih karena penggunaan volume sampel yang kecil, dapat menentukan banyak unsur runtu, serta mempunyai batas deteksi rendah sehingga membuat spektrofotometer serapan atom tungku grafit mempunyai sensitivitas tinggi ⁶.

Pada penelitian ini, dilakukan penentuan kandungan timah secara spektrofotometri serapan atom tungku grafit dalam beberapa perairan di kota Padang. Penentuan timah mencakup antara lain penentuan standar deviasi, standar deviasi relatif, koefisien korelasi, koefisien determinasi, kadar timah yang ada dalam perairan, serta ketepatan alat dengan menentukan nilai perolehan kembali dari hasil yang telah didapat dengan alat spektrofotometer serapan atom tungku grafit.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka diperlukan suatu metode yang mempunyai selektifitas dan sensitifitas yang tinggi untuk mengidentifikasi logam tersebut. Salah satu metode yang digunakan adalah Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Grafit.

Maka permasalahan yang ada yaitu:

1. Bagaimana ketelitian dan ketepatan metode Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Grafit serta kelinearan antara konsentrasi dengan absorban?

2. Berapa kadar timah yang terkandung dalam perairan Muara Padang, Teluk Bayur, dan Teluk Bungus ?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah diatas maka penelitian ini mempunyai tujuan:

1. Menentukan ketelitian dan ketepatan metode Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Grafit untuk penentuan timah dengan menghitung nilai Standar Deviasi (SD), Standar Deviasi Relatif (SDR) dan nilai perolehan kembali.
2. Untuk mengetahui kadar timah yang terkandung dalam perairan Muara Padang, Teluk Bayur, dan Teluk Bungus.

1.4 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai metode Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Grafit beserta penentuan timah dalam sampel air sehingga dapat dimanfaatkan bagi mahasiswa, masyarakat, maupun pihak lain yang menggunakan metode ini nantinya. Selain itu, diharapkan penelitian ini dapat membuka peluang penelitian lebih lanjut mengenai penentuan unsur lain dalam jenis sampel yang berbeda secara Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Grafit.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Timah

Logam Sn (Stannum) yang dikenal dengan timah (tin) termasuk logam golongan IVA, berwarna putih keperakan mempunyai berat jenis $7,3 \text{ g/cm}^3$ dengan nomor atom 50, titik leleh 232°C , titik didih $2260\text{-}2270^\circ\text{C}$. Timah tidak dapat larut pada air dingin maupun air panas. Tapi mudah larut pada pelarut HCl, H_2SO_4 , aqua regia dan HNO_3 ¹.

Senyawa timah digunakan dalam kemasan makanan, cat antifouling pada lambung kapal, pengawetan kayu, dan fungisida untuk tanaman. *Tinplate* secara umum digunakan dalam industri makanan agar memperoleh kemasan makanan yang kuat, sehingga meminimalisasi oksigen pada permukaan kaleng. Sterilisasi bahan makanan dalam keadaan tertutup rapat dapat mempengaruhi keamanan dan umur simpan makanan dengan sedikit atau tanpa pengawet ².

2.2 Timah dalam Air

Masuknya timah dalam perairan disebabkan karena adanya aktifitas kapal dalam perairan tersebut. Timah dalam senyawa organik yang dikenal dengan tributiltin (TBT) merupakan bahan aktif dari banyak produk yang bertindak sebagai biocides terhadap berbagai organisme. Hal ini terutama digunakan sebagai cat antifouling pada lambung kapal dan perahu, dermaga, jaring ikan dan pelampung untuk mencegah pertumbuhan organisme laut seperti teritip, bakteri, kerang dan ganggang. Senyawa ini secara perlahan dilepaskan dari cat di lambung kapal kedalam air untuk menghambat pertumbuhan dari berbagai organisme ke kapal. TBT tersebut dicampurkan kedalam cat, dan efektif selama lima sampai enam tahun ⁷.

Dalam perairan, kandungan timah berupa TBT telah ditentukan kadar maksimumnya oleh Surat Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup tahun

2004 yaitu sebesar 0,01 $\mu\text{g/L}$ untuk baku mutu air laut untuk perairan pelabuhan dan baku mutu air laut untuk biota laut.

2.3 Efek Timah Terhadap Manusia

Keracunan yang disebabkan oleh timah dapat dilihat dengan adanya gejala-gejala seperti mual, muntah, iritasi lambung dan kembung. Pada beberapa kasus iritasi lambung dan muntah pada manusia rata-rata disebabkan karena telah mengkonsumsi makanan atau minuman kaleng, terutama produk buah-buahan kaleng yang mengandung timah dengan kadar tinggi. Penggunaan *tinplate* dalam industri makanan dan minuman kemasan dapat mengakibatkan timah terlarut dalam kandungan makanan. Makanan, khususnya makanan kaleng merupakan sumber utama dari penyerapan timah oleh manusia. Tingkat maksimum timah dalam makanan dan minuman kaleng yang ditentukan oleh WHO adalah 250 $\mu\text{g/g}$ timah^{3,8}.

Makanan kaleng diketahui memiliki konsentrasi timah yang tinggi. Hal ini terutama pada bahan makanan yang bersifat asam, seperti saus tomat dalam kemasan kaleng dan jus buah. Timah dalam konsentrasi 0,1-1,0 g / L, dapat mempengaruhi rasa jus dan juga dapat menyebabkan diare².

2.4 Spektrofotometri Serapan Atom (AAS)

Spektrofotometri Serapan Atom (AAS) adalah suatu prosedur spektroanalitik untuk penentuan kuantitatif dari unsur yang mengalami penyerapan radiasi optik oleh atom bebas dalam keadaan gas. Spektrofotometri serapan atom telah menjadi teknik paling umum untuk menentukan unsur-unsur kecil, biasanya berupa logam. Perkembangan yang pesat pada teknik ini tidak hanya pada selektivitas dan sensitivitas AAS, tetapi juga ketepatan dan ketelitiannya⁶.

Tipe dari AAS dibagi menjadi 2 metode yaitu Metode emisi (Emisi Nyala, Fluoresensi atom) dan Metode Absorpsi (Absorpsi Nyala, AAS tanpa nyala). Metode spektrofotometri serapan atom tungku grafit termasuk metode AAS tanpa

nyala yang menggunakan lampu katoda berongga dan perlakuan sampelnya dipanaskan dalam tungku grafit⁵.

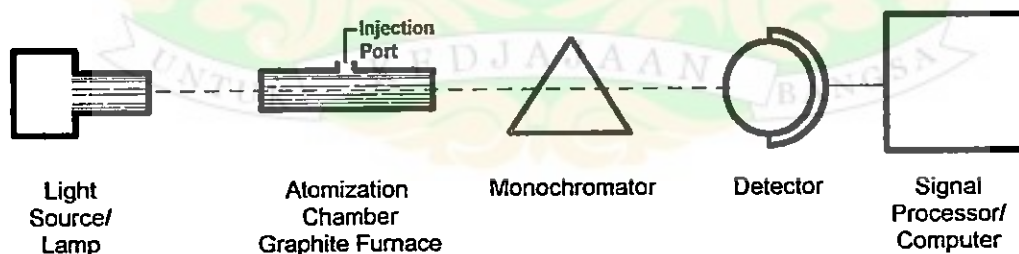
2.5 Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Grafit (GFAAS)

Spektrofotometri serapan atom tungku grafit sering dikenal dengan penguapan elektrotermal serapan atom yang pertama kali diperkenalkan oleh L'vov dan Massmann di Dortmund, yaitu memperkenalkan sistem pemanasan elektrotermal untuk menentukan unsur - unsur kecil dalam residu larutan dengan AAS awan uap (*vapor cloud*)⁹.

Pada spektrofotometri serapan atom tungku grafit sampel dimasukkan secara langsung ke dalam tabung grafit, kemudian dipanaskan pada tahap rangkaian terprogram hingga penghilangan pelarut dan komponen matriks utama dan sisa sampel diatomisasi. Semua analit diatomisasi kemudian atom ditahan dalam tabung untuk waktu yang telah ditentukan¹⁰.

