

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pencemaran Air

Air merupakan sumber daya alam yang berperan penting dalam kehidupan manusia serta makhluk hidup lainnya. Danau, sungai, lautan dan air tanah merupakan bagian penting dalam siklus kehidupan manusia yang memiliki berbagai macam fungsi yang sangat membantu kehidupan manusia; contohnya adalah irigasi pertanian, bahan baku air minum, sebagai saluran pembuangan air hujan dan air limbah, kepentingan rumah tangga, dan lain sebagainya.

Pencemaran air semakin hari menjadi permasalahan yang kian meningkat di Indonesia sebagaimana pencemaran udara dan pencemaran tanah. Berdasarkan laporan Direktorat Jenderal Pengendalian Pencemaran dan Kerusakan Lingkungan Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan (KLHK), pada tahun 2015 hampir 68 persen mutu air sungai di 33 provinsi di Indonesia dalam status tercemar berat, di antaranya sungai Brantas, Citarum, dan kali Wonorejo.

Berdasarkan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 82 (2001), pencemaran air merupakan kualitas air yang menurun akibat masuknya komponen-komponen pencemar dari kegiatan manusia atau proses alami, sehingga air tidak memenuhi syarat atau bahkan menyebabkan berkurangnya nilai guna, baik ditinjau secara fisik, kimia, biologi dan estetika. Terdapat beberapa bahan pencemar yang mengakibatkan air terkontaminasi, seperti: sampah rumah tangga, limbah industri, sisa pupuk atau pestisida dari daerah pertanian, limbah rumah sakit, limbah kotoran ternak, hasil kebakaran hutan dan gunung berapi

yang meletus atau endapan hasil erosi. Indikator terjadinya pencemaran dapat ditunjukkan secara fisik berdasarkan bau tidak sedap, terdapat perbedaan warna, dan secara kuantitatif dapat dianalisis dengan mengamati, COD, BOD, oksigen terlarut, logam – logam yang berbahaya dan beracun, padatan tersuspensi, dan lain sebagainya.

Pengolahan dan pelestarian perlu dilakukan untuk menjaga kualitas sesuai dengan baku mutu air yang diinginkan sehingga dapat dimanfaatkan secara berkelanjutan dan memiliki kualitas yang sama sesuai kondisi alamiahnya. Berdasarkan surat Peraturan Pemerintah RI No. 82 Tahun 2001 Pasal 2 rencana pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air meliputi pemanfaatan, pemantauan kualitas, penetapan baku mutu, penetapan daya tampung, penetapan mekanisme perizinan pembuangan air limbah, pembinaan dan pengawasan penataan.

Penetapan baku mutu air selain didasarkan pada peruntukan juga didasarkan pada kondisi nyata kualitas air, karena itu penetapan baku mutu air dengan pendekatan golongan perlu disesuaikan dengan menerapkan pendekatan klasifikasi kualitas air (kelas air). Pada Tabel 2.1. menunjukkan baku mutu air limbah berdasarkan kelas (PP RI No. 82, 2010). Sedangkan pada Tabel 2.2 menunjukkan baku mutu air limbah berdasarkan kegiatan industri (PerGub. Jawa Timur No 52 Tahun 2014). Berdasarkan surat Keputusan Menteri Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup Nomor: KEP-02/MENKLH/1/1988 pasal 2, air menurut kegunaan atau peruntukannya digolongkan menjadi:

- a. Golongan A, merupakan air yang digunakan sebagai air minum secara langsung tanpa pengolahan terlebih dahulu.
- b. Golongan B, merupakan air yang dipergunakan sebagai air baku untuk diolah sebagai air minum dan keperluan rumah tangga.
- c. Golongan C, merupakan air yang dipergunakan untuk perikanan dan peternakan.
- d. Golongan D, merupakan air yang digunakan untuk pertanian, usaha perkotaan, industri, dan milik Negara.

Tabel 2.1. Kriteria mutu air berdasarkan kelas PP RI No 82 Tahun 2001

Parameter	Satuan	Kelas atau Golongan			
		A	B	C	D
Timbal (Pb)	mg/L	0,03	0,03	0,03	1,0
Kadmium (Cd)	mg/L	0,01	0,01	0,01	0,01
Tembaga (Cu)	mg/L	0,02	0,02	0,02	0,2

Tabel 2.2. Kriteria mutu air limbah berdasarkan kegiatan industri (Peraturan Gubernur Jawa Timur No 52 Tahun 2014)

Parameter	Satuan	Industri			
		Industri Peleburan	Industri Keramik	Industri Cat	Industri Pelapisan Logam
Timbal (Pb)	mg/L	0,50	1,0	0,30	0,1
Kadmium (Cd)	mg/L	0,30	0,1	0,03	0,05
Tembaga (Cu)	mg/L	2,0	-	0,8	0,6

