

PENUNTUN PRAKTIKUM INSTRUMEN SPEKTROSKOPI



Tim Penyusun :

**Dr. Hj. Mashuni, M.Si
La Ode Abdul Kadir, S.Si., M.Si**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HALU OLEO
KENDARI
2019**

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas berkenaan-Nya sehingga penyusunan dan penulisan Penuntun Praktikum Instrumen Spektroskopi ini dapat terselesaikan dengan baik dan tepat waktu. Salam dan doa tak lupa pula penulis haturkan kepada suri tauladan kita, Nabi Muhammad SAW.

Selama melakukan penyusunan dan penulisan penuntun ini, penulis banyak menghadapi tantangan dan hambatan. Kesemuanya itu dapat teratasi berkat bantuan dan dukungan dosen, orang tua, dan terutama adalah ridho Allah SWT. Untuk itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terima kasih yang tulus kepada semua pihak yang telah turut memberikan andil dan membantu penulis hingga selesainya penyusunan dan penulisan laporan lengkap ini.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penuntun ini masih banyak menampilkan kekurangan. Untuk itu penulis sangat mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak bagi perbaikan makalah ini dan menjadi masukan yang sangat berguna pada kesempatan berikutnya.

Dan akhirnya, semoga penuntun ini bermanfaat bagi semua pihak dan dapat memberi sumbangsi dalam perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi, serta kemaslahatan umat dan alam.

Kendari, 17 Agustus 2019

Tim Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL

HALAMAN PENGESAHAN

KATA PENGANTAR

DAFTAR ISI

PERCOBAAN I

Penentuan Kadar Besi (Fe) Dalam Sampel Air Limbah Dengan Metode Spektrofotometer UV-Vis

PERCOBAAN II

Penentuan Kadar Nikel (Ni) Dalam Sampel Air Limbah Dengan Metode Spektrofotometer UV-Vis

PERCOBAAN III

Penentuan Kadar Tembaga Dalam Sampel Air Limbah Dengan Menggunakan Spektrometer Serapan Atom (SSA)

PERCOBAAN IV

Metode Analisis Besi (Fe) Dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-Nyala

PERCOBAAN V

Metode Analisis Nikel (Ni) Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – Nyala

PERCOBAAN VI

Cara Uji Raksa (Hg) Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) –Uap Dingin Atau *Mercury Analyzer*

PERCOBAAN VII

Cara Uji Kobal (Co) Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – Nyala

PERCOBAAN VIII

Uji Interferensi/ Adanya Unsur Lain Pada Analisis Besi (III) Menggunakan Spektrometer UV-Vis

PERCOBAAN XI

Uji Interferensi/ Adanya Unsur Lain Pada Analisis Besi (III) Menggunakan Spektrometer AAS

DAFTAR PUSTAKA

PERCOBAAN I
PENENTUAN KADAR BESI (Fe) DALAM SAMPEL AIR LIMBAH
DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

A. Tujuan Praktikum

Menentukan kadar Fe (II) dalam sampel air sumur dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS.

B. Tinjauan Pustaka

Besi merupakan salah satu logam yang banyak digunakan dalam industri. Besi merupakan unsur terbanyak keempat dalam litosfer bumi setelah oksigen, silikon, dan aluminium. Kegunaan besi yang paling penting adalah dalam pembuatan baja (alloy). Baja biasanya digunakan sebagai rangka dalam pembuatan jembatan maupun gedung-gedung yang bermanfaat bagi kehidupan manusia.

Di alam besi terdapat sebagai oksida atau karbonat dan sebagian sebagai sulfida. Selain itu, besi juga terkandung dalam air. Air dapat bermanfaat bagi makhluk hidup tetapi apabila air mengandung besi dengan konsentrasi yang tinggi hal ini justru dapat merugikan makhluk hidup. Air yang mengandung besi biasanya berwarna agak kuning, rasanya amis, menimbulkan karat besi pada sisi pipa atau bak, menimbulkan bakteri besi dan dapat menodai kain atau perkakas rumah tangga (Izmare, 1987). Menurut Surat Keputusan Standard Nasional Indonesia (SNI) untuk syarat air minum kandungan besi hanya berkisar antara 0,3 – 1 ppm.

Kandungan besi dalam air sangat sedikit (kelumit), sehingga untuk mengetahui kandungan besi yang terdapat dalam air telah dilakukan suatu analisis besi dengan menggunakan metode spektrofotometri baik menggunakan spektrofotometer serapan atom maupun spektrometer UV- Vis.

Spektrofotometer UV-VIS merupakan alat dengan teknik spektrofotometer pada daerah ultra-violet dan sinar tampak. Alat ini digunakan guna mengukur serapan sinar ultra violet atau sinar tampak oleh suatu materi dalam bentuk larutan. Konsentrasi larutan yang dianalisis sebanding dengan jumlah sinar yang diserap oleh zat yang terdapat dalam larutan tersebut. Dalam hal ini, hukum Lamber-Beer dapat menyatakan hubungan antara serapan cahaya dengan konsentrasi zat dalam larutan. Di bawah ini adalah persamaan Lamber-Beer ;

$$A = -\log T = \epsilon b c$$

Dengan A = absorban, T = transmittan, ϵ = absorptivitas molar ($\text{Lcm}^{-1}.\text{mol}^{-1}$), b = panjang sel (cm), dan c = konsentrasi zat (mol/L).

Spektrum absorpsi yang diperoleh dari hasil analisis dapat memberikan informasi panjang gelombang dengan absorban maksimum dari senyawa atau unsur. Panjang gelombang dan absorban yang dihasilkan selama proses analisis digunakan untuk membuat kurva standar. Konsentrasi suatu senyawa atau unsur dapat dihitung dari kurva standar yang diukur pada panjang gelombang dengan absorban maksimum. Dari kurva standar kalibrasi, diperoleh persamaan garis

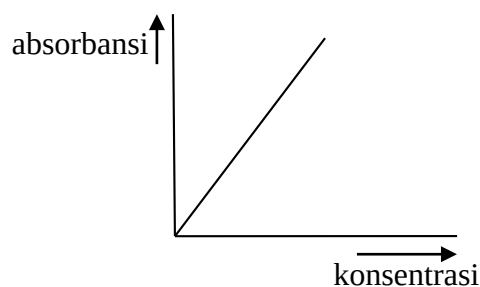
$$Y = ax + b$$

Dimana Y merupakan serapan dan x adalah konsentrasi unsur atau senyawa. Dengan persamaan garis tersebut dapat ditentukan konsentrasi sampel.