2.5.1 Sistem Peralatan GFAAS

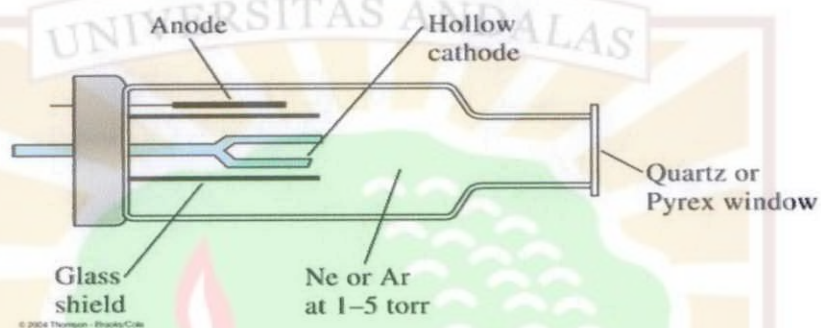
Pengukuran serapan atom membutuhkan sumber sinar, monokromator untuk memisahkan garis sinar, detektor untuk menentukan intensitas dari reaksi dan munculnya aliran foton dan pengatom untuk penguapan atom dari analit¹¹.



Gambar 1. Diagram komponen dari spektrofotometer serapan atom tungku grafit

2.5.1.1 Sumber sinar

Sumber sinar yang biasa digunakan pada AAS adalah HCL (Hollow Cathode Lamp). Lampu harus menghasilkan sinar dengan pita sempit serta intensitas tinggi, sekaligus mempunyai panjang gelombang yang persis sesuai dengan yang diserap oleh analit. Sumber sinar yang dapat memberikan garis emisi yang tajam dari suatu unsur spesifik dikenal dengan lampu pijar katoda berongga. Bentuk HCL seperti gelas silinder dengan jendela optik.



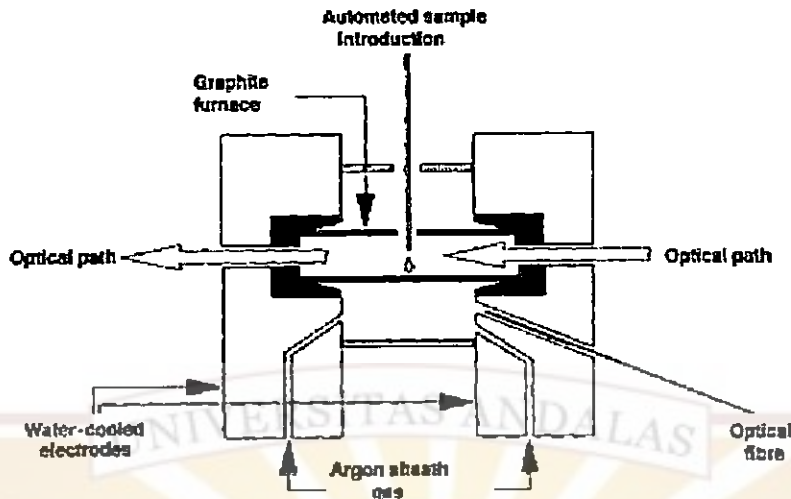
Gambar 2. Bentuk lampu katoda berongga¹¹

Lampu HCL secara potensial diberikan beberapa ratus tegangan dan arus dalam range 10-20 mA, atom gas yang mengalami ionisasi menyebabkan material dari permukaan katoda itu melompat keluar dan tereksitasi di dalam rongga katoda. Pengaturan arus lampu sangat penting, karena ketika arus meningkat maka lompatan dan eksitasi pada material katoda juga meningkat. Garis penyerapan resonansi oleh analit mengandung spektrum emisi dari bahan katoda¹¹.

2.5.1.2 Pengatom

Pada GFAAS, alat pengatom disebut dengan tungku grafit (Graphite Furnace). Alat tersebut dipanaskan dengan listrik untuk menghasilkan uap atom. Alat ini jauh lebih efisien daripada nyala (flame) dalam menghasilkan uap atom. Oleh sebab itu, teknik furnace hanya membutuhkan jumlah sampel dalam jumlah mikroliter.

Tabung grafit biasanya mempunyai dimensi panjang 20-30 mm dan diameter 5-10 mm dengan desain dari Massman. Tabung grafit diletakkan diantara dua elektroda, secara aksial segaris dengan sumber cahaya, sebagaimana diperlihatkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Tungku Grafit¹²

Tabung grafit dipanaskan dengan tegangan rendah (biasanya 10 V) dan arus tinggi (mencapai 500 A). Untuk ketelitian optimal, tegangan harus distabilkan dengan baik. Tungku pembakar dibersihkan dengan gas *inert*, biasanya nitrogen dan argon. Aliran gas yang menyapu ke dalam tabung dan keluar dari tengah lubang bertujuan untuk mengurangi penghamburan latar belakang. Aliran gas dihentikan selama atomisasi untuk mencegah pengenceran uap analit.

Pengatom didinginkan dengan air dengan tujuan untuk mempercepat kecepatan analisa. Tabung diletakkan di tempat tungku pembakar pada spektrometer serapan atom sehingga cahaya dapat melewati tabung tersebut. Sampel cair diletakkan di dalam tungku pembakar melalui lubang injeksi di bagian tengah. Tahap pemasukan sampel biasanya menjadi sumber utama ketidaktelitian dan bisa jadi merupakan sumber kontaminasi. Ketelitian dapat ditingkatkan jika digunakan tempat sampel otomatis.

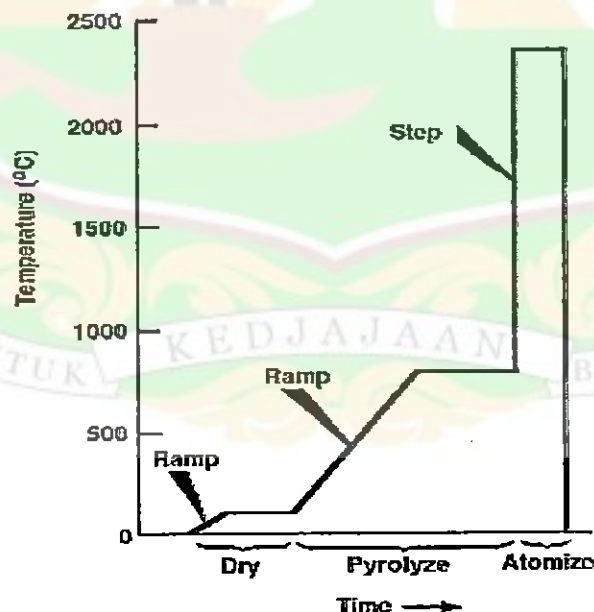
Atomisasi elektrotermal biasanya berlangsung dalam atmosfer inert dan didalam tabung grafit terdapat lima tahap pemrograman suhu, yaitu pengeringan, pengabuan, atomisasi, pembersihan, dan pendinginan. Kondisi waktu dan suhu setiap tahap tersebut tergantung pada analit dan sampel.

Pada tahap pengeringan, sampel dikeringkan pada suhu rendah untuk menghindari pemercikkan sampel. Untuk larutan berair, proses ini berlangsung pada suhu 100°C. Selama proses pengeringan, gas mengalir untuk membersihkan pelarut dari tabung.

Tujuan tahap pengabuan adalah untuk menguapkan komponen matriks organik dan anorganik secara selektif dari sampel, menyisakan unsur analit dengan matriks yang tidak kompleks untuk analisis. Batas suhu tertinggi untuk tahap ini merupakan suhu tertinggi yang tidak menyebabkan kehilangan analit. Tahap pengabuan dilakukan pada suhu antara 100°C sampai 1800°C dengan rentang waktu dari 30 detik sampai beberapa menit, tergantung sifat dari analit. Gas dalam mengalir untuk menghilangkan material matriks yang telah menguap.

Tujuan tahap atomisasi adalah untuk menghasilkan uap atom analit, sehingga membolehkan absorpsi atom diukur. Tahap atomisasi terjadi dengan sangat cepat, yaitu 5 sampai 10 detik pada suhu antara 1800°C dan 2600°C. Selama atomisasi, aliran gas dalam dihentikan, dengan tujuan meningkatkan waktu tinggal uap atom dalam tabung.

