

LAMPIRAN

Lampiran 1 Hasil pengujian logam berat Pb dan Cu

BALAI PENELITIAN DAN KONSULTASI INDUSTRI
LABORATORIUM
PENELITIAN DAN KONSULTASI INDUSTRI
SURABAYA – JAWA TIMUR

REPORT
Certificate of Analysis

No. : 09154/KI/IV-2020
Code : Penelitian
Sample Sender : Dns.1 Kelautan UI* Surabaya
Sample Name : Air-Ikan-Sedimen
Test : PE-Cu
Sample Brand :
Sample Identity : Cairan keruh-padatan lunak-padatan kecoklatan
Sample Accepted : 31 Maret 2020

Chemical laboratory test result is :

Kode	Air	Ikan	Sedimen
Pb, ppm : 0,63	0,42	2,64	
Cu, ppm : 1,02	1,17	5,76	

Surabaya, 2 April 2020
Head of Chemical Laboratory Researcher

Dps. M. Fatoni, M.S.



Laboratory Office Jl. Ketintang Baru XVII No. 14
Telp 08155151337, Bank BCA – Bank Jatim
Surabaya

BALAI PENELITIAN DAN KONSULTASI INDUSTRI



LABORATORIUM

PENELITIAN DAN KONSULTASI INDUSTRI

SURABAYA - JAWA TIMUR

REPORT

Certificate of Analysis

No. : 08144/KI/111-2020
Code : Penelitian
Sample Sender : Drs. I Kelsutan UIN Surabaya
Sample Name : Air - Ikan - Sedimen
Test : Pb-Cu
Sample Brand :
Sample Identity : Air Keruh-Ikan Segar- Padatan Lunak
Sample Accepted : 18 Maret 2020

Chemical laboratory test result is :

Kode	Pb, ppm	Cu, ppm
Air :	0,56	0,99
Ikan :	0,38	1,05
Sedimen:	2,41	5,11



Surabaya, 20 Maret 2020.

Head of Chemical Laboratory Researcher

Drs. M. Fatoni, M.S.

Laboratory Office Jl. Ketintang Baru XVII No. 14
Telp 08155151337, Bank BCA - Bank Jatim
Surabaya

Lampiran 2 Gambar penelitian



Gambar Lampiran 1 Proses penangkapan sampel ikan



Gambar Lampiran 2 Penimbangan bobot ikan belanak



Gambar Lampiran 3 Pengukuran panjang ikan belanak



Gambar Lampiran 4 Ikan Belanak setelah dibedah



Gambar Lampiran 5 Organ dalam ikan Belanak dalam larutan Davidson



Gambar Lampiran 6 Mikroskop



Gambar Lampiran 7 Waterbath



Gambar Lampiran 10 Dispenser



Gambar Lampiran 8 Drying bench



Gambar Lampiran 11 Staining jar



Gambar Lampiran 9 Microtom



**Gambar Lampiran 12 Tissue
Processor**

Lampiran 3

A. Perhitungan Kualitas Air dan Standar Deviasi

	Pengulangan	Suhu (°C)	pH	Salinitas (ppm)	DO (Mg/l)
Stasiun 1	1	30,3	7,5	10	5,1
	2	29,8	7,3	10	5,1
	3	30,2	7,2	10	5,2
Rata-rata		30,1	7,33	10	5,1
Stasiun 2	1	31,4	7,07	15	5,8
	2	30,7	7,24	15	5,9
	3	30,5	7,1	15	5,9
Rata-rata		30,87	7,14	15	5,9

	Pengulangan	Suhu	pH	Salinitas	DO
Stasiun 1	1	0,04	0,03	0	0,001
	2	0,09	0,001	0	0,001
	3	0,01	0,02	0	0,004
Rata-rata		0,05	0,02	0	0,002
Standar Deviasi		0,3	0,2	0	0,06
Stasiun 2	1	0,3	0,004	0	0,004
	2	0,03	0,01	0	0,001
	3	0,1	0,001	0	0,001
Rata-rata		0,1	0,01	0	0,002
Standar Deviasi		0,5	0,09	0	0,06

B. Perhitungan Logam Berat Timbal (Pb)

	Pengulangan	Air (mg/l)	Sedimen (mg/kg)	Ikan (mg/kg)
Stasiun 1	1	0,62	2,65	0,41
	2	0,65	2,63	0,43
	3	0,63	2,64	0,43
Rata-rata		0,63	2,64	0,42
Stasiun 2	1	0,57	2,42	0,36
	2	0,55	2,4	0,4
	3	0,56	2,42	0,39
Rata-rata		0,56	2,41	0,38