Spektrofotometer UV-Vis dapat digunakan untuk analisis kualitatif maupun analisis kuantitatif. Adapun langkah-langkah utama dalam analisis kuantitatif adalah ;

- Pembentukan warna (untuk zat yang tak berwarna atau warnanya kurang kuat),
- Penentuan panjang gelombang maksimum,
- Pembuatan kurva kalibrasi,
- Pengukuran konsentrasi sampel.

Cara kurva kalibrasi. Hal pertama yang dilakukan dengan menggunakan cara ini adalah pembuatan deret larutan standar, kemudian diukur serapannya dan dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi dengan serapan. Dengan mengukur serapan sampel dan memasukkannya kedalam persamaan garis yang dihasilkan dari kurva kalibrasi, maka konsentrasi sampel akan diketahui.



Gambar 1. kurva kalibrasi

Cara standar adisi dilakukan dengan cara menambahkan sejumlah larutan sampel yang sama ke dalam larutan standar. Cara ini menggunakan persamaan Lamber-Beer,

$$A_{\text{total}} = \frac{\epsilon \cdot b \cdot V_x \cdot C_x}{V_t} + \frac{\epsilon \cdot b \cdot V_s \cdot C_s}{V_t}$$

Dimana A_c merupakan absorbansi campuran antara sampel dan standar sedangkan V_x , V_s , V_t adalah volume standar, volume standar dan volume total. Sedangkan C_x dan C_s adalah konsentrasi sampel dan standar. Kurva A_t diperoleh dengan cara mengikuti persamaan di atas. Dimana kurva A_t merupakan fungsi dari V_s dan berbentuk linier. Dengan menggunakan persamaan tersebut juga dapat ditentukan konsentrasi sampel (C_x).

C. Alat dan Bahan

1. Alat

1. Spektrofotometer 20	1 set
2. Labu takar 100 mL	1 buah
3. Labu takar 25 mL	6 buah
4. Gelas kimia 100 mL	1 buah
5. Botol semprot	1 buah
6. Spatula	1 buah
7. Corong plastik	1 buah
8. Pipet seukuran 10 mL	1 buah
9. Pipet seukuran 1 mL	1 buah
10. Pipet seukuran 5 mL	1 buah
11. Pipet tetes	3 buah
12. Batang pengaduk	1 buah

2. Bahan

1. Garam $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$	= 0,07 gram
2. Larutan Hidroksil Alamin- HCL 5%	= 5 mL
3. Larutan 1,10 fenontralin 0,1 %	= 25 mL
4. Larutan CH_3COONa 5%	= 40 mL

- | | |
|--------------------------------|------------|
| 5. Aquades | secukupnya |
| 6. H_2SO_4 2 M | = 5 mL |
| 7. Sampel air sumur | = 5 mL |

D. Prosedur Praktikum

1. Pembuatan larutan baku Fe (II) 100 ppm

Garam $\text{Fe}(\text{NH}_4\text{OH})_2(\text{SO}_4) \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebanyak 0,07 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan dilarutkan dengan aquades serta diaduk hingga larut. Setelah itu, larutan tersebut dituangkan ke dalam labu takar 100 mL dengan bantuan corong pendek dan batang pengaduk. Dibilas gelas kimia, batang pengaduk dan corong pendek dengan aquades. Ditambahkan 5 mL asam sulfat (H_2SO_4) 2 M ke dalam labu takar 100 mL yang telah terisi larutan, kemudian larutan yang telah ditambah asam sulfat ditanda-batkan aquades hingga dan dikocok guna menghomogenkan larutan.

2. Preparasi deret standar dan sampel

a. Preparasi larutan standar Fe (II) 1 ppm

Dimasukkan 0,25 mL larutan baku Fe (II) 100 ppm ke dalam labu takar 25 mL. Ditambahkan 1 mL larutan hidroksilamin-HCl 5%, 8 mL larutan CH_3COONa 5%, dan 5 mL 1,10-fenontralin 0,1%. Kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Didiamkan selama ± 10 menit sebelum pengukuran dilakukan.

b. Preparasi larutan standar Fe (II) 2 ppm

Dimasukkan 0,5 mL larutan baku Fe (II) 100 ppm ke dalam labu takar 25 mL. Ditambahkan 1 mL larutan hidroksilamin-HCl 5%, 8 mL larutan CH_3COONa 5%, dan 5 mL 1,10-fenontralin 0,1%. Kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Didiamkan selama ± 10 menit sebelum pengukuran dilakukan.

c. Preparasi larutan standar Fe (II) 3 ppm

Dimasukkan 0,75 mL larutan baku Fe (II) 100 ppm ke dalam labu takar 25 mL. Ditambahkan 1 mL larutan hidroksilamin-HCl 5%, 8 mL larutan CH_3COONa 5%, dan 5 mL 1,10-fenontralin 0,1%. Kemudian

ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Didiamkan selama ± 10 menit sebelum pengukuran dilakukan.

d. Preparasi larutan standar Fe (II) 4 ppm

Dimasukkan 0,1 mL larutan baku Fe (II) 100 ppm ke dalam labu takar 25 mL. Ditambahkan 1 mL larutan hidroksilamin-HCl 5%, 8 mL larutan CH_3COONa 5%, dan 5 mL 1,10-fenontralin 0,1%. Kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Didiamkan selama ± 10 menit sebelum pengukuran dilakukan.

e. Preparasi larutan standar Fe (II) 5 ppm

Dimasukkan 1,25 mL larutan baku Fe (II) 100 ppm ke dalam labu takar 25 mL. Ditambahkan 1 mL larutan hidroksilamin-HCl 5%, 8 mL larutan CH_3COONa 5%, dan 5 mL 1,10-fenontralin 0,1%. Kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Didiamkan selama ± 10 menit sebelum pengukuran dilakukan.

f. Preparasi larutan sampel

Dimasukkan 5 mL air sumur ke dalam labu takar 25 mL. Ditambahkan 1 mL larutan hidroksilamin-HCl 5%, 8 mL larutan CH_3COONa 5%, dan 5 mL 1,10-fenontralin 0,1%. Kemudian ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3. Pembuatan larutan blanko

Dimasukkan 1 mL hidroksilamin-HCl 5%, 8 mL CH_3COONa 5%, 5 mL 1,10-fenontralin 0,1% ke dalam labu takar 25 mL. Larutan tersebut kemudian ditanda bataskan dengan aquades dan dihomogenkan.

