

**ANALISIS KADAR KADMIUM PADA AIR DAN SEDIMEN SUNGAI
LESTI KABUPATEN MALANG MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
RAFIKA FAUZIA ULFA
NIM. 14630007



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2018**

**ANALISIS KADAR KADMIUM PADA AIR DAN SEDIMEN SUNGAI
LESTI KABUPATEN MALANG MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
RAFIKA FAUZIA ULFA
NIM. 14630007

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2018**

**ANALISIS KADAR KADMIUM PADA AIR DAN SEDIMEN SUNGAI
LESTI KABUPATEN MALANG MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
RAFIKA FAUZIA ULFA
NIM. 14630007

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 06 November 2018

Pembimbing I


Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

Pembimbing II


Umayyatus Syarifah, M.A
NIP. 19820925 200901 2 005

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**


Elok Kamilah Hayati, M. Si
NIP. 19790620/200604 2 002

**ANALISIS KADAR KADMIUM PADA AIR DAN SEDIMEN SUNGAI
LESTI KABUPATEN MALANG MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
RAFIKA FAUZIA ULFA
NIM. 14630007

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 16 November 2018

Penguji Utama	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	
Ketua Penguji	: Rif'atul Mahmudah, M.Si NIDT. 19830125 201608012 068	
Sekretaris Penguji	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821104 200901 2 007	
Anggota Penguji	: Umayyatus Syarifah, M.A. NIP. 19820925 200901 2 005	

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


Elok Kamolan Hayati, M. Si
NIP. 19790620/200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Rafika Fauzia Ulfa

NIM : 14630007

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Analisis Kadar Kadmium pada Air dan Sedimen Sungai Lesti Kabupaten Malang menggunakan Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini adaah benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan maka saya bersedia menerima sanksi perbuatan tersebut.

Yang membuat pernyataan
Malang, 14 Desember 2018



Rafika Fauzia Ulfa
NIM. 14630007

PERSEMBAHAN

Skripsi ini dipersembahkan untuk:

1. **Kedua orang tua tercinta**, yaitu ayah sebagai penyemangat dan memberikan contoh kepada penulis karena kesuksesan beliau sebagai seorang ayah yang sangat patut dibanggakan. Ayah yang telah mengelilingi sekitar 10 negara (dalam tugas negara di Germany pada 1999-2000, di Canada pada 2004, di Vietnam, di Brunei Darussalam, di Malaysia, dan masih banyak yang belum disebutkan). Ibu, seorang yang bergerak di bidang seni dan kreativitas.
2. **Ir. Agus Sudarmawan**, beliau adalah seorang pakdhe yang sangat membanggakan. Bergerak di bidang penerbangan (pesawat terbang negara). Sekarang menjalankan tugas dan berada di Kota Seoul, Korea (Sejak 2017). Beliau membantu penulis dalam menempuh pendidikan, berupa semangat, fasilitas, dan materi.
3. **drg. Wiwik Juliati**, budhe adalah seorang dokter yang mendedikasikan hidupnya untuk menolong orang lain. Sangat jarang menemui dokter seperti beliau. Dengan niat yang tulus dan tidak kenal materi dari pasien yang datang. Beliau juga sangat membantu penulis dalam menempuh pendidikan, berupa semangat, fasilitas, dan materi.
4. **Nabila Nur Rosyada**, adik penulis yang selalu memberikan semangat serta doa.
5. **Teman-teman kimia A 2014**, terutama Aminatus Arifah yang selalu memberikan semangat, memberikan tempat dan waktunya dalam pengerjaan skripsi.

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Alhamdulillah, puji syukur penyusun panjatkan kehadiran Allah SWT Yang Maha Pengasih dan Yang Maha Penyayang, atas limpahan rahmat, taufik dan hidayah-Nya penyusun dapat menyusun skripsi ini dengan maksimal, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Semoga dari apa yang penyusun upayakan ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Sholawat serta salam akan selalu tumpahmelimpahkan kepada junjungan kita Nabi yang Agung, yang merupakan presiden seluruh penjuru dunia, penuntun umatnya hingga akhir zaman yang senantiasa berlandaskan al Qur'an dan al Sunnah, dan suri tauladan terbaik yaitu Nabi Muhammad SAW.

Alhamdulillah, penyusun juga bersyukur atas terselesaikannya skripsi **“Analisis Kadar Kadmium pada Air dan Sedimen Sungai Lesti Kabupaten Malang Menggunakan Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”**. Penyusunan skripsi ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk memenuhi kewajiban dalam melakukan penelitian tugas akhir berupa skripsi. Selama proses penyusunan skripsi ini penyusun mendapat banyak bimbingan, nasihat, dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penyusun mengucapkan terima kasih kepada :

1. Orang tua tercinta yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan juga keluarga besar penyusun.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

3. Ibu Suci Amalia, M.Sc selaku dosen pembimbing skripsi yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan skripsi ini.
4. Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen konsultan yang telah meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat.
5. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penyusun.

Teriring do'a dan harapan semoga apa yang telah mereka berikan kepada penyusun, mendapatkan balasan yang lebih baik dari Allah SWT. Aamiin. Dengan menyadari atas tebatasnya ilmu yang penyusun miliki, skripsi ini tentu jauh dari sempurna. Untuk itu penyusun dengan senang hati mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan dalam penyusunan selanjutnya. Terlepas dari segala kekurangan, semoga skripsi ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta bermanfaat bagi kita semua. Amiin.

Malang, 15 Desember 2018

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	i
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar belakang.....	1
1.2 Rumusan masalah.....	7
1.3 Tujuan penelitian.....	7
1.4 Batasan masalah.....	7
1.5 Manfaat.....	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Karakteristik Umum Sungai Lesti.....	9
2.2 Sumber Utama, Media Transportasi dan Efek Toksik Cd.....	10
2.3 Masuknya Kadmium ke Dalam Tubuh Manusia.....	14
2.4 Sumber Pencemaran Logam Cd pada Perairan Sungai Lesti 15.....	15
2.5 Sedimen.....	19
2.6 Perbedaan Kandungan Logam Cd pada Musim Hujan dan Kemarau.....	21
2.7 Karakteristik dan Toksisitas Kadmium (Cd).....	22
2.8 Parameter Pendukung Kualitas Air.....	22
2.8.1 Fosfat.....	23
2.8.2 Amonia.....	24
2.8.3 Nitrat.....	26
2.8.4 Nitrit.....	28
2.8.5 pH.....	30
2.9 Destruksi Basah Tertutup.....	30
2.10 Jenis Penelitian dan Pengambilan Sampel Sungai Lesti.....	33
2.11 Prinsip Analisis Logam Kadmium (Cd) Menggunakan SSA.....	36
2.12 Uji One Way Annova.....	40
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat.....	41
3.2 Alat dan Bahan.....	41
3.2.1 Alat.....	41
3.2.2 Bahan.....	41
3.3 Tahapan penelitian.....	42
3.4 Metode Penelitian.....	42
3.4.1 Pengambilan Sampel Air.....	42
3.4.2 Pengambilan Sampel Sedimen.....	42
3.5 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel.....	43
3.5.1 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel Air.....	43
3.5.2 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel Sedimen.....	44
3.6 Pengukuran Parameter Pendukung Kualitas Air.....	44
1. Fosfat.....	44

2. Amonia.....	44
3. Nitrat	45
4. Nitrit.....	46
5. pH.....	46
3.7 Destruksi Sampel	47
3.7.1 Destruksi Sampel Air	47
3.7.2 Destruksi Sampel Sedimen	47
3.8 Penentuan Cd pada Sampel Air dan Sedimen Menggunakan SSA	47
3.9 Analisis Data	48
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Proses Pengambilan Sampel Lingkungan.....	50
4.1.1 Pengambilan Sampel Air.....	51
4.1.2 Pengambilan Sampel Sedimen	51
4.2 Pengertian Alat SSA (Spektrofotometer Serapan Atom)	51
4.3 Pembuatan Kurva Standar Kadmium (Cd)	52
4.4 Proses Destruksi Basah pada Air dan Sedimen	53
4.5 Hasil Analisis Kadar Kadmium (Cd) pada Air dan Sedimen	55
4.6 Parameter Pendukung Kualitas Air	59
4.6.1 Fosfat.....	59
4.6.2 Amonia	61
4.6.3 Nitrat	62
4.6.4 Nitrit	63
4.6.5 pH.....	64
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	66
5.2 Saran	66
DAFTAR PUSTAKA	67
LAMPIRAN	81

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Sumber Utama, Media Transportasi, dan Efek Ekologis Kadmium di Lingkungan	11
Gambar 2.2 Akumulasi Kadmium dari Air, Tanah, dan Udara ke Dalam Tubuh Manusia	14
Gambar 2.3 Lokasi Penelitian di 7 Titik Sungai Lesti.....	33
Gambar 2.4 Skema Umum Atomisasi Cd dalam SSA	36
Gambar 4.1 Kurva Standar Kadmium (Cd)	53
Gambar 4.2 Grafik Kadar Kadmium pada Air dan Sedimen	55
Gambar 4.3 Grafik Perbandingan Kadar Fosfat dengan Cd	60
Gambar 4.4 Grafik Perbandingan Kadar Amonia dengan Cd.....	62
Gambar 4.5 Reaksi Nitrit dengan Sulfonilamid dan NED.....	62
Gambar 4.6 Grafik Perbandingan Kadar Nitrat dengan Cd.....	63
Gambar 4.7 Grafik Perbandingan Kadar Nitrit dengan Cd.....	64
Gambar 4.8 Grafik Perbandingan nilai pH dengan Cd.....	65



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Logam-logam yang Ditambahkan pada <i>Black Liquor</i>	18
Tabel 2.2 Kadar logam berat pada Black Liquor	18
Tabel 2.3 Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Cd	40
Tabel 3.1 Titik Pengambilan Sampel dan Pengulangan Destruksi.....	43
Tabel 4.1 Pengaruh Titik Sampling Air terhadap Kadar Cd.....	57
Tabel 4.2 Pengaruh Titik Sampling Sedimen terhadap Kadar Cd.....	57



ABSTRAK

Ulfa, Rafika Fauzia. 2018. **Analisis Kadar Kadmium pada Air dan Sedimen Sungai Lesti Kabupaten Malang Menggunakan Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc. ; Pembimbing II: Ummayatus Syarifah, M.A. ; Konsultan: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Kata Kunci: Kadmium, Sungai Lesti, Perairan dan Sedimen, Destruksi Refluks, SSA

Sungai Lesti merupakan salah satu sungai yang berada di Kabupaten Malang. Pemanfaatan Sungai Lesti ini sebagai tempat pembuangan air limbah dari aktivitas rumah tangga, industri dan aktivitas pertanian. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar logam berat kadmium di perairan dan sedimen Sungai Lesti dan mengetahui kesesuaian dengan baku mutu kualitas air berdasarkan PP. No 82 tahun 2001. Selain itu untuk mengetahui korelasi kadar kadmium (Cd) dengan parameter pendukung. Sampel didestruksi menggunakan refluks kemudian dianalisis kadar logamnya dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian, kadar logam kadmium pada air dari titik pertama hingga ketujuh adalah 0,005; 0,004; 0,001; 0,001; 0,004; 0,004; dan 0,003 ppm, sedangkan pada sedimennya adalah 0,175; 0,185; 0,125; 0,158; 0,183; 0,433; dan 0,255 ppm. Terdapat korelasi negatif antara kadar Cd pada sedimen dengan kadar fosfat dan pH pada air. Sedangkan amonia, nitrat dan nitrit pada air tidak menunjukkan korelasi dengan kadar Cd pada sedimen.

ABSTRACT

Ulfa. Rafika Fauzia. 2018. **Analysis Concentration of Cadmium in Waters and Sediments River of Lesti District Malang Using Atomic Absorption Spectroscopy (SSA) Method.** Thesis. Department of Chemistry Faculty of Science and Technology State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Suci Amalia M.Sc; Supervisor II: Umayatus Syarifah, M.A; Consultant: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Keywords: Cadmium, Lesti River, Water and Sediment, Reflux Digestion, AAS

Lesti River is one of the rivers in Malang Regency. Utilization of the Lesti River as a waste water disposal site from household, industrial and agricultural activities. This study aims to determine the levels of heavy metal cadmium in the waters and sediment of the Lesti River and to determine the suitability of water quality standards based on PP. No. 82 of 2001. In addition to knowing the correlation of cadmium (Cd) levels with supporting parameters. The sample was reconstructed using reflux and then analyzed for its metal content with Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

Based on the results obtained from the study, the level of cadmium metal in water from the first to the seventh point is 0.005; 0,004; 0.001; 0.001; 0,004; 0,004; and 0.003 ppm, while the sediment is 0.175; 0.185; 0.125; 0.158; 0.183; 0.433; and 0.255 ppm. There is a negative correlation between Cd levels in sediments and phosphate levels and pH in water. Whereas ammonia, nitrate and nitrite in water do not show a correlation with Cd levels in sediments.

الملخص

أولفا ، رفيقة فوزية. 2018. تحليل مستويات الكاديوم في المياه والرواسب في ريستي ريفر مالانج ريجنسي باستخدام مطيافية الامتصاص الذري (SSA). البحث الجامعي. شعبة الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: سوسي عملية، الماجستير، المشرفة الثانية: أمية الشريفة، الماجستير، مستشار: رفعة المحمودة، الماجستير.

الكلمات المصاحبة: الكاديوم، المياه والرواسب، نهر لستي، تدمير الارتجاع، SSA نهر لستي هو واحد من نهر الذي يقع في مالانج. استخدام نهر ليستي كموقع للتخلص من المياه العادمة من الأنشطة المنزلية، الصناعية و الأنشطة الزراعية. يهدف هذا البحث إلى تحديد مستويات المعادن الثقيلة الكاديوم في مياه ورواسب نهر ليستي ولتحديد مطابقتها للمعايير جودة المياه على أساس اللوائح الحكومية رقم ٨٢ لعام ٢٠٠١. هذا النوع من الأبحاث هو مختبر تجريبي لتحليل مستويات الكاديوم في الماء والرواسب في نهر ليستي. والأداة المستخدمة لتحليلها هي مطيافية الامتصاص الذري (SSA) باستخدام تدمير الرطب مغلقة. في حين أن ما يستخدم لتدمير المياه والرواسب هو الارتجاع.

نتائج تحليل المحتوى المعدني من الكاديوم في الماء من النقطة الأولى حتى السابع هو 0,005 جزء في المليون؛ 0,004 جزء في المليون؛ 0,001 جزء في المليون؛ 0,001 جزء في المليون؛ 0,004 جزء في المليون؛ 0,004 جزء في المليون؛ 0,003 جزء في المليون. في حين أن الرواسب هي 0,175 mg/kg؛ 0,185 mg/kg؛ 0,125 mg/kg؛ 0,158 mg/kg؛ 0,183 mg/kg؛ و 0,433 mg/kg. وأظهرت النتائج أن هناك تلوث من الكاديوم ضد رواسب نهر ليستي. ويتضح ذلك من مستويات الكاديوم التي تتجاوز العتبة في الرواسبها. في حين أن مستويات الكاديوم في المياه صغيرة جداً ولا تزال آمنة من تلوث الكاديوم.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pencemaran logam berat kadmium di perairan diakibatkan oleh faktor alamiah maupun akibat aktivitas manusia. Faktor alamiah kadmium berasal dari erosi batuan dan tanah (Nasir, dkk., 2014). Secara alamiah kadmium diperoleh dari letusan gunung berapi, atmosfer, pelapukan batuan, jasad organik yang membusuk (Darmono, 1995). Pencemaran logam kadmium pada lahan pertanian berasal dari pupuk pestisida dan pupuk fosfat anorganik (Fang dan Zhu, 2014). Logam Cd juga dapat diperoleh dari kegiatan manusia yaitu industri kimia, tumpahan minyak, dan pembakaran bahan bakar. Penggunaan dalam kehidupan sehari-hari sumber Cd terdapat pada mainan anak-anak, fotografi, tas dari vinil, dan mantel (Connel, 1995; ATSDR, 1999; Wisconsin Public Health, 2000).

Pemanfaatan Sungai Lesti digunakan sebagai kebutuhan air domestik, non domestik, perikanan, peternakan, industri dan untuk irigasi seperti pertanian (Prilinda, dkk 2013). Faktor aktivitas manusia yang menghasilkan kadmium salah satunya adalah industri pembuatan kertas (Rini, 2002). Salah satu industri yang dicurigai membuang limbah cair ke Sungai Lesti Kabupaten Malang ialah pabrik kertas PT. Ekamas Fortuna (Irfanto, 2010).

Sungai dengan berbagai manfaatnya merupakan salah satu nikmat yang diberikan Allah yang telah dicantumkan dalam Al-Qur'an. Menurut tafsir Ibnu Katsir, Allah menyebutkan nikmat-Nya kepada makhluk-Nya bahwa Allah telah menciptakan langit yang berlapis. Langit berfungsi sebagai atap tempat tinggal bagi

yang dipelihara-Nya. Sedangkan bumi menjadi hamparan bagi makhluknya (Katsir, 2010). Berikut QS. Ibrahim ayat 32:

اللَّهُ الَّذِي خَلَقَ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضَ وَأَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجَ بِهِ مِنَ الثَّمَرَاتِ رِزْقًا لَكُمْ ۗ وَسَخَّرَ لَكُمْ الْفُلُوكَ لِتَجْرِيَ فِي الْبَحْرِ بِأَمْرِهِ ۗ وَسَخَّرَ لَكُمْ الْأَنْهَارَ (٣٢)

Artinya:

“Allah-lah yang telah menciptakan langit dan bumi dan menurunkan air hujan dari langit, kemudian Dia mengeluarkan dengan air hujan itu berbagai buah-buahan menjadi rezeki untukmu, dan Dia telah menundukkan bahtera bagimu supaya bahtera itu berlayar di lautan dengan kehendak-Nya, dan Dia telah menundukkan (pula) bagimu sungai-sungai” (Q.S Ibrahim: 32).

Kata *وَسَخَّرَ لَكُمْ الْأَنْهَارَ* sungai mengalir, maka mengalir kehidupan dengan membawa berbagai rizki. Air sungai melimpah, maka melimpah pula kebajikan dengan membawa apa yang terkandung di dalamnya berupa ikan, rumput-rumputan, dan manfaat-manfaat lainnya. Semua untuk manusia dan untuk apa yang dipelihara dan didayagunakan manusia, yaitu sebagai sebangsa burung dan hewan-hewan lainnya (Quthb, 2002). Menurut tafsir tersebut, Allah SWT telah menganugerahkan kepada manusia berupa air, sehingga sebagai makhlukNya seharusnya mampu menjaga nikmat tersebut dengan tidak mencemarinya.

Tujuan pengambilan sampel Sungai Lesti adalah untuk mengetahui kualitas air dan sedimen pada badan sungai tersebut, sehingga perlu dilakukan pengambilan di 7 lokasi sepanjang sungai (Hadi, 2015). Pengambilan sampel air dan sedimen dilakukan di Ngadas (Poncokusumo) yaitu titik pertama sebagai hulu dari Sungai Lesti (Pembab Malang, 2016). Hulu Sungai Lesti ini perlu dilakukan penelitian karena untuk membandingkan keadaan kualitas titik awal Sungai Lesti sebelum melewati daerah sumber kontaminan seperti pertanian, domestik, dan industri pada titik berikutnya.

Sananrejo (Turen) adalah sampling pada titik kedua yang merupakan daerah sebelum dilewati area pertanian. Sebelum melewati daerah pertanian dan padat penduduk dimungkinkan terjadinya pencemaran semakin kecil. Berdasarkan Pemkab Malang (2016), kadar fosfat pada kecamatan Pagak (sesudah melewati pertanian, industri, dan padat penduduk) nilainya lebih kecil yaitu 0,097 ppm dibandingkan di Turen 0,063 ppm.

Dampit merupakan daerah padat penduduk (sampling ketiga). Menurut Pemkab Malang (2016) jumlah penduduk di Kecamatan Dampit 135.035 jiwa. Selain itu pekerjaan penduduk di Dampit terbanyak adalah berdagang sehingga sangat memungkinkan terjadi pencemaran yang tinggi di Dampit. Kadar Cd pada mainan anak telah diuji oleh Ananjaya (2016), yaitu sebesar 0,6 ppm. Kadar Cd pada asap rokok menurut penelitian Jaswiah, dkk., (2016) adalah 0,13 sampai 0,54 ppm.