	Pengulangan	Air	Sedimen	Ikan
Stasiun 1	1	0,0002	0,0001	0,0002
	2	0,0003	0,0001	0,00004
	3	0,00001	0	0,00004
Rata-rata		0,0002	0,0001	0,0001
Standar Deviasi		0,02	0,01	0,01
Stasiun 2	1	0,0001	0,00004	0,0040
	2	0,0001	0,0002	0,0005
	3	0	0,00004	0,0011
Rata-rata		0,0001	0,0001	0,0019
Standar Deviasi		0,01	0,01	0,02

C. Perhitungan Logam Berat Tembaga (Cu)

	Pengulangan	Air (mg/l)	Sedimen (mg/kg)	Ikan (mg/kg)
Stasiun 1	1	1,03	6,05	1,16
	2	1,01	5,88	1,19
	3	1,01	5,94	1,16
Rata-rata		1,02	5,96	1,17
Stasiun 2	1	0,87	5,1	1,06
	2	0,89	5,12	1,04
	3	0,88	5,1	1,04
Rata-rata		0,88	5,11	1,05

	Pengulangan	Air	Sedimen	Ikan
Stasiun 1	1	0,0002	0,01	0,0001
	2	0,00004	0,01	0,0004
	3	0,00004	0,00	0,0001
Rata-rata		0,0001	0,005	0,0002
Standar Deviasi		0,01	0,09	0,0200
Stasiun 2	1	0,0001	0,00004	0,0002
	2	0,0001	0,0002	0,00004
	3	0	0,00004	0,00004
Rata-rata		0,0001	0,0001	0,0001
Standar Deviasi		0,01	0,01	0,01

Lampiran 4

A. Cara uji timbal (Pb) pada sedimen secara destruksi asam dengan AAS (SNI 06-6992.3-2004)

Bahan :

1. Larutan induk timbal, Pb 1000 µg/ml
2. Asam nitrat p.a, HNO₃ pekat (65%)
3. Asam nitrat, HNO₃ 1,0 N
4. Asam nitrat, HNO₃ 10%
5. Asam perklorat p.a, HClO₄ pekat
6. Air suling yang bebas bahan analit atau mengandung timbal dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi dan daya hantar listrik (DHL) < 2,00 µS/cm
7. Batu didih
8. Kertas saring kuantitatif dengan ukuran pori 8,0 µm

Peralatan

1. Spektrofotometer serapan atom (ssa)
2. Timbangan analitik dengan ketelitian sampai dengan 0,0001 g
3. Cawan porselin
4. Desikator
5. Oven
6. Gelas ukur
7. Pipet volumetri
8. Pipet komagome
9. Gelas piala
10. Penangas listrik (hot plate)
11. Corong
12. Kaca arloji
13. Batang pengaduk
14. Spatula
15. Mortar dan alu
16. Erlenmeyer

17. Botol gelas atau polietilen bertutup
18. Labu ukur
19. Pipet ukur

Persiapan Pengujian

- A. Pembuatan larutan baku timbal, Pb 100 $\mu\text{g/ml}$
- B. Pembuatan larutan baku timbal, Pb 10 $\mu\text{g/ml}$
- C. Pembuatan larutan kerja dengan konsentrasi 0,0 $\mu\text{g/ml}$; 0,2 $\mu\text{g/ml}$; 0,4 $\mu\text{g/ml}$; 0,6 $\mu\text{g/ml}$; 0,8 $\mu\text{g/ml}$; dan 1,0 $\mu\text{g/ml}$

Prosedur

1. Diapkan erlenmeyer volume 250 ml
2. Ditimbang sampel uji yang sudah dihomogenkan sebanyak $\pm 3,00$ g, selanjutnya dimasukkan ke dalam erlenmeyer
3. Ditambahkan 25 ml air suling
4. Ditambahkan 5 ml sampai dengan 10 ml asam nitrat, HNO_3 pekat,
5. Ditambahkan 3 butir sampai dengan 5 butir batu didih, tutup dengan kaca arloji
6. Diletakkan erlenmeyer tersebut diatas penangas listrik, atur suhunya pada 1050°C sampai dengan 1200°C
7. Dipanaskan sampai volume contoh uji tinggal + 10 ml
8. Diangkat dan dinginkan
9. Ditambahkan 5 ml asam nitrat, HNO_3 pekat dan 1 ml sampai dengan 3 ml asam perklorat, HClO_4 pekat tetes demi tetes melalui dinding kaca Erlenmeyer
10. Dipanaskan kembali pada penangas listrik sampai timbul asap putih dan larutan sampel uji menjadi jernih
11. Setelah timbul asap putih, pemanasan dilanjutkan selama + 30 menit
12. Jika larutan sampel uji belum jernih, ulangi langkah 9-11
13. Dinginkan sampel uji. Saring dengan kertas saring kuantitatif dengan ukuran pori 8,0 μm . Tempatkan filtrat sampel uji pada labu ukur 100

ml dan tambahkan air suling sampai tanda tera. Filtrat sampel uji siap diukur ke dalam spektrofotometer serapan atom (SSA).