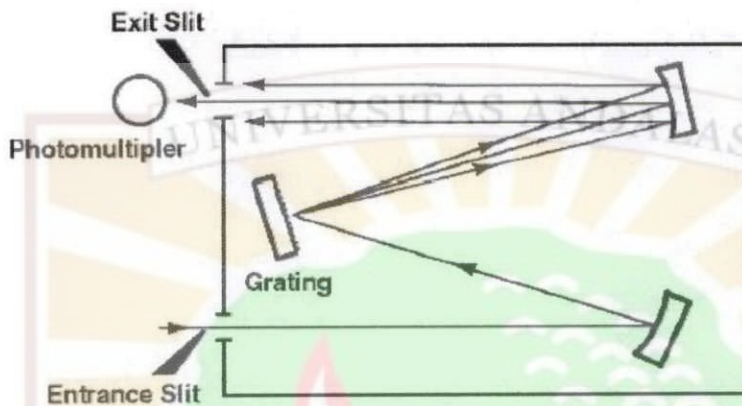
Setelah atomisasi, tungku grafit dipanaskan sampai suhu tertinggi untuk membakar semua residu sampel yang tertinggal dalam tungku pembakar. Tahap pendinginan bertujuan untuk menyediakan suhu yang pas pada tungku grafit untuk analisa sampel berikutnya. Kurva pemrograman suhu dapat dilihat pada Gambar 4.^{11,13}



Gambar 4. Grafik pemrograman temperatur

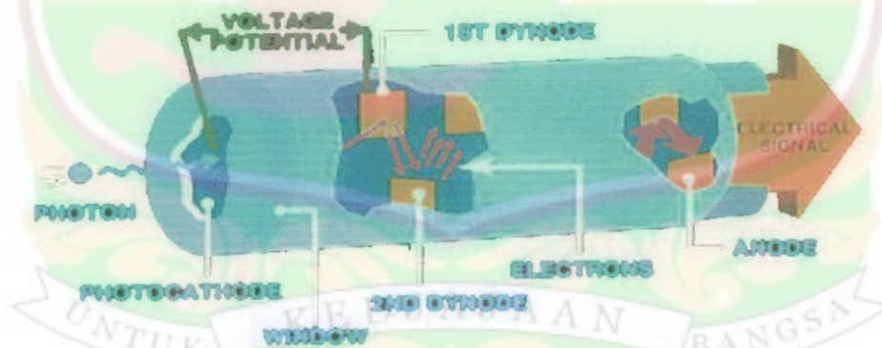
2.5.1.3 Monokromator

Fungsi monokromator adalah untuk mengisolasi sinar tunggal resonansi atom dari HCL dan menolak emisi dari pengatom. Secara ideal, monokromator sebenarnya mampu mengisolasi hanya garis analit dan tidak termasuk yang lainnya.



Gambar 5. Sinar masuk pada monokromator¹³

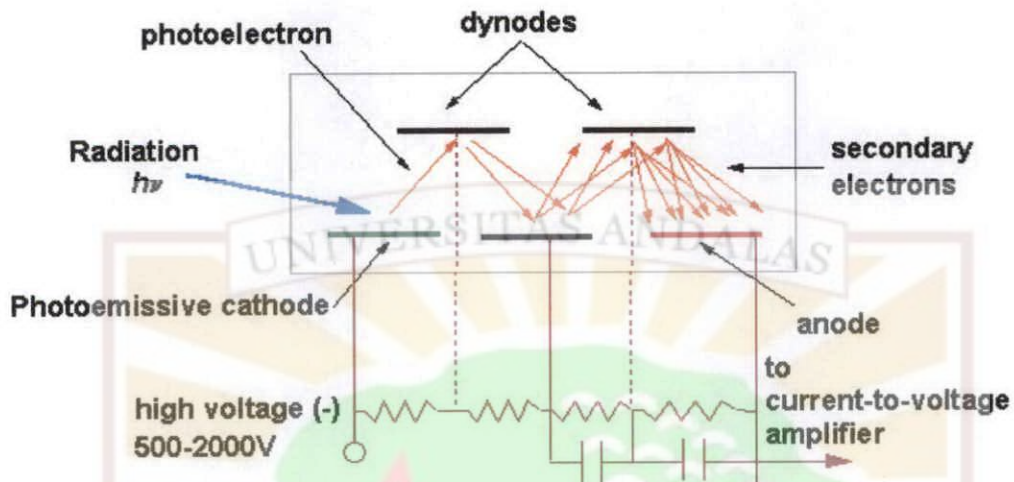
2.5.1.4 Detektor¹¹



Gambar 6. Tabung Detektor Penggandaan Foton

Semua alat yang dikeluarkan oleh produk spektrofotometer serapan atom menggunakan *photomultiplier tube* (PMT) sebagai detektor. Radiasi foton dari lampu katoda berongga lewat melalui pengatom dan monokromator, lalu memasuki PMT melalui jendela optik. Foton-foton tersebut berinteraksi dengan material fotokatoda dan menyemburkan fotoelektron. Fotoelektron akan tertarik ke tingkatan dinoda pertama dibawah pengaruh potensial. Fotoelektron mendapatkan energi kinetika yang cukup sehingga menyebabkan penyemburan

beberapa elektron sekunder dengan interaksi pada tingkatan dinoda pertama dimana proses diulang. Penguatan arus 10^6 atau 10^7 dicapai dalam 10 tingkatan dinoda PMT.



Gambar 7. Skema penghamburan fotoelektron pada dinoda ¹³

2.5.2 Gangguan pada Tungku Grafit ^{13,14}

Spektrofotometer serapan atom tungku grafit lebih mudah terkena gangguan, khususnya pada penyerapan molekul, partikel (penghamburan), dan latar belakang atom (spektral). Penggunaan metode koreksi latar belakang umumnya digunakan dalam metode spektrofotometri serapan atom tungku grafit, terutama sekali untuk matriks yang kompleks dan ketika resonansi panjang gelombang dalam spektrum ultraviolet digunakan. Daerah ini merupakan daerah dimana kebanyakan unsur transisi mempunyai resonansi panjang gelombang. Untuk matriks yang kompleks, penggunaan atomisasi *platform* (khususnya untuk unsur volatil), modifikasi matriks, dan sistem koreksi latar belakang dianjurkan untuk analisis unsur runtu.

2.5.2.1 Atomisasi *Platform*

Dalam spektrofotometer serapan atom tungku grafit, pengatom berupa tabung grafit, dengan dimensi panjang 2,5 cm dan diameter 1 cm. Larutan dimasukkan melalui lubang dan proses atomisasi berlangsung. Telah ditemukan bahwa selama siklus atomisasi, sinyal mulai muncul sementara suhu dalam tungku pembakar masih meningkat dan dapat menimbulkan kesalahan. Penggunaan *platform*

mencegah timbulnya kesalahan dengan menunda atomisasi sampai suhu konstan didalam tungku pembakar. Hal ini terjadi karena sampel tidak dipanaskan secara langsung dari tabung pembakar, namun oleh radiasi dari dinding.

2.5.2.2 Koreksi Latar Belakang

Gangguan utama alat spektrofotometer serapan atom tungku grafit adalah karena gangguan penghamburan partikel, gangguan latar belakang oleh molekul, dan gangguan latar belakang atom. Gangguan tersebut secara umum disebut latar belakang. Teknik umum yang digunakan untuk mengatasi gangguan latar belakang adalah sumber kontinyu (biasanya digunakan lampu deterium). Prinsip dasar sumber kontinyu meliputi cahaya dari sumber kontinyu dan lampu katoda berongga yang masuk ke sel pengatom secara bergantian dengan cepat. Cahaya lampu katoda berongga diserap oleh unsur yang akan dianalisa dan oleh latar belakang. Sedangkan cahaya dari sumber kontinyu hanya diserap oleh latar belakang, bukan oleh unsur yang diinginkan. Perbedaan sinyal antara lampu katoda berongga dengan sumber kontinyu adalah sinyal yang telah dikoreksi.

2.5.3 Keuntungan Atomisasi Tungku Grafit

Keuntungan atomisasi tungku grafit adalah sensitivitas yang tinggi, penggunaan jumlah sampel yang kecil, tidak menggunakan gas yang beracun dan mudah terbakar^{12,14}.