Tawangrejeni (Turen) adalah daerah pertanian dengan luas sawah, palawija, dan perkebunan lain seluas 6474 Ha. Penggunaan pupuk fosfat pada pertanian berpotensi menghasilkan kadmium. Penelitian Charlena (2004), kadar Cd pada pupuk fosfat adalah 0,1-170 ppm, pupuk nitrat 0,05-8,5 ppm, pupuk kandang 0,1-0,8 ppm, dan pupuk kompos 0,01-100ppm. Selain itu, terdapat area pertanian di Kecamatan Turen yang setiap harinya menghasilkan beban pencemar nitrat, fosfat pada pestisida sebesar 104,508 kg/hari, 52,254 kg/hari, 209 kg/hari. Tawangrejeni (Turen) merupakan titik sampling keempat. Berdasarkan Pemkab Malang (2016), kadar nitrit pada Sungai Lesti di Kecamatan Turen adalah 0,17 mg/L. Baku mutu kadar nitrit yang ditetapkan menurut PP No 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan

Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air yaitu 0,06 mg/L, di Kecamatan Turen melebihi baku mutu tersebut.

Kecamatan Pagak sebelum pabrik kertas PT. Ekamas Fortuna yang nantinya akan dibandingkan dengan hasil sesudah melewati pabrik (titik sampling kelima). Kecamatan Pagak sesudah PT. Ekamas Fortuna (titik sampling keenam). Pabrik kertas diperkirakan menghasilkan Cd. Industri pembuatan kertas pada produksi pulpnya menghasilkan Cd, yaitu berasal dari *Black Liquor* (Nasir, dkk, 2014). Selain itu penelitian Elisa (2007) kadar logam kadmium pada sampel *Black Liquor* adalah 3,5 ppm. Penelitian Lisa dan Mahvelat (2004) tentang analisis logam berat pada *Black Liquor*, menyatakan bahwa kandungan Cd pada 10 sampel *Black Liquor* adalah 0,1 ppm hingga 0,4 ppm dengan rata-rata kandungan Cd sebesar 0,13 ppm. Industri yang berada di sekitar Sungai Lesti menurut hasil survey Pemkab Malang (2015) adalah, PT. Lintas Sejahtera (industri pupuk), PT. Pindad (amunisi) dan PT. Ekamas Fortuna (kertas). Meningkatnya proses industrialisasi dapat menyebabkan pencemaran logam berat akan meningkat.

Waduk Sengguruh merupakan hilir Sungai Lesti. Pada daerah hilir ini merupakan titik ketujuh sampling. Waduk Sengguruh adalah titik temu antara Sungai Lesti dan Sungai Brantas Pemkab Malang (2016). Penelitian Pemkab Malang (2016) di Kecamatan Pagak dan di Kecamatan Pagelaran (tepatnya di Waduk Sengguruh) terdapat perbedaan yaitu kadar NO_3 sebesar 0,163 ppm (sebelum mencapai hilir sungai) dan 0,357 ppm (sesudah mencapai hilir sungai). Perkiraan terjadi peningkatan pencemaran pada air dan sedimen di daerah hilir.

Banyak sungai yang telah tercemar berbagai jenis logam, salah satunya logam kadmium. Menurut Amin, dkk (2009), 90% logam berat yang

mengontaminasi lingkungan perairan akan mengendap di dalam sedimen. Selain itu menurut Leiwakabessy (2005) logam berat mempunyai sifat mudah mengikat bahan organik dan mengendap di dasar perairan dan bersatu dengan sedimen sehingga kadar logam berat lebih tinggi daripada air (Rumahlatu, 2011). Penelitian Rangkuti (2009) kadmium pada air perairan Pulau Panggang, Jakarta berkisar antara 0,0014-0,0040 ppm dengan rata-rata 0,0017 ppm, sedangkan pada sedimen berkisar antara 0,1536-3,0244 ppm dengan rata-rata 0,6245 ppm. Penelitian Supriyantini dan Hadi (2015) kadar Fe pada air dan sedimen di Perairan Tanjung Emas, Semarang 0,105-0,234 mg/L. Sedimen yaitu berkisar antara 26,727-34,051 ppm. Baku mutu yang ditentukan oleh PP No.82 tahun 2001 kelas II (0,01 ppm).

Menurut Darmono (1995), kandungan logam berat dipengaruhi oleh musim. Pada musim hujan logam akan mengalami pelarutan sedangkan pada musim kemarau logam akan terkonsentrasi. Penelitian Putri, dkk (2015), konsentrasi Cu dan Pb pada bulan Maret (musim kemarau) berturut-turut adalah 6,92-16,4 mg/L dan 1,9-11,4 mg/L, pada bulan September (musim hujan) 2,3-13,9 mg/L Cu dan 4,29-9,95 mg/L Pb. Penelitian Rochayatun dan Abdul (2007) pada bulan Juni (musim kemarau), kadar Cd = 0,08-0,47 ppm sedangkan pada bulan Agustus (musim hujan) kadar Cd berkisar kurang dari 0,001-0,20 ppm.

Penelitian ini menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) yang dapat spesifik dalam menganalisis kadar logam berat dan juga memiliki deteksi yang rendah. Spektroskopi Serapan Atom (SSA) merupakan salah satu metode untuk menganalisis kadar logam kadmium. Menurut Levinson (2002), SSA adalah teknik analisis yang mengukur konsentrasi suatu unsur. Penyerapan atomnya sangat sensitif sehingga bisa mengukur bagian per milyar per gram dalam sampel.

Tekniknya memanfaatkan panjang gelombang cahaya yang secara khusus diserap oleh sebuah elemen.

Alat pendestruksi air dan sedimen sungai pada penelitian ini menggunakan refluks. Menurut Ferreira (2013), destruksi menggunakan refluks lebih sederhana dan ekonomis, namun kelemahannya pengerjaan waktu yang relatif lama. Selain itu menurut Rosa, dkk. (2016), menghindari hilangnya analit karena efek dari penguapan dibandingkan dengan destruksi konvensional (terbuka). Karena pengerjaan refluks dalam sistem tertutup, maka dapat mengurangi resiko terkena kontaminasi. Metode refluks ini juga telah diuji dengan tingkat kepercayaan 95%.

Metode destruksi adalah metode yang berfungsi untuk memutuskan ikatan unsur logam dengan komponen lain dalam matriks sehingga unsur tersebut berada dalam keadaan bebas. Zat pengoksidasi pada logam untuk metode refluks ini menggunakan HNO_3 dengan destruksi basah. Kelebihan destruksi basah adalah suhu yang digunakan relatif lebih rendah dibandingkan dengan destruksi kering sehingga hilangnya unsur-unsur sangat kecil. Selain itu peralatannya lebih sederhana, proses oksidasi lebih cepat, dan waktu yang dibutuhkan relatif lebih cepat dari destruksi kering (Kristianingrum, 2012). Dari beberapa asam atau campuran asam, HNO_3 sering digunakan karena menurut Rodiana, dkk (2013) dapat melarutkan logam-logam kecuali Al, Cr, Ga, Id dan Th yang larut secara lambat. Sedangkan sampel sedimen menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 p.a dan HCl p.a (1:3) (Obaidy, dkk, 2014, Begum, dkk, 2009, dan Taberna, dkk, 2015).

Parameter pendukung penelitian ini adalah kadar fosfat, amonia, nitrat, nitrit, dan pH. Nitrogen (N) dan fosfat (P) merupakan unsur hara yang sangat penting untuk pertumbuhan tanaman. Namun, ketersediaannya di alam terbatas sehingga tak dapat mencukupi kebutuhan tanaman. Salah satu faktor yang dapat

menghambat kehidupan jasad renik (bakteri dalam tanah) adalah logam berat. Ion logam bersifat toksik terhadap bakteri (Jutono, dkk., 1976). Fosfat dapat berikatan dengan logam berat, salah satunya kadmium. Adanya ikatan ini menyebabkan kadmium mengendap pada tanah di mana tempat jasad renik hidup akan berkurang.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Apakah kadar logam berat kadmium (Cd) di perairan dan sedimen Sungai Lesti pada musim kemarau sesuai dengan pemanfaatan baku mutu kualitas air dibandingkan dengan PP No. 82 tahun 2001?
2. Bagaimana korelasi logam berat Cd pada sedimen dengan parameter pendukung?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui kadar logam berat kadmium (Cd) di perairan dan sedimen Sungai Lesti pada musim kemarau sesuai dengan pemanfaatan baku mutu kualitas air dibandingkan dengan PP No. 82 tahun 2001.
2. Untuk mengetahui korelasi logam berat Cd pada sedimen dengan parameter pendukung.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Sampel badan air dan sedimen yang diambil di Sungai Lesti Kabupaten Malang, Jawa Timur. Tepatnya di Ngadas (Poncokusumo), Sananrejo

(Turen), Dampit, Tawangrejeni (Turen), Kecamatan Pagak sebelum PT. Ekamas Fortuna, sesudah PT Ekamas Fortuna, dan Waduk Sengguruh.

2. Pengambilan sampel dilakukan pada musim kemarau.
3. Metode destruksi pada penelitian ini adalah refluks.
4. Parameter kualitas air yang mendukung penelitian ini adalah fosfat, amonia, nitrat, nitrit, dan pH.

1.5 Manfaat

Adapun manfaat penelitian ini adalah:

1. Sebagai sarana untuk mengembangkan pengetahuan dan pemahaman penulis dalam menganalisis kadar kadmium (Cd) serta memberikan informasi tentang bahaya logam berat yang mencemari perairan dan sedimen Sungai Lesti.
2. Sebagai masukan untuk masyarakat atau pihak yang terkait akan kualitas dari Sungai Lesti sehingga dapat menjaga kelestarian Sungai Lesti dengan baik.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Umum Sungai Lesti

Sungai Lesti yang berada di Kabupaten Malang termasuk Daerah Aliran Sungai (DAS) dari Sungai Brantas. Sub DAS Lesti secara geografis berbentuk memanjang dan mencakup 12 wilayah administratif yaitu Kecamatan Turen, Gondanglegi, Tirtoyudo, Pagelaran, Sumbermanjing Wetan, Poncokusumo, Dampit, Wajak, Bululawang, Gedangan, Bantur, dan Pagak. Secara astronomis berada diantara $8^{\circ}02'50''$ – $8^{\circ}12'10''$ Lintang Selatan dan $112^{\circ}42'58''$ – $112^{\circ}56'21''$ Bujur Timur. Secara keseluruhan Sub DAS Sungai Lesti mempunyai luas sebesar 58,384 ha, dengan bagian hulu sebesar 28,790 ha, bagian tengah sebesar 11,551 ha, dan bagian hilir sebesar 18,043 ha (Irfanto, 2010). Sungai Lesti memiliki batas-batas geografis mulai dari utara berbatasan dengan Kecamatan Kepanjen dan Kecamatan Sumber Pucung, sebelah barat berbatasan dengan Kecamatan Kalipare dan Kecamatan Donomulyo, sebelah selatan berbatasan dengan Pantai Ngliyep, dan sebelah timur berbatasan dengan Kecamatan Bantur dan Kecamatan Pagelaran (Cahyani, 2017).

Sungai Lesti merupakan salah satu sungai yang penting di Kabupaten Malang. Panjang Sungai Lesti adalah 55 km dengan lebar permukaan 15 m dan kedalaman 6 m. Debit air yang mengalir $24,6 \text{ m}^3/\text{detiknya}$ (Pemkab Malang, 2016). Sungai Lesti melewati 12 cakupan wilayah di Kabupaten Malang, yaitu Kecamatan Turen, Gondanglegi, Tirtoyudo, Pagelaran, Sumbermanjing Wetan, Poncokusumo, Dampit, Wajak, Bululawang, Gedangan, Bantur, dan Pagak. Secara Keseluruhan, DAS Lesti memiliki luas 58,384 ha, bagian hulu 28,790 ha, bagian tengah 11,551

ha dan bagian hilir sebesar 18,043 ha (Irfanto, 2010). Pemanfaatan Sungai Lesti oleh penduduk sekitar menurut Priianda, dkk (2013) mencakup domestik, non domestik, industri, peternakan, dan irigasi.

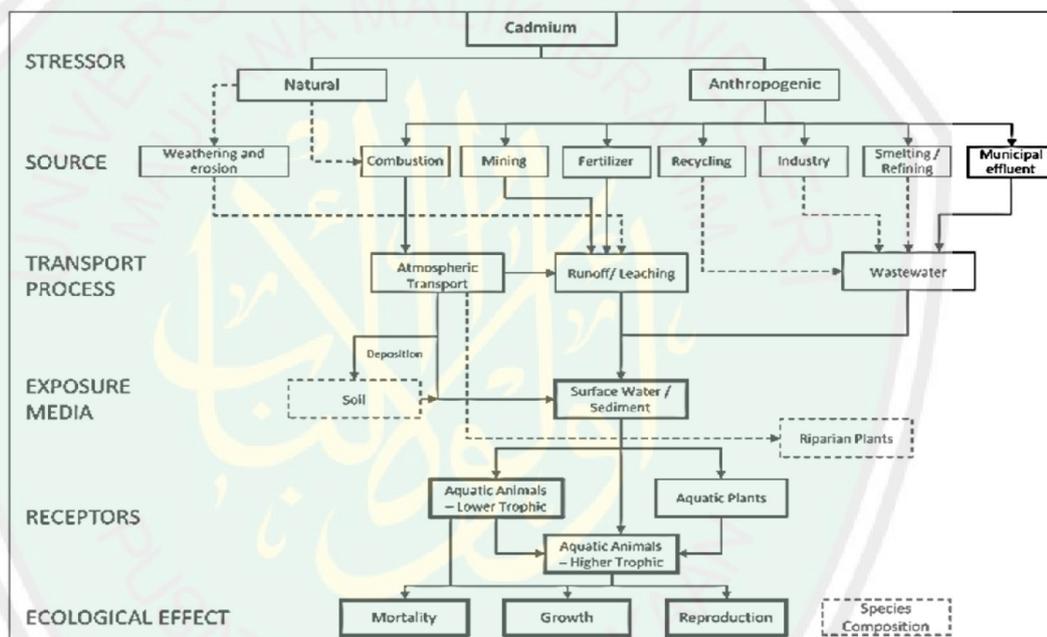
Wilayah Kabupaten Malang mengalami pertumbuhan penduduknya relatif tinggi dari tahun ke tahun sehingga kebutuhan air bersih juga cukup tinggi. Maka dari itu, untuk memenuhi kebutuhan air di sektor air baku, irigasi, PLTA, perikanan, dan lain-lain perlu diadakan potensi dan pemanfaatan air. Sungai Lesti di Kabupaten Malang ini digunakan untuk irigasi karena memiliki potensi sumber daya air yang melimpah (Priianda, dkk., 2013).

2.2 Sumber Utama, Media Transportasi dan Efek Ekologis Kadmium di Lingkungan

Kadmium memasuki lingkungan dari sumber alami dan antropogenik. Sumber kadmium alami sebagian besar bersumber dari pelapukan batuan dan tanah. Sumber alami merupakan sumber yang jarang terjadi dibandingkan dengan sumber antropogenik. Sedangkan sumber antropogenik yaitu emisi kadmium ke atmosfer (misalnya pembakaran, peleburan / penyulingan). Selain itu, sumber kadmium yang utama (masing-masing menyumbang 40-50%) terhadap air permukaan yaitu dari pencucian / limpasan (melalui pupuk fosfat) (Pan, dkk., 2010). Hal ini terjadi hingga 93 persen kadmium yang memasuki permukaan air akan bereaksi dengan bahan organik dan anorganik di kolom air, termasuk partikel, oksida besi, dan tanah liat, dan akan dibuang ke sedimen (Lawrence, 1996). Gambar 2.1 menggambarkan jalur paparan untuk reseptor biologis yang perlu diperhatikan (misal hewan air). Kadmium masuk ke dalam badan air berasal dari industri. Air sungai dan irigasi untuk pertanian yang mengandung kadmium akan terjadi penumpukan pada

sedimen dan lumpur. Sungai dapat mentransport kadmium pada jarak sampai dengan 50 km dari sumbernya.

Kadmium dalam tanah bersumber dari alam dan sumber antropogenik. Sumber yang berasal dari alam adalah dari batuan atau material lain seperti glasial dan alluvium. Kadmium dari tanah yang berasal dari antropogenik dari endapan penggunaan pupuk dan limbah. Sebagian besar kadmium dalam tanah berpengaruh pada pH, larutan material organik, logam yang mengandung oksida, tanah liat dan zat organik maupun anorganik. Rata-rata kadar kadmium alamiah dikerak bumi sebesar 0,1-0,5 ppm (Sudarmaji, dkk., 2006).



Gambar 2.1 Sumber Utama, Media Transportasi dan Paparan serta Efek Ekologis Kadmium di Lingkungan. (Catatan: Garis lurus menunjukkan jalur / media / reseptor potensial; garis putus-putus menunjukkan jalur sekunder / media / reseptor) (EPA, 2016).

Kadmium dapat dihasilkan dan menuju badan air melalui proses pelapukan alami dari fasilitas industri atau pabrik pengolahan limbah, endapan atmosfer, dengan proses *leaching* dari tempat pembuangan sampah, atau pupuk fosfat (EPA 1981, 1985; IJC 1989; Morrow 2001). Kadmium juga bisa masuk ke pipa dalam

sistem distribusi persediaan air minum (Elinder, dkk., 1985). Sumber kadmium dari aktivitas manusia lainnya adalah pupuk fosfat. Kadmium membentuk hingga 35 ppm pentaoksida fosfor (komponen pupuk berbasis fosfat) (IARC, 1993). Adanya kontaminasi kadmium dari atmosfer ke sistem perairan merupakan sumber kadmium utama bagi lingkungan (IARC, 1993; Muntau dan Baudo 1992).

Logam kadmium akan mengalami proses biotransformasi dan bioakumulasi dalam organisme hidup. Logam ini masuk ke dalam tubuh bersama makanan yang dikonsumsi (Nowrouzi, dkk., 2012). Unsur logam berat adalah unsur yang mempunyai densitas lebih dari 5 gr/cm^3 . Urutan tingkat racun/toksik logam berat adalah Hg, Cd, Ag, Ni, Pb, As, Cr, Sn, Zn (Fardiaz, 1992). Meskipun tidak semua keberadaan logam berat melebihi baku mutu, namun demikian keberadaan logam berat dikhawatirkan sewaktu-waktu dapat melebihi ambang batas karena limbah masyarakat dan industri yang dibuang ke lingkungan setiap harinya relatif tinggi (Nasir, dkk., 2014).

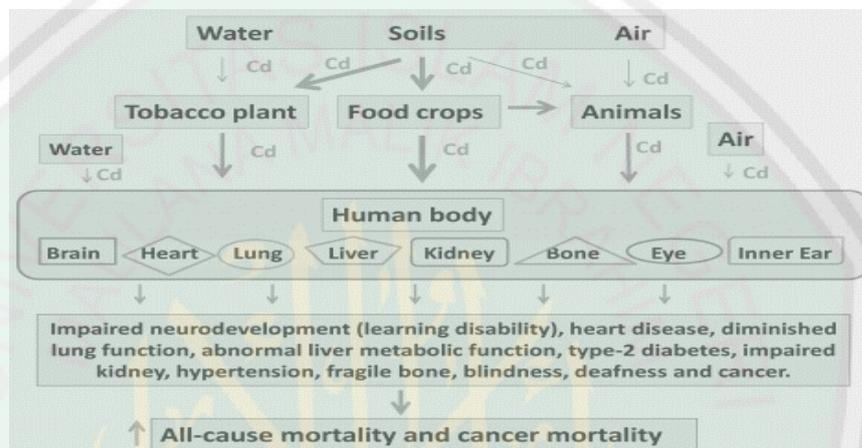
Kadmium dapat berubah bentuk namun tidak terdegradasi pada lingkungan. Partikel kadmium di udara bisa bertahan lama sebelum jatuh ke tanah atau air. Beberapa bentuk kadmium larut dalam air. Kadmium mengikat kuat partikel tanah. Ikan, tumbuhan, dan hewan menggunakan kadmium dari lingkungan. Manusia dapat terpapar kadmium karena beberapa kegiatan, yaitu merokok atau menghirup asap rokok, mengonsumsi makanan yang mengandung kadmium (kerang, hati, dan ginjal), menghirup udara yang terkontaminasi di industri tertentu (misalnya pembuatan baterai, pematerian logam, pengelasan, peleburan logam), minum air yang terkontaminasi, tinggal di dekat industri yang menghasilkan kadmium di udara, pembakaran bahan bakar fosil (ATSDR, 2004).