Pencemaran air terjadi karena beberapa hal yang mempengaruhi. Berikut ini merupakan jenis, sumber dan komponen yang mempengaruhi terjadinya pencemaran (Kristianto, 2004):

a. Jenis Pencemaran

Terdapat berbagai jenis pencemaran, antara lain: pencemaran mikroorganisme (bakteri dan virus) yang menjadi penyebab terjadinya penyakit infeksi; nutrisi tanaman (pupuk nitrogen dan fosfat); anorganik (logam berat); dan organik (minyak, plastik, dan deterjen). Dalam hal ini, logam berat dapat menyebabkan ikan dan organisme lainnya mati, menurunkan produksi tanaman pangan serta merusak peralatan yang dilalui air.

b. Sumber Pencemaran

Pencemaran air berdasarkan sumbernya, digolongkan menjadi domestik dan non-domestik. Salah satu contoh limbah domestik berasal dari WC, dapur, perkotaan, terminal, dan lain sebagainya. Limbah non-domestik berasal dari pabrik, pertanian, peternakan, perikanan, rumah sakit, dan sumber lainnya. Limbah industri merupakan salah satu penyumbang terbesar dalam pencemaran air seiring berkembangnya industri di Indonesia.

c. Komponen Pencemaran

Pencemaran air dapat terjadi karena komponen yang terkandung di dalamnya sangatlah beragam, berikut ini merupakan klasifikasi limbah berdasarkan komponennya, yaitu: wujud (limbah cair, gas dan padat) dan secara kimiawi (organik dan anorganik). Contoh limbah berdasarkan wujudnya yaitu: cair (air sisa pencucian dan limbah cair industri); gas (asap yang dikeluarkan oleh

industri); padat (kotoran hewan dan manusia, limbah pada industri, pasar).

Salah satu contoh limbah berdasarkan komponen kimiawi yaitu: organik yang merupakan limbah yang dapat membusuk dan diuraikan oleh mikroorganisme, sedangkan anorganik tidak dapat membusuk dan sulit didegradasi oleh mikroorganisme. Bahan anorganik biasanya berasal dari industri yang melibatkan penggunaan unsur-unsur logam seperti Timbal(Pb), Arsen (As), Kadmium (Cd), Air raksa (Hg), Krom (Cr). Apabila limbah anorganik langsung dibuang di air lingkungan, maka akan terjadi peningkatan jumlah ion logam dan berbahaya bagi kehidupan makhluk hidup.

2.2 Logam Berat

Logam berat merupakan logam yang memiliki berat jenis 5g/cm^3 atau lebih, sedangkan logam ringan memiliki berat jenis kurang dari 5g/cm^3 . Terdapat dua jenis logam berat yaitu esensial dan non-esensial. Logam berat esensial termasuk unsur penting yang dibutuhkan makhluk hidup dalam jumlah yang tidak berlebih, seperti tembaga (Cu), besi (Fe), dan zinc (Zn). Sebaliknya, logam berat non-esensial merupakan jenis logam yang berbahaya hingga dapat menyebabkan keracunan karena tidak dibutuhkan oleh tubuh, seperti: timbal (Pb), merkuri (Hg), dan kadmium (Cd) (Adhani dan Husaini, 2017). Berikut ini merupakan urutan daya racun logam berat berdasarkan Arisanti (2003), yaitu: $\text{Hg}^{2+} > \text{Cd}^{2+} > \text{Ag}^{2+} > \text{Ni}^{2+} > \text{Pb}^{2+} > \text{As}^{2+} > \text{Cr}^{2+} > \text{Cu}^{2+} > \text{Zn}^{2+}$.

Sumber pencemaran logam berat berasal dari erosi tanah, gunung berapi dan kebanyakan berasal dari aktivitas manusia seperti pertambangan, pembuangan gas emisi, batu bara, dan limbah industri (Morais *et al.*, 2012). Limbah industri

mengandung limbah B3 (bahan beracun berbahaya) berupa logam berat, zat organik minyak bumi, zat petrokimia, zat organik dan pestida. Apabila zat tersebut masuk ke dalam perairan akan berdampak buruk pada kehidupan organisme. Hal ini dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu kondisi kimia (perubahan pH) yang dapat menyebabkan logam berat terionisasi ke perairan sehingga berubah sifat menjadi racun dan dapat menimbulkan kerusakan pada kehidupan perairan. Logam berat tidak dapat dihancurkan (*non degradable*) dan diuraikan sehingga dapat terakumulasi dalam jaringan tubuh, seiring meningkatnya kandungan logam maka semakin tinggi pula kandungan yang terakumulasi (Karet *et al.*, 2008). Selain mengakibatkan produksi ikan yang menurun akibat kerusakan ekologis, kandungan logam berat juga dapat mempengaruhi manusia yang mengonsumsinya, sehingga dapat terakumulasi dan menimbulkan dampak kesehatan.