2.5.4 Batasan Atomisasi Tungku Grafit

Beberapa batasan atomisasi dengan tungku grafit adalah waktu analisis lebih lama daripada spektrofotometer serapan atom nyala, pada umumnya 2 menit, ketelitian rendah yang biasanya disebabkan karena penginjeksian sampel, khususnya pemipetan secara manual, terdapat banyak gangguan, baik spektral maupun nonspektral, serta hanya bisa menentukan satu unsur dalam satu kali analisis¹².

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni sampai September 2010 di Laboratorium Kimia Analisis Terapan dan Laboratorium Sentral, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas, Padang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Peralatan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari AAS Younglin 8020 (Younglin instrument Co. Ltd, Korea).

3.2.2 Bahan

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan standar timah (Stannum, MERCK), akuadest, sampel air, HNO_3 pekat (asam nitrat, p.a 65 %, MERCK).

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Persiapan Larutan Standar

Pembuatan Larutan Standar Timah 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$

Dipipet 1 mL Sn 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan HNO_3 1 % hingga tanda batas.

Pembuatan HNO_3 1 %

Dipipet 3,8 mL asam nitrat pekat (p.a 65 %) dengan pipet syringe lalu diencerkan dalam gelas piala yg telah berisi akuadest, kemudian dimasukkan akuadest hingga volume 250 mL.

3.3.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar

Dipipet 10 ml larutan standar timah 10 $\mu\text{g/mL}$, diencerkan dalam labu ukur 100 mL diperoleh konsentrasi 1000 $\mu\text{g/L}$. Kemudian dipipet masing – masing 0, 2, 4, 6, 8 mL larutan standar timah 1000 $\mu\text{g/L}$, diencerkan dalam labu ukur 20 mL maka diperoleh variasi konsentrasi 0, 100, 200, 300, 400 $\mu\text{g/L}$. Konsentrasi tersebut diukur dengan spektrofotometer serapan atom tungku grafit pada panjang gelombang (λ) 286,5 nm, celah 0,2 nm, arus lampu 3,09 mA, volume sampel 20 μL , aliran gas argon, temperatur pengabuan maksimum 900°C (media HNO_3), arus lampu deterium 61 mA dan kelinieran 5 $\mu\text{g/mL}$ ~ 300 $\mu\text{g/mL}$.

3.3.3 Program Suhu GFAAS untuk Timah

Pada pengukuran timah dengan menggunakan alat spektrofotometer serapan atom tungku grafit AAS Younglin 8020, program suhu diatur sesuai dengan logam yang akan diukur. Untuk pengukuran timah, program suhu dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel .1. Program suhu GFAAS untuk timah.

No	Tahap	Suhu Awal (°C)	Suhu Akhir (°C)	Waktu (s)	Gas Dalam
1	Pengeringan	40	120	50	Hidup
2	Pengeringan	120	140	20	Hidup
3	Pengeringan	140	500	15	Hidup
4	Pengabuan	500	500	10	Hidup
5	Pengabuan	500	500	6	Mati
6	Atomisasi	2600	2600	5	Mati
7	Pembersihan	2800	2800	3	Hidup
8	Pendinginan	0	0	30	Hidup

3.3.4 Pengambilan Sampel

Sampel berupa air yang diambil di Muara Padang (di bawah jembatan Siti Nurbaya), Teluk Bayur (di pelabuhan Teluk Bayur) dan Teluk Bungus (di pelabuhan Teluk Bungus). Diambil 1 L sampel air kemudian diasamkan dengan HNO_3 p.a (65%) hingga pH 2 atau kurang. Sampel yang telah diawetkan tersebut ditentukan kandungan timahnya dengan spektrofotometer serapan atom tungku grafit.

3.3.5 Penentuan Standar Deviasi Relatif

Standar deviasi relatif ditentukan dengan pengukuran larutan standar timah $300 \mu\text{g/L}$ dengan pengulangan 7 kali berturut-turut. Larutan diukur dengan menggunakan alat spektrofotometer serapan atom tungku grafit pada panjang gelombang (λ) $286,5 \text{ nm}$, celah $0,2 \text{ nm}$, arus lampu $3,09 \text{ mA}$, volume sampel $20 \mu\text{L}$, aliran gas argon, temperatur pengabuan maksimum 900°C (media HNO_3), arus lampu deterium 61 mA dan kelinieran $5 \mu\text{g/mL} \sim 300 \mu\text{g/mL}$.

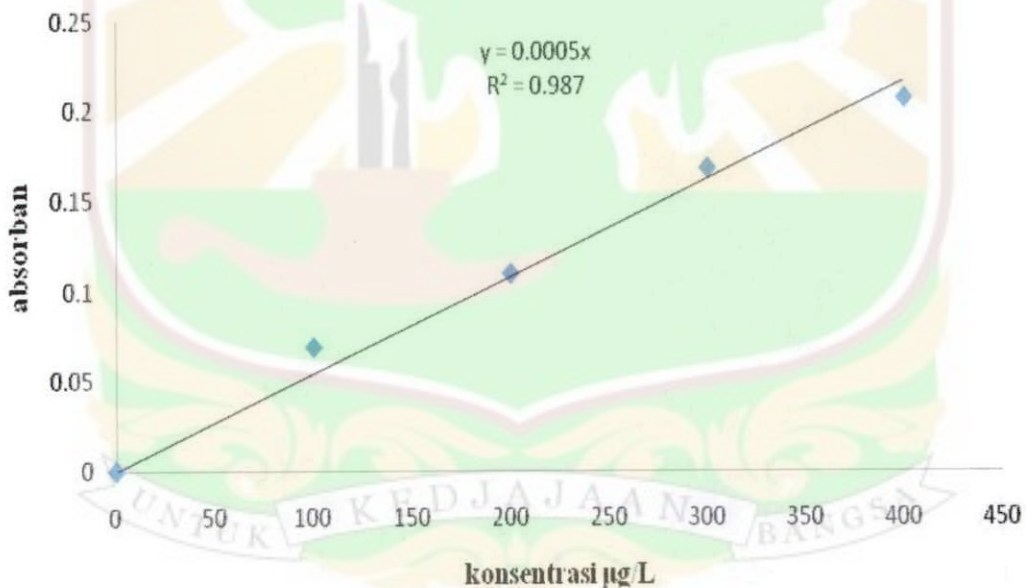
3.3.6 Penentuan Recovery (Perolehan Kembali)

Perolehan kembali ditentukan dengan menggunakan metode adisi yaitu penambahan sejumlah larutan standar (analit) ke dalam sampel, dengan cara membandingkan konsentrasi yang diperoleh dengan konsentrasi sebenarnya. Konsentrasi standar yang digunakan adalah $1000 \mu\text{g/L}$ dengan variasi 1, 2, 3 mL yang ditambahkan dalam 10 mL sampel. Kemudian larutan diukur menggunakan alat spektrofotometer serapan atom tungku grafit dengan kondisi yang sama seperti pengukuran larutan standar.

IV. HASIL DAN DISKUSI

4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timah

Kurva kalibrasi standar timah dibuat dari konsentrasi yang bervariasi yaitu 0 – 400 $\mu\text{g/L}$. Pengukuran dilakukan dengan sistem tanpa nyala menggunakan tungku grafit pada panjang gelombang 286,5 nm, celah 0,2 nm, arus lampu 3,09 mA, voltase tinggi 311,78 V, temperatur pengabuan 900 $^{\circ}\text{C}$, temperatur pengatoman 2300 $^{\circ}\text{C}$ dan arus lampu deuterium 61 mA. Volume standar yang diinjeksikan sebanyak 20 μL . Kurva yang diperoleh cukup linear, dapat dilihat dari nilai koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (r^2) masing – masingnya 0,9935 dan 0,9870. Penentuan kurva kalibrasi melewati titik nol langsung diambil dari kurva linier yang didapatkan dari persamaan regresi $Y = 0,0005 X$.