Logam Cd yang ada pada perairan sangat dipengaruhi oleh konsentrasi logam Cd yang masuk ke dalam perairan. Logam berat yang berada pada perairan akan menyebar dan akan terikat dengan partikel tersuspensi sehingga akan mengendap di dasar perairan dan terakumulasi pada sedimen (Hariyan, dkk., 2015). Logam dari pembuangan industri diendapkan di dalam berbagai komponen ekosistem seperti air, sedimen, dan biota (Helz dkk. 1975). Konsentrasi kadmium dalam air dapat menurun dengan cepat ke hilir dari IPAL yang dibuang ke daerah muara sungai, sedangkan konsentrasi logam yang tinggi dapat terjadi pada endapan sepanjang dari titik pembuangan ke muara sungai. Di Port Phillip Bay dan Western Port di Victoria, Australia, konsentrasi logam dalam sedimen biasanya 103 sampai 105 kali lebih tinggi daripada yang ada di dalam air (Negilski, dkk., 1981).

Konsentrasi kadmium di tanah yang tidak terkontaminasi oleh sumber antropogenik berkisar antara 0,06 sampai 1,1 mg / kg, dengan minimum 0,01 mg / kg dan maksimum 2,7 mg / kg (Alloway dan Steinnes 1999). Sebuah penelitian yang dilakukan pada tahun 1999 di Waduk Patroon Creek di Albany County, New York mengambil sampel sedimen untuk logam berat, termasuk kadmium. Daerah aliran sungai mencakup dua lokasi industri: satu beroperasi dari tahun 1955 sampai sekarang dan yang lainnya beroperasi dari tahun 1958 sampai 1984. Sampel sedimen pada interval 0-1,68 m menunjukkan konsentrasi kadmium rata-rata 1,69 mg / kg. Konsentrasi ini sebanding dengan endapan yang terkena dampak polusi industri (Arnason dan Fletcher 2003). Sedimen Sungai Sawmill di Yonkers, New York mengandung tingkat kadmium tertinggi (6,9 mg / kg) di Cekungan Sungai Hudson selama studi sampling yang dilakukan antara tahun 1992 dan 1995 (Wall, dkk., 1992).

2.3 Masuknya Kadmium ke Dalam Tubuh Manusia

Penyebab terpapar kadmium dapat melalui konsumsi makanan, air minum, inhalasi partikulat dari udara atau asap tembakau, tanah atau debu yang terkontaminasi (NTP, 2005). Paparan kadmium dapat disebabkan karena asap rokok (CDC, 2005). Kadmium masuk ke rantai makanan melalui tanah pertanian yang secara alami mengandung kadmium, atau dari sumber antropogenik seperti sumber pupuk fosfat (Alloway dan Steinnes 1999; Morrow 2001).



Gambar 2.2 Akumulasi Kadmium dari Air, Tanah, dan Udara ke Dalam Tubuh Manusia (Satarug dan Michael, 2012).

Keracunan Cd kebanyakan berasal dari debu dan asap kadmium yang terhisap, terutama CdO. Ada hubungan antara kandungan Cd yang tinggi dalam darah dengan rendahnya kadar hemoglobin. Semakin tinggi Cd dalam darah maka sel darah merah dalam tubuh akan semakin sedikit sehingga dalam jangka panjang dapat menyebabkan anemia. Darah mentransportasi Cd menuju hati dan akan berikatan dengan protein membentuk kompleks protein. Selanjutnya Cd ditransportasi lagi menuju ginjal dan diakumulasi dalam ginjal sehingga dapat mengganggu sistem ekskresi protein (Widowati, 2008).

Toksisitas logam Cd digolongkan menjadi dua macam, yaitu toksisitas kronis dan akut. Toksisitas kronis merupakan efek toksisitas dalam jangka panjang. Toksisitas akut merupakan efek toksisitas dalam jangka pendek (Wirasuta, 2006). Gejala kronis meliputi nafas pendek, kemampuan mencium bau menurun, berat badan menurun, gigi terasa ngilu dan berwarna kuning keemasan, selain itu dapat menyerang saluran pencernaan, ginjal, hati dan tulang. Gejala akut meliputi sesak dada, kerongkongan kering dan dada sesak, nafas pendek, nafas terengah-engah bisa berkembang ke arah penyakit radang paru-paru, sakit kepala dan menggigil, dapat diikuti kematian (Sudarmaji, dkk., 2006).

2.4 Sumber Pencemaran Logam Kadmium (Cd) pada Perairan Sungai Lesti

Kabupaten Malang memiliki jumlah penduduk yang cukup banyak. Tahun 2014 sebesar 3.092.714 jiwa, dan pada tahun 2015 sebesar 2.581.671 jiwa. Jumlah penduduk Kabupaten Malang tahun 2016 jumlah penduduk di Kabupaten Malang mencapai 2.705.395 jiwa. Jumlah penduduk yang membawa konsekuensi peningkatan kebutuhan air bersih untuk keperluan sehari-hari juga termasuk menghasilkan sanitasi yang berpotensi meningkatkan adanya limbah. Hal ini berakibat pada pola perubahan konsumsi masyarakat yang cukup tinggi dengan luas lahan yang tetap akan mengakibatkan tekanan terhadap lingkungan semakin berat. Aktivitas masyarakat meliputi pertanian, industri dan kegiatan rumah tangga akan menghasilkan limbah yang memberi sumbangan pada penurunan kualitas air (Pemkab Malang, 2016). Hasil analisis kualitas air sungai pada sungai-sungai yang ada di Kabupaten Malang menunjukkan kualitas air dengan sebagian besar masuk kategori cemar ringan dengan adanya beberapa parameter kualitas air yang melebihi baku mutu (Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Malang, 2016).

Jumlah penduduk yang tinggi juga berakibat bertambahnya volume sampah yang dihasilkan setiap hari. Di wilayah Kabupaten Malang, rasio tempat pembuangan sampah (TPS) per satuan penduduk pada tahun 2011-2016 mengalami peningkatan walaupun belum terlalu signifikan. Jumlah sampah di Kabupaten Malang dalam satu tahun produksinya mencapai 400 ribu ton yang sampai saat ini tidak semuanya dikelola oleh Pemerintah Kabupaten Malang. Hanya sekitar 40% atau 160 ribu ton yang bisa diangkut ke TPA. Sisanya masih memerlukan pengolahan agar tidak mencemari lingkungan.

Allah SWT senantiasa mengingatkan kepada manusia dalam upaya untuk selalu memelihara kelestarian lingkungan dengan tujuan untuk menopang pertumbuhan dan perkembangan ekosistem di lingkungan itu sendiri. Berikut surat Al-A'raf ayat 56 mengenai larangan berbuat kerusakan:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ ٥٦

Artinya: “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik” (QS. Al-A'raf: 56).

Kata *تُفْسِدُوا* yang artinya pengrusakan, merupakan suatu bentuk pelampauan batas. Kemudian, dilanjutkan dengan menyatakan *بَعْدَ إِصْلَاحِهَا* yaitu perbaikan yang telah dilakukan oleh Allah SWT. Alam telah diciptakan dalam keadaan yang serasi, harmonis, dan memenuhi kebutuhan makhluk. Salah satu bentuk perbaikan oleh Allah SWT adalah mengutus para nabi untuk meluruskan kehidupan dalam masyarakat (Shihab, 2002).

Ayat tersebut menjelaskan larangan Allah SWT kepada manusia untuk tidak membuat kerusakan di muka bumi. Larangan membuat kerusakan ini mencakup

semua bidang. Bumi sebagai tempat berpijak telah dijadikan oleh Allah dengan sangat baik, dengan adanya gunung-gunung, lembah, daratan, lautan, sungai dan lain-lain yang semuanya itu dijadikan Allah untuk manusia agar dapat diolah dan dimanfaatkan dengan sebaik-baiknya (Abdullah, 2007).

Pengertian kata **تُفْسِدُوا**, yaitu kaum-kaum terdahulu yang mengingkari kebenaran. Akibatnya akhir ajalnya diberikan azab oleh Allah yang dahsyat (Al-Hafdizh Ibnu Katsir, 2003). Menurut Tafsir Al-Misbah, manusia diberi nafsu disamping dianugerahi akal yang akan jauh bertolak belakang dengan nafsunya. Namun dengan nafsu yang dimiliki, manusia cenderung untuk melakukan apapun untuk memenuhi keinginannya. Terjadinya kerusakan-kerusakan di darat dan laut merupakan dorongan dari hawa nafsu manusia. Ayat tersebut menyebutkan bumi (darat dan laut) sebagai tempat terjadinya *fasad*. Kerusakan ini meliputi rusaknya akhlak manusia (pembunuhan, perampokan) di muka bumi. Selain itu terjadinya ketidakseimbangan ekosistem bumi akibat manfaat bumi yang telah banyak diambil oleh manusia.

Menurut ayat **وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا**, Allah SWT melarang perbuatan yang menimbulkan kerusakan di muka bumi dan hal-hal yang membahayakan kelestariannya sesudah diperbaiki. Karena jika sesuatu berjalan sesuai dengan kelestariannya kemudian terjadi kerusakan padanya, maka membahayakan semua hamba Allah (Katsir, 2003). Surah Al-A'raf : 56 juga dapat ditafsirkan sesuai dengan perkembangan zaman sekarang, misalnya kerusakan di darat. Kerusakan-kerusakan ini akibat penggunaan minyak tanah, bensin, solar, asap pabrik sehingga lingkungan yang bersih menjadi tercemar (Shihab, 2009).

Industri di Kabupaten Malang salah satunya pabrik kertas. Menurut Nasir, dkk (2014), pada pulp salah satu sumber limbah yang mengandung logam berat berasal dari *Black Liquor*. *Black Liquor* adalah cairan yang 70%-72% berupa padatan didaur ulang dari digester pada proses pembuatan kertas. *Black Liquor* warnanya hitam karena reaksi antara serpihan kayu dengan bahan yang digunakan dalam pemasakan liquor. Berikut adalah komposisi yang ditambahkan ke dalam *Black Liquor* (Malbrue, 2006):

Bahan Logam	Massa (g/mol)
<i>arsenic (III) oxide</i>	197,84
<i>beryllium oxide</i>	25,01
<i>cadmium acetate dehydrate</i>	266,52
<i>cobalt (II) acetate tetrahydrate</i>	249,08
<i>chromium (III) nitrate nonahydrate</i>	400,15
<i>copper (II) tartrate hydrate</i>	211,62
<i>manganese sulfate</i>	169,02
<i>nickel fluoride</i>	96,71
<i>lead oxide</i>	223,19
<i>antimony (V) oxide</i>	323,51
<i>selenium dioxide</i>	110,96
<i>thallium (I) acetate</i>	263,42
<i>vanadium (V) oxide</i>	181,88

Tabel 2.1 Logam-logam yang Ditambahkan pada *Black Liquor*

Lisa dan Mahvelat (2004), meneliti tentang kandungan logam yang ada dalam 10 sampel *Black Liquor* berikut hasilnya:

Logam	Terdeteksi	Kadar Terendah	Kadar Tertinggi	Rata-rata
As	0/10	<2,8	<4,3	1,7
Be	6/10	<0,007	0,2	0,036
Cd	2/10	<0,1	0,4	0,13
Co	4/10	<0,2	3,6	0,59
Cr	10/10	0,2	0,8	0,58
Mn	10/10	7,1	110	54
Ni	10/10	0,4	4,4	1,6
Pb	1/10	<1,7	4,2	1,4
Se	0/10	<3,6	<5,6	2,2
Sb	0/10	<1,6	<2,5	1,0

Tabel 2.2 Kadar Logam Berat pada *Black Liquor*

Proses pulp menurut perlakuan bahan bakunya dapat digolongkan menjadi proses mekanis, proses semi kimia, dan proses kimia (proses soda/alkali, proses sulfat/asam, proses sulfat/kraf). Logam berat ada dalam *Black Liquor* sebanyak 200 ppm. Senyawa yang ditambahkan dipilih berdasarkan ketersediaannya dan kecocokannya dengan senyawa lain, selain itu kelarutannya dalam alkali.

Lahan pertanian di Kabupaten Malang juga dapat mengakibatkan adanya pencemaran lingkungan, khususnya logam berat kadmium. Menurut Chien, dkk (2003), pada lahan pertanian, logam berat Cd terutama berasal dari pupuk fosfat berbatu dasar batuan fosfat. Roechan, dkk (1995) melaporkan bahwa kandungan Cd pupuk fosfat berkisar 30-60 ppm. Maka dari itu, jika hasil pengairan pada area sawah dibuang ke badan perairan akan dapat mencemari sungai. Pencemaran logam berat kadmium berasal dari penggunaan pestisida dan pupuk fosfat anorganik (Fang dan Zhu, 2014). Berbagai jenis pestisida mengandung unsur kadmium sebagai komponen utama maupun bahan komplementer yang berfungsi sebagai perekat dan peningkat efektivitas senyawa racun yang dikandungnya (Agency, 1998).

2.5 Sedimen

Sedimen adalah pecahan material yang umumnya terdiri dari uraian batuan. Ukuran partikel dan bentuknya beragam, besar, kecil (halus), bulat, lonjong sampai persegi. Hasil sedimen diperoleh dari pengukuran sedimen terlarut dalam sungai (*suspended sediment*). Dengan kata lain sedimen adalah pecahan, mineral, atau material organik yang ditransferkan dari berbagai sumber dan diendapkan oleh udara, angin, es atau oleh air (Asdak, 2007). Sedimen merupakan suatu bahan pencemar yang berasal dari daratan dan dapat digunakan sebagai indikator

pencemaran lingkungan (Cahyani, 2017). Baku mutu kadmium pada sedimen menurut Permen-LH (2004) adalah 0,05 ppm.

Proses sedimentasi dimulai dengan jatuhnya hujan yang menghasilkan energi kinetik sebagai permulaan proses terjadinya erosi tanah menjadi partikel halus, menggelinding bersama aliran, sebagian tertinggal di atas tanah, bagian lainnya masuk ke dalam singai terbawa aliran menjadi sedimen. Besarnya volume sedimen tergantung perubahan kecepatan aliran, perubahan musim penghujan dan kemarau. Proses terjadinya sedimentasi merupakan bagian dari proses erosi tanah. Di Indonesia, yang lebih berperan dalam proses sedimentasi adalah faktor air (Pangestu dan Helmi, 2013).

Menurut Sahara (2009), sedimen bertekstur halus memiliki presentase logam lebih banyak karena luas permukaannya lebih besar dibanding yang bertekstur kasar. Pada sedimen di perairan terdapat zat hara yang bervariasi, misalnya nitrat dan fosfat. Peranan nitrat dan fosfat yang ada pada sedimen juga penting karena untuk pertumbuhan dan kelangsungan hidup bagi organisme. Organisme ini berperan sebagai rantai makanan yang mendukung produktivitas perairan (Santoso, 2007).

Zat hara yang ada di lingkungan apabila jumlahnya banyak memiliki dampak positif, namun pada batas tertentu berdampak negatif. Dampak positifnya adalah terjadi peningkatan produksi fitoplankton. Sedangkan dampak negatifnya adalah terjadinya penurunan kandungan oksigen di perairan. Selain itu dapat terjadi penurunan biodiversitas. Hal tersebut dapat memperbesar potensi muncul dan berkembangnya jenis fitoplankton berbahaya yang lebih umum dikenal dengan istilah *Harmful Algal Blooms* atau HABs (Risamasu dan Prayitno, 2011).

2.6 Perbedaan Kandungan Logam Kadmium (Cd) pada Musim Hujan dan Musim Kemarau

Kualitas air sangat dipengaruhi oleh musim, yaitu hujan dan kemarau. Menurut Darmono (1995) kadar logam berat pada perairan dipengaruhi oleh lingkungan dan musim. Pada musim hujan logam berat mengalami pengenceran sedangkan musim kemarau logam berat akan terkonsentrasi. Rendahnya kandungan logam berat pada air disebabkan karena curah hujan tinggi saat penelitian. Hasil pantauan dari Titik Meteorologi Maritim Semarang pada Desember 2014 rata-rata curah hujan per hari 8,06 mm/hari (Supriyantini dan Nirwani, 2015). Menurut penelitian Sukirno (2006), logam Cd jika dilakukan pendekatan statistik uji T menunjukkan konsentrasi yang berbeda secara nyata pada musim kemarau dan musim penghujan.

Beberapa unsur dalam sampel sedimen yang diambil pada musim kemarau dan penghujan terdapat perbedaan. Pada musim penghujan lebih kecil daripada musim kemarau. Hal ini disebabkan karena ion logam banyak mengendap dalam sedimen. Selain itu, kandungan logam ditemukan tinggi di dalam sedimen karena akumulasi logam tertinggi terdapat pada sedimen. Sebagian besar logam berat yang masuk ke sungai berbentuk partikel atau endapan. Didukung dengan pola arus sungai yang tenang (kecepatan arus kecil) menyebabkan zat pencemar untuk terdistribusi secara meluas pada perairan sehingga semakin lama tertimbun di dasar sungai. Perairan yang tenang menyebabkan kemungkinan logam mengendap akan lebih besar (Taftazani, dkk., 2005).

2.7 Karakteristik dan Toksisitas Kadmium (Cd)

Kadmium (Cd) adalah logam berwarna putih perak, lunak, mengkilap, tidak larut dalam basa, mudah bereaksi, serta menghasilkan kadmium oksida bila dipanaskan. Cd umumnya terdapat dalam kombinasi dengan klor (Cd klorida) atau belerang (Cd sulfat). Kadmium dapat membentuk ion Cd^{+2} yang bersifat tidak stabil. Kadmium bersifat lentur, tahan terhadap tekanan, serta dapat dimanfaatkan sebagai pencampur logam lain, seperti nikel (Ni), emas (Au), kuprum (Cu), dan besi (Fe). Kadmium memiliki nomor atom 40, berat atom 112,4 g/mol, titik leleh $321^{\circ}C$ dan titik didih $767^{\circ}C$ (Widowati, 2008).

Umumnya logam kadmium merupakan senyawa oksida (CdO) dan hidrat (CdH_2). Senyawa oksida kadmium dan klorida kadmium merupakan bentuk yang paling toksik dari kadmium (Darmono, 2008). Kadmium berbentuk ion kadmium (+2) dan $Cd(OH)_2$ dan kompleks $CdCO_3$ dalam air tawar (Bodek, dkk., 1988). Beberapa senyawa kadmium, seperti kadmium sulfida, kadmium karbonat, dan kadmium oksida tidak larut dalam air. Kadmium hampir seluruhnya terdiri dari spesies klorida ($CdCl^+$, $CdCl_2$, $CdCl_3^-$) dengan porsi kecil sebagai Cd^{2+} . Kadmium mengendap sebagai kadmium sulfida dengan adanya ion sulfida (Bodek, dkk., 1988).

2.8 Parameter Pendukung Kualitas Air

Kualitas air dapat ditentukan menggunakan kombinasi parameter fisika, kimia dan biologi. Parameter fisika adalah parameter yang digunakan untuk mengukur kualitas air yang berhubungan dengan fisik seperti suhu, kecepatan arus, TDS, TSS. Parameter kimia adalah parameter yang dapat menentukan kelayakan kualitas air tersebut baik atau tidak, seperti DO, pH, amonia, nitrat, nitrit, dan fosfat.

Sedangkan parameter biologi menelaah mengenai ada atau tidaknya mikroorganisme seperti plankton, bakteri *Escherichia coli*, *coliform* (Rosita, 2014). Penelitian ini lebih fokus pada parameter kimia yaitu fosfat, amonia, nitrat, dan nitrit.