Terdapat beberapa masalah yang pernah terjadi di dunia, seperti tragedi Minamata yang terjadi di perairan Minamata, Jepang atau yang sering dikenal dengan istilah *Chisso-Minamata Disease* pada tahun 1956. Pencemaran dari pabrik kimia Chisso yang merupakan pabrik polivinil asetat (PVA) terjadi karena pelepasan metil merkuri yang terkandung dalam limbah. Bioakumulasi terjadi pada ikan di sekitar teluk, dimana ikan tersebut dikonsumsi oleh masyarakat sekitar (Tumenbayer, 2006). Beberapa proses penanggulangan logam berat perlu dilakukan untuk mengurangi kandungan di lingkungan, seperti: mengatur letak industri agar tidak dekat dengan pemukiman, pembuangan limbah industri diolah dan dikelola terlebih dahulu, dan lain sebagainya (Palar, 2004).

2.3 Timbal (Pb)

Timbal atau timah hitam yang memiliki nama ilmiah *plumbum* (Pb) merupakan logam lunak yang termasuk dalam kelompok logam berat golongan IVA dengan nomor atom 82, massa atom 207,2, berwarna kelabu kebiruan dengan titik leleh 327,5°C dan titik didih 1.620°C. Sumber pencemaran timbal tidak hanya secara alami yang berasal dari kerak bumi namun juga berasal dari aktivitas manusia, salah satunya hasil limbah industri. Intoksikasi Pb bisa terjadi melalui jalur oral, saluran pencernaan, pernafasan, kontak lewat kulit, serta lewat parenteral. Sumber pencemaran timbal berasal dari limbah industri yang dialirkan ke sungai dan bermuara ke laut; selain itu kegiatan transportasi juga menghasilkan logam berat, efek dari penggunaan tetrametil-Pb dan tetraetil-Pb dalam bahan bakar untuk meningkatkan nilai oktan sebagai *anti-knock* mesin kendaraan; contohnya pada bensin dengan nilai oktan 88 mengandung timbal sebesar 0,45 g/L (Salim, 2010). Konsentrasi timbal antara 0,1-0,8 mg/L pada manusia dapat mengakibatkan gangguan otak dan ginjal (Palar, 2012). Pada Peraturan Gubernur Jawa Timur No 52 Tahun 2014, baku mutu timbal untuk industri peleburan, keramik, dan pelapisan logam masing masing adalah 0,5; 1,0; 0,1 mg/L.

2.4 Kadmium (Cd)

Kadmium (Cd) merupakan logam berwarna putih perak, lunak, mengkilap tidak larut dalam basa, mudah bereaksi, serta menghasilkan kadmium oksida bila dipanaskan. Kadmium memiliki nomor atom 40, berat atom 112,4 g/mol, titik leleh 321°C dan titik didih 767°C (Ayeni *et al.*, 2010), bersifat lentur dan tahan terhadap tekanan.

Kadmium terdapat dalam kerak bumi bersama dengan seng (Zn), sedangkan yang terdapat di dalam lingkungan pada kadar yang rendah berasal dari kegiatan penambangan seng (Zn), timah (Pb), dan kobalt (Co) serta kuprum (Cu). Sementara dalam kadar tinggi, kadmium berasal dari limbah industri, seperti dari hasil penambangan, peleburan seng (Zn) dan timbal (Pb) yang kemudian terbawa oleh aliran air dan angin (Widowati *et al.*, 2008).

Berdasarkan Regulasi Badan Standar Nasional Tahun 2009, limbah hasil industri tidak boleh mengandung kadmium yang melampaui ambang batas yaitu 0,01 mg/L. Pada Peraturan Gubernur Jawa Timur No 52 Tahun 2014, baku mutu kadmium untuk industri peleburan, keramik, dan pelapisan logam masing masing adalah 0,3; 0,1; 0,05 mg/L.

2.5 Tembaga (Cu)

Tembaga dengan bahasa latin *Cuprum* (Cu) merupakan logam yang berbentuk kristal kubik berwarna kuning, apabila dilihat menggunakan mikroskop akan berwarna merah muda kecoklatan sampai keabuan. Tembaga termasuk logam esensial yang berfungsi dalam metabolisme tubuh walaupun hanya dalam jumlah sedikit, seperti merangsang pertumbuhan organisme, dalam jumlah yang besar tetap beracun. Tembaga termasuk dalam golongan logam transisi yang memiliki nomor atom 29, bobot atom 63,546 g/mol, titik lebur 1084,62°C, dan titik didih 2562°C. Keberadaan tembaga dapat ditemukan dalam bentuk persenyawaan atau dalam senyawa padat dalam bentuk mineral, sedangkan dalam perairan laut dapat ditemukan dalam bentuk persenyawaan seperti CuCO_3 , Cu(OH)_2 , dan sebagainya.