Gambar 8. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timah

4.2 Standar Deviasi Relatif (SDR)

Standar deviasi (SD) dan standar deviasi relatif (SDR) digunakan untuk melihat ketelitian suatu metode dengan kondisi proses yang sama dalam interval waktu yang tidak lama. Penentuan standar deviasi dan standar deviasi relatif dilakukan pada konsentrasi larutan standar timah (Sn) 300 µg/L dengan cara 7 kali pengulangan pengukuran (n = 7), hasilnya dapat dilihat pada Tabel 2 :

Tabel 2. Hasil Pengukuran Larutan Standar Timah (Sn) 300 µg/L

Pengulangan	Absorban
1	0,1664
2	0,1557
3	0,1553
4	0,1526
5	0,1513
6	0,1514
7	0,1447
Rata-rata	0,1539
Standar Deviasi	0,0066
SDR	4,29 %

Dari Tabel 2 pengukuran diperoleh absorban rata-rata 0,1539 dengan standar deviasi (SD) sebesar 0,0066, sedangkan standar deviasi relatif (SDR) metode spektrofotometri serapan atom tungku grafit untuk larutan standar Sn didapatkan sebesar 4,29 %. Berdasarkan data diatas dapat dikatakan bahwa ketelitian metode sangat teliti. Menurut metode AOAC international, konsentrasi 1 µg/g (ppm) diperoleh nilai SDR 16 %. Semakin kecil nilai SDR maka semakin tinggi ketelitian metode tersebut ¹⁵.

4.3 Aplikasi Terhadap Sampel Air

Metode ini diaplikasikan untuk menentukan konsentrasi timah di dalam air Muara Padang, Teluk Bayur, dan Teluk Bungus. Konsentrasi yang diperoleh untuk masing – masing sampel :

Tabel 3. Data Penentuan Timah dalam Sampel dengan GFAAS

Sampel	Absorban	Konsentrasi larutan sampel timah ($\mu\text{g/L}$)
A (Muara Padang)	0,0033	6,6
B (Teluk Bayur)	0,0053	10,6
C (Teluk Bungus)	0,0084	16,8

Dari Tabel 3 dapat dilihat bahwa setiap sampel air memiliki kandungan timah yang berbeda-beda. Kadar total timah tertinggi terdapat pada sampel C dengan kadar timah dalam sampel air $16,8 \mu\text{g/L}$ sedangkan terendah terdapat pada sampel A dimana kadar timahnya $6,6 \mu\text{g/L}$.

Timah umumnya digunakan dalam kemasan makanan, cat antifouling pada lambung kapal, dan pada pengawetan kayu. Kandungan timah dalam perairan dapat disebabkan oleh adanya aktivitas kapal pada perairan tersebut dan limbah yang berasal dari kemasan makanan dan minuman ².

Pada Tabel 3 dinyatakan bahwa konsentrasi timah pada Teluk Bungus lebih tinggi dibandingkan Teluk Bayur dan Muara Padang. Hal ini dapat disebabkan karena Teluk Bungus merupakan pelabuhan bagi kapal-kapal dalam dan luar negeri yang membawa komoditi hasil ekspor dan impor Sumatra Barat dan pelabuhan bagi kapal-kapal transportasi laut. Dinding bagian luar kapal yang dilapisi cat antifouling yang bisa terdegradasi dan terbawa ke dalam badan perairan laut merupakan sumber utama adanya kandungan timah dalam perairan tersebut. Begitu juga dengan Teluk bayur, aktivitas pada pelabuhan ini hampir sama dengan Teluk Bungus. Untuk perairan Muara Padang, konsentarsi timah

lebih rendah dibandingkan Teluk Bayur dan Teluk Bungus. Hal ini dikarenakan Perairan Muara Padang hanya digunakan sebagai tempat pelabuhan kapal lokal dan aktivitas perairan ini tidak sebanyak aktivitas perairan Teluk Bayur dan Teluk Bungus.

4.4 Recovery (Perolehan Kembali)

Untuk mengetahui tingkat ketepatan atau keakuratan suatu metode dilakukan penentuan nilai perolehan kembali. Perolehan kembali ditentukan dengan menggunakan metode adisi yaitu penambahan sejumlah larutan standar (analit) ke dalam sampel, dengan cara membandingkan konsentrasi yang diperoleh dengan konsentrasi sebenarnya. Konsentrasi standar yang digunakan adalah 1000 $\mu\text{g/L}$ dengan variasi 1, 2, 3 mL yang ditambahkan dalam 10 mL sampel. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 4 :

Tabel 4. Hasil Perolehan Kembali Timah

No	Konsentrasi standar timah ($\mu\text{g/L}$)	Konsentrasi sampel timah ($\mu\text{g/L}$)	Konsentrasi timah yang diperoleh ($\mu\text{g/L}$)	Perolehan kembali (%)
1	90,90	9,64	82,27	81,83
2	166,67	8,83	134,87	76,85
3	230,77	8,15	207,2	86,72

Dari Tabel 4 didapatkan nilai perolehan kembali timah dengan metode spektrofotometri serapan atom tungku grafit yang telah diteliti sebesar 81,83 %, 76,85 % dan 86,72 % untuk penambahan larutan standar timah 1000 $\mu\text{g/L}$ sebanyak 1 mL, 2 mL dan 3 mL kedalam sampel 10 mL. Menurut metode AOAC international, batas recovery untuk penambahan larutan 10 - 1000 $\mu\text{g/L}$ yaitu 75 – 125 %. Berdasarkan data diatas dapat dibuktikan bahwa keakuratan metode cukup baik ¹⁵.

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa standar deviasi (SD) alat spektrofotometer serapan atom tungku grafit adalah 0,0066, sehingga didapat standar deviasi relatif (SDR) 4,29 % pada konsentrasi 300 $\mu\text{g/L}$, dimana alat ini mendekati standar AOAC yang berarti bahwa metode ini dapat dipakai untuk penentuan timah secara spektrofotometri serapan atom tungku grafit. Aplikasi metode ini dilakukan terhadap sampel air, dengan konsentrasi masing-masing sampel adalah 6,6 $\mu\text{g/L}$, 10,6 $\mu\text{g/L}$, dan 16,8 $\mu\text{g/L}$. Nilai perolehan kembali terhadap sampel dengan penambahan larutan standar 1000 ppb sebanyak 1 mL, 2 mL, dan 3 mL berturut-turut adalah 81,83 %, 76,85 %, dan 86,72 %. nilai ini sesuai dengan standar AOAC yang mengindikasikan bahwa metode ini bisa dipakai untuk penentuan timah dengan metode spektrofotometri serapan atom tungku grafit.

5.2 Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan, disarankan untuk menggunakan metode spektrofotometri serapan atom tungku grafit terhadap penentuan kadar timah pada sampel perairan karena metode spektrofotometri serapan atom tungku grafit memiliki kesensitivan dan ketelitian yang tinggi dan gangguan matriks yang terdapat dalam sampel dapat diatasi.

DAFTAR KEPUSTAKAAN

1. Anonim, *Inorganic Tin in Drinking-water*, World Health Organization, 2004.
2. U. Unal and G. Somer, Simultaneous Determination of Trace Sn (II) and Sn (IV) using Differential Pulse Polarography and Application, *Turk J Chem* 34, 1-13, Gazi University, Turkey, 2010.
3. Y. H. Li, H. Long, F.Q. Zhou, Determination of Trace Tin by Catalytic Adsorptive Cathodic Stripping Voltammetry, *Analytica Chimica Acta* 554, 86-91, Xiangtan University, PR China, 2005.
4. P.G. Winarno, *Polusi dan Analisa Air*, Departemen Teknologi Hasil Pertanian, IPB, Bogor, Hal 1-10, 1974.
5. S. M. Khopkar, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Terjemahan A, Saptorahardjo, UI Press, Jakarta, 274 – 288, 1990.
6. B. Welz and M. Sperling, *Atomic Absorption Spectroscopy. Third Completely Revised Edition*, Willey-VCH, Weinheim (Federal Republic Of Germany), 1999.
7. Anonim, *Ambient Aquatic Life Water Quality Criteria for Tributyltin*, United States Environmental Protection Agency, 2003.
8. J. Knapek, V. Herman, R. Buchtova and D. Vosmerova, *Determination of Tin in Canned Foods By Atomic Absorption Spectrometry*, Czech agriculture and Food Inspection authority, Czech Republic, 2009.
9. J.A.C. Broekaert, *Analytical Atomic Spectrometry with Flames and Plasmas*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KgaA, Germany, 109-116, 2002.
10. Anonim, The World Leader in AA, ICP-OES, and ICP-MS, *Atomic Spectroscopy : A Guide to selecting the Appropriate Technique and System*, Perkin Elmer Inc, USA, 5, 2008.
11. S.A. Katz and S.W. Jenniss, *Regulatory Compliance Monitoring By Atomic Absorption Spectroscopy*, Verlag Chemie International Inc, The United States of America, 1952.
12. L. Ebdon, A. H. Evans, A. Fisher, S. J. Hill, *An Introduction to analytical atomic spectrometry*, John Wiley & Sons, UK, 1998. pp. 54–72.