2.8.1 Fosfat

Fosfor merupakan nutrisi penting pada tubuh makhluk hidup (Westheimer 1987). Sumber fosfor di perairan dan sedimen adalah industri dan limbah domestik (Ruttenberg, 2004). Berikut adalah reaksi logam Cd dengan fosfat:



Meningkatnya fosfat di perairan sehingga menyebabkan kelebihan fosfat menyebabkan peristiwa *booming algae* atau yang biasa disebut dengan eutrofikasi. Jika terjadi eutrofikasi, maka akan menyebabkan konsentrasi oksigen dalam badan air menurun. Kekurangan oksigen inilah yang akan menimbulkan kematian pada biota air (Bostrom, dkk., 1988). Apabila fosfat di badan air berlebih, fosfat akan terdeposisi ke dalam pori sedimen melalui berbagai proses antara lain sedimentasi, adsorpsi dan presipitasi (Williams & Mayer 1972; Carignan 1982; Carignan & Kalff 1982; Riber 1984; Young & Comstock 1986). Konsentrasi nitrat dan fosfat yang tinggi disebabkan oleh difusi fosfat dari sedimen karena sedimen merupakan tempat penyimpanan utama fosfor dan nitrat (Patty, dkk., 2015). Sumber pencemar logam kadmium berasal dari limbah industri, pupuk pertanian, dan limbah domestik. Salah satu sumber dari limbah domestik adalah pemakaian detergen yang merupakan penyebab utama tingginya kadar fosfat di perairan sungai. Hubungan antara fosfat dengan logam kadmium yaitu, jika fosfat tinggi maka logam kadmium akan tinggi

pula (Suwandi, dkk., 2014). Berdasarkan Kementerian Hidup dan Lingkungan Tahun 2004 menyatakan bahwa kadar total fosfat untuk kualitas air ialah 0,1 mg/L.

Metode uji fosfat dilakukan menggunakan spektrofotometer asam askorbat menurut SNI 06-6989.31-2005. Pada suasana asam, ammonium molibdat dan kalium antimonil tartrat bereaksi dengan ortofosfat membentuk senyawa asam fosfomolibdat kemudian direduksi oleh asam askorbat menjadi kompleks biru molibden. Menurut Alaerts dan Sri (1987), warna ini sebanding dengan konsentrasi fosfor. Analisis fosfat terlarut yaitu ditentukan setelah melalui proses filtrasi dan konsentrasi fosfat berdasarkan reaktifitasnya terhadap reagen molibdat (Rumhayati, 2010).

Pembentukan senyawa kompleks fosfomolibdat menghasilkan warna biru. Kompleks fosfomolibdat yang berwarna biru akan direduksi dengan asam askorbat membentuk kompleks molibdenum yang juga berwarna biru. Intensitas warna yang dihasilkan berbanding lurus dengan konsentrasi fosfor. Warna biru diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 700nm-880nm (Hendrawati, dkk., 2007).

2.8.2 Amonia

Amonia merupakan senyawa nitrogen anorganik berfasa gas dan cair, tak berwarna dan memiliki bau yang khas. Amonia adalah kontaminan yang biasanya terdapat di dalam tanah dan air limbah yang memiliki konsentrasi 5-10 mg/L (Ekasari, 2013). Amonia pada perairan berasal dari sisa metabolisme hewan dan proses dekomposisi bahan organik oleh mikroorganisme. Sumber amonia pada perairan adalah gas nitrogen dari udara yang tereduksi di dalam air (Efendi, 2003).

Amonia di perairan menunjukkan adanya penguraian bahan organik, terutama protein. Berikut adalah reaksi Cd dengan amonia:



Amonia pada perairan dalam keadaan terlarut dapat berupa amonia bebas (NH_3) dan ion ammonium (NH_4^+). Amonia bebas dan ion ammonium ini kandungannya sangat dipengaruhi oleh oksigen terlarut. Jika dalam perairan kandungan oksigen tinggi, maka kadar amonianya relatif kecil, maka dari itu kadar amonia akan bertambah seiring dengan bertambahnya kedalaman perairan. Berikut ini adalah bentuk kesetimbangan amonia dan ion ammonium di perairan (Sihaloho, 2009):



Amonia yang tak-terionisasi akan berbahaya bagi organisme di perairan, khususnya ikan (Efendi, 2003). Hal ini disebabkan oleh konsentrasi NH_3 bebas yang relatif tinggi pada perairan dapat menyebabkan kerusakan insang ikan. Jika kadar amonia meningkat maka dalam darah akan terjadi penurunan pengangkutan oksigen. Jaringan tubuh ikan juga menjadi tidak stabil karena terganggunya kestabilan membran sel oleh amonia (Boyd, 1989). Jika konsentrasi amonia tak-terionisasi lebih dari 0,2 mg/L akan bersifat toksik bagi beberapa jenis ikan (Canter, 1979).

Logam berat kadmium yang bersumber dari limbah industri, peternakan, dan domestik. Pencemaran amonia di perairan pada penelitian Hendro (2000), melampaui ambang batas SK Gubernur Jawa Tengah. Pencemaran ini disebabkan banyak kegiatan pertanian dan peternakan. Jika kandungan amonia tinggi maka

logam kadmium akan tinggi juga dan sebaliknya. Berdasarkan PP No. 82 tahun 2001 menyatakan bahwa kadar total amonia untuk kualitas air ialah 0,5 mg/L.

Metode uji amonia dilakukan menggunakan spektrofotometer secara fenat dalam sampel air dan air limbah berdasarkan SNI 06-6989.30-2005. Prinsipnya adalah amonia akan bereaksi dengan hipoklorit dan fenol yang dikatalisis oleh natrium nitroprusida membentuk senyawa biru indofenol.

Salah satu metode yang sering digunakan adalah metode standar fenat dengan spektrofotometer Uv-Vis. Kelebihan metode ini adalah mempunyai sensitivitas yang tinggi dan dapat digunakan untuk analisis amonia. Namun pereaksi pewarnaanya kurang stabil sehingga setiap kali analisis selalu dibuat baru (Apriyanti, dkk., 2013). Menurut SNI 06-6989.30-2005, penentuan kadar secara fenat ini di kisaran kadar 0,1 mg/L sampai 0,6 mg/L $\text{NH}_3\text{-N}$ pada 640 nm.

2.8.3 Nitrat

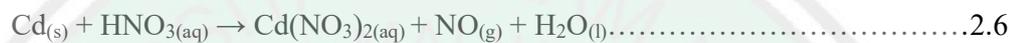
Nitrat merupakan senyawa nitrogen anorganik yang larut dalam air dan bersifat stabil. Senyawa nitrat berupa ion nitrat (NO_3^-) dalam perairan (Jeremiah, dkk., 2013). Nitrat merupakan bentuk utama nitrogen di perairan yang merupakan nutrien utama bagi fitoplankton dan alga (Efendi, 2003). Nitrat dihasilkan melalui proses oksidasi sempurna senyawa nitrogen pada perairan. Nitrat bersifat toksik dalam perairan dan dapat menyebabkan kematian dalam jumlah besar jika dikonsumsi. Apabila senyawa nitrat dikonversi menjadi ion nitrit tingkat toksiknya akan lebih tinggi (Jeremiah, dkk., 2013).

Nitrifikasi merupakan oksidasi amonia menjadi nitrat dan nitrit oleh bakteri nitrosomonas. Oksidasi nitrit menjadi nitrat oleh bakteri nitrobakter. Oksidasi

amoniam menjadi amonia nitrit dan oksidasi nitrit menjadi nitrat ditunjukkan dalam persamaan berikut (Efendi, 2003):



Toksisitas nitrat secara tidak langsung terjadi di perairan karena membantu pertumbuhan alga sehingga menyebabkan *blooming algae*. Meningkatnya alga pada perairan akan berakibat terjadi penurunan kadar oksigen terlarut dalam air (Efendi, 2003). Berikut adalah reaksi logam kadmium (Cd) dengan asam nitrat:



Pencemaran nitrat di dalam badan air karena beberapa faktor. Contohnya pembuangan limbah ke perairan, pembusukan sisa tanaman dan hewan, pembuangan limbah industri dan pembuangan kotoran hewan. Nitrat dapat menyebabkan kualitas air menurun karena menurunkan oksigen terlarut. Jika oksigen menurun, populasi ikan akan berkurang, timbul bau busuk, dan rasa tidak enak pada perairan itu. Selain itu, nitrat merupakan ancaman bagi kesehatan manusia terutama bayi. Kondisi yang dikenal sebagai *methemoglobinemia* atau sindrom bayi biru disebabkan karena nitrat (Sastrawijaya, 2000).

Sumber pencemar logam kadmium dapat dari limbah industri dan penggunaan pupuk yang merupakan sumber terbesar penyebab kandungan nitrat yang tinggi di perairan. Jika logam kadmium pada perairan sungai memiliki kandungan yang tinggi maka kadar nitrat juga akan tinggi (Suwandi, dkk., 2014). Berdasarkan PP No. 82 tahun 2001 menyatakan bahwa kadar total nitrat untuk kualitas air ialah 10 mg/L.

Metode uji nitrat berdasarkan SNI 6989.79-2011 dalam air dan air limbah menggunakan spektrofotometri secara reduksi kadmium. Prinsipnya adalah senyawa nitrat pada sampel direduksi menjadi nitrit oleh Cadmium (Cd) yang dilapisi tembaga dalam suatu kolom. Nitrit yang terbentuk bereaksi dengan sulfanilamid dalam suasana asam menghasilkan senyawa diazonium. Kemudian diazonium bereaksi dengan *N-(1-naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride* (NED) yang berwarna merah muda. Senyawa azo ini berbanding lurus dengan senyawa diazonium yang ekuivalen dengan nitrit total.

Analisis nitrat berdasarkan SNI 6989.79-2011 untuk analisis air dan air limbah menggunakan spektrofotometer dengan kolom reduksi kadmium. Kisaran pengukuran 0,01 mg sampai 1,0 mg NO₃⁻-N/L pada panjang gelombang 543 nm.

2.8.4 Nitrit

Nitrit adalah bentuk peralihan antara amonia dan nitrat (nitrifikasi). Selain itu juga peralihan antara nitrat dan gas nitrogen (denitrifikasi) yang berlangsung secara anaerob. Nitrit ditemukan dalam jumlah yang lebih sedikit daripada nitrat karena bersifat tidak stabil dengan adanya oksigen. Berdasarkan PP No. 82 tahun 2001 menyatakan bahwa kadar total nitrit untuk kualitas air ialah 0,06 mg/L. Persamaan oksidasi amonia menjadi nitrit dengan bantuan bakteri nitrosomonas (Efendi, 2003):



Reduksi nitrat oleh mikroba pada kondisi anaerob menghasilkan gas amonia dan gas lain seperti N₂O, NO₂, NO, dan N₂. Gas N₂ berasal dari perairan lalu terlepas ke udara pada proses denitrifikasi. Kadar nitrit menunjukkan bahwa terjadinya

proses biologis perombakan bahan organik yang memiliki kadar terlarut rendah (Ida, 2009).

Sumber nitrit adalah limbah industri dan limbah domestik. Namun kadar nitrit pada perairan cenderung sedikit karena pada perairan cepat teroksidasi menjadi nitrat (Efendi, 2003). Jika mengkonsumsi nitrit secara berlebih akan mengakibatkan proses pengikatan oksigen dalam hemoglobin terganggu. Selain itu juga dapat mengakibatkan menurunnya tekanan darah. Gejala klinisnya berupa mual, muntah, sakit perut, sakit kepala, denyut nadi lebih cepat (Ida, 2009).

Tingginya kadar nitrit pada daerah perairan sungai karena limbah pertanian, domestik, maupun industri. Penggunaan pupuk yang mengandung nitrogen merupakan sumber utama nitrit (Prabowo, 2015). Berikut reaksi logam Cd dengan nitrit:



Salah satu faktor yang dapat menghambat kehidupan jasad renik (bakteri dalam tanah) adalah logam berat karena ion-ion logam bersifat toksik terhadap bakteri (Jutono, dkk., 1973). Jadi semakin tinggi kadar logam berat maka semakin tinggi pula nitrit yang berada pada suatu perairan.

Pengujian nitrit pada air dan air limbah berdasarkan SNI 06-6989.9-2004, nitrit dalam suasana asam pada pH 2,0-2,5 akan bereaksi dengan sulfanilamid dan *N-(1-naphthyl) ethylene diamine dihydrochloride (NED dihydrochloride)*, lalu membentuk senyawa azo berwarna merah keunguan. Warna ini sebanding dengan kadar nitrit.

Analisis nitrit menurut SNI 06-6989.9-2004 menggunakan metode spektrofotometri. Penentuan nitrit (NO₂-N) dalam air dan air limbah pada kisaran

kadar 0,01 mg/L – 1 mg/L NO₂-N. Pengukuran absorbansi menggunakan panjang gelombang 543 nm. Metode ini digunakan dalam sampel air yang tidak berwarna.

2.8.5 pH

Derajat keasaman (pH) adalah derajat keasaman suatu benda sebagai pernyataan keasaman suatu larutan. Prinsip penentuan pH adalah elektrometri, yaitu adanya interaksi lapis tipis dari gelembung kaca dengan ion hidrogen pada sampel yang berukuran relatif kecil. Berdasarkan PP No. 82 tahun 2001 nilai pH untuk kualitas air ialah 6-9. pH ideal untuk organisme air berkisar antara 7-8,5. Terlalu asam atau basa dapat membahayakan organisme karena dapat mengganggu metabolisme dan respirasi (Badrus, 2002). Menurut Sudarwin (2008), tanaman air biasanya dapat bertahan hidup kisaran pH 6,5-7,4. Menurut Lawson (2011), pH yang tinggi dapat menyebabkan tidak larutnya logam-logam pada air. Selain itu, Menurut Wurts dan Durborrow (1992), amonia justru menjadi lebih toksik pada pH yang tinggi.

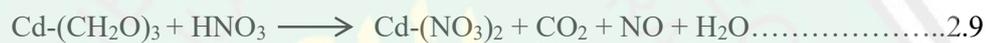
2.9 Destruksi Basah Tertutup

Aanalisis sampel menggunakan AAS harus melalui proses destruksi menggunakan asam-asam kuat. Proses destruksi ini untuk memutuskan ikatan antara unsur logam dengan unsur lain sehingga unsur logam tersebut dalam keadaan bebas saat dianalisis (Murtini, dkk., 2005). Destruksi adalah suatu metode perombakan zat menjadi zat lain untuk mengidentifikasi unsur dalam zat aslinya dan umumnya menggunakan zat pengoksidasi. Ada dua jenis destruksi, yaitu destruksi basah (oksida basah) dan destruksi kering (oksida kering). Keduanya memiliki teknik pengerjaan dan lama pemanasan yang berbeda (Kristianingrum, 2012).

Berdasarkan Mulyani (2007), destruksi basah adalah perombakan menggunakan asam-asam kuat pada sampel organik baik tunggal maupun campuran. Asam kuat yang dapat digunakan adalah asam nitrat (HNO_3), asam sulfat (H_2SO_4), asam perklorat (HClO_4), dan asam klorida (HCl). Prinsip destruksi basah adalah penggunaan asam nitrat yang digunakan untuk mendestruksi zat-zat organik pada kondisi suhu rendah agar tidak terjadi penguapan yang dapat menyebabkan hilangnya mineral-mineral. Destruksi basah memiliki beberapa keuntungan yaitu cara pengerjaan yang sederhana dan terhindar dari pengotor (Maria, 2010). Selain itu mineral yang ada pada sampel larutan tidak banyak menguap karena menggunakan suhu yang rendah dan waktu oksidasinya cepat. Namun kekurangannya menggunakan reagen yang sifatnya korosif sehingga memerlukan tingkat pengawasan yang lebih, akibatnya tidak dapat menganalisis sampel dalam jumlah banyak dalam satu waktu (Nielsen dan Suzanne, 2010). Metode destruksi basah lebih efisien dibandingkan destruksi kering karena pada destruksi basah tidak terlalu banyak senyawa yang hilang karena faktor suhu yang terlalu tinggi (Sumardi, 1981).

Ada dua jenis destruksi basah, yaitu destruksi basah tertutup dan terbuka. Destruksi basah terbuka metodenya adalah dengan mencampurkan reagen asam dan sampel lalu dipanaskan secara terbuka di atas *hot plate*. Sedangkan destruksi basah tertutup adalah mereaksikan reagen asam dengan sampel dengan mengondisikannya pada keadaan tertutup sehingga proses pemecahan dan pelarutan lebih aman karena dapat memperkecil pemuaihan dan penguapan (Namik, dkk., 2006).

Analisis logam menggunakan refluks dapat dengan cara memanaskan zat pengoksidasi pada suhu 120°C dan sampel dimasukkan ke dalam labu destruksi dilengkapi kondensor yang dialiri air. Kondensor ini berfungsi sebagai pendingin. Ketika uap keluar dari tabung maka akan segera mengembun dan masuk ke dalam tabung kembali. Destruksi dilakukan selama 4 jam kemudian didinginkan dan disaring. Zat pengoksidasi yang sering digunakan untuk destruksi air adalah HNO₃ (Darmono, 1995). Selain itu didukung oleh penelitian Cahyani (2017), Jumbe dan Nandini (2009), Jepkoech, dkk (2013). HNO₃ adalah sebagai pengoksidasi utama yang akan bereaksi dengan air. Menurut Wulandari dan Sukei (2013), reaksinya adalah:



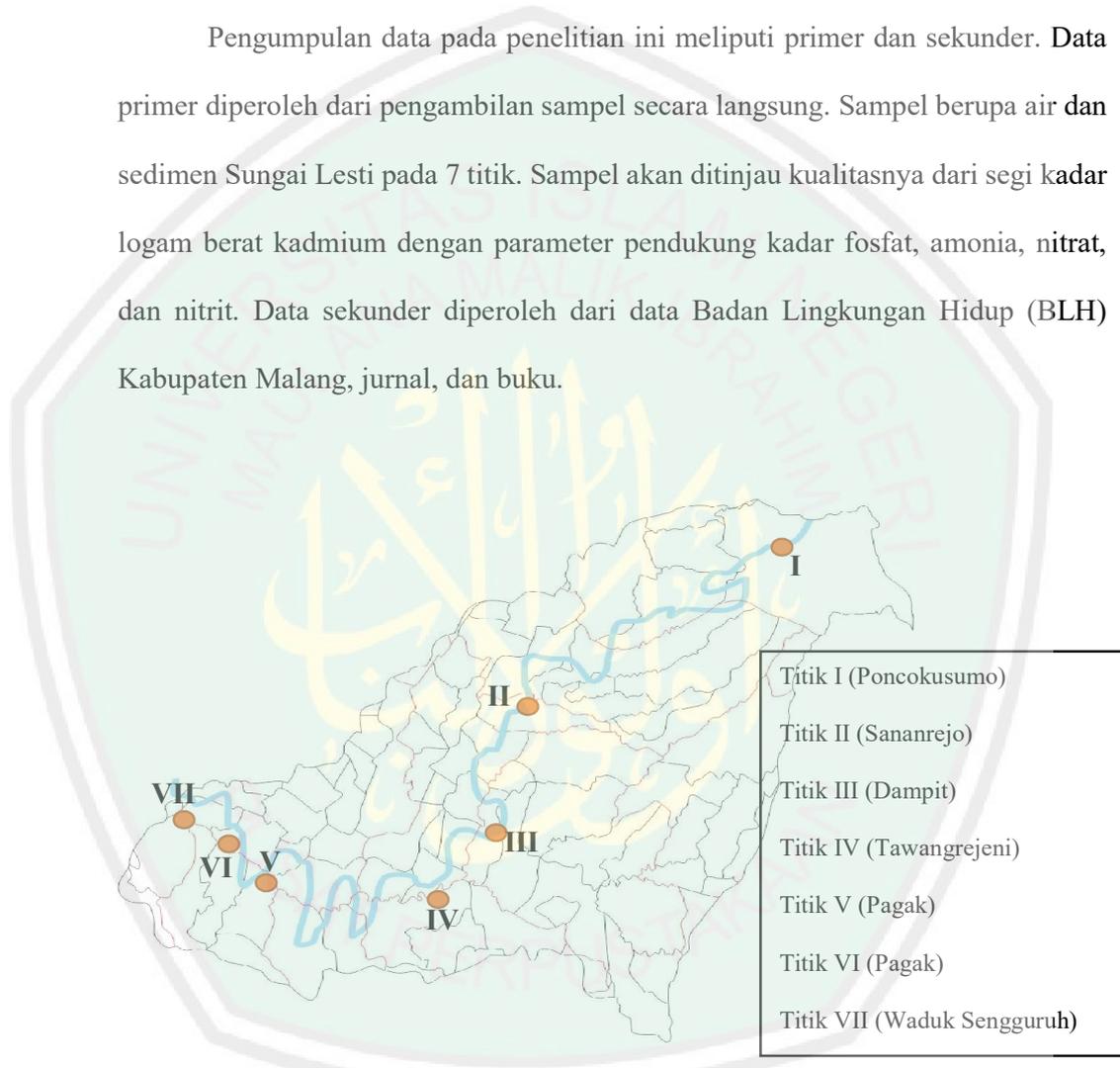
Proses destruksi sampel sedimen dengan aqua regia. Aqua regia sering digunakan dalam proses destruksi. Saha, dkk (2012), Obaidy, dkk (2014), Taberna, dkk (2015) juga menggunakan aqua regia sebagai pendestruksi sampel sedimen. Aqua regia adalah campuran dari asam klorida dan asam nitrat pekat. Perbandingan aqua regia adalah (3:1). Aqua regia ini dapat melarutkan logam-logam mulia yang tidak larut oleh HNO₃ pekat dan HCl pekat seperti emas dan platina. Asam nitrat (HNO₃) berfungsi sebagai pengoksidasi dan pada umumnya digunakan pada destruksi basah karena tidak bereaksi dengan garam. Sedangkan menurut Berghof (2000), HCl bukan sebagai pengoksidasi. HCl adalah sebagai katalis asam kuat (Sun, dkk., 2014). Reaksi antara HCl dengan HNO₃ pekat (3:1) adalah (Kristianingrum, 2012):



2.10 Jenis Penelitian dan Pengambilan Sampel Sungai Lesti

Jenis penelitian ini adalah *experimental laboratory* untuk menganalisis kadar kadmium pada air dan sedimen di Sungai Lesti menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) menggunakan destruksi basah tertutup. Alat yang digunakan untuk mendestruksi air dan sedimen adalah refluks.