4. Penentuan panjang gelombang maksimum

Untuk menentukan panjang gelombang maksimum digunakan larutan standar 3 ppm. Larutan standar 3 ppm dimasukkan ke dalam kuvet untuk kemudian diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 400 nm-600 nm dengan jarak rentang 10 nm dan apabila panjang gelombang telah mendekati maksimum, rentang panjang gelombang tersebut diperkecil. Untuk setiap pergantian panjang gelombang, pengukuran harus diselingi

oleh pengukuran larutan blanko. Dicatat absorban pada setiap panjang gelombang yang dianalisis.

6. Pengukuran deret standar dan sampel

Diset panjang gelombang pada panjang gelombang maksimum. Larutan deret standar 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm dan 5 ppm serta larutan sampel air sumur diukur pada panjang gelombang maksimum (hasil dari penentuan panjang gelombang maksimum) dan dicatat absorban yang dihasilkan untuk masing-masing larutan. Untuk setiap pergantian larutan satu ke larutan berikutnya, pengukuran harus diselingi oleh pengukuran larutan blanko. Apabila serapan larutan larutan sampel berada diluar rentang deret standar, maka larutan sampel tersebut harus diencerkan dan diukur kembali serapannya. Setelah diperoleh serapan dari masing-masing larutan maka kurva kalibrasi dapat dibuat yaitu dengan memplot konsentrasi dan serapan.

PERCOBAAN II
PENENTUAN KADAR NIKEL (Ni) DALAM SAMPEL AIR LIMBAH
DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

A. Tujuan Praktikum

Menentukan kadar nikel (Ni) dalam sampel air sumur dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS.

B. Tinjauan Pustaka

Nikel adalah logam berwarna putih keperak-perakan yang berkilat., dan keras dan mulur (dapat ditarik). Ia tergolong dalam logam peralihan. Nikel adalah logam yang keras namun dapat dibentuk. Karena sifatnya yang fleksibel dan mempunyai karakteristik-karakteristik yang unik seperti tidak berubah sifatnya bila terkena udara, ketahanannya terhadap oksidasi dan kemampuannya untuk mempertahankan sifat-sifat aslinya di bawah suhu yang ekstrim, nikel lazim digunakan dalam berbagai aplikasi komersial dan industri.

Nikel (Ni) merupakan kelompok logam transisi II dimana pada umumnya digunakan untuk electroplating, pabrik baja tahan karat (stainless steel), dan batu baterai nikel-kadmium. Seperti logam transisi divalen lainnya, Nikel di alam dalam bentuk ion heksaquo $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{O}_6)^{+2}$ dan garam terlarut dalam air. Aliran alami, sungai, dan danau mengandung total 0,2-10 $\mu\text{g L}^{-1}$ nikel terlarut. Air yang dekat dengan permukaan pada daerah pertambangan dan peleburan mengandung nikel sampai 6, 4 mg L⁻¹. Air laut mengandung kira-kira 1,5 $\mu\text{g L}^{-1}$ dimana merupakan sekitar 50% bentuk ion bebasnya.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

1. Spektrofotometer 20	1 set
2. Labu takar 100 mL	1 buah
3. Labu takar 25 mL	6 buah
4. Gelas kimia 100 mL	1 buah
5. Botol semprot	1 buah
6. Spatula	1 buah
7. Corong plastik	1 buah
8. Pipet seukuran 10 mL	1 buah

- | | |
|-------------------------|--------|
| 9. Pipet seukuran 1 mL | 1 buah |
| 10. Pipet seukuran 5 mL | 1 buah |
| 11. Pipet tetes | 3 buah |
| 12. Batang pengaduk | 1 buah |

2. Bahan

- | | |
|---------------------------------------|-------------|
| 1. Ni(SO ₄) | = 0,07 gram |
| 2. Dimetil glioksim | = 25 mL |
| 3. Aquades | secukupnya |
| 4. H ₂ SO ₄ 2 M | = 5 mL |
| 5. Sampel air sumur | = 5 mL |

E. Prosedur Praktikum

1. Buatlah larutan baku dari nikel sulfat (NiSO₄) dengan konsentrasi 100 ppm kemudian diencerkan ke dalam 5 konsentrasi berbeda yakni 1,2,3,4,5 ppm.

2. Preparasi larutan sampel

Dimasukkan 25 mL air sumur ke dalam labu takar 25 mL. Ditambahkan 5 mL HNO₃ kemudian dipekatkan hingga volumenya 10 mL. Sisa hasil penguapan ditambahkan 2 mL H₂O₂, 5 mL amonium hidroksida Kemudian diencerkan sampai 100 mL. Selanjutnya dipipet 25 mL untuk ditambahkan 5 mL dimetilglioksim, 5 mL EDTA dan didiamkan selama 10-15 menit

3. Pembuatan larutan blanko

Dipipet 5 mL HNO₃ kemudian ditambahkan 2 mL H₂O₂, 5 mL amonium hidroksida Selanjutnya ditambahkan 5 mL dimetilglioksim, 5 mL EDTA Kemudian diencerkan sampai 100 mL.

4. Pengukuran deret standar dan sampel

Diset panjang gelombang pada panjang gelombang 445. Larutan deret standar 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm dan 5 ppm serta larutan sampel air sumur diukur pada panjang gelombang maksimum (hasil dari penentuan panjang gelombang maksimum) dan dicatat absorban yang dihasilkan untuk masing-masing larutan. Untuk setiap pergantian larutan satu ke larutan berikutnya, pengukuran harus diselingi oleh pengukuran larutan blanko. Setelah diperoleh serapan dari masing-masing larutan maka kurva kalibrasi dapat dibuat yaitu dengan memplot konsentrasi dan serapan.

PERCOBAAN III

PENENTUAN KADAR TEMBAGA DALAM SAMPEL AIR LIMBAH DENGAN MENGGUNAKAN SPEKTROMETER SERAPAN ATOM (SSA)

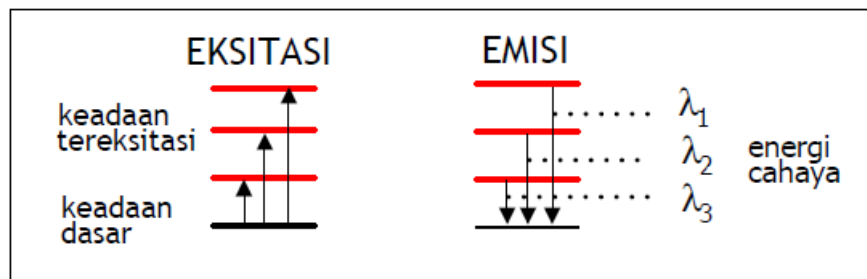
A. Tujuan Percobaan

1. Mempreparasi sampel air limbah yang akan ditentukan kadar tembaganya dengan alat spektrofotometer serapan atom (SSA).
2. Menyiapkan larutan kerja dari larutan “stock” yang tersedia.
3. Memahami prinsip penentuan kadar logam dalam suatu sampel dengan alat spektrofotometer serapan atom (SSA).