13. R.D. Beaty and J.D. Kerber, *Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry, Second Edition*, The Perkin-Elmer Corporation, USA, 1993.
14. F. A. Settle, *Handbook of Instrumental techniques for Analytical Chemistry*, Prentice Hall Inc, New Jersey. 1997. pp. 389.
15. Anonim, *AOAC Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals*. The Scientific Association Dedicated Analytical Excellence. 2002.



Lampiran 1. Penentuan Persamaan Regresi Larutan Standar Timah pada GFAAS

Data Absorban Larutan Standar Timah

No	Konsentrasi ($\mu\text{g/L}$) X	Absorban Y	XY	X ²	Y ²
1	0	0	0	0	0
2	100	0,0687	6,87	10000	0,0047
3	200	0,1098	21,96	40000	0,0121
4	300	0,1678	50,34	90000	0,0282
5	400	0,2065	82,6	160000	0,0426

$$\Sigma X = 1000$$

$$\Sigma Y = 0,5528$$

$$\Sigma XY = 161,77$$

$$\Sigma X^2 = 300000$$

$$(\Sigma X)^2 = 1000000$$

$$\Sigma Y^2 = 0,0876$$

$$B = \frac{\Sigma XY}{\Sigma x^2}$$

$$= \frac{161,77}{300000}$$

$$= 0,0005$$

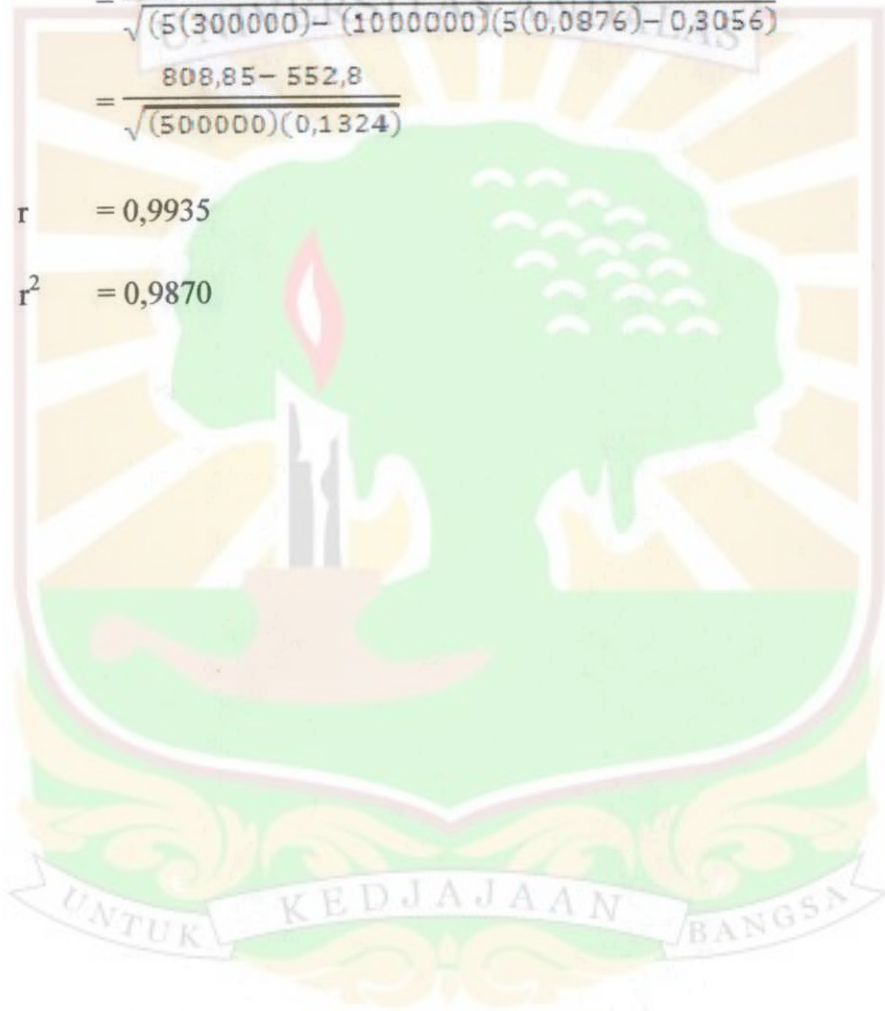
Persamaan Regresi melewati titik nol :

$$Y = B.X$$

$$Y = 0,0005. X$$

Lampiran 2. Penentuan Koefisien Korelasi (r) dan Koefisien Determinasi (r²) larutan standar timah

$$r = \frac{(n \sum XY - \sum X \cdot \sum Y)}{\sqrt{(n \sum x^2 - (\sum X)^2)(n \sum Y^2 - (\sum Y)^2)}}$$
$$= \frac{(5(161,77) - (1000)(0,5528))}{\sqrt{(5(300000) - (1000000))(5(0,0876) - 0,3056)}}$$
$$= \frac{808,85 - 552,8}{\sqrt{(500000)(0,1324)}}$$
$$r = 0,9935$$
$$r^2 = 0,9870$$



Lampiran 3. Penentuan Standar Deviasi (SD) dan Standar Deviasi Relatif (SDR)

Data Absorban Penentuan SD dan SDR terhadap larutan standar timah 300 µg/L dalam Sistem tanpa nyala.

No	Pengulangan	Absorban (X)	$ X - \bar{X} $	$ X - \bar{X} ^2$
1	1	0,1664	0,0125	156.10^{-6}
2	2	0,1557	0,0018	$3,24.10^{-6}$
3	3	0,1553	0,0014	$1,96.10^{-6}$
4	4	0,1526	0,0013	$1,69.10^{-6}$
5	5	0,1513	0,0026	$6,76.10^{-6}$
6	6	0,1514	0,0025	$6,25.10^{-6}$
7	7	0,1447	0,0092	$84,64.10^{-6}$

$$\begin{aligned} \sum X &= 1,0774 & \bar{X} &= 0,1539 \\ \sum |X - \bar{X}|^2 &= 2,6054. 10^{-4} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} SD &= \sqrt{\frac{\sum |X - \bar{X}|^2}{n - 1}} \\ &= \sqrt{\frac{2,6054.10^{-4}}{7 - 1}} = 0,0066 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} SDR &= \frac{SD}{\bar{X}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,0066}{0,1539} \times 100 \% \\ &= 4,29 \% \end{aligned}$$

Lampiran 4. Penentuan Konsentrasi Timah dalam Sampel Air dengan GFAAS

Tabel. Data pengukuran sampel

No	Sampel A Muara Padang		Sampel B Teluk Bayur		Sampel C Teluk Bungus	
	Absorban	Konsentrasi $\mu\text{g/L}$	Absorban	Konsentrasi $\mu\text{g/L}$	Absorban	Konsentrasi $\mu\text{g/L}$
1	0,0032	6,4	0,0045	9,0	0,0080	16,0
2	0,0031	6,2	0,0050	10,0	0,0084	16,8
3	0,0036	7,2	0,0064	12,8	0,0088	17,6
Jumlah		19,8		31,8		50,4
Rata ²		6,6		10,6		16,8