Pengumpulan data pada penelitian ini meliputi primer dan sekunder. Data primer diperoleh dari pengambilan sampel secara langsung. Sampel berupa air dan sedimen Sungai Lesti pada 7 titik. Sampel akan ditinjau kualitasnya dari segi kadar logam berat kadmium dengan parameter pendukung kadar fosfat, amonia, nitrat, dan nitrit. Data sekunder diperoleh dari data Badan Lingkungan Hidup (BLH) Kabupaten Malang, jurnal, dan buku.



Gambar 2.3 Lokasi Penelitian di 7 Titik Sungai Lesti Kabupaten Malang

Penentuan titik pengambilan sampel menggunakan metode *purposive sampling*. Menurut Nasution (2003), teknik pengambilan sampel ini berdasarkan pertimbangan kondisi daerah penelitiannya. Data pertimbangan pengambilan

sampel tersebut dianggap telah mewakili kualitas Sungai Lesti. Penentuan titik sampling ini tergantung pada tujuannya. Tujuan pengambilan sampel Sungai lesti ini adalah untuk mengetahui kualitasnya sehingga dapat ditentukan peruntukannya sebagai air untuk industri, pertanian, dan aktivitas penduduk sekitar sungai. Setelah menentukan tujuan pengambilan sampel, langkah awal dalam penentuan lokasi pengambilan sampel air sungai adalah mengetahui tentang geografi yang menggambarkan aliran sungai serta aktivitas yang ada di sekitar daerah aliran sungai (Hadi, 2015).

Menurut Hadi (2015), secara umum tahapan penentuan lokasi sampling air sungai adalah pertama daerah hulu, yaitu lokasi yang belum terjadi pencemaran. Kondisi hulu ini untuk identifikasi kondisi dasar dari sistem tata air. Kedua, daerah sebelum pemanfaatan air sungai yaitu daerah yang memungkinkan untuk bahan baku air minum, perikanan, peternakan, dan pertanian. Penentuan ini untuk mengetahui kualitas air sebelum dipengaruhi suatu aktivitas. Ketiga, daerah yang berpotensi menerima kontaminan seperti aktivitas industri, pertanian, domestik. Penentuan ini untuk mengetahui pengaruh aktivitas di sekitar sungai dengan penurunan kualitas air sungai. Keempat, yaitu daerah pertemuan dua sungai. Untuk mengetahui pengaruh pertemuan antara sungai dengan anak sungai yang memungkinkan berpengaruh terhadap kualitas air sungai. Terakhir yaitu daerah hilir atau muara. Penentuan ini bertujuan untuk mengetahui kualitas air sungai secara keseluruhan. Apabila data hasil pengujian ini diperoleh dari hulu, tengah, hilir, maka evaluasinya bersifat komprehensif sehingga dapat digunakan untuk bahan kebijakan pengelolaan kualitas air sungai terpadu.

Penentuan titik pengambilan sampel di Sungai Lesti berdasarkan sumber-sumber pencemar Sungai Lesti yang dipilih berdasarkan teknik *purposive sampling*. Titik 1 berada di Ngadas, Poncokusumo dengan tujuan mengetahui kualitas awal air dan sedimen. Titik 2 di Sananrejo, Turen bertujuan mengetahui kondisi air dan sedimen sebelum daerah pertanian. Titik 3 di Dampit yang bertujuan menganalisis air dan sedimen pada daerah padat penduduk. Titik 4 di Tawangrejeni, Turen bertujuan mengetahui kondisi air dan sedimen setelah daerah pertanian. Titik 5 di Kecamatan Pagak sebelum PT. Ekamas Fortuna, titik 6 berada sesudah PT. Ekamas Fortuna untuk mengetahui kondisi air dan sedimen setelah melewati industri. Titik 7 di Waduk Sengguruh yaitu titik akhir aliran Sungai Lesti serta titik pertemuan antara Sungai Lesti dan Sungai Brantas.

Sebelum melakukan pengambilan sampel, maka alat-alat yang digunakan dalam pengambilan sampel harus dipreparasi terlebih dahulu. Botol polyetilen yang akan digunakan untuk wadah sampel dicuci menggunakan HNO_3 10% selama 4 jam bertujuan mencegah proses adsorbs logam ke dinding botol dan menghindari perubahan biologis dan kimiawi yang tak terduga pada sampel yang akan dianalisis (Aghoghovwia, dkk., 2015). Setelah itu dibilas dengan aquades. Pada saat pengambilan sampel, botol polyetilen dibilas beberapa kali dengan sampel air sungai (Obaidy, dkk., 2014). Untuk mempermudah proses penelitian maka setiap botol sampel diberi label.

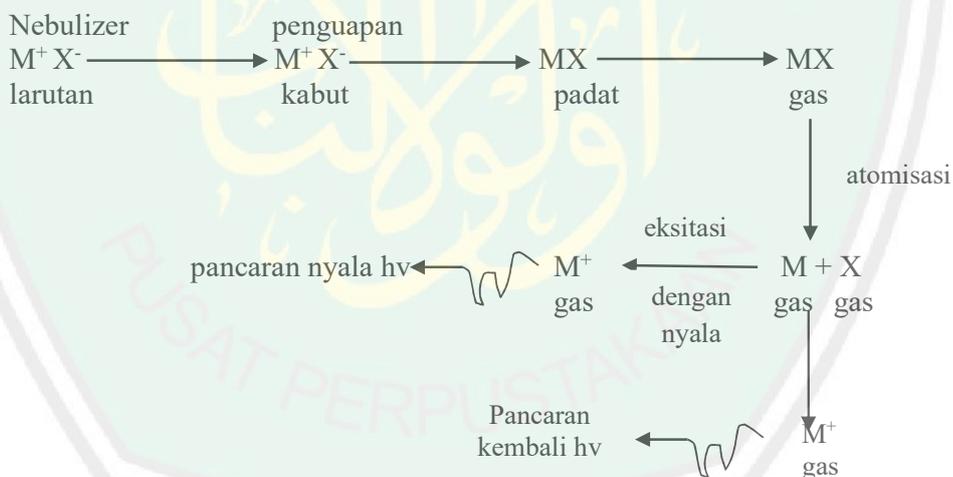
Pengambilan sampel air pada penelitian dilakukan pada permukaan dengan memasukkan botol polyetilen. Menurut Pemkab Malang (2016), kedalaman Sungai Lesti adalah 6 m dengan debit air $24,6 \text{ m}^3/\text{detiknya}$. Sehingga Sungai Lesti ini masuk dalam kategori sungai sedang (Hadi, 2015). Maka pengambilan sampel

dilakukan pada titik 0,2 kali kedalaman air sungai (1,2 meter dari permukaan sungai).

Pengambilan sampel sedimen bertujuan untuk mengetahui sejauh mana pencemar yang berada dalam air telah mempengaruhi sedimen. Maka penentuan titik sampling sedimen berdasarkan pada lokasi dan titik pengambilan sampel air (Hadi, 2015). Penggunaan *ekman grab* dalam pengambilan sampel ini karena alatnya tergolong ringan dan dapat mengumpulkan sampel berukuran 3L (IAEA, 2003).

2.11 Prinsip Analisis Logam Kadmium (Cd) Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah metode analisis kuantitatif suatu unsur berdasarkan penyerapan cahaya menggunakan panjang gelombang tertentu oleh atom dalam keadaan bebas.



Gambar 2.4 Skema umum atomisasi kadmium (Cd) dalam SSA (Basset, dkk., 1994).

Prinsip SSA adalah interaksi antara sampel dengan radiasi elektromagnetik. Keuntungannya adalah sensitifitas tinggi, pengerjaan relatif sederhana, dan sedikit

mengalami interferensi. Maka dari itu, sangat tepat untuk sampel konsentrasi kecil (Khopkar, 1990).

Penyerapan atomnya sangat sensitif sehingga dapat mengukur hingga *part per billion* (ppb) per gram sampel. Teknik ini memanfaatkan panjang gelombang cahaya yang secara khusus diserap oleh unsur yang spesifik. Sehingga cocok dengan energi yang dibutuhkan suatu unsur untuk mempromosikan elektron dari satu tingkat energi ke tingkat energi lain yang lebih tinggi (Levinson, 2002).

Menurut Darmono (1995), prinsip kerja SSA berdasarkan pada penguapan dari larutan sampel. Logam pada sampel ini akan diubah dalam bentuk atom bebas. Atom akan menyerap radiasi dari cahaya lampu katoda, lalu jumlah radiasi yang terserap akan diukur dengan panjang gelombang tertentu berdasarkan jenis logamnya. Persamaan dari Hukum Lambert – Beer menurut Day & Underwood (2002) :

$$A = a.b.c \dots \dots \dots 2.8$$

Keterangan:

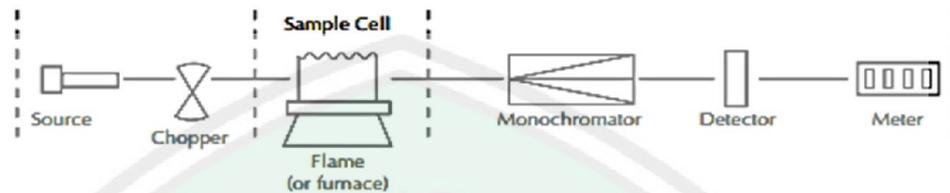
- A = absorbansi
- a = absortivitas molar
- b = panjang medium
- c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

Hubungan antara absorbansi dan konsentrasi adalah dari Hukum Lambert – Beer sebagai berikut (Day & Underwood, 2002) :

1. Hukum Lambert : jika suatu sumber sinar monokromatik yang dilewatkan medium transparan, maka intensitas cahaya yang diteruskan akan berkurang seiring dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi sinar tersebut.

2. Hukum Beer : intensitas cahaya yang diteruskan akan berkurang seiring dengan bertambahnya konsentrasi dari spesi yang telah menyerap sinar tersebut.

Berdasarkan Levinson (2002) rangkaian alat SSA adalah:



Berikut adalah komponen-komponen Spektroskopi Serapan Atom (SSA) menurut Syahputra (2004):

1. Sumber sinar

Sumber sinar yang umum digunakan adalah *hollow cathode lamp* (HCL) yang berisi anoda tungsten dan katoda berongga silinder terbuat dari unsur yang akan dianalisis (Levinson, 2001). Setiap mengukur konsentrasi dari sampel digunakan *hollow cathode lamp* yang khusus karena akan memancarkan energi radiasi dengan energi tertentu sesuai dengan yang diperlukan oleh atom untuk melakukan transisi.

2. Sumber atomisasi

Sumber atomisasi ada dua jenis yaitu sistem flame dan sistem tanpa flame. Banyak instrumen yang lebih menggunakan sistem flame dengan mengintroduksi sampel menjadi bentuk larutan. Sampel masuk ke flame dalam bentuk aerosol. Jenis flame udara asetilen dan nitrous oksida-asetilen umumnya digunakan untuk pengukuran analitik. Adanya dua jenis flame tersebut dapat menentukan kondisi analisis yang sesuai dengan metode emisi, absorbs, maupun fluoresensi.

3. Monokromator

Monokromator berfungsi memisahkan radiasi yang dihasilkan dari *hollow cathode lamp* sehingga spektrum radiasi lain yang tidak diperlukan tidak ikut terbaca oleh detektor.

4. Detektor

Detektor mengubah energi cahaya menjadi energi listrik sehingga dapat memberi isyarat listrik yang berhubungan dengan penyerapan daya radiasi.

5. Sistem pembacaan

Sistem pembacaan berfungsi menampilkan data yang dapat dibaca atau dalam bentuk gambar dari sistem pengolah. Sistem pengolah berfungsi merubah kuat arus menjadi besaran daya serap atom transmisi.

Metode kurva standar dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi logam dalam sampel dengan membuat larutan seri dalam berbagai konsentrasi kemudian diukur dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) dan diperoleh nilai absorbansinya. Sehingga dapat dibuat grafik korelasi konsentrasi dan absorbansi. Konsentrasi sampel lalu dimasukkan ke dalam regresi linier (Syahputra, 2004). Atomisasi pada SSA adalah larutan sampel masuk ke dalam nebulizer dengan bantuan tekanan dari nebulizer. Nebulizer juga berfungsi dalam mencampurkan bahan bakar dan oksigen dengan aerosol tersuspensi lalu terbentuk campuran yang bersifat heterogen. Sampel yang masih berbentuk cair akan berada di bawah nebulizer menuju ke pembuangan. Sinar dari lampu katoda akan memecah matriks dan akan diisolasi oleh monokromator lalu diteruskan ke detektor kemudian diubah dalam bentuk energi listrik (Chasteen, 2000).

Tabel 2.3 Kondisi optimum peralatan SSA logam Cd menurut Dewi (2011) dan Sasongko, dkk., (2017):

Logam	Panjang gelombang (nm)	Laju alir asetilen (L/menit)	Laju alir udara (L/menit)	Tinggi burner (mm)	Tipe nyala	Batas kuantisasi (ppm)	Batas deteksi (ppm)
Cd	228,8	1,8	15	7	UA	0,0151	0,0045

2.12 Uji One Way Anova

Suatu penelitian apabila memiliki sampel lebih dari dua maka tidak dianjurkan menggunakan t-test karena kemungkinan akan membuat kesalahan dalam perhitungannya, maka sebaiknya menggunakan Analisa Varians (ANOVA). Analisa varians ini digunakan untuk menganalisis komparasi multivariabel. Anova dibagi menjadi dua, yaitu *one way anova* dan *two way anova*. *One way annova* untuk penelitian dengan satu variabel terikat dan satu variabel bebas. Sedangkan *two way annova* untuk penelitian dengan dua variabel bebas (Sirait, 2001).

Penelitian ini menggunakan *one way annova* karena memiliki satu variabel terikat kadar Cd pada sampel dengan satu variabel bebas perbandingan tempat sampling yang berbeda. Menurut Kartikasari (2015), hasil analisis dari *one way annova* dapat disimpulkan bahwa jika H_0 ditolak dan $F_{hitung} > F_{tabel}$, maka faktor tersebut berpengaruh terhadap suatu variabel. Ataupun sebaliknya, apabila H_0 diterima dan $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka faktor tersebut tidak berpengaruh terhadap suatu variabel.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April – September 2018. Penelitian dilakukan di Laboratorium Analitik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas laboratorium, seperangkat instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) merek Varian spectra AA 240, Spektrofotometri Uv-Visible merek Varian spectra AA, pH meter, neraca analitik merek Kern, *hot plate*, stirer, tali berskala, peralatan titrasi, GPS, oven, *cool box*, *washing bottle*, sarung tangan, tissue, pipet tetes, kolom reduksi kadmium, *glassware*, kertas label, *ekman grab*, botol plastik *polyethylene*, seperangkat refluks, kertas saring Whatman No. 42.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel air dan sedimen Sungai Lesti, larutan standar Cd 1000 ppm, HNO₃ p.a, HCl p.a, H₂SO₄ p.a, indikator pp, ammonium molibdat, asam askorbat, larutan fenol, natrium nitroprusid, alkalin sitrat, natrium hipoklorit, NH₄Cl-EDTA, H₃PO₄, sulfanilamid, NED, aquadest.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian ini meliputi pengambilan sampel, pengawetan dan penyimpanan sampel, pengukuran parameter pendukung, destruksi sampel air dan sedimen, penentuan kadar Cd pada sampel air dan sedimen menggunakan SSA, dan analisis data.

3.4 Metode Penelitian

3.4.1 Pengambilan Sampel Air

Pengambilan sampel penelitian ini dilakukan pagi-sore hari pada pukul 08.00 – 15.00 WIB. Sampel diambil pada 1,2 meter dari permukaan sungai. Dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali pada setiap titiknya dengan cara mengambil sampel pada jarak 5 m dari tepi, kemudian 5 meter lagi setelahnya hingga mencapai lebar Sungai Lesti (15 meter), sampel air dicampur. Sedangkan untuk uji parameter pendukung kimia, masing-masing sampel air dimasukkan ke botol polyetilen (Hadi, 2015).

3.4.2 Pengambilan Sampel Sedimen

Alat yang digunakan untuk pengambilan sampel (*ekman grab*) dicuci dan dibersihkan terlebih dahulu sebelum sampel berikutnya diambil. Cara menggunakannya adalah menyiapkan tali dan *messenger*-nya, kemudian dibuka katup pada bagian bawah alat dan dikaitkan pada tuas yang berada di atas grab. Lalu dimasukkan ke dasar perairan. Sampel sedimen diambil pada 2 cm dari dasar sungai (IAEA, 2003). Kemudian *messenger*-nya dilepaskan kemudian katup grabnya akan tertutup (Wildco, 2007). Setelah itu diangkat perlahan grab dan sedimen dikeluarkan lewat katup bagian atas, sampel dipindah ke dalam botol polyetilen. Disimpan ke dalam *ice box* pada suhu 4°C. Dilakukan tiga kali pengulangan dalam

pengambilan sampel sedimen dan dicampur. Kemudian sampel dibawa dan dianalisis di laboratorium.

Tabel 3.1 Titik pengambilan sampel air dan sedimen pengulangan destruksi

Titik pengambilan sampel air	Pengulangan destruksi sampel		
Titik A	AA1 / AS1	AA2 / AS2	AA3 / AS3
Titik B	BA1 / BS1	BA2 / BS2	BA3 / BS3
Titik C	CA1 / CS1	CA2 / CS2	CA3 / CS3
Titik D	DA1 / DS1	DA2 / DS2	DA3 / DS3
Titik E	EA1 / ES1	EA2 / ES2	EA3 / ES3
Titik F	FA1 / FS1	FA2 / FS2	FA3 / FS3
Titik G	GA1 / GS1	GA2 / GS2	GA3 / GS3

Keterangan:

A = Sampel air Sungai Lesti (1, 2, 3 = pengulangan air ke-1, 2, 3)

S = Sampel sedimen Sungai Lesti (1, 2, 3 = pengulangan sedimen ke-1, 2, 3)

3.5 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel

3.5.1 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel Air

Cara pengawetan dan penyimpanan sampel air dibagi berdasarkan parameter yang akan dianalisis (SNI 6989.59-2008):

- Analisis logam berat kadmium, sampel diletakkan dalam ice box untuk menghindari terjadinya perubahan pada sampel.
- Analisis fosfat diperlukan sampel sebanyak 100 mL. Pengawetan sampelnya adalah disaring dan didinginkan. Sampel tersebut akan awet selama 48 jam.
- Analisis amonia memerlukan sampel minimum sebanyak 500 mL, pengawetannya dengan cara menambahkan H_2SO_4 sampai $pH < 2$, kemudian didinginkan dan sampel ini dapat bertahan hingga 7 hari.
- Analisis NO_3-N membutuhkan minimum sampel 100 mL, pengawetan dengan melalui pendinginan pada suhu $2^\circ C \pm 4^\circ C$ dan akan bertahan hingga 48 jam.