2.6 Biosorpsi

Adsorpsi merupakan proses terikatnya suatu zat pada permukaan zat lain. Zat yang terikat atau terakumulasi disebut adsorbat, sedangkan zat yang digunakan untuk mengikat disebut adsorben. Biosorpsi merupakan proses adsorpsi dengan menggunakan adsorben yang berasal dari makhluk hidup atau yang sering disebut biosorben. Proses biosorpsi dapat terjadi bila terdapat material biologi (biosorben) dan larutan yang mengandung logam berat dengan afinitas tinggi sehingga mudah terikat pada biosorben (Ihsan, 2015). Proses terjadinya penyerapan dengan cara menarik bahan yang akan dipisah melalui permukaan biosorben. Pemanfaatan biomassa tidak hanya menguntungkan secara ekonomi namun ikut melaksanakan prinsip *zerowaste* atau bebas sampah (Fatha, 2007).

Berdasarkan interaksi antara adsorben dan adsorbat, adsorpsi terbagi menjadi dua jenis yaitu adsorpsi fisik (fisisorpsi) dan kimia (kemisorpsi). Pada fisisorpsi, gaya yang mengikat adsorbat oleh adsorben adalah gaya van der Waals, molekul terikat sangat lemah, serta bersifat *reversible* (Hartati dan Kurniasari, 2011). Sedangkan pada proses kemisorpsi terjadi reaksi antara molekul adsorbat dengan permukaan adsorben dengan membentuk ikatan kimia dan bersifat *irreversible* (Atkins, 1997).

Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi adsorpsi, yaitu (Syauqiah *et al.*, 2011):

a. Waktu kontak

Waktu kontak sangat mempengaruhi proses adsorpsi. Semakin lama waktu kontak maka semakin besar logam yang terserap, sehingga kapasitas adsorpsi

semakin besar pula. Proses adsorpsi memiliki hasil yang maksimal pada saat mencapai waktu kontak *equilibrium*.

b. Konsentrasi adsorbat

Semakin besar konsentrasi adsorbat (logam berat) dalam larutan maka akan semakin banyak jumlah substansi yang terkumpul pada permukaan biosorben.

c. pH

Derajat keasaman mempengaruhi kelarutan ion logam dan aktivitas gugus fungsi terhadap biosorben. Apabila pH asam organik dinaikkan dengan menambahkan alkali, adsorpsi akan berkurang sebagai akibat terbentuknya garam. Sebaliknya, adsorpsi asam organik meningkat bila pH diturunkan dengan penambahan asam mineral. Hal ini disebabkan karena kemampuan asam mineral untuk mengurangi ionisasi asam organik.

d. Temperatur

Adsorben yang aktif atau dipanaskan akan meningkatkan daya serap. Hal ini dapat menyebabkan pori-pori lebih terbuka dengan syarat temperatur tidak boleh terlalu tinggi untuk menghindari rusaknya adsorben.

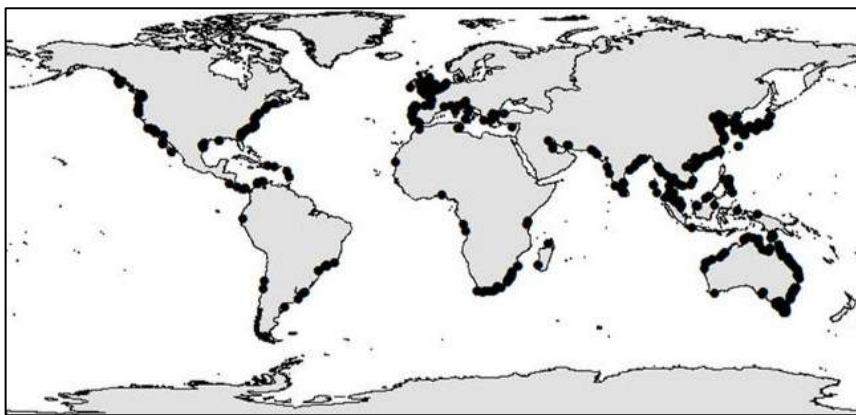
e. Luas permukaan

Semakin luas permukaan biosorben maka semakin besar yang terserap. Hal ini terjadi karena daya serap sebanding dengan luas permukaan yang ditentukan oleh ukuran partikel dan jumlah biosorben.