B. Tinjauan Pustaka

Tembaga adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang Cu dan nomor atom 29. Lambangnya berasal dari bahasa Latin Cuprum. Tembaga merupakan konduktor panas dan listrik yang baik. Selain itu unsur ini memiliki korosi yang lambat sekali. Tembaga murni sifatnya halus dan lunak, dengan permukaan berwarna jingga kemerahan. Tembaga dicampurkan dengan timah untuk membuat perunggu. Kadar Cu dalam air biasanya ditentukan dengan spektrofotometer

Pada analisis Cu dengan SSA didasarkan pada penyerapan energi radiasi oleh atom-atom netral pada keadaan dasar, dengan panjang gelombang tertentu yang menyebabkan tereksitasinya dalam berbagai tingkat energi. Keadaan eksitasi ini tidak stabil dan akan kembali ke tingkat dasar dengan melepaskan sebagian atau seluruh energi eksitasinya dalam bentuk radiasi. Energi yang diemisikan dapat berupa energi cahaya dengan panjang gelombang yang berhubungan langsung dengan transisi elektronik yang terjadi. Setiap unsur mempunyai struktur elektronik yang khas, maka panjang gelombang yang diemisikan pun merupakan sifat khas dari suatu unsur. Jika cahaya dengan panjang gelombang tertentu yang sesuai mengenai suatu atom yang berada dalam keadaan dasar, maka atom dapat menyerap energi cahaya tersebut untuk berpindah ke keadaan tereksitasi. Proses ini disebut serapan atom dan menjadi dasar untuk spektrometri serapan atom.



Gambar 2 Proses eksitasi dan emisi

Larutan sampel diaspirasikan ke suatu nyala dan unsur-unsur di dalam sampel diubah menjadi uap atom sehingga nyala mengandung atom unsur-unsur yang dianalisis. Beberapa diantara atom akan tereksitasi secara termal oleh nyala, tetapi kebanyakan atom tetap tinggal sebagai atom netral dalam keadaan dasar (ground state). Atom-atom ground state ini kemudian menyerap radiasi yang diberikan oleh sumber radiasi yang terbuat dari unsur-unsur yang bersangkutan.

Panjang gelombang yang dihasilkan oleh sumber radiasi adalah sama dengan panjang gelombang yang diabsorpsi oleh atom dalam nyala. Absorpsi ini mengikuti hukum Lambert-Beer, yakni absorbansi berbanding lurus dengan panjang nyala yang dilalui sinar dan konsentrasi uap atom dalam nyala. Kedua variabel ini sulit untuk ditentukan tetapi panjang nyala dapat dibuat konstan sehingga absorbansi hanya berbanding langsung dengan konsentrasi analit dalam larutan sampel. Secara sederhana dapat dirumuskan sebagai berikut ;

$$A = a.b.C$$

Keterangan :

A = Absorbansi

A = absorptivitas

B = lebar kuvet

C = Konsentrasi

C. Alat dan Bahan Praktikum

1. Alat

- | | |
|----------------------|--------|
| • Labu takar 50 mL | 2 buah |
| • Labu takar 25 mL | 4 buah |
| • Pipet tetes | 1 buah |
| • Gelas kimia 100 mL | 1 buah |

- Gelas kimia 600 mL 1 buah
- Corong kecil 1 buah
- Pipet ukuran 1 mL 1 buah
- *Hot plate* 1 buah
- Kaca arloji 1 buah

2. Bahan

- Larutan HNO_3 pH 2,0
- Larutan stock Cu(II) 1000 ppm

D. Prosedur kerja praktikum

1. Preparasi sampel

Diambil 50 mL sampel dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL. ditambahkan 2,5 mL HNO_3 pekat kemudian diaduk dan diuapkan di atas hot plate sampai volumenya menjadi ± 15 mL. Setelah itu ditambahkan lagi 2,5 mL HNO_3 pekat, ditutup dengan kaca arloji dan dipanaskan kembali sampai warna larutan jernih. Kemudian larutan sampel didinginkan dan ditambahkan sedikit aquades, dituangkan ke dalam labu takar 50 mL dan ditandabatkan

2. Pembuatan larutan blanko

Larutan blanko dibuat berupa larutan HNO_3 yang memiliki pH 2,0.

3. Pembuatan larutan standar Cu(II) 25 ppm

Dibuat larutan standar Cu(II) dengan konsentrasi 25 ppm, dengan cara mengencerkan larutan stock dengan larutan blanko ke dalam labu ukur 50 mL.

4. Pengukuran

Dimasukan larutan sampel ke dalam 5 labu takar masing-masing (25,25,25,25,50) mL sebanyak 5 mL pada masing-masing labu takar 25 mL dan 10 mL pada labu takar 50 mL. Kemudian ditambahkan larutan standar 25 ppm masing-masing labu takar (2,4,6,8,10) mL. Setelah itu ditandabatkan. Maka didapat larutan sampel ditambah standar.

5. Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran konsentrasi sampel

Diukur absorbansi masing-masing larutan (sampel + standar) yang telah disiapkan dimulai dari konsentrasi terendah. Larutan sampel diukur

absorbansinya. Dibuat grafik hubungan absorbansi vs konsentrasi dengan program Excell. Kemudian ditentukan persamaan matematik hubungan linear antara absorbansi dengan konsentrasi. Ditentukan konsentrasi (ppm) Cu(II) dalam larutan sampel.

PERCOBAAN IV
METODE ANALISIS BESI (Fe) DENGAN SPEKTROFOTOMETRI
SERAPAN ATOM (SSA)-NYALA

A. Tujuan Percobaan

Menentukan kadar Fe cuplikan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA).

B. Tinjauan Pustaka

Kandungan besi dalam air sangat sedikit (kelumit), sehingga untuk mengetahui kandungan besi yang terdapat dalam air telah dilakukan suatu analisis besi dengan menggunakan metode spektrofotometri baik menggunakan spektrofotometer serapan atom maupun spektrometer UV- Vis. Tetapi metode yang dapat diandalkan dalam hal kepekaan, ketelitian maupun ketepatannya adalah metode analisis spektrofotometri serapan atom melalui ekstraksi pelarut karena spektrofotometri serapan atom ketelitian dan kepekaannya dapat digunakan untuk analisis unsur sampai tingkat kelumit,

Metode ini digunakan untuk penentuan logam besi, Fe dalam air dan air limbah secara metode spektrofotometri serapan atom-nyala (SSA) pada kisaran kadar Fe 0,3 mg/L sampai dengan 6,0 mg/L dan panjang gelombang 248,3 nm.