- e. Analisis $\text{NO}_2\text{-N}$ membutuhkan minimum sampel 100 mL, pengawetan dengan melalui pendinginan 4°C dan akan bertahan hingga 2 hari.

3.5.2 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel Sedimen

Menurut EPA (2001), pengawetan sampel sedimen dengan cara mengisi wadah sampel sampai penuh tanpa meninggalkan udara pada wadah. Kemudian sampel sedimen segera didinginkan.

3.6 Pengukuran Parameter Pendukung Kualitas Air

1. Fosfat

Pengukuran kadar fosfat pada air dilakukan dengan membuat kurva standar yaitu dengan membuat larutan standar fosfat 0 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1 mg/L. Pembuatan kurva standar ini dilakukan pada labu ukur 250 mL. Dipipet larutan kurva standar sebanyak 50 mL ke dalam erlenmeyer berbeda dan ditambah 1 tetes indikator pp. Jika terbentuk warna merah muda maka ditambahkan H_2SO_4 5M sampai warna hilang. Ditambah 8 mL larutan campuran yang terdiri dari 50 mL H_2SO_4 5M, 5 mL kalium antimonil tartrat, 15 mL larutan ammonium molibdat dan 30 mL larutan asam askorbat. Dihomogenkan dan dimasukkan dalam kuvet untuk dianalisis menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 880 nm dengan kisaran waktu 10-30 menit. Dibuat persamaan garis lurusnya (SNI 06-6989.31-2005). Perhitungan kadar fosfat sama dengan persamaan 3.1 namun nilai C adalah kadar fosfat yang diperoleh dari hasil pengukuran Spektrofotometer UV-Vis.

2. Amonia

Pengukuran kadar amonia pada air dilakukan dengan membuat kurva standar yaitu dengan membuat larutan standar amonia 0 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,3 mg/L; dan 0,5 mg/L. Pembuatan kurva standar ini dilakukan pada labu ukur 100

mL. Dipipet 25 mL larutan kurva standar ini dimasukkan ke masing-masing erlenmeyer berbeda, ditambah 1 mL larutan fenol, 1 mL natrium nitroprusid, dan 2,5 mL larutan pengoksidasi (100 mL alkalin sitrat dengan 25 mL natrium hipoklorit), ditutup erlenmeyer tersebut dengan parafin film, dibiarkan selama 1 jam untuk pembentukan warna, dianalisis menggunakan spektrofotometer dibaca serapannya pada panjang gelombang 640 nm (SNI 06-6989.30-2005).

Perhitungan:

$$\text{Kadar amonia (mg/L)} = C \times fp \dots\dots\dots 3.1$$

Keterangan:

C = kadar yang diperoleh dari hasil pengukuran (mg/L)

fp = faktor pengenceran

3. Nitrat

Pengukuran kadar nitrat pada air dilakukan dengan membuat kurva standar yaitu dengan membuat larutan standar nitrat 0 mg/L; 0,05 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; 1 mg/L. Pembuatan kurva standar ini dilakukan pada labu ukur 50 mL. Dipipet 25 mL larutan kurva standar ke dalam masing-masing erlenmeyer yang berbeda, kemudian ditambahkan 75 mL larutan $\text{NH}_4\text{Cl-EDTA}$ pekat. Dilewatkan larutan tersebut ke kolom reduksi dengan kecepatan 7-10 mL/menit, dibuang 25 mL tampungan pertama, selanjutnya ditampung dalam labu ukur. Diukur 50 mL larutan yang telah direduksi dengan memasukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL, ditambahkan larutan pewarna (H_3PO_4 , sulfanilamid, NED), dihomogenkan. Dibaca absorbansinya dalam waktu 10 menit - 2 jam setelah penambahan larutan pewarna. dibuat kurva kalibrasi berdasarkan nilai absorbansinya dengan panjang gelombang 543 nm (SNI 6989.79-2011).

Perhitungan:

$$\text{Kadar nitrat (mg NO}_3\text{-N /L)} = \text{A-B} \dots\dots\dots 3.2$$

Keterangan:

A = kadar NO₃-N dari kolom reduksi

B = kadar NO₃-N tanpa melewati kolom reduksi

4. Nitrit

Pengukuran kadar nitrit pada air dilakukan dengan membuat kurva standar yaitu dengan membuat larutan standar nitrat 0 mg/L; 0,01 mg/L; 0,02 mg/L; 0,04 mg/L; 0,08 mg/L; 0,1 mg/L; 0,15 mg/L. Pembuatan kurva standar ini dilakukan pada masing-masing kedalam labu ukur 50 mL. Dipipet 50 mL larutan tersebut ke labu ukur. Ditambah 1 mL larutan sulfanilamida ke masing-masing labu ukur, dikocok dibiarkan 2 menit sampai 8 menit. Ditambah 1 mL larutan NED dihidroklorida, dikocok dan dibiarkan 10 menit. Diukur absorbannya pada panjang gelombang maksimalnya 543 nm (pengukuran harus < 2 jam). Dibuat kurva standarnya. Kadar nitrit adalah hasil pembacaan larutan konsentrasi sampel dari kurva kalibrasi (SNI 06-6989.9-2004).

5. pH

Pengukuran pH menggunakan pH meter, dengan cara mengkalibrasi ujung pH terlebih dahulu menggunakan aquades dan dibersihkan dengan tisu secara perlahan pada ujung pH meter yang telah dikalibrasi, kemudian masukan pH meter kedalam sampel air dan tunggu beberapa menit sampai nilainya stabil, setelah stabil nilai pH dapat dicatat.

3.7 Destruksi Sampel

3.7.1 Destruksi Sampel Air

Sampel sebanyak 50 mL ke dalam labu alas bulat, dan ditambahkan larutan HNO_3 p.a sebanyak 5 mL untuk memisahkan mineral lain seperti kandungan minyak sehingga dapat terbaca kadar logam beratnya (Sahara dan Puryanti, 2015). Dipanaskan dengan suhu $60-70^\circ\text{C}$ selama 2-3 jam (Supriatno dan Lelifejri, 2009). Sampel dimasukkan dan disaring dengan kertas Whatman No. 42 kedalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan HNO_3 0,5 M dan dianalisis menggunakan AAS (Sahara dan Puryanti, 2015).

3.7.2 Destruksi Sampel Sedimen

Sampel sedimen pada setiap titik dikeringkan dan dioven pada suhu 50°C selama 24 jam agar beratnya konstan. Kemudian sedimen dihaluskan mendapatkan bubuk halus dan untuk menghilangkan pengotor sampah, akar, dll (Jepkoech, dkk., 2013). 2 gram sedimen ditambahkan dengan aqua regia HNO_3 p.a 5 mL dan HCl p.a 15 mL (1:3) (Taberna, dkk., 2015). Setelah itu dipanaskan pada suhu 110°C selama 3 jam dan disaring dengan kertas whatman No. 42 dan dimasukkan labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan HNO_3 0,5 M. Kemudian diuji dengan AAS pada setiap titik sampel (Tefamariam, dkk., 2016).

3.8 Penentuan Kadar Cd pada Sampel Air dan Sedimen Menggunakan SSA

1. Pembuatan Kurva Standar

Penentuan kadar kadmium pada air dan sedimen menggunakan SSA adalah dengan membuat larutan standar $(\text{CdNO}_3)_2$ 10 mg/L. Larutan ini dibuat dari larutan stok Cd 1000 mg/L yang dipipet sebanyak 1 mL kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan HNO_3 0,5 M. Setelah itu membuat

kurva standar yaitu dengan dengan cara memipet 0 mL; 0,1 mL; 0,2 mL; 0,5 mL; 1mL; dan 2 mL larutan baku standar 10 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas. Hasilnya adalah larutan standar kadmium 0 mg/L; 0,02 mg/L; 0,04 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L. Dianalisis menggunakan SSA Varian Spectra AA 240 pada kondisi optimum dengan panjang gelombang 228,8 nm sehingga dapat diperoleh nilai absorbansi larutan standar.

2. Pengaturan Alat

Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) yang digunakan pada penelitian ini menggunakan SSA Varian Spectra AA 240, dengan panjang gelombang 228,8 nm, dengan laju alir asetilen 1,8 L/menit, laju alir udara 15 L/menit, tinggi burner 7 mm (Dewi, 2011).

3.9 Analisis Data

Kurva standar yang diperoleh memiliki hubungan antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A) maka nilai yang diketahui adalah nilai *slope* dan *intersep*, kemudian nilai konsentrasi Cd dalam sampel dapat diketahui dengan memasukkan ke dalam persamaan regresi linier dengan menggunakan hukum Lambert Beer sebagai berikut:

$$y = bx + a \dots\dots\dots 3.3$$

Keterangan :

y = Absorbansi Sampel	b = <i>Slope</i>
x = Konsentrasi Sampel	a = <i>Intersep</i>

Persamaan tersebut diperoleh dari kurva standar dan mensubstitusikan variabel Y sebagai hasil absorbansi sehingga didapatkan nilai x berupa nilai

konsentrasinya. Kemudian diketahui kadar logam sebenarnya menggunakan persamaan:

$$\text{Kadar Cd (mg/Kg)} = \frac{b \times F}{m} \dots\dots\dots 3.4$$

Keterangan :

b = Kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

F = faktor pengenceran

m = Berat sampel

Pengaruh dari variasi titik sampling terhadap kadar kadmium dalam air dan sedimen Sungai Lesti akan dilakukan pengujian dengan Anova satu arah (One Way Anova). Analisis data dilakukan dengan menggunakan metode *one way annova* untuk mengetahui apakah tempat sampling yang berbeda akan berpengaruh terhadap konsentrasi dari logam berat Cd (air dan sedimen). dengan kesimpulan sebagai berikut:

1. Jika H_0 ditolak, maka ada pengaruh tempat sampling yang berbeda terhadap konsentrasi dari logam berat Cd pada sampel air dan sedimen.
2. Jika H_0 diterima, maka tidak ada pengaruh tempat sampling yang berbeda terhadap konsentrasi dari logam berat Cd pada sampel air dan sedimen.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian yang dilakukan di Sungai Lesti ini untuk mengetahui kadar logam berat kadmium dengan nilai parameter kualitas airnya di perairan dan sedimen sungai. Selain itu untuk mengetahui korelasi logam berat kadmium di air dan sedimen Sungai Lesti. Tahapan penelitian ini meliputi pengambilan sampel, pengawetan dan penyimpanan sampel, pengukuran parameter pendukung, destruksi sampel air dan sedimen, penentuan kadar Cd pada sampel air dan sedimen menggunakan SSA, dan analisis data dengan *One Way Anova*.

4.1 Proses Pengambilan Sampel Lingkungan

Memilih metode pengambilan sampel lingkungan adalah tahapan yang penting dalam suatu penelitian lingkungan. Hal ini akan mempengaruhi valid atau tidaknya suatu data dan kebenaran kesimpulan yang akan dibuat. Penelitian ini menggunakan teknik purposive sampling, yaitu pengambilan sampel berdasarkan pertimbangan kondisi serta keadaan pada daerah yang akan diteliti. Sampel yang diambil adalah air dan sedimen di Sungai Lesti, Kabupaten Malang. Pengambilannya pada 7 titik yang berbeda.

Proses pengambilan sampel air dan sedimen dilakukan pada pagi hingga sore hari dalam hari yang sama (Sabtu, 28 April 2018). Pengambilan sampel dimulai pukul 09.00 pada titik I (poncokusumo), pukul 09.30 pada titik II (Sananrejo, Turen), pukul 10.30 titik III di Dampit, pukul 11.45 titik IV di Tawangrejeni, pukul 14.00 titik V di Pagak sebelum Ekamas Fortuna, pukul 15.05 titik VI di Pagak sesudah Ekamas Fortuna, pukul 16.00 titik VII di Waduk Sengguruh.

4.1.1 Pengambilan Sampel Air

Pengambilan sampel air di sepanjang Sungai Lesti pada tujuh titik yang ditentukan sebelumnya. Sampel diambil dengan botol *polyethylene* yang sudah dipreparasi menggunakan asam nitrat encer 10%, menghindari kemungkinan penyerapan logam berat pada botol. Sampel air diambil tiga kali pengambilan di tepi kanan, tepi kiri, dan tengah dengan bantuan perahu. Setiap titik dilakukan pengambilan sampel air sebanyak 1 liter air yang berisi campuran dari 3 kali pengambilan. Air diambil pada kedalaman 1,2 meter di bawah permukaan sungai. Lalu dimasukkan pada botol dan diberi label. Kemudian disimpan dalam *ice box* sebelum dibawa ke laboratorium.

4.1.2 Pengambilan Sampel Sedimen

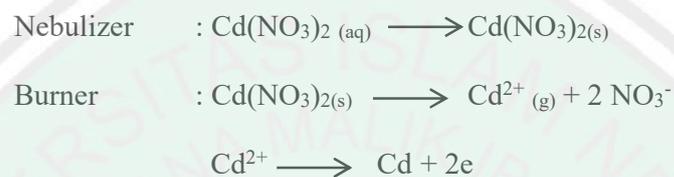
Pengambilan sampel sedimen juga dilakukan tiga kali proses pengambilan pada titik yang sama. Untuk mengambil sedimen, diperlukan perahu dan menggunakan *ekman grab* dalam menentukan kedalaman sedimen. Sampel sedimen setelah diambil kemudian dikeluarkan dari *ekman grab* dan langsung dimasukkan ke dalam botol yang telah diberi label. Kondisi sampel dijaga agar tetap baik sampai di laboratorium dengan memasukkan ke dalam *ice box*. Sampai di laboratorium, sampel segera dimasukkan ke lemari pendingin.

4.2 Pengaturan Alat SSA (Spektrofotometer Serapan Atom)

Penentuan kadar logam berat Cd pada sampel air dan sedimen menggunakan spektrofotometer serapan atom. Prinsipnya adalah interaksi antara atom pada sampel dengan gelombang elektromagnetik. Atom-atom pada sampel akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada logam yang akan dianalisis. Pada logam Cd menggunakan panjang gelombang 228,8 nm.

Kelebihan menggunakan SSA adalah dapat menganalisis logam dengan spesifik dan limit deteksinya rendah. Selain itu dapat dilakukan dengan pengerjaan 30 detik tiap sampelnya, sehingga analisis dapat berjalan dengan cepat walaupun jumlah sampel banyak.

Sampel yang telah didestruksi dengan bentuk senyawa garam anorganik akan diubah ke bentuk aerosol dan akan terdisosiasi ke bentuk atomnya. Kemudian dianalisis dengan SSA. Reaksi atomisasi pada SSA adalah:



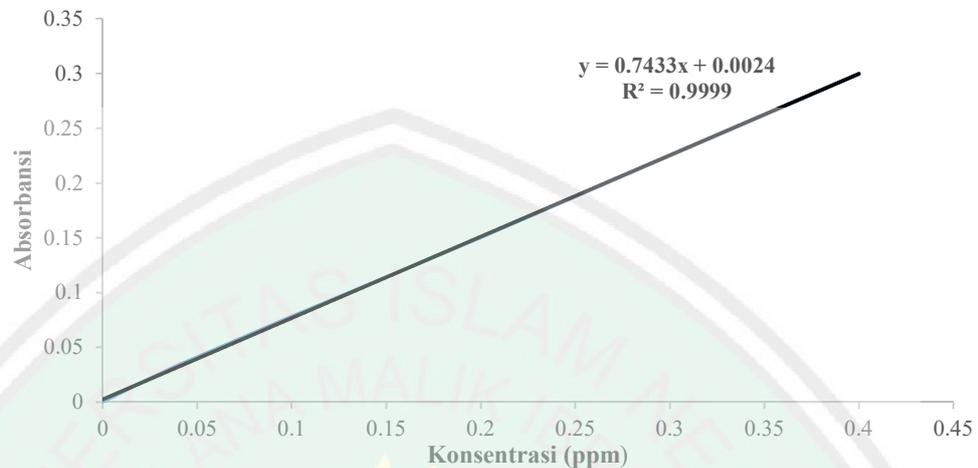
Analisis sampel pada SSA dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti panjang gelombang, laju alir pada pembakar dan oksidan. Panjang gelombang yang digunakan pada penelitian ini merupakan panjang gelombang yang spesifik untuk Cd.

Pembakar yang digunakan adalah asetilen dan oksidannya adalah udara. Asetilen-udara dapat membantu masuknya sampel ke dalam pengkabut yang akan diubah ke dalam bentuk aerosol dan teratomisasi. Asetilen dan udara ini sangat berkaitan, yaitu asetilen ini sebagai bahan bakar dan udara digunakan untuk membantu proses pembakaran asetilen. Laju alir asetilen-udara ini dipengaruhi oleh kondisi burner. Kondisi optimum laju alir pembakar adalah 1,8 L / menit dan untuk oksidan adalah 15,0 L / menit. Tinggi burner adalah 7 mm.

4.3 Pembuatan Kurva Standar Kadmium (Cd)

Kurva standar berdasarkan hukum Lambert-Beer, yaitu relasi antara absorbansi dengan konsentrasi. Pada teori ini, absorbansi akan berbanding lurus

dengan konsentrasi pada sampel. Larutan standar dibuat dari larutan stok Cd 1000 ppm kemudian diencerkan menjadi 10 ppm. Pengenceran menggunakan asam nitrat 0,5 M. Kurva standar dari larutan standar Cd adalah:



Gambar 4.1 Kurva Standar Kadmium (Cd)

Berdasarkan Gambar 4.1 persamaan linear kurva adalah $y=0,7433x+0,0024$ dengan y adalah nilai absorbansi, b adalah *slope*, x adalah konsentrasi, a adalah intersep. Dapat diketahui melalui kurva bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan maka semakin tinggi absorbansi larutan standar tersebut, sehingga dapat dikatakan nilai absorbansi berbanding lurus dengan nilai konsentrasi larutan. Setelah terbentuk kurva, maka dilakukan validasi metode statistik yaitu uji linearitas.

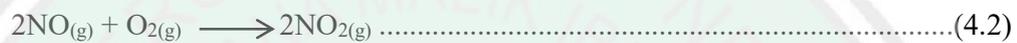
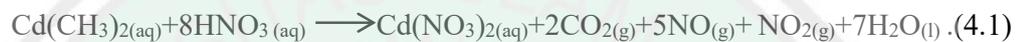
Uji linearitas yaitu untuk mengetahui hubungan antara absorbansi dan konsentrasi dengan melihat nilai koefisien korelasinya (R^2). Kurva standar Cd menunjukkan linearitas 0,9999 artinya setiap perubahan dari absorbansi 99% dipengaruhi oleh pengotor 1%.

4.4 Proses Destruksi Basah pada Air dan Sedimen

Metode preparasi pada sampel lingkungan sangat mempengaruhi keberhasilan penelitian. Salah satu preparasi pada sampel adalah metode destruksi.

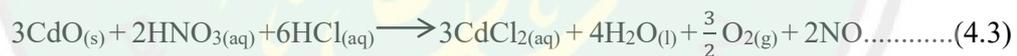
Tujuan destruksi adalah memutus ikatan-ikatan pada senyawa yang ada di sampel air dan sedimen dengan logam berat kadmium. Pemilihan metode destruksi basah tertutup adalah untuk menghindari hilangnya analit saat proses destruksi dengan menjaga volume sampel.

Destruksi sampel dapat dihentikan jika sampel telah berwarna kuning jernih dan tidak menghasilkan gas coklat (NO_2). Gas ini dapat timbul karena destruksi menggunakan asam nitrat. Reaksi yang terjadi saat destruksi air dengan asam nitrat (Wulandari dan Sukei, 2013):



Senyawa yang terikat dengan Cd akan terdekomposisi oleh HNO_3 menghasilkan gas NO_2 . Logam berat yang terputus ikatannya oleh asam nitrat dan menjadi $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$. Terbentuknya gas NO_2 ini pertanda teroksidasinya bahan organik oleh asam nitrat.