14. Dilakukan pengukuran blanko:

- a. Disiapkan erlenmeyer volume 250 ml
- b. Dipipet 25 ml air suling, masukkan ke dalam erlenmeyer tersebut
- c. Lakukan langkah 4-13

B. Cara uji timbal (Pb) pada air laut secara destruksi asam dengan AAS (SNI 06-6989.8-2004)

Bahan

1. Air suling
2. Asam nitrat, HNO_3
3. Larutan standar logam timbal
4. Gas asetilen, C_2H_2

Peralatan

1. SSA
2. Lampu hollow katoda Pb;
3. Gelas piala
4. Pipet ukur
5. Labu ukur
6. Corong gelas
7. Pemanas listrik
8. Kertas saring *whatman* 40, dengan ukuran pori 0.42 μm
9. Labu semprot

Persiapan Pengujian

1. Persiapan sampel uji
2. Pembuatan larutan baku logam timbal, Pb 100 mg/L
3. Pembuatan larutan kerja logam timbal, Pb

Prosedur

1. Dioptimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.

2. Diukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 283,3 nm.
3. Dibuat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.
4. Lanjutkan dengan pengukuran contoh uji yang sudah dipersiapkan.

C. Cara uji timbal (Pb) pada ikan secara destruksi asam dengan AAS (SNI 6989.6:2009)

Peralatan

1. Aluminium foil
2. Gelas beaker
3. Blender
4. Botol *polypropylene*
5. Cawan
6. Corong
7. Desikator
8. Gelas ukur
9. Hot plate
10. Labu takar
11. Microwave
12. Mikropipet
13. Oven
14. Pipet tetes
15. Pisau
16. Freezer
17. Seperangkat alat Spectrofotometer Serapan Atom (AAS)

Pereaksi

1. HCL 37%
2. HCL 6M
3. HNO₃ 65%
4. HNO₃ 0,1M
5. HN₄H₂PO₄
6. Larutan standar Timbal (Pb)

Preparasi

Dilumatkan sampel dengan blender hingga homogen dan tempatkan contoh dalam wadah *polystyrene* yang bersih dan tertutup

Prosedur

Pengabuan kering

1. Ditimbang sampel sebanyak 5 gram
2. Diuapkan diatas hot plate hingga kering
3. Dimasukkan sampel ke dalam tungku pengabuan. Naikkan suhu tungku pengabuan secara bertahap 100C setiap 30 menit hingga 450C dan pertahankan selama 18 jam
4. Dikeluarkan sampel dan dinginkan. Tambahkan 1 ml HNO₃ 65% goyangkan hingga larut lalu uapkan diatas hotplate pada suhu 100C hingga kering
5. Dimasukkan kembali sampel ke dalam tungku pengabuan Naikkan suhu tungku pengabuan secara bertahap 100C setiap 30 menit hingga 450C dan pertahankan selama 3 jam
6. Ditambahkan 5 ml HCL 6 M kemudian uapkan diatas hot plate pada suhu 100C hingga kering
7. Ditambahkan 10 ml HNO₃ 0,1 M dan dinginkan pada suhu ruang selama 1 jam, pindahkan larutan ke dalam labu takar 50ml dan tambahkan larutan aquades hingga tanda batas
8. Sampel siap diuji dengan AAS pada panjang gelombang 283,3nm.

D. Cara uji tembaga (Cu) pada air laut secara destruksi asam dengan AAS (SNI 6989.6:2009)

Bahan

1. Air bebas mineral
2. Asam nitrat (hno₃) pekat p.a.
3. Logam tembaga (cu)
4. Gas asetilen (c₂h₂)
5. Larutan pengencer hno₃ 0,05 m;

Larutkan 3,5 mL HNO₃ pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.

6. Larutan pencuci HNO₃ 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

7. Larutan kalsium

Larutkan 630 mg kalsium karbonat (CaCO₃) dalam 50 mL HCl (1+5).

Bila perlu larutan dididihkan untuk menyempurnakan larutan.

Dinginkan dan encerkan dengan air bebas mineral hingga 1 liter.

Peralatan

1. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala
2. Lampu katoda berongga (Hollow Cathode Lamp, HCL) tembaga
3. Gelas piala
4. Pipet volumetrik
5. Labu ukur
6. Erlenmeyer
7. Corong gelas
8. Kaca arloji
9. Pemanas listrik
10. Seperangkat alat saring vakum
11. Saringan membran dengan ukuran pori 0,45 µm
12. Timbangan analitik dengan ketelitian
13. Labu semprot.

Persiapan Pengujian

1. Persiapan sampel uji
2. Pembuatan larutan induk logam tembaga 100 mg Cu /L
3. Pembuatan larutan induk logam tembaga 100 mg Cu /L

Prosedur

1. Diaspirasikan sampel uji ke dalam SSA-nyala lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 324,7 nm.
2. Dicatat hasil pengukuran