Larutan induk logam besi, Fe

larutan yang mempunyai kadar logam besi, Fe 1000 mg/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

Larutan baku logam besi, Fe

larutan induk logam besi yang diencerkan dengan air suling sampai kadar tertentu

Larutan kerja logam besi, Fe

larutan baku logam besi, Fe yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi dan mempunyai kisaran kadar Fe 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 2,0 mg/L; 3,0 mg/L; 4,0 mg/L dan 6,0 mg/L

Larutan blanko

air suling yang diasamkan atau perlakuannya sama dengan contoh uji

Larutan pengencer

larutan yang digunakan untuk mengencerkan larutan kerja, yang dibuat dengan cara menambahkan asam nitrat pekat ke dalam air suling sampai pH 2

Kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi masuk yang merupakan garis lurus

C. Alat dan Bahan

1. Bahan

- a. air suling;
- b. asam nitrat, HNO_3 ;
- c. larutan standar logam besi, Fe; dan
- d. gas asetilen, C_2H_2 .

2. Peralatan

- a. SSA;
- b. lampu hollow katoda Fe;
- c. gelas piala 250 mL;
- d. pipet ukur 5 mL; 10 mL; 20 mL; 30 mL; 40 mL dan 60 mL;
- e. labu ukur 100 mL;
- f. corong gelas;
- g. pemanas listrik;
- h. kertas saring *whatman* 40, dengan ukuran pori θ 0.42 μm ; dan
- i. labu semprot.

D. Prosedur Kerja

1. Persiapan contoh uji

- a. Masukkan 100 mL contoh uji yang sudah dikocok sampai homogen kedalam gelas piala.
- b. Tambahkan 5 mL asam nitrat.
- c. Panaskan di pemanas listrik sampai larutan contoh hampir kering.
- d. Ditambahkan 50 mL air suling, masukan ke dalam labu ukur 100 mL melalui kertas saring dan ditepatkan 100 mL dengan air suling.

2. Pembuatan larutan baku logam besi, Fe 100 mg/L

- a. Pipet 10 mL larutan induk logam besi, Fe 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL.
- b. Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

3. Pembuatan larutan baku logam besi, Fe 10 mg/L

- a. Pipet 50 mL larutan standar logam besi, Fe 100 mg/L ke dalam labu ukur 500 mL.
- b. Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

4. Pembuatan larutan kerja logam besi, Fe

- a. Pipet 0 mL; 5 mL; 10 mL; 20 mL; 30 mL; 40 mL dan 60 mL larutan baku besi, Fe 10 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL.
- b. Tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi logam besi 0,0 mg/L; 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 2,0 mg/L; 3,0 mg/L; 4,0 mg/L dan 6,0 mg/L.

5. Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

- a. Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.
- b. Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 248,3 nm.
- c. Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.
- d. Lanjutkan dengan pengukuran contoh uji yang sudah di persiapkan.

PERCOBAAN V
METODE ANALISIS NIKEL (Ni) DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA) – NYALA

A. Tujuan Percobaan

Menentukan kadar Ni cuplikan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA).

B. Tinjauan Pustaka

Metode ini digunakan untuk penentuan logam besi, Ni dalam air dan air limbah secara metode spektrofotometri serapan atom-nyala (SSA) pada kisaran kadar Ni 0,3 mg/L sampai dengan 6,0 mg/L dan panjang gelombang 232 nm.

Larutan induk logam nikel, Ni

larutan yang mempunyai kadar logam Nikel, Ni 1000 mg/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

Larutan baku logam nikel, Ni

larutan induk logam nikel yang diencerkan dengan air suling sampai kadar tertentu

Larutan kerja logam nikel, Ni

larutan baku logam nikel, Ni yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi dan mempunyai kisaran kadar Ni 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 2,0 mg/L; 3,0 mg/L; 4,0 mg/L dan 6,0 mg/L

Larutan blanko

air suling yang diasamkan atau perlakuannya sama dengan contoh uji

Larutan pengencer

larutan yang digunakan untuk mengencerkan larutan kerja, yang dibuat dengan cara menambahkan asam nitrat pekat ke dalam air suling sampai pH 2

Kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi masuk yang merupakan garis lurus

C. Alat dan Bahan

1. Bahan

- a. air suling;
- b. asam nitrat, HNO_3 ;
- c. larutan standar logam nikel, Ni; dan

- d. gas asetilen, C_2H_2 .

2. Peralatan

- a. SSA;
- b. lampu hollow katoda Ni;
- c. gelas piala 250 mL;
- d. pipet ukur 5 mL; 10 mL; 20 mL; 30 mL; 40 mL dan 60 mL;
- e. labu ukur 100 mL;
- f. corong gelas;
- g. pemanas listrik;
- h. kertas saring *whatman* 40, dengan ukuran pori θ 0.42 μm ; dan
- i. labu semprot.

D. Prosedur Kerja

1. Persiapan contoh uji

- a. Masukkan 100 mL contoh uji yang sudah dikocok sampai homogen kedalam gelas piala.
- b. Tambahkan 5 mL asam nitrat.
- c. Panaskan di pemanas listrik sampai larutan contoh hampir kering.
- d. Ditambahkan 50 mL air suling, masukan ke dalam labu ukur 100 mL melalui kertas saring dan ditepatkan 100 mL dengan air suling.

2. Pembuatan larutan baku logam nikel, Ni 100 mg/L

- a. Pipet 10 mL larutan induk logam nikel, Ni 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL.
- b. Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

3. Pembuatan larutan baku logam nikel, Ni 10 mg/L

- a. Pipet 50 mL larutan standar logam nikel, Ni 100 mg/L ke dalam labu ukur 500 mL.
- b. Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

4. Pembuatan larutan kerja logam nikel, Ni

- a. Pipet 0 mL; 5 mL; 10 mL; 20 mL; 30 mL; 40 mL dan 60 mL larutan baku nikel, Ni 10 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL.

- b. Tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi logam nikel 0,0 mg/L; 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 2,0 mg/L; 3,0 mg/L; 4,0 mg/L dan 6,0 mg/L.

5. Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

- e. Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.
- f. Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 232 nm.
- g. Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.
- h. Lanjutkan dengan pengukuran contoh uji yang sudah di persiapkan.