Asam nitrat (HNO_3) p.a digunakan sebagai pengoksidasi utama sedangkan penambahan HCl untuk memaksimalkan proses destruksinya. Reaksi yang terjadi:

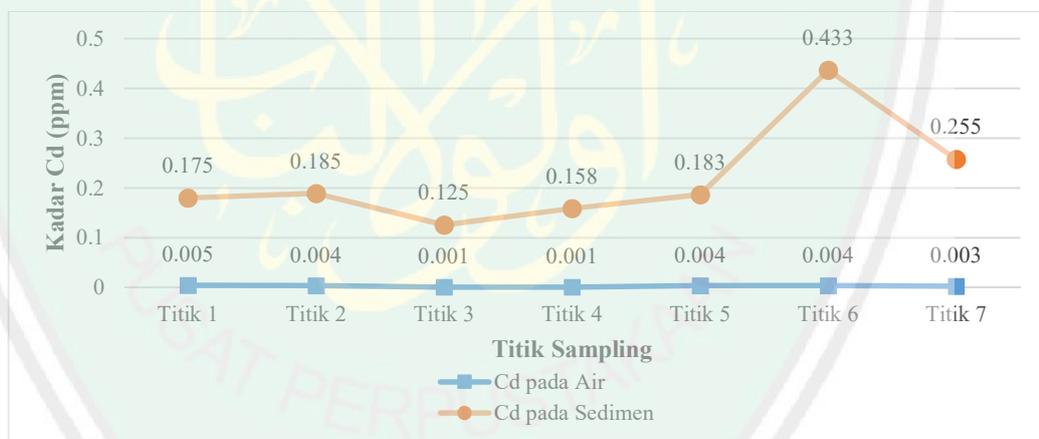


Penambahan asam nitrat pada sampel menghasilkan O_2 dan H_2O . Ikatan logam Cd dengan senyawa-senyawa organik akan terputus sehingga membentuk garam anorganik CdCl_2 . Titik didih asam nitrat adalah 121°C . Destruksi pada sedimen juga melalui pemanasan 110°C untuk memaksimalkan proses destruksi dan mempercepat reaksinya. Suhu ini masih di bawah titik didih asam nitrat untuk menghindari penguapan pada pelarut.

Pemilihan asam dalam destruksi bergantung pada tujuan penelitian dan jenis sampel (Idera, dkk., 2014). Destruksi menggunakan asam yang dikombinasi bertujuan untuk meningkatkan kelarutan pada sampel. Penggunaan HCl pada sampel sedimen berfungsi untuk melarutkan logam di atas potensial reduksi standar dari senyawa-senyawa oksida logam. Untuk sampel padatan, seringkali digunakan HNO₃ dan HCl. Asam nitrat sebagai agen pengoksidasi, sedangkan asam klorida dapat memberikan sifat pengompleks (Twyman, 2005). Untuk itu pada analisis air dan sedimen menggunakan destruksi asam yang berbeda.

4.5 Hasil Analisis Kadar Kadmium (Cd) pada Air dan Sedimen

Hasil analisis sampel air dan sedimen menunjukkan kadar logam Cd yang nilainya bervariasi antara titik satu dengan yang lainnya. Berikut adalah grafik perbandingan hasil kadar logam kadmium pada air dan sedimen Sungai Lesti:



Gambar 4.2. Grafik Kadar Kadmium pada Air dan Sedimen Sungai Lesti

Limbah yang mengandung logam berat Cd menyebabkan Sungai Lesti dapat tercemar. Secara umum logam kadmium pada sedimen Sungai Lesti lebih tinggi daripada di air sungainya. Dapat diketahui bahwa tingginya kadar Cd pada sedimen disebabkan adanya proses pengendapan logam berat pada dasar perairan dan

kebanyakan senyawa anorganik Cd tidak larut air CdO , $Cd(OH)_2$, dan CdS (IARC, 1993). Kondisi perairan yang cenderung tenang memungkinkan logam berat mengendap karena aliran arusnya relatif kecil sehingga kadar kadmium yang dihasilkan pada sampel sedimen lebih tinggi daripada air. Selain itu tidak adanya penambahan asam nitrat pada saat pengawetan dapat menyebabkan pengendapan pada logam Cd sehingga logam berat kadmium akan sulit terdeteksi.

Gambar 4.2. menunjukkan hasil analisis logam berat kadmium pada sedimen yang secara keseluruhan memiliki nilai yang lebih tinggi dari sampel air. Hasil penelitian menunjukkan rata-rata kadar logam berat kadmium pada air (Ngadas, Poncokusumo) adalah 0,003 ppm, sedangkan pada sedimennya adalah 0,216 ppm. Kadar Cd tertinggi pada sedimen terdapat pada titik keenam yang merupakan titik setelah pabrik sehingga kemungkinan memiliki akumulasi limbah paling tinggi. Baku mutu pada air menurut PP No.82 tahun 2001 adalah 0,01 ppm. Pada sedimen menurut Permen-LH tahun 2004 adalah 0,05 ppm. Analisa ambang batas menunjukkan kadar Cd pada air Sungai Lesti masih di bawah ambang batas sedangkan pada sedimennya di atas ambang batas yang ditetapkan.

Hasil data dari AAS dilakukan uji statistik menggunakan *One Way Anova* dengan tujuan mengetahui ada tidaknya pengaruh titik pengambilan sampel terhadap kadar kadmium pada sampel air. Analisis *One Way Anova* pada penelitian ini menggunakan tingkat kepercayaan 99%. Uji hipotesisnya yaitu:

1. $H_0 = 0$, tidak ada pengaruh titik pengambilan sampel terhadap kadar logam kadmium.
2. $H_1 \neq 0$, adanya pengaruh titik pengambilan sampel terhadap kadar logam kadmium.

Apabila $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 ditolak, dan apabila $F_{hitung} < F_{tabel}$ maka H_0 diterima. Berikut tabel uji *One Way Anova*:

Tabel 4.1 Pengaruh titik pengambilan sampel air terhadap kadar logam kadmium

Sumber variasi	df	SS	MS	F hitung	F tabel
Titik Sampling	6	0	0	4,143	8,185
Galat	14	0	0		
Total	20	0			

Tabel tersebut menunjukkan bahwa F_{hitung} yang diperoleh dari *Anova* adalah 4,143 dan F_{tabel} adalah 8,185. Dari data tersebut $F_{hitung} < F_{tabel}$, artinya H_0 diterima. Berarti tidak ada pengaruh titik pengambilan sampel terhadap kadar logam kadmium pada air.

Hasil data dari SSA dilakukan uji statistik menggunakan *One Way Anova* dengan tujuan mengetahui ada tidaknya pengaruh titik pengambilan sampel terhadap kadar kadmium pada sampel sedimen. Analisis *One Way Anova* pada penelitian ini menggunakan tingkat kepercayaan 99%.

Berdasarkan Tabel 4.3 nilai F_{hitung} dari *Anova* adalah 55,368 dan F_{tabel} adalah 8,185. Dapat disimpulkan jika $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 ditolak. Berarti ada pengaruh titik pengambilan sampel terhadap kadar logam kadmium di sampel sedimen. Berikut tabel uji *One Way Anova*:

Tabel 4.2 Pengaruh titik pengambilan sampel sedimen terhadap kadar kadmium

Sumber variasi	df	SS	MS	F hitung	F tabel
Titik Sampling	6	0,188	0,031	55,368	8,185
Galat	14	0,008	0,001		
Total	20	0,196			

Terjadinya pencemaran yang disebabkan oleh masuknya berbagai limbah dari rumah-rumah penduduk, pertanian serta pembuangan limbah dari pabrik

menjadi salah satu penyebab kerusakan ekosistem perairan, akibatnya kualitas perairan juga menurun. Firman Allah SWT dalam surat Asy-Syu'ara ayat 183 tentang larangan berbuat kerusakan.

وَلَا تَبْخَسُوا النَّاسَ أَشْيَاءَهُمْ وَلَا تَعْتُوا فِي الْأَرْضِ مُفْسِدِينَ ۚ ۱۸۳

Artinya: “Dan janganlah kamu merugikan manusia pada hak-haknya dan janganlah kamu merajalela di muka bumi dengan membuat kerusakan” (QS. Asy Syu'ara ayat 183).

Lafadz *تَعْتُوا* artinya membuat kerusakan. Firman Allah SWT menjelaskan kepada manusia agar mematuhi perintah-Nya dan menjauhi larangan-Nya, dan mengerjakan segala yang ma'ruf, baik, bermanfaat dan dicintai serta melarang dari segala yang buruk, contohnya penebangan pohon secara liar yang mengakibatkan kerusakan darat serta pembuangan limbah yang sangat membahayakan kehidupan manusia, tumbuhan dan hewan di sekitar kawasan pembuangan limbah. (Ali, 2009).

Pembuangan limbah berbahaya merupakan salah satu bentuk pengrusakan terhadap lingkungan yang dilarang menurut QS. Asy Syu'ara ayat 183. Sebagai seorang mukmin, diperlukan kesadaran dalam upaya pencegahan terhadap pembuangan limbah yang dilakukan secara tidak bertanggung jawab. Islam sebagai agama pembeda antara yang baik dan buruk tidak menyukai tindakan yang bersifat merusak yang telah disebutkan dalam Al Qur'an surat Ar-Rum ayat 41.

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ

يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan perbuatan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)” (QS. Ar-Rum: 41).

Lafadz *الْفَسَادُ* merupakan kerusakan, kemudian dilanjutkan dengan kata

بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ artinya pengrusakan dan pencemaran lingkungan yang

dilakukan oleh manusia. Ayat ini mengisyaratkan bahwa sebenarnya, tidak ada penciptaan Allah SWT yang rusak, tercemar, atau hilang keseimbangannya sebagaimana awal penciptaannya. Namun, datangnya kerusakan dan pencemaran kemudian mengakibatkan ketidakseimbangan pada lingkungan adalah hasil perbuatan manusia. Hal ini secara sengaja berusaha untuk mengubah fitrah Allah SWT pada lingkungan yang telah diciptakan secara sempurna dan seimbang (Shihab, 2002).

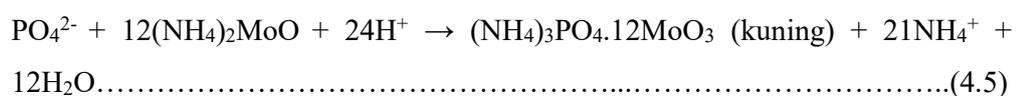
4.6 Parameter Pendukung Analisis Air

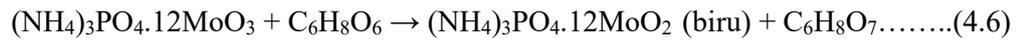
4.6.1 Fosfat

Fosfat adalah zat hara yang penting bagi fitoplankton karena sebagai indikator dalam mengevaluasi kualitas suatu perairan. Sumber fosfat di sungai salah satunya berasal dari pembuangan sampah. Fosfat dalam air akan terurai menjadi bentuk ion H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} , PO_4^{3-} . Penentuan kadar fosfat dilakukan menggunakan metode Olsen yaitu dengan penambahan H_2SO_4 untuk melarutkan senyawa fosfat yang tidak larut air meskipun umumnya fosfat di perairan dalam bentuk senyawa terlarut (ion PO_4^{2-}). Adanya ion terlarut dalam air menyebabkan penambahan H_2SO_4 ini hanya dilakukan untuk sampel padatan (tanah). Berikut adalah reaksinya:

$$\text{AlPO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{PO}_4^{2-} + \text{H}_2\text{O} + \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \dots\dots\dots(4.4)$$

Ekstrak sampel yang didapat kemudian ditambah dengan reagen pewarna fosfat yang berfungsi adalah untuk mengikat P yang telah diekstrak menjadi senyawa kompleks berwarna sehingga dapat dilakukan pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis. Reaksi P terlarut dengan pewarna (Persamaan 4.5 dan 4.6) adalah reaksi kompleksometri.





Berdasarkan reaksi tersebut molibdat dalam medium asam ortofosfat membentuk kompleks yang berwarna kuning dengan bilangan oksidasi molibdenum +6. Penambahan asam askorbat menyebabkan kompleks fosfomolibdat berwarna biru karena molibdenum tereduksi menjadi molibdenum +4. Grafik kandungan fosfat dan Cd dari titik 1 hingga 7 ditunjukkan oleh Gambar 4.3.

Gambar 4.3 menunjukkan kadar fosfat pada sampel air Sungai Lesti yang telah diuji pada tujuh titik. Kandungan fosfat yang paling tinggi berada pada titik ketiga. Kandungan fosfat yang tinggi pada titik tiga dapat disebabkan oleh tingginya kepadatan penduduk (135.035 jiwa) pada Kecamatan Dampit (Pemkab Malang, 2014) yang menyebabkan meningkatnya pencemaran dari limbah domestik. Limbah domestik tersebut dapat berupa fosfat yang diperoleh dari sisa-sisa detergen penduduk.



Gambar 4.3 Grafik perbandingan kadar fosfat dengan Cd Sungai Lesti

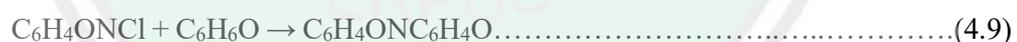
Perbandingan kadar fosfat dengan Cd pada Gambar 4.3 menunjukkan korelasi negatif antara kadar fosfat dengan Cd pada sedimen sedangkan dengan Cd

pada air tidak menunjukkan adanya korelasi. Korelasi yang negatif antara fosfat dengan Cd pada sedimen disebabkan senyawa CdPO_4 cenderung larut dalam air sedangkan senyawa Cd sedimen biasanya berupa spesies lain (CdO , CdS). Berdasarkan Kementerian Hidup dan Lingkungan Tahun 2004 menyatakan ambang batas kadar total fosfat untuk kualitas air ialah 0,1 ppm sehingga sampel air yang melebihi ambang batas adalah pada titik 1, 2, 3, dan 4.

Konsentrasi nitrat dan fosfat yang tinggi pada air akan menyebabkan tingginya fosfat dan nitrat pada sedimen. Hal ini disebabkan oleh difusi fosfat pada sedimen karena sedimen merupakan tempat penyimpanan utama fosfor dan nitrat (Patty dkk., 2015). Senyawa fosfor yang terikat pada sedimen dapat mengalami dekomposisi dengan bantuan bakteri. Selain itu senyawa fosfat terlarut dapat mengalami difusi kembali ke air (Paytan dan McLaughlin, 2007).

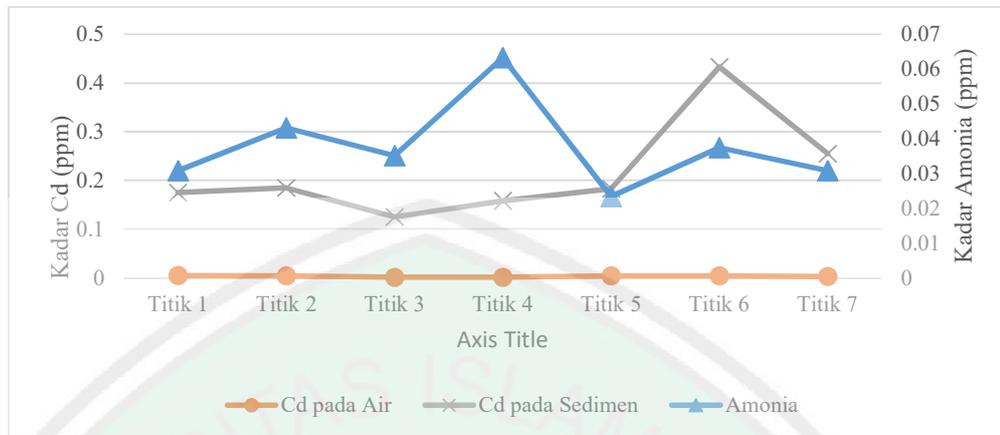
4.6.2 Amonia

Analisa kadar amonia dilakukan menggunakan metode kolorimetri melalui reaksi amonia dengan fenol membentuk larutan indofenol berwarna biru. Reaksi pada metode kolorimetri merupakan reaksi Berthelot yang terdiri dari 3 langkah. Reaksi amonia dengan reagen ditunjukkan pada Persamaan 4.8, 4.9, dan 4.10.



Persamaan 4.7, 4.8 dan 4.9 menunjukkan reaksi antara amonia dengan hipoklorit membentuk monokloramin pada pH basa. Senyawa monokloramin yang terbentuk bereaksi dengan fenol membentuk benzokuinon klorimin yang selanjutnya beraksi dengan amonia yang lain membentuk senyawa indofenol yang

berwarna biru yang kemudian dapat dianalisa menggunakan UV-Vis. Kadar amonia yang didapat dan Cd pada sedimen serta air ditunjukkan pada Gambar 4.4.



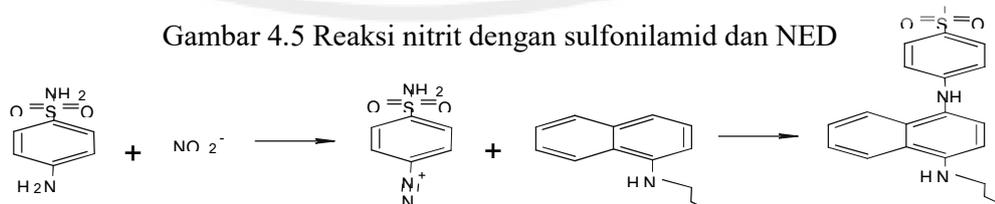
Gambar 4.4 Grafik perbandingan kadar amonia dengan Cd Sungai Lesti

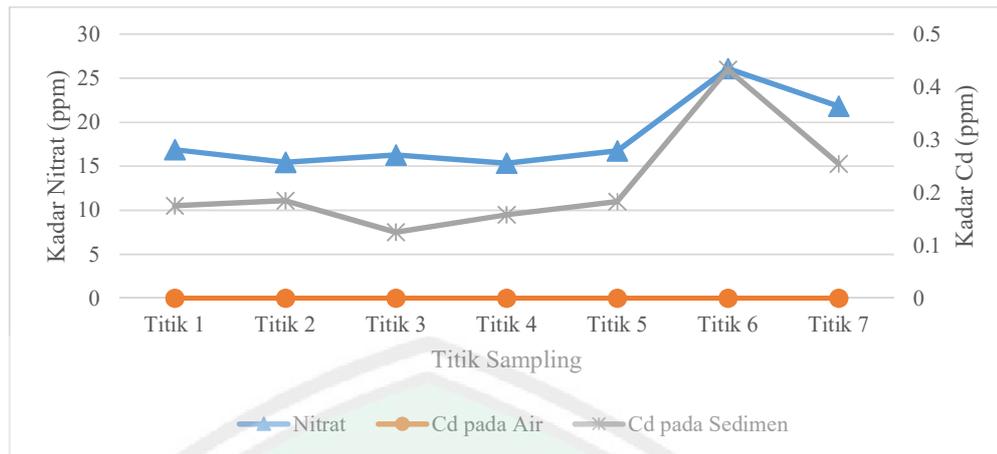
Berdasarkan Gambar 4.4 kadar amonia paling tinggi terdapat pada titik sampling ketiga. Kadar amonia dengan Cd pada sedimen maupun air tidak menunjukkan korelasi yang positif. Hal tersebut dimungkinkan karena senyawa Cd umumnya tidak berikatan dengan amonia sehingga tidak menunjukkan adanya korelasi. Kadar amonia pada keseluruhan sampel berada di bawah ambang batas, ambang batas untuk amonia menurut PP No. 82 tahun 2001 ialah 0,5 ppm.

4.6.3 Nitrat

Analisa kadar nitrat dilakukan menggunakan metode kolorimetri dengan menggunakan NH_4Cl -EDTA untuk mereduksi nitrat menjadi nitrit. Nitrit yang diperoleh kemudian direaksikan dengan sulfanilamid dan NED membentuk senyawa azo yang berwarna. Reaksi analisa nitrat ditunjukkan pada Gambar 4.5.