2.7 Lorjuk (*Solen vagina*)

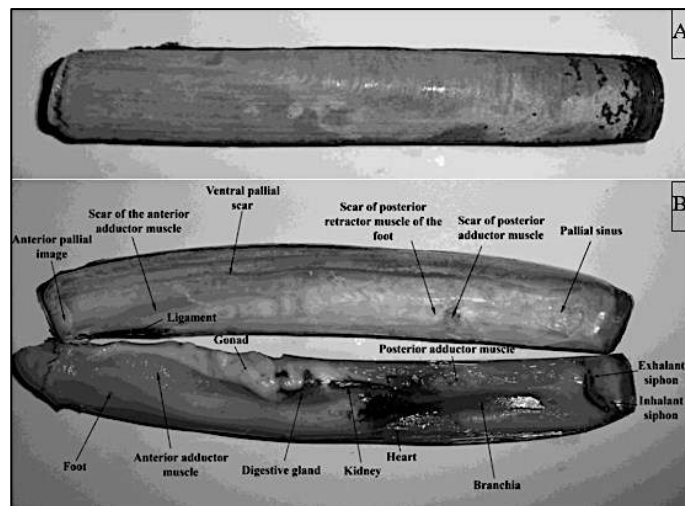
Moluska adalah salah satu filum terbesar. Pada tahun 2009, moluska berkontribusi 8% (6 juta ton) pada perikanan global dan 38% (13 juta ton) dari

budidaya laut global (FAO, 2011). Sebagian besar panen ini adalah moluska bivalvia, termasuk kerang. Lorjuk (*Solen vagina*) atau yang sering dikenal dengan kerang pisau (*razor clam*) merupakan anggota dari *class Bivalvae* dan *famili Solenidae* yang dapat ditemukan di daerah subtropis dan tropis. Pada Gambar 2.1 menunjukkan distribusi global *famili Solenida*, dapat ditunjukkan bahwa Indonesia memiliki potensi penyebaran yang melimpah, salah satunya di Pulau Madura (Costa *et al.*, 2012).



Gambar 2.1 Distribusi global *famili Solenidae* (Costa *et al.*, 2012).

Mobilitas genus ini sangat tinggi karena kemampuannya dalam melompat dan berenang serta sangat cepat bersembunyi dalam pasir ketika merasa terancam (Couñago and Tajés, 2011). Lorjuk memiliki tubuh kecil memanjang dan cangkang yang dengan dua sisi paralel yang panjang, salah satu ujung tubuhnya berbentuk runcing seperti mata pisau. Terdapat sejumlah nama lorjuk di berbagai negara, seperti *razor clam* atau *jacknife* karena karakteristiknya yang identik dengan pisau (Ditjen PPHP 2010).



Gambar 2.2. Anatomi *Solenidae*. (A) Penampakan cangkang luar secara umum; (B) Penampakan isi cangkang (Costa, 2012)

Solen sp. memiliki warna putih semi transparan, periostrakum mengkilat kehijau-hijauan hingga kecoklatan. Bentuknya silinder memanjang dan sedikit pipih, memiliki cangkang tipis mudah pecah, bagian tepi dorsal seperti tingkat, tepi ventral sedikit melengkung, garis *commarginal* halus nyaris tak terlihat, memiliki *hinge* dengan gigi tunggal pada akhir setiap katup (Tunnel *et al.*, 2010). Lorjuk yang didapatkan dari Pantai Pamekasan memiliki anatomi yang sesuai dengan anatomi *Solenidae* menurut Costa *et al.* (2012) yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Klasifikasi *Solen sp.* berdasarkan Carpenter (2002) adalah sebagai berikut:

Domain : Eukaryota
 Kingdom : Animalia
 Phylum : Mollusca
 Class : Bivalvia
 Order : Verenoida
 Family : Solenidae
 Genus : *Solen*
 Species : *Solen vagina*. (Carpenter, 2002)

2.8 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

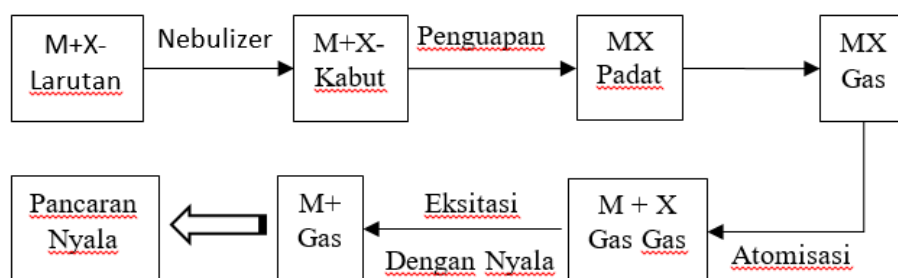
2.8.1 Teori Dasar SSA

Spektrofotometri serapan atom merupakan suatu metode yang sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah. Teknik ini adalah teknik yang paling umum dipakai untuk analisis unsur yang didasarkan pada absorbansi dari uap atom. Prinsip dasar AAS adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel. AAS dikembangkan pada tahun 1955 oleh tim peneliti kimia yang dipimpin oleh Alan Walsh, di *Commonwealth Science and Industry Research Organization* (CSIRO) Melbourne, Australia (Basset, 2004). Terdapat beberapa kelebihan dalam penggunaan AAS, yaitu: analisis sangat peka, cepat, dan spesifik karena sesuai dengan panjang gelombang unsur logam yang diamati.