Persamaan Regresi = $Y = 0,0005 X$

Misal : Sampel B \rightarrow Absorban 0,0053 pada pengukuran

$$Y = 0,0005 X$$

$$0,0053 = 0,0005 X$$

$$X = 10,6 \mu\text{g/L}$$

Jadi, pada sampel B konsentrasi timah larutan sampel adalah $10,6 \mu\text{g/L}$

Lampiran 5. Penentuan Recovery Sampel dengan GFAAS

1. Penambahan larutan standar timah 1000 ppb sebanyak 1 mL

Diketahui persamaan regresi :

$$Y = 0,0005 X$$

Konsentrasi Sampel B = 10,6 $\mu\text{g/L}$

Volume sampel = 10 mL

Konsentrasi standar = 1000 $\mu\text{g/L}$

Volume standar = 1 mL

Absorban Sampel B + standar (yang terukur) = 0,0411

Konsentrasi Sampel B + standar (yang terukur) = 82,27 $\mu\text{g/L}$

Konsentrasi Sampel B + standar yang seharusnya

Konsentrasi =

$$\frac{(\text{volume standar} \times \text{konsentrasi standar}) + (\text{volume sampel} \times \text{konsentrasi sampel})}{\text{volume standar} + \text{volume sampel}}$$

$$= \frac{(1 \times 10^{-2} \text{ L} \times 1000 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}}) + (10 \times 10^{-2} \text{ L} \times 10,6 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}})}{(1 \times 10^{-2} \text{ L}) + (10 \times 10^{-2} \text{ L})}$$

$$= 100,54 \mu\text{g/L}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{konsentrasi yang diperoleh}}{\text{konsentrasi yang seharusnya}} \times 100 \%$$

$$= \frac{82,27}{100,54} \times 100 \%$$

$$= 81,83 \%$$

2. Penambahan larutan standar timah 1000 ppb sebanyak 2 mL

Diketahui persamaan regresi :

$$Y = 0,0005 X$$

$$\text{Konsentrasi Sampel B} = 10,6 \mu\text{g/L}$$

$$\text{Volume sampel} = 10 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi standar} = 1000 \mu\text{g/L}$$

$$\text{Volume standar} = 2 \text{ mL}$$

$$\text{Absorban Sampel B + standar (yang terukur)} = 0,0674$$

$$\text{Konsentrasi Sampel B + standar (yang terukur)} = 134,87 \mu\text{g/L}$$

Konsentrasi Sampel B + standar yang seharusnya

Konsentrasi =

$$\frac{(\text{volume standar} \times \text{konsentrasi standar}) + (\text{volume sampel} \times \text{konsentrasi sampel})}{\text{volume standar} + \text{volume sampel}}$$

$$= \frac{(2 \times 10^{-3} \text{ L} \times 1000 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}}) + (10 \times 10^{-3} \text{ L} \times 10,6 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}})}{(2 \times 10^{-3} \text{ L}) + (10 \times 10^{-3} \text{ L})}$$

$$= 175,5 \mu\text{g/L}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{konsentrasi yang diperoleh}}{\text{konsentrasi yang seharusnya}} \times 100 \%$$

$$= \frac{134,87}{175,5} \times 100 \%$$

$$= 76,85 \%$$

3. Penambahan larutan standar 1000 ppb sebanyak 3 mL

Diketahui persamaan regresi :

$$Y = 0,0005 X$$

Konsentrasi Sampel B = 10,6 $\mu\text{g/L}$

Volume sampel = 10 mL

Konsentrasi standar = 1000 $\mu\text{g/L}$

Volume standar = 3 mL

Absorban Sampel B + standar (yang terukur) = 0,1036

Konsentrasi Sampel B + standar (yang terukur) = 207,2 $\mu\text{g/L}$

Konsentrasi Sampel B + standar yang seharusnya

Konsentrasi =

$$\frac{(\text{volume standar} \times \text{konsentrasi standar}) + (\text{volume sampel} \times \text{konsentrasi sampel})}{\text{volume standar} + \text{volume sampel}}$$

$$= \frac{(3 \times 10^{-3} \text{ L} \times 1000 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}}) + (10 \times 10^{-3} \text{ L} \times 10,6 \frac{\mu\text{g}}{\text{L}})}{(3 \times 10^{-3} \text{ L}) + (10 \times 10^{-3} \text{ L})}$$

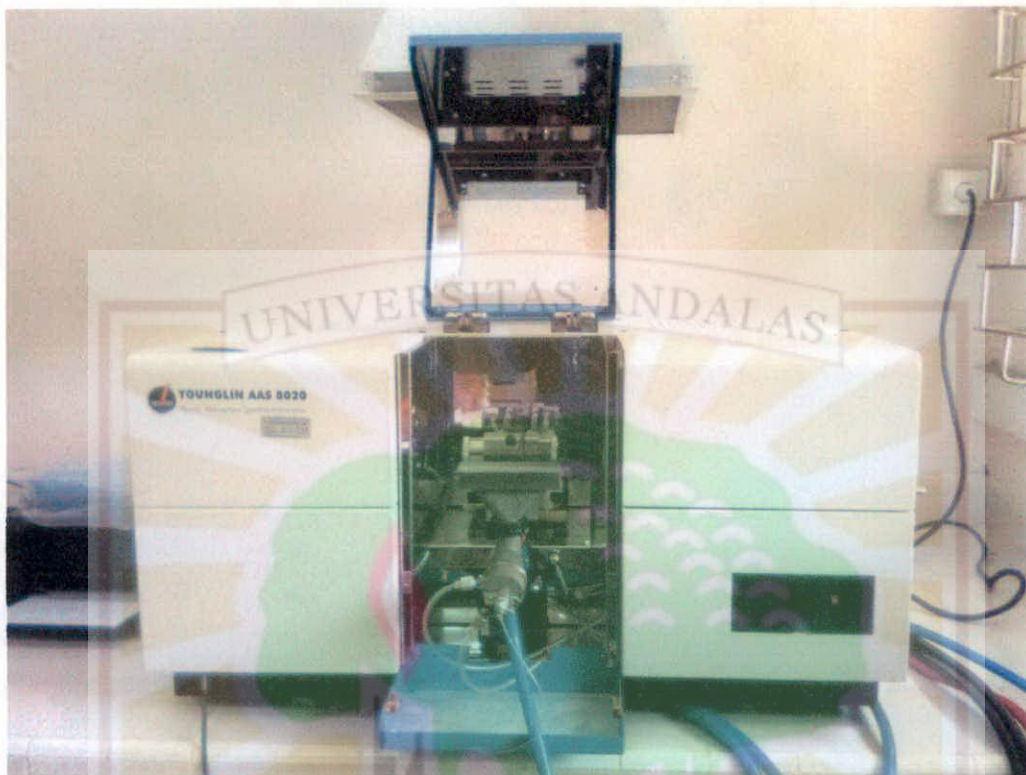
$$= 238,92 \mu\text{g/L}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{konsentrasi yang diperoleh}}{\text{konsentrasi yang seharusnya}} \times 100 \%$$

$$= \frac{207,2}{238,92} \times 100 \%$$

$$= 86,72 \%$$

Lampiran 6. Gambar Alat



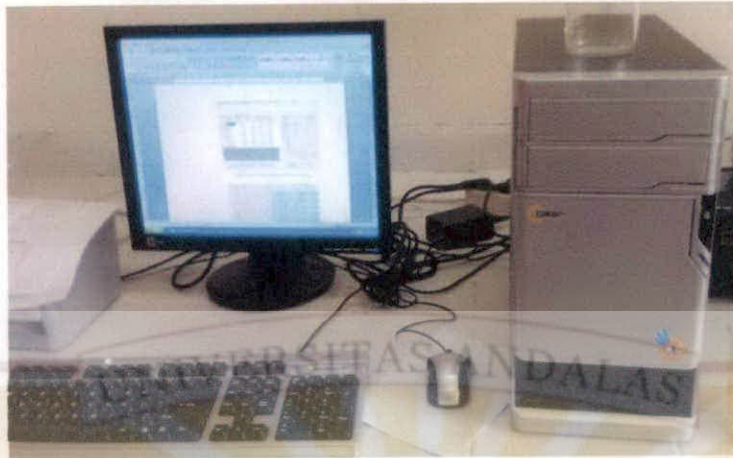
*Younglin AAS 8020
Atomic Absorption Spectrophotometer*



Cooling Bath



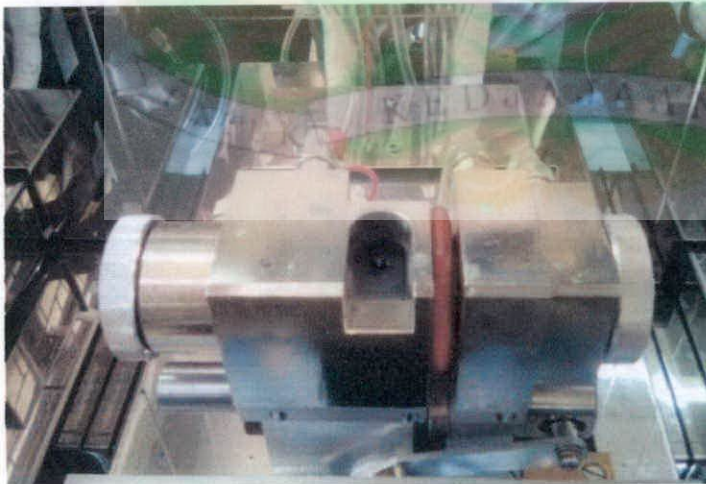
Tabung Gas Argon



Peralatan Recorder



Tempat lampu HCL
Timah



Tungku Grafit

Lampiran 7.