Gambar 4.5 Reaksi nitrit dengan sulfonilamid dan NED





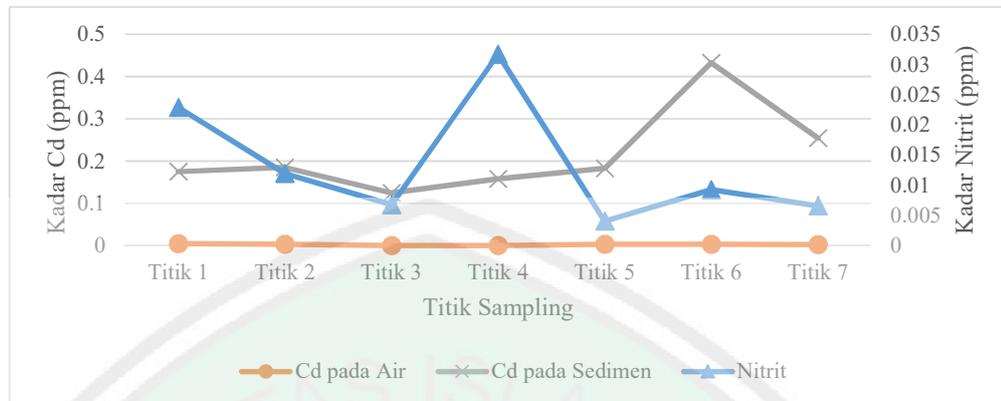
Gambar 4.6 Grafik perbandingan kadar nitrat dengan Cd Sungai Lesti

Hasil analisa pada Gambar 4.6 menunjukkan kadar nitrat yang sangat tinggi, melebihi baku mutu kualitas air, menurut Peraturan Pemerintah No. 82 Tahun 2001 yakni sebesar 10 ppm. Semua sampel pada tujuh titik sampling menghasilkan kadar nitrat di atas ambang batas yang ditetapkan. Konsentrasi nitrat yang paling tinggi berada pada titik keenam yang sesuai dengan kadar kadmium yang juga tinggi. Hal tersebut mengindikasikan tingginya kadar senyawa $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$. Kemungkinan lain penyebab konsentrasi nitrat tinggi ialah pembusukan sisa tanaman dan hewan, nitrogen terdapat juga dalam bentuk molekul-molekul protein pada organisme yang telah mati kemudian diuraikan menjadi bentuk-bentuk anorganik oleh serangkaian organisme pengurai, terutama bakteri pembusuk nitrat, pembuangan industri, kotoran hewan, hujan serta dari bahan-bahan organik yang dialirkan oleh sungai (Koesoebiono, 1980).

4.6.4 Nitrit

Analisa kadar nitrit dilakukan menggunakan metode kolorimetri dengan mereaksikan nitrit dengan sulfonilamid dan NED sehingga membentuk senyawa AZO. Reaksi pembentukan senyawa AZO dari nitrit ditunjukkan oleh Gambar 4.5.

Grafik antara kadar nitrit dengan Cd pada sedimen dan air ditunjukkan pada Gambar 4.7.

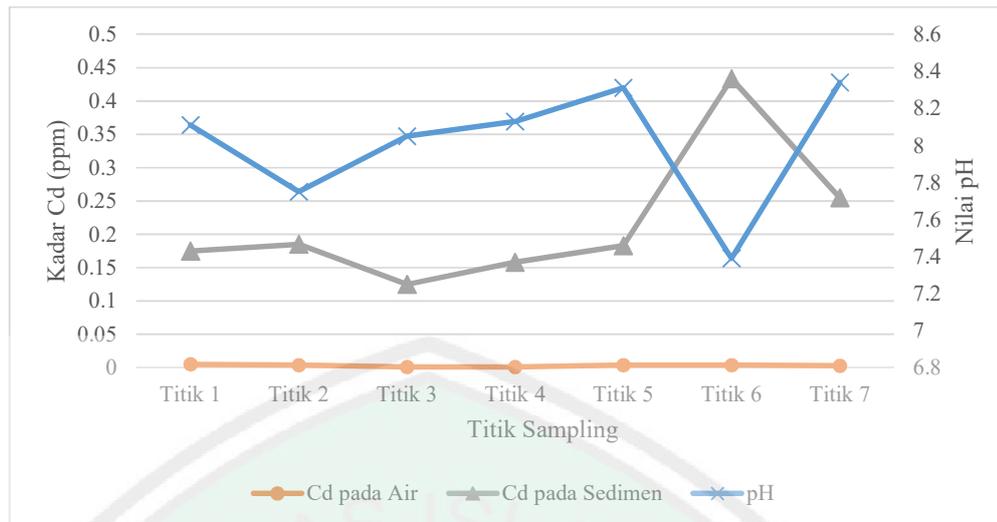


Gambar 4.7 Grafik Perbandingan Kadar Nitrit dengan Cd Sungai Lesti

Gambar 4.7 menunjukkan bahwa kadar nitrit Sungai Lesti yang telah diambil pada tujuh titik menghasilkan nilai sangat rendah, berada di bawah ambang batas. Menurut UU No 82 tahun 2001 mengenai kualitas air dan pengendalian pencemaran air, disebutkan bahwa baku mutu cemaran nitrit sebagai N sebesar 0,06 ppm. Rendahnya kadar nitrit ini disebabkan karena nitrit merupakan zat sementara antara amonia dengan nitrat. Nitrit dengan cepat teroksidasi pada air menjadi nitrat sehingga tidak memiliki kadar yang cukup tinggi pada suatu perairan (Soeparman, 2001).

4.6.5 pH

Pengukuran pH merupakan pengujian yang sering digunakan untuk analisis air. Analisa pH dan perbandingan dengan logam Cd pada sedimen dan air ditunjukkan pada Gambar 4.8. Hasil analisis parameter pH, Sungai Lesti memiliki pH pada musim kemarau kisaran 7,39 – 8,34. Tinggi rendahnya pH mempengaruhi kadar logam yang terdapat pada air, pada pH rendah, kelarutan logam akan meningkat namun pada pH tinggi logam cenderung mengalami pengendapan.



Gambar 4.8 Grafik perbandingan nilai pH dengan Cd Sungai Lesti

Grafik hasil nilai pengukuran pH menunjukkan bahwa nilai pH terendah berada pada titik 2 dan 6 dengan nilai pH 7,75 dan 7,39. Hubungan antara nilai pH dengan kadar Cd pada air menunjukkan korelasi yang negatif. Pada pH rendah (titik 2 dan 6) kadar Cd pada perairan mengalami peningkatan. Hal tersebut menunjukkan sedikitnya pembentukan senyawa $\text{Cd}(\text{OH})_2$. Senyawa $\text{Cd}(\text{OH})_2$ menurunkan kadar Cd dalam air karena memiliki kelarutan yang rendah sehingga cenderung mengendap. Kadar pH tersebut menurut PP no 82 tahun 2001 kisaran nilai pH yang baik untuk mutu air kelas 1 adalah antara 6-9 sehingga dapat disimpulkan bahwa nilai pH Sungai Lesti baik.

Menurut Ayres, dkk., (1994), meningkatnya pH larutan menjadi basa dapat menurunkan kadar logam berat. Hal ini disebabkan karena logam berat akan bereaksi dengan ion-ion hidroksida pada suatu perairan sehingga dapat membentuk padatan logam hidroksida. Menurut Yunitawati (2011), senyawa $\text{Cd}(\text{OH})_2$ mengendap pada $\text{pH} \geq 8,02$. Senyawa ini mengalami pengendapan karena pH pada Sungai Lesti berkisar antara 7,39-8,34. Di samping itu pH yang tinggi tersebut dapat menyebabkan tidak larutnya logam-logam pada air.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian terhadap kadar logam kadmium pada air dan sedimen di Sungai Lesti secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Kadar logam kadmium (Cd) pada air di titik pertama hingga titik ketujuh adalah 0,005 ppm; 0,004 ppm; 0,001 ppm; 0,001 ppm; 0,004 ppm; 0,004 ppm; dan 0,003 ppm. Sedangkan kadar logam kadmium pada sedimen di titik pertama hingga ketujuh adalah 0,175 ppm; 0,185 ppm; 0,125 ppm; 0,158 ppm; 0,183 ppm; 0,433 ppm dan 0,255 ppm. Menurut PP No. 82 tahun 2001, kadar logam kadmium pada air tersebut berada di bawah ambang batas. Kadar logam kadmium pada sedimen melebihi ambang batas.
2. Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian, terdapat korelasi negatif antara kadar Cd pada sedimen dengan kadar fosfat dan pH pada air. Sedangkan amonia, nitrat dan nitrit pada air tidak menunjukkan korelasi dengan kadar Cd pada sedimen.

5.2 Saran

Perlu dilakukan karakterisasi lanjut untuk mengetahui jenis senyawa pada sampel sedimen, seperti karakterisasi menggunakan instrumen XRD (*X-Ray Diffraction*).

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 5*. Jakarta: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). 2012. *Toxicological Profile for Cadmium*. Washington, D.C. : Department of Health and Human Services, Public Health Service.
- Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). 2004. Ammonia (NH₃). CAS #7664-41-7; UN 2672 ; UN 2073 ; UN 1005. Public Health Service.
- Agency, E.P. 1998. Status of pesticides in registration, reregistration, and special review. *Nat. Center for Environmental Publication*. Washington, D.C. : USEPA Agency.
- Aghoghovwia, O. A., Oyelese, O. A and Ohimain, E. I. 2015. Heavy Metal Levels in Water and Sediment of Warri River, Niger Delta, Nigeria. *International Journal of Geology, Agriculture and Environmental Science*, Vol. 3 Issue 1
- Alaerts, G. dan Santika, Sri Simestri 1987. *Metode Penelitian Air*. Surabaya: Usaha Nasional.
- Ali, Abdullah Yusuf. 2009. *Tafsir Yusuf Ali Teks, Terjemahan dan Tafsir Qur'an 30 Juz*. Jakarta : PT. Pustaka Litera Antar Nusa.
- Aller R. C., Hall P. O. J., Rude P. D., and Aller J. Y. 1998. Biogeochemical Heterogeneity and Suboxic Diagenesis in Hemipelagic Sediments of the Panama Basin. *Deep-Sea Res.* I45,133–165.
- Alloway, B.J dan E. Steinnes. 1999. Anthropogenic Additions of Cadmium to Soils. Trondheim. *Journal Department of Chemistry*, N-7034.
- Amin, B., Ismail, A., Arshad, A., Yap, C.K., & Kamarudin, M.S. 2009. Anthropogenic Impacts on Heavy Metal Concentrations in the Coastal Sediments of Dumai, Indonesia. *Environ. Journal of Anthropogenic*, 148:291–305.
- Ananjaya, Akhmad Aghzatgh. 2016. Analisis Logam Berat pada Mainan Anak Secara Spektroskopi Plasma Ganda (ICP-MS) dengan Variasi Suhu dan Metode Ekstraksi. *Laporan Praktik Lapang*. Institut Pertanian Bogor.

- Apriyanti, Dyah. Santi, Vera Indria dan Yusraini. 2013. Pengkajian Metode Analisis Amonia dalam Air dengan Metode Salicylate Test Kit. *Ecolab* Vol. 7 No. 49 – 108.
- Arnason, John G. dan Fletcher, Barbara A . 2003. A 40+ Years Record of Cd, Hg, Pb, and U deposition in sediments of Patroon Reservoir, Albany County, NY, USA. *Journal Environmental Pollution*. 123 (2003) 383–391.
- Asdak, C. 2007. *Hidrologi dan Pengelolaan Daerah Aliran Sungai*. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- ATSDR. 2004. *Toxicological Profile for Ammonia*. Georgia: Agency for Toxic Substances and Disease Registry.
- Ayres, D. M.; Davis, A. P.; Gletka, P. M. 1994. *Removing Heavy Metals from Wastewater*.
- Badrus, T. A. 2002. *Pengantar Limnologi*. Fakultas MIPA Universitas Sumatera Utara Medan.
- Basset, J., R. C. Denney, G.H Jeffrey, J. Mendhom. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisa Kuantitatif Anorganik*. Jakarta : EGC.
- Begum, A., HarlKrishna dan Khan, I. 2009. Analysis of Heavy Metals in Water, Sediments and Fish Samples of Mandivala Lakes of Bangalore, Karnataka. *International Journal of ChemTech Research*, Vol. 1 No 2: 245-249.
- Berghof. 2000. Theory of Sample Preparation Using Acid Digestion, Pressure Digestion and Microwave Digestion (Microwave Decomposition). *Application Note*. DIN EN ISO 9001-2000.
- Bodek I, Lyman WJ, Reehl WF, Rossenblat. 1988. *Environmental Inorganic Chemistry: Properties, Processes, and Estimation Methods*. New York, NY: Pergamon Press.
- Bostrom B.J. M Andersen, S Fleischer & M. Jansson 1988. Exchange of Phosphorus Across the Sediment-Water Interface. *Journal Hydrobiologia*, 170: 229-244.
- Boyd, C. E. 1989. Water Quality Management and Aeration in Shrimp Farming. Alabama Agricultural Experiment Station. *Journal of Fisheries International*. 83 h.

- Cahyani. 2017. Analisis Kadar Timbal pada Perairan dan Sedimen Sungai Lesti Kabupaten Malang Menggunakan Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
- Canter, W. L. 1979. *Handbook of Variables for Environmental Impact Assessment*. Washington DC : Ann Arbor Science.
- Carignan R & J Kalff 1982. Phosphorus Release by Submerged Macrophytes: Significance to Epiphyton and Phytoplankton. *Journal Oceanography*, 27: 419-427.
- Carignan R. 1982. An Empirical Model to Estimate the Relative Importance of Roots in Phosphorus Uptake by Aquatic Macrophytes. *Journal Aquatic Science*, 39: 243-247.
- CDC. 2005. *Third National Report on Human Exposure to Environmental Chemicals*. Washington DC: U.S. Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention.
- Charlena. 2004. Pencemaran Logam Berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Sayur-sayuran. *Jurnal Falsafah Sains*.
- Chasteen, T. G. 2000. *Atomic Absorption Spectroscopy*. Texas : Department Of Chemistry, Sam Houston State University.
- Chien, S.H., G Carmona, L.L. Prochnow dan E.R. Austin. 2003. Cadmium Availability from Granulated and Bulk-Blended Phosphate-Potassium Fertilizers. *Journal Environmet Quality*, 32: 1911-1914.
- Connel, D. W. 1995. Bioakumulasi Senyawa Xenobiotik. (Diterjemahkan oleh Yanti R. H. Koestoer). UI Press. Jakarta.
- Darmono, 1995. *Logam dalam Sistem Biologi makhluk Hidup*. Jakarta : Universitas Indonesia
- Day, R. A. and A. L. Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif. Edisi Keenam*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Dewi. 2011. Analisis Cemar Logam Timbal (Pb), Tembaga (Cu), dan Kadmium (Cd) dalam Tepung Gandum Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi*. Depok : Jurusan Farmasi FMIPA UI.

- Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Malang. 2016 *Laporan Akhir Tahun Kabupaten Malang*. Malang : BLH Kab. Malang.
- Efendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air Bagi Pengolahan Sumberdaya Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Kanisius.
- Ekasari, S.R. 2013. Penyisihan Ammonia Dari Limbah Menggunakan Gabungan Proses Membran dan Oksidasi Lanjut Dalam Reaktor Hibrida Ozon-plasma Menggunakan Larutan Penyerap Asam Sulfat. *Skripsi*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Elinder CG, Friberg L, Kjellström T. 1985. eds. Cadmium and Health: A Toxicological and Epidemiological Appraisal. *Public Health Service*. Vol. I. FL: CRC Press, 23-64.
- Elisa. 2007. Penentuan Kadar Logam Kadmium (Cd) dan logam Zink (Zn) dalam Black Liquor pada Industri Pulp Proses Kraft dari Toba Pulp Lestari dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Universitas Sumatera Utara.
- EPA 2001. *Methods for Collection, Storage and Manipulation of Sediments for Chemical and Toxicological Analyses: Technical Manual, Office of Water*. Washington, DC : United States Environmental Protection Agency.
- EPA. 1981. *EPA 600881023. PB82115163. Health Assessment Document for Cadmium*. Washington DC: U.S. Environmental Protection Agency.
- EPA. 1985. *EPA 440485023. Cadmium Contamination of the Environment: An Assessment of Nationwide Risk*. Washington, DC: U.S. Environmental Protection Agency, Office of Water Regulations and Standards.
- EPA. 2003. *The Incidence and Severity of Sediment Contamination in Surface Waters of United States, National Sediment Quality Survey : Second Edition*. Washington D.C. : U. S. Environmental Protection Agency.
- EPA. 2016. *EPA-820-R-16-002. Aquatic Life Ambient Water Quality Criteria Cadmium*. Washington DC: United States Environmental Protection Agency.
- Fang, B. dan Zhu, X. 2014. High content of five heavy metals in four fruits: Evidence from a case study of Pujiang County, Zhejiang Province, China. *Journal Food Control*. 39:62–67.

- Fardiaz, Srikandi. 1992. *Polusi Air dan Udara*. Yogyakarta: Kanisius.
- Ferreira Sergio L.C. 2013. A Review of Reflux Systems using Coldfinger for Sample Preparation in the Determination of Volatile Elements. *Microchemical Journal*, N 106 .307–31.
- Hadi, Anwar. 2015. *Pengambilan Sampel Lingkungan*. Jakarta : Erlangga.
- Hariyan, L. I dan Sari Syarifah H. J. 2015. Konsentrasi Logam Berat Pb, Cu, dan Zn Pada Air dan Sedimen Permukaan Ekosistem Mangrove di Muara Sungai Porong, Sidoarjo, Jawa Timur. *Jurnal Perikanan dan Kelautan*, Vol. 20 No. 1
- Hayyan, Maan., Shatha A.S., Adeeb H., Inas M.A., 2012. Utilizing of Sodium Nitrite as Inhibitor for Protection of Carbon Steel in Salt Solution. *International Journal Electrochem. Sci.* Vol. 7.
- Helz, G. R., R. J. Huggett and Hill, J. M. 1975 Behaviour of Mn, Fe, Cu, Zn, Cd and Pb Discharged from A Wastewater Treatment plant Into An Estuarine Environment. *Journal of Water Research.* 9, 631-636.
- Hendrawati., Prihadi, Tri Heru. dan N.R, Nuni. 2007. Analisis Kadar Fosfat dan N-Nitrogen (Amonia, Nitrat, Nitrit) pada Tambak Air Payau akibat Rembesan Lumpur Lapindo di Sidoarjo, Jawa Timur. *Skripsi*. Jakarta : UIN Syarif Hidayatullah.
- Hendro, Zulfiyandi. 2000. Analisis Kandungan Organik Matter, Nitrat, Sulfat, Fosfat dan Amonia dalam Sedimen dan Air di Semenanjung Muria. *Jurnal Penelitian Limbah Radioaktif*. Jepara: Pusat Pengembangan Pengelolaan Limbah Radioaktif.
- IAEA. 2003. *Collection and Preparation of Bottom Sediment Samples for Analysis of Radionuclides and Trace Elements*. Vienna : IAEA in Austria.
- IARC. 1993. Cadmium and Certain Cadmium Compounds. In: IARC Monographs on the Evaluation of the Carcinogenic Risk of Chemicals to Humans. Beryllium, Cadmium, Mercury and Exposures in the Glass Manufacturing Industry. *International Agency for Research on Cancer, World Health Organization*, Vol. 58. 119-236.

- Ida, Y. H.R.P. 2009. Penentuan Kadar Amonia Pada Beberapa Air Sungai di Kota Medan dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri (visible). *Skripsi*. Medan : Universitas Sumatra Utara.
- Idera, Fabunmi. 2014. Evaluation of the Effectiveness of Different Acid Digestion on Sediments. *Journal of Applied Chemistry*. Vol. 7. No. 1.
- IJC. 1989. Report on Great Lakes Water Quality. *International Joint Commission*. Canada : Water Quality Board.
- Irfanto. 2010. Pengaruh Logam Berat Timbal (Pb) dalam Limbah Cair PT. Ekamas Fortuna Pada Sungai Lesti dengan Bioindikator Kangkung (*Ipomea Aquatic*) Di Kabupaten Malang. *Skripsi*. Malang : Universitas Brawijaya Malang.
- Jaswiah; Syamsidar., Syarifuddin, H. dan Noviyanti, Iin. 2016. Fitromediasi Logam Kadmium pada Asap Rokok Menggunakan Tanaman Lidah Mertua Jenis *Sansevieria hyacinthoides* dan *Sansevieria trifasciata*. *Jurnal Chimica et Natura Acta*. No. 2. Vol. 4.
- Jepkoech, J. K., Simiya, G. M and Arusei, M. 2013. Selected Heavy Metal In Water And Sediment And Their Bioconcentration In Plants (*Polygonum Pulchrum*) In Sosiani River, Uasin Gishu