Cara kerja AAS berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi akan diukur pada panjang gelombang sesuai dengan jenis logamnya. Radiasi elektromagnetik jika dikenakan kepada suatu atom, maka akan terjadi eksitasi elektron dari tingkat dasar ke tingkat tereksitasi. Perbedaan tingkat energi yang diserap tergantung pada transisi energi tiap unsur yang dipengaruhi oleh elektron valensi dari tiap unsur menggunakan persamaan Planck.

Atom-atom *ground state* akan menyerap radiasi yang diberikan oleh sumber yang terbuat dari unsur yang bersangkutan. Panjang gelombang yang dihasilkan

sama dengan panjang gelombang yang diabsorpsi oleh atom dalam nyala dengan mengikuti hukum *Lambert-Beer*, yaitu absorbansi berbanding lurus dengan panjang nyala yang dilalui sinar dan konsentrasi uap atom dalam nyala. Pada Gambar 2.3 berikut ini merupakan skema kerja umum menggunakan AAS (Vogel, 2000).



Gambar 2.3. Skema kerja umum SSA (Vogel, 2000).

Pada Tabel 2.3 dibawah ini menunjukkan panjang gelombang tiap analit yang akan digunakan dalam penelitian ini. Proses atomisasi yang terjadi pada AAS melalui beberapa tahapan, yaitu (Chasten, 2000):

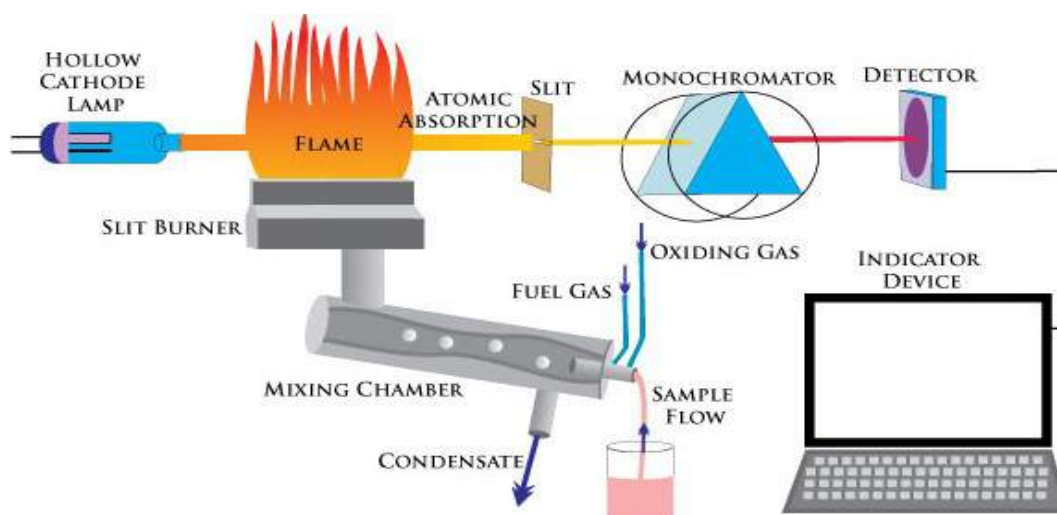
1. *Nebulizer* mencampur bahan bakar asetilen dan udara sehingga menciptakan tekanan.
2. Tekanan akan mengakibatkan sampel terserap masuk dalam ruang *nebulizer*.
3. Dalam *Chamber*, campuran dari asetilen-udara dan aerosol sampel menjadi heterogen.
4. Campuran tersebut akan mengalir dalam *burner*.
5. Sampel cair akan terumpul di bagian bawah *nebulizer* dan mengalir secara gravitasi menuju pembuangan.
6. Nyala api akan memecah analit menjadi bentuk atom.

7. Monokromator akan mengisolasi sinar dari analit dan memisahkannya dari sinar lain yang ditimbulkan oleh nyala.
8. Detektor akan menentukan intensitas sinar yang keluar dari monokromator dan mengubahnya dalam bentuk energi listrik.