PERCOBAAN VI

CARA UJI RAKSA (Hg) SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA) –UAP DINGIN ATAU *MERCURY ANALYZER*

A. Tujuan Percobaan

Menentukan kadar Hg cuplikan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA).

B. Tinjauan Pustaka

Elemen merkuri (Hg) berwarna kelabu-perak, sebagai cairan pada suhu kamar dan mudah menguap bila dipanaskan. Hg^{2+} (senyawa anorganik) dapat mengikat karbon, membentuk senyawa organomerkuri. Metil Merkuri (MeHg) merupakan bentuk penting yang menimbulkan keracunan pada manusia.

Metode ini digunakan untuk penentuan logam raksa (Hg) total dalam air dan air limbah secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-uap dingin pada kisaran kadar 1 $\mu\text{g/L}$ sampai dengan 20 $\mu\text{g/L}$.

Air bebas mineral

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 1 $\mu\text{S/cm}$

Blind sample

larutan baku dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji

Kurva kalibrasi

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

Larutan blanko

air bebas mineral yang perlakuannya sama dengan contoh uji

Larutan induk logam raksa (Hg)

larutan yang mempunyai kadar logam raksa 1000 mg Hg/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

Larutan baku logam raksa (Hg)

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

Larutan kerja logam raksa (Hg)

larutan baku logam raksa yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

Larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik

Larutan pengencer

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

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

Prinsip

Ion Hg^{2+} akan direduksi oleh Sn^{2+} menjadi Hg. Selanjutnya atom tersebut akan dianalisis kuantitatif secara Spektrofotometri Serapan Atom-uap dingin atau *Mercury Analyzer* pada panjang gelombang 253,7 nm.

C. Alat dan Bahan

1. Bahan

- a. air bebas mineral;
- b. asam nitrat (HNO_3) p.a;
- c. larutan Induk logam raksa (Hg) 1000 mg/L;
Timbang 0,1354 g HgCl_2 larutkan dalam 75 mL air bebas mineral dan 1 mL HNO_3 pekat. Impitkan hingga 100 mL dengan air bebas mineral (1 mL $\approx$ 1 mg Hg).
- d. larutan baku logam raksa (Hg) 100 mg/L;
Pipet 10 mL larutan induk Hg 1000 mg/L, encerkan dengan air bebas mineral hingga 100 mL dalam labu ukur (1 mL $\approx$ 100 μg Hg).
- e. larutan pengencer HNO_3 0,05 M;
Larutkan 1,5 mL HNO_3 pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
- f. larutan pencuci HNO_3 5 % (v/v);
Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- g. gas argon HP;
- h. larutan kalium permanganat (KMnO_4);
Larutkan 50 g KMnO_4 ke dalam 1 L air bebas mineral;
- i. larutan kalium persulfat
Larutkan 50 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ (kalium persulfat) ke dalam 1 L air bebas mineral.
- j. larutan hidroksilamin sulfat-natrium klorida
Larutkan 120 g NaCl dan 120 g hidroksilamin sulfat $[(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4]$ ke dalam 1 L air bebas mineral.

- k. larutan timah (II) klorida (SnCl_2);
Larutkan 10 g SnCl_2 dalam air yang sudah ditambah 20 mL HCl pekat kemudian tambahkan air bebas mineral sampai volume 100 mL.
- l. asam sulfat (H_2SO_4) pa;
- m. asam klorida pekat (HCl); dan
- n. bahan penyerap uap air, misalnya silika gel.

2. Alat

- a. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-Uap dingin atau *Mercury Analyzer*;
- b. gelas piala 100 mL; 250 mL dan 1000 mL;
- c. pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 25,0 mL; 50,0 mL dan 100,0 mL;
- d. labu ukur 50,0 mL dan 100,0 mL;
- e. *Erlenmeyer* 250 mL;
- f. corong gelas;
- g. kaca arloji;
- h. penangas air;
- i. seperangkat alat saring vakum;
- j. saringan membran dengan ukuran pori 0,45 μm ; dan
- k. labu semprot.

D. Prosedur Kerja

1. Pembuatan larutan baku logam raksa 10 mg Hg /L

- a. pipet 10 mL larutan baku raksa 100 mg Hg/L ke dalam labu ukur 100 mL;
- b. tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

2. Pembuatan larutan baku logam raksa 1,0 mg Hg/L

- a. pipet 10 mL larutan baku raksa, 10 mg Hg /L ke dalam labu ukur 100 mL;
- b. tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

3. Pembuatan larutan baku logam raksa 0,1 mg Hg/L

- a. pipet 10 mL larutan baku raksa 1,0 mg Hg /L ke dalam labu ukur 100 mL;
- b. tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

4. Pembuatan larutan kerja raksa

- a. Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda
- b. dalam labu ukur 100,0 mL secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.
- c. Larutan kerja ini dibuat setiap akan digunakan.

5. Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

5.1 Preparasi larutan kerja raksa dan pembuatan kurva kalibrasi

- a. masukkan 100 mL blanko dan 3 larutan standar kerja ke dalam masing-masing *Erlenmeyer* 250 mL;
- b. tambahkan 5 mL H_2SO_4 pekat dan 2,5 mL HNO_3 pekat kepada masing-masing *Erlenmeyer*;
- c. tambahkan 15 mL larutan KMnO_4 dan tunggu sampai 15 menit (bila warna ungu hilang tambahkan lagi KMnO_4 sampai warna ungu tidak hilang);
- d. tambahkan 8 mL K_2S
- e. O_2 dan panaskan dalam penangas air selama 2 jam pada suhu 95°C ;
- f. dinginkan sampai suhu kamar;
- g. tambahkan secukupnya larutan hidrosilamin- NaCl untuk mereduksi kelebihan KMnO_4 ;
- h. tambahkan 5 mL SnCl_2 , dan segera diukur serapannya menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom uap dingin atau *Mercury Analyzer* yang sudah dioptimalkan sesuai petunjuk alat;
- i. buat kurva kalibrasi dan tentukan persamaan garis lurusnya;
- j. jika linieritas kurva kalibrasi (r) lebih kecil dari 0,995 periksa kondisi alat dan ulangi langkah 3.6.1 a) sampai h). Hingga di dapat nilai r lebih besar atau samadengan 0,995.

6. Pengukuran contoh uji

Uji kadar raksa (Hg) dengan tahapan sebagai berikut:

- a. masukkan 100 mL contoh uji atau contoh uji yang sudah diencerkan dan berada dalam rentang pengukuran ke dalam *Erlenmeyer* 250 mL;
- b. b) lakukan langkah 3.6.1.b) sampai g).