BAKU MUTU AIR LAUT UNTUK PERAIRAN PELABUHAN

Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup
Nomor: Tahun 2004

No.	Parameter	Satuan	Baku Mutu
FISIKA			
1.	Kecerahan ^a	m	>3
2.	Kebauan	-	tidak berbau
3.	Padatan tersuspensi total ^b	mg/l	80
4.	Sampah	-	nihil ¹⁽⁴⁾
5.	Suhu ^c	°C	alami ^{3(e)}
6.	Lapisan minyak ⁵	-	nihil ¹⁽⁵⁾
KIMIA			
1.	pH ^d	-	6,5 - 8,5 ⁽⁴⁾
2.	Salinitas ^e	‰	alami ^{3(e)}
3.	Ammonia total (NH ₃ -N)	mg/l	0,3
4.	Sulfida (H ₂ S)	mg/l	0,03
5.	Hidrokarbon total	mg/l	1
6.	Senyawa Fenol total	mg/l	0,002
7.	PCB (poliklor bifenil)	µg/l	0,01
8.	Surfaktan (deterjen)	mg/l MBAS	1
9.	Minyak dan Lemak	mg/l	5
10.	TBT (tri butil tin) ⁶	µg/l	0,01
Logam terlarut:			
11.	Raksa (Hg)	mg/l	0,003
12.	Kadmium (Cd)	mg/l	0,01
13.	Tembaga (Cu)	mg/l	0,05
14.	Timbal (Pb)	mg/l	0,05
15.	Seng (Zn)	mg/l	0,1
BIOLOGI			
1.	Coliform (total) ^f	MPN/100 ml	1000 ⁽⁴⁾

Keterangan:

1. Nihil adalah tidak terdeteksi dengan batas deteksi alat yang digunakan (sesuai dengan metode yang digunakan)
2. Metode analisa mengacu pada metode analisa untuk air laut yang telah ada, baik internasional maupun nasional.
3. Alami adalah kondisi normal suatu lingkungan, bervariasi setiap saat (siang, malam dan musim)
4. Pengamatan oleh manusia (visual).
5. Pengamatan oleh manusia (visual). Lapisan minyak yang diacu adalah lapisan tipis (thin layer) dengan ketebalan 0,01 mm
6. TBT adalah zat *antifouling* yang biasanya terdapat pada cat kapal
 - a. Diperbolehkan terjadi perubahan sampai dengan <10% kedalaman *euphotic*
 - b. Diperbolehkan terjadi perubahan sampai dengan <10% konsentrasi rata-rata musiman
 - c. Diperbolehkan terjadi perubahan sampai dengan <2°C dari suhu alami

Lampiran 8.

BAKU MUTU AIR LAUT UNTUK BIOTA LAUT

Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup
Nomor: Tahun 2004

No.	Parameter	Satuan	Baku mutu
FISIKA			
1.	Kecerahan ^a	m	coral: >5 mangrove: - lamun: >3
2.	Kebauan	-	alami ^b
3.	Kekeruhan ^a	NTU	<5
4.	Padatan tersuspensi total ^b	mg/l	coral: 20 mangrove: 80 lamun: 20
5.	Sampah	-	nihil ^{1(c)}
6.	Suhu ^c	°C	alami ^{2(e)} coral: 28-30 ^(c) mangrove: 28-32 ^(c) lamun: 28-30 ^(e)
7.	Lapisan minyak ^e	-	nihil ^{1(e)}
KIMIA			
1.	pH ^d	-	7 - 8,5 ^(d)
2.	Salinitas ^e	‰	alami ^{3(e)} coral: 33-34 ^(e) mangrove: s/d 34 ^(e) lamun: 33-34 ^(e)
3.	Oksigen terlarut (DO)	mg/l	>5
4.	BOD5	mg/l	20
5.	Ammonia total (NH ₃ -N)	mg/l	0,3
6.	Fosfat (PO ₄ -P)	mg/l	0,015
7.	Nitrat (NO ₃ -N)	mg/l	0,008
8.	Sianida (CN ⁻)	mg/l	0,5
9.	Sulfida (H ₂ S)	mg/l	0,01
10.	PAH (Poliaromatik hidrokarbon)	mg/l	0,003
11.	Senyawa Fenol total	mg/l	0,002
12.	PCB total (poliklor bifenil)	µg/l	0,01
13.	Surfaktan (deterjen)	mg/l MBAS	1
14.	Minyak & lemak	mg/l	1
15.	Pestisida ^f	µg/l	0,01
16.	TBT (tributil tin) ⁷	µg/l	0,01
Logam terlarut:			
17.	Raksa (Hg)	mg/l	0,001
18.	Kromium heksavalen (Cr(VI))	mg/l	0,005
19.	Arsen (As)	mg/l	0,012

20.	Kadmium (Cd)	mg/l	0,001
21.	Tembaga (Cu)	mg/l	0,008
22.	Timbal (Pb)	mg/l	0,008
23.	Seng (Zn)	mg/l	0,05
24.	Nikel (Ni)	mg/l	0,05
BIOLOGI			
1.	Coliform (total) ^a	MPN/100 ml	1000 ^(b)
2.	Patogen	sel/100 ml	nihil ¹
3.	Plankton	sel/100 ml	tidak bloom ³
RADIO NUKLIDA			
1.	Komposisi yang tidak diketahui	Bq/l	4

Catatan:

1. Nihil adalah tidak terdeteksi dengan batas deteksi alat yang digunakan (sesuai dengan metode yang digunakan)
2. Metode analisa mengacu pada metode analisa untuk air laut yang telah ada, baik internasional maupun nasional.
3. Alami adalah kondisi normal suatu lingkungan, bervariasi setiap saat (siang, malam dan musim).
4. Pengamatan oleh manusia (*visual*).
5. Pengamatan oleh manusia (*visual*). Lapisan minyak yang diacu adalah lapisan tipis (*thin layer*) dengan ketebalan 0,01mm
6. Tidak bloom adalah tidak terjadi pertumbuhan yang berlebihan yang dapat menyebabkan eutrofikasi. Pertumbuhan plankton yang berlebihan dipengaruhi oleh nutrien, cahaya, suhu, kecepatan arus, dan kestabilan plankton itu sendiri.
7. TBT adalah zat *antifouling* yang biasanya terdapat pada cat kapal
 - a. Diperbolehkan terjadi perubahan sampai dengan <10% kedalaman *euphotic*
 - b. Diperbolehkan terjadi perubahan sampai dengan <10% konsentrasi rata-rata musiman
 - c. Diperbolehkan terjadi perubahan sampai dengan <2°C dari suhu alami
 - d. Diperbolehkan terjadi perubahan sampai dengan <0,2 satuan pH
 - e. Diperbolehkan terjadi perubahan sampai dengan <5% salinitas rata-rata musiman
 - f. Berbagai jenis pestisida seperti: DDT, Endrin, Endosulfan dan Heptachlor
 - g. Diperbolehkan terjadi perubahan sampai dengan <10% konsentrasi rata-rata musiman

Menteri Negara
Lingkungan Hidup,

ttd

Nabiel Makarim, MPA., MSM.

Salinan sesuai dengan aslinya
Deputi MENLH Bidang Kebijakan dan
Kelembagaan Lingkungan Hidup,

Hoetomo, MPA.