Tabel 2.3 Panjang gelombang tiap analit

Panjang Gelombang (nm)		
Pb^{2+}	Cd^{2+}	Cu^{2+}
283,306 nm	228,8 nm	228,8 nm

2.8.2 Instrumentasi SSA



Gambar 2.4 Komponen Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) (Deepak, 2014)

Pada Gambar 2.4 menunjukkan bagian-bagian dari instrumen AAS dengan penjelasan sebagai berikut (Khopkar, 2010):

1. Sumber Sinar

Sumber radiasi menggunakan *Hollow Cathode Lamp* (HCL) yang terdiri dari tabung kaca tertutup yang mengandung katoda (cekung silindris yang terbuat dari unsur yang akan diamati) dan anoda (terbuat dari tungsten). Setiap pengukuran harus menggunakan *Hollow Cathode Lamp* sesuai dengan logam

yang akan diamati, misalnya dalam menentukan konsentrasi tembaga harus menggunakan HCL Cu yang akan memancarkan energi radiasi sesuai dengan energi yang diperlukan untuk transisi elektron atom. Pada saat diberikan tegangan pada arus tertentu, katoda akan memancarkan berkas elektron yang akan menuju anoda. Atom akan tereksitasi kemudian mengemisikan radiasi pada panjang gelombang tertentu.

2. Sumber atomisasi

Sumber atomisasi dibagi menjadi dua yaitu sistem nyala dan sistem tanpa nyala. Sampel masuk ke nyala dalam bentuk aerosol. Aerosol biasa dihasilkan oleh *nebulizer*/pengabut yang dihubungkan ke nyala oleh ruang penyemprot (*chamber spray*). Pada umumnya jenis nyala yang digunakan adalah udara-asetilen dan udara arena temperatur nyala lebih rendah mendorong terbentuknya atom netral dan dengan nyala yang kaya bahan bakar pembentukan oksida dari banyak unsur dapat diminimalkan. Selain itu bisa juga menggunakan Nitrous oksida-asetilen yang digunakan untuk penentuan unsur-unsur yang mudah membentuk oksida dan sulit terurai. Hal ini disebabkan karena temperatur nyala yang dihasilkan relatif tinggi. Unsur-unsur tersebut adalah: Al, B, Mo, Si, So, Ti, V, dan W. Pada Tabel 2.4. dibawah ini menunjukkan data sumber atomisasi yang sering digunakan pada SSA (Skoog *et al.*, 2013).

Tabel 2.4. Sumber atomisasi yang digunakan pada SSA (Skoog *et al.*, 2013)

Sumber Atomisasi (Pembakar dan Oksidan)	Temperatur (°C)
Acetylene-Udara	2100-2400
Acetylene-N ₂ O	2600-2800
Acetylene-O ₂	3050-3150
H ₂ -Udara	2000-2100

H ₂ -O ₂	2500-2700
Propane-Udara	1700-1900
Propane-O ₂	2700-2800

3. Monokromator

Alat ini berfungsi memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis selain itu juga untuk memisahkan radiasi yang tidak diperlukan dari spektrum radiasi lain yang dihasilkan oleh *Hallow Cathode Lamp*.

4. Detektor

Alat ini akan mengubah energi cahaya menjadi energi listrik, yang memberikan suatu isyarat listrik berhubungan dengan daya radiasi yang diserap oleh permukaan yang peka.

5. Read Out

Sistem ini akan mengolah kuat arus dari detektor menjadi besaran daya serap atom transmisi yang selanjutnya diubah menjadi data dalam sistem pembacaan yang akan menampilkan suatu angka atau gambar sehingga dapat dibaca oleh mata.

2.9 Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi merupakan suatu hubungan yang menunjukkan distribusi adsorben antara fasa teradsorpsi pada permukaan adsorben dengan fasa ruah saat kesetimbangan pada suhu yang tetap. Terdapat beberapa model adsorpsi yang umum digunakan, yaitu: isoterm *Langmuir* dan *Freundlich*.

Model isoterm *Langmuir* menjelaskan bahwa kapasitas adsorpsi maksimum terjadi pada saat lapisan tunggal (*monolayer*) adsorbat pada permukaan adsorben.

Terdapat beberapa asumsi yang dinyatakan oleh Ruthven (1984), bahwa molekul diadsorpsi oleh tempat terjadinya reaksi di permukaan yang tetap, setiap permukaan adsorben dapat mengikat satu molekul adsorbat dan semua permukaan memiliki energi yang sama.

Pada suatu percobaan, data yang diperoleh dapat dibuat grafik yang berupa garis linear dengan plot C_e sebagai sumbu x dan C_e/q_e sebagai sumbu y dengan hasil $slope = 1/(q_m K_L)$ dan $intercept = 1/q_m$. Perhitungan kapasitas adsorpsi maksimum (q_m) dan konstanta *Langmuir* (K_L) juga dapat ditentukan menggunakan persamaan 2.1.