PERCOBAAN VII

CARA UJI KOBAL (Co) SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA) – NYALA

A. Tujuan Percobaan

Menentukan kadar Co cuplikan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA).

B. Landasan Teori

Kobalt adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang Co dan nomor atom 27. Elemen ini biasanya hanya ditemukan dalam bentuk campuran di alam. Elemen bebasnya, diproduksi dari peleburan reduktif, adalah logam berwarna abu-abu perak yang keras dan berkilau. Ion yang paling sederhana dalam bentuk kobal dalam larutan adalah ion berwarna merah muda heksaaquokobal(II) – $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$.

Metode pengujian ini digunakan untuk menentukan logam kobal (Co) terlarut dan total dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom (SSA)-nyala dengan kisaran 0,5 mg/L sampai dengan 10 mg/L pada panjang gelombang 240,7 nm.

Air bebas mineral

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

Blind sample

larutan dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji

Kobal terlarut

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

Kobal total

kobal yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses destruksi dengan suasana asam

Kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

Larutan blanko

air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji

Larutan induk logam kobal (Co)

larutan yang mempunyai kadar logam kobal 100 mg Co/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang rendah

Larutan baku logam kobal (Co)

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

Larutan kerja logam kobal (Co)

larutan baku logam kobal yang diencerkan dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik

larutan pengencer

larutan yang digunakan sebagai pengencer dalam pembuatan larutan baku

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

Prinsip

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

C. Alat dan Bahan

1. Bahan

- a. Air bebas mineral;
- b. Asam klorida (HCl) p.a;
- c. Serbuk logam kobal (Co) p.a;
- d. Asam nitrat (HNO₃) p.a;
- e. Hidrogen peroksida (H₂O₂) p.a;
- f. Saringan membran berpori 0,45 µm;
- g. Gas asetilen (C₂H₂) HP dengan tekanan minimum 100 psi;
- h. Larutan pengencer HNO₃ 0,05 M;
Larutkan 1,5 mL HNO₃ pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
- i. Larutan pencuci HNO₃ 5% (v/v);
Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- j. Udara tekan.

2. Alat

- a. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA);
- b. Lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp/HCL*) kobal (Co);
- c. Labu ukur 50,0 mL; 100,0 mL dan 1000,0 mL;
- d. Pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL dan 50,0 mL;
- e. Gelas piala 100 mL;
- f. Botol *polyethylene*;
- g. Kaca arloji;
- h. Pemanas listrik;
- i. Seperangkat alat saring vakum;
- j. Saringan membran dengan ukuran pori 0,45 μm ;
- k. Labu semprot; dan
- l. Timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g.

D. Prosedur Kerja

1. Persiapan contoh uji kobal terlarut

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

2. Persiapan contoh uji kobal total

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

- a. Homogenkan contoh uji, pipet 50,0 mL ke dalam gelas piala 100 mL atau *Erlenmeyer* 100 mL;
- b. Tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *Erlenmeyer* gunakan corong sebagai penutup;
- c. Panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL – 20 mL;
- d. Jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *Erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih;
- e. Bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
- f. Pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral dan dihomogenkan;
- g. Contoh uji siap diukur serapannya.

3. Pembuatan larutan induk logam kobal (Co) 100 mg Co/L

- a. Timbang $\pm 0,100$ g logam kobal, masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL. Tambahkan 10 mL HNO_3 1:1 sampai larut ($0,100 \text{ g Co} \approx 100 \text{ mg Co/L}$);
- b. Tambahkan 10 mL HCl 1:1 dan air bebas mineral hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan;
- c. Hitung kembali kadar sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan.

4. Pembuatan larutan baku logam kobal (Co) 10 mg Co/L

- a. Pipet 10,0 mL larutan induk 100 mg Co/L, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
- b. Tambahkan larutan pengencer hingga tepat tanda tera, lalu homogenkan.

5. Pembuatan larutan kerja logam kobal (Co)

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

6. Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- a. Operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran kobal;
- b. Aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol.
- c. Aspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 240,7 nm, kemudian catat.
- d. Lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer.
- e. Buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurusnya;
- f. Jika koefisien korelasi regresi linier (r) lebih kecil dari 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 c) sampai dengan d) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

7. Pengukuran contoh uji

Uji kadar kobal dengan tahapan sebagai berikut:

- a. Aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala dan ukur serapannya pada panjang gelombang 240,7 nm.

PERCOBAAN VIII
UJI INTERFERENSI/ ADANYA UNSUR LAIN PADA ANALISIS BESI (III)
MENGGUNAKAN SPEKTROMETER UV-VIS

A. Tujuan Percobaan

Mengetahui pengaruh adanya unsur lain pada analisis besi menggunakan spektrofotometer UV-VIS.

B. Tinjauan Pustaka

Dalam analisis unsur, keberadaan unsur-unsur lain bersama dengan analit di dalam sampel dapat menyebabkan interferensi. Interferensi dapat menyebabkan absorbansi dari analit yang ditentukan menjadi lebih besar atau lebih kecil daripada absorbansi yang seharusnya. Di dalam percobaan ini dilakukan uji interferensi Pb dan Cu terhadap Fe(III).

C. Alat dan Bahan

1. Alat

- a. Spektrofotometer UV-Vis merek Shimadzu
- b. Neraca Analitik merek Ohaus
- c. Alat-alat gelas

2. Bahan

- a. $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ buatan E. Merck (kadar: 99%, $M_r = 270,32 \text{ g/mol}$)
- b. $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ buatan E. Merck (kadar: 99%, $M_r = 331,20 \text{ g/mol}$)
- c. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ buatan E. Merck (kadar: 99%, $M_r = 241,60 \text{ g/mol}$)
- d. Aquades.
- e. KSCN
- f. HNO_3

D. Prosedur Kerja

1. Pembuatan larutan yang diperlukan
 - a. Larutan induk Fe (III) 1000 ppm Dibuat dengan melarutkan 2,4202 gram $\text{Fe}(\text{Cl})_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam aquades hingga volumenya 500 mL. Larutan Fe(III) 10 ppm dapat dibuat dengan mengambil 1 mL larutan Fe(III) 1000 ppm kemudian ditambah aquades hingga volumenya 100 mL.
 - b. Larutan induk Cu(II) 1000 ppm Dibuat dengan melarutkan 0,3880 gram $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dalam aquades hingga volumenya 100 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat dilakukan dengan mengencerkan sesuai kebutuhan.

- c. Larutan induk Pb(II) 1000 ppm Dibuat dengan melarutkan 0,1599 gram $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam aquades hingga volumenya 100 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat dilakukan dengan mengencerkan sesuai kebutuhan.
2. Kajian interferensi
- b. Interferensi Cu(II) terhadap Fe(III)

Setelah dicapai kondisi optimum pada point a, b dan c, kemudian dilakukan uji interferensi Cu(II) terhadap Fe(III) dengan memvariasi konsentrasi Cu(II) 5 ppm berturut-turut 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 0 mL (larutan pembanding) masing-masing ditambah Fe(III) 10 ppm sebanyak 10 mL kemudian dilakukan pembacaan absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis terhadap masing-masing larutan. Kemudian dibuat kurva konsentrasi Cu(II) terhadap absorbansi Fe(III).
 - c. Interferensi Pb(II) terhadap Fe(III)

Setelah dicapai kondisi optimum pada point a, b dan c, kemudian dilakukan uji interferensi Pb(II) terhadap Fe(III) dengan memvariasi konsentrasi Pb(II) 5 ppm berturut-turut 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 0 mL (larutan pembanding) masing-masing ditambah Fe(III) 10 ppm sebanyak 10 mL kemudian pembacaan absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis terhadap masing-masing larutan. Kemudian dibuat kurva konsentrasi Pb(II) terhadap absorbansi Fe(III).

PERCOBAAN IX
UJI INTERFERENSI/ ADANYA UNSUR LAIN PADA ANALISIS BESI (III)
MENGUNAKAN SPEKTROMETER AAS

A. Tujuan Percobaan

Mengetahui pengaruh adanya unsur lain pada analisis besi menggunakan spektrofotometer AAS.

B. Tinjauan Pustaka

Dalam analisis unsur, keberadaan unsur-unsur lain bersama dengan analit di dalam sampel dapat menyebabkan interferensi. Interferensi dapat menyebabkan absorbansi dari analit yang ditentukan menjadi lebih besar atau lebih kecil daripada absorbansi yang seharusnya. Di dalam percobaan ini dilakukan uji interferensi Ni dan Cu terhadap Fe(III).

C. Alat dan Bahan

3. Alat

- a. AAS
- d. Neraca Analitik merek Ohaus
- e. Alat-alat gelas

4. Bahan

- a. Larutan standar Fe
- b. Larutan standar Ni
- c. Larutan standar Cu
- d. Aquades.
- e. HNO_3

D. Prosedur Kerja

1. Pembuatan larutan yang diperlukan
 - a) Larutan induk Fe (III) 1000 ppm Dibuat dengan melarutkan 2,4202 gram $\text{Fe}(\text{Cl})_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam aquades hingga volumenya 500 mL. Larutan Fe(III) 10 ppm dapat dibuat dengan mengambil 1 mL larutan Fe(III) 1000 ppm kemudian ditambah aquades hingga volumenya 100 mL.
 - b) Larutan induk Cu(II) 1000 ppm dalam aquades hingga volumenya 100 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat dilakukan dengan mengencerkan sesuai kebutuhan.

- c) Larutan induk Pb(II) 1000 ppm dalam aquades hingga volumenya 100 mL. Untuk membuat larutan kerjanya dapat dilakukan dengan mengencerkan sesuai kebutuhan.

2. Kajian interferensi

a. Interferensi Cu(II) terhadap Fe(III)

Setelah dicapai kondisi optimum pada point a, b dan c, kemudian dilakukan uji interferensi Cu(II) terhadap Fe(III) dengan memvariasi konsentrasi Cu(II) 5 ppm berturut-turut 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 0 mL (larutan pembanding) masing-masing ditambah Fe(III) 10 ppm sebanyak 10 mL kemudian dilakukan pembacaan absorbansi menggunakan AAS terhadap masing-masing larutan. Kemudian dibuat kurva konsentrasi Cu(II) terhadap absorbansi Fe(III).

b. Interferensi Ni(II) terhadap Fe(III)

Setelah dicapai kondisi optimum pada point a, b dan c, kemudian dilakukan uji interferensi Pb(II) terhadap Fe(III) dengan memvariasi konsentrasi Pb(II) 5 ppm berturut-turut 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 0 mL (larutan pembanding) masing-masing ditambah Fe(III) 10 ppm sebanyak 10 mL kemudian pembacaan absorbansi menggunakan AAS terhadap masing-masing larutan. Kemudian dibuat kurva konsentrasi Ni(II) terhadap absorbansi Fe(III).

DAFTAR PUSTAKA

- Alearts dan Simestri. 1984. *Metode Penelitian Air* . Surabaya: Usaha Nasional
- Ariani, F. 2004. *Ekstraksi Nikel (II) dengan Ekstraktan Ammonium Pirolidin Dithiokarbamat (APDC) dan Aplikasinya pada Analisis Kandungan Ni dalam Air Sungai Kaligarang Semarang*. Semarang: UNNES
- Christian, G.D. 1986. *Analytical Chemistry*. New york: John Willey and Sons.
- Day, R.A dan Underwood, A.L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif edisi kelima*. Jakarta: Erlangga.
- Harvey, David. (2000). *Modern Analytical Chemistry*. USA: The McGraw-Hill Companies.
- Hendayana, Sumar. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Semarang: IKIP Semarang Press.
- Khopkar, S. M., (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI-press.
- Purwati, Sri, 2001, *Analisa Protein dalam Kupang*, UNEJ, Jember
- Supranto J, 1992, *Tehnik Sampling*, Rineka Cipta, Jakarta
- Tahid. 2001. *Spektrofotometri UV-Vis dan Aplikasinya*. Bandung: Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.
- , 1996, *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry* Perkin Elmer Analyst100.
- , 2004. Cara uji tembaga (Fe) dengan Spektrometri serapan Atom (SSA)-nyala. SNI-06-6959.6. 2004. Badan Standarisasi Nasional
- , 2004. Cara uji tembaga (Cu) dengan Spektrometri serapan Atom (SSA)-nyala. SNI-06-6989.6. 2004. Badan Standarisasi Nasional
- , 2004. Cara uji tembaga (Ni) dengan Spektrometri serapan Atom (SSA)-nyala. SNI-06-696.6. 2004. Badan Standarisasi Nasional
- , 2004. Cara uji tembaga (Hg) dengan Spektrometri serapan Atom (SSA)-nyala. SNI-06-6989.6. 2011. Badan Standarisasi Nasional
- , 2004. Cara uji tembaga (Co) dengan Spektrometri serapan Atom (SSA)-nyala. SNI-06-696.6. 2009. Badan Standarisasi Nasional