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_m K_L} + \frac{1}{q_m} C_e \dots\dots\dots (2.1)$$

Keterangan:

- c_e = Konsentrasi sisa adsorbat (mg/L)
- q_e = Jumlah adsorbat yang teradsorpsi (mg/g)
- q_m dan K_L = Konstanta Langmuir

Model isoterm *Freundlich* dapat digunakan bila ada lapisan permukaan (*multilayer*) yang bersifat heterogen yang menjelaskan bahwa terdapat tiap permukaan memiliki energi yang berbeda (Schnoor, 1996).

Pada suatu percobaan, data yang diperoleh dapat dibuat grafik yang berupa garis linear dengan plot $\log C$ sebagai sumbu x dan $\log q$ sebagai sumbu y. Perhitungan konstanta *Freundlich* (K_f) dan n dapat ditentukan menggunakan persamaan 2.2.

$$\log q_e = \log K_f + \frac{1}{n} \log C_e \dots\dots\dots (2.2)$$

Keterangan:

- c_e = Konsentrasi adsorbat (mg/L)
- q_e = jumlah adsorbat yang teradsorpsi (mg/g)
- K_f dan n = Konstanta Freundlich

parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Yuwono&Indrayanto, 2005). Menurut USP, validasi metode dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis bersifat akurat, spesifik, reproduibel, tahan pada kisaran analitik yang akan dianalisis dan sesuai dengan tujuan yang diinginkan. Berikut ini merupakan beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi metode analisis, yaitu:

a. Akurasi

Akurasi atau kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Perhitungan persen *recovery* dapat diperoleh melalui Rumus 2.5. Hasil analisis bergantung pada beberapa faktor yang mempengaruhi, untuk mencapai kecermatan yang tinggi dapat dilakukan dengan beberapa cara, seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, pelaksanaan yang cermat dan sesuai prosedur.

$$\%Recovery = \frac{(Ca-Cb)}{Ca} \times 100\% \dots\dots\dots(2.5)$$

Ca

Keterangan rumus:

Ca = konsentrasi analit yang ditambahkan

Cb = konsentrasi sampel sebenarnya

Akurasi dapat ditentukan dengan dua cara yaitu simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau penambahan baku (*standard addition method*). Dalam metode simulasi, sejumlah analit bahan murni (senyawa pembanding) ditambahkan ke

dalam campuran bahan pembawa sediaan farmasi (plasebo) lalu campuran tersebut dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang ditambahkan (kadar yang sebenarnya). Dalam metode penambahan baku, sampel dianalisis lalu sejumlah tertentu analit yang diperiksa ditambahkan ke dalam sampel dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (hasil yang diharapkan).

b. Presisi

Presisi merupakan suatu ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi) yang dapat dihitung melalui Rumus 2.6.

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \dots\dots\dots(2.6)$$

Keterangan rumus:

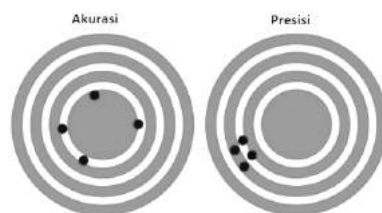
RSD = Koefisien variasi

SD = Standar deviasi

X = Kadar rata-rata

Keterulangan adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang pendek. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang. Kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. Pada gambar 2.5 di bawah ini merupakan ilustrasi akurasi dan presisi sedangkan pada

Tabel 2.5 menunjukkan kriteria keberterimaan akurasi dan presisi (Horwitz, 2013).



Gambar 2.5 Ilustrasi akurasi dan presisi

Tabel 2.5. Kriteria keberterimaan akurasi dan presisi (Horwitz, 2013)

Konsentrasi Analit	% Recovery (%)	% RSD (%)
100%	98-101	1,3
10%	98-102	2,8
1%	97-103	2,7
0,1%	95-105	3,7
0,01%	90-107	5,3
10 ppm	80-110	7,3
1 ppm	80-110	11
10 ppb	60-115	21

c. Linieritas

Linearitas merupakan suatu kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima. Perlakuan matematik dalam uji linearitas adalah melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linier $Y = a + bx$. Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $b = 0$ dan $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis. Sedangkan nilai a menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan.

d. Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Pada analisis instrumen batas deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blanko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku respon blanko dan formula menggunakan rumus 2.7 berikut ini.

$$LOD \text{ atau } LOQ = \frac{k \times SD}{s} \dots\dots\dots(2.7)$$

Keterangan:

LOD (batas deteksi) $k = 3,3$

LOQ (batas kuantitasi) $k=10$

SD= Standar deviasi respon analitik dari blanko

s= slope atau b yang diperoleh dari persamaan $y=a+bx$, merupakan arah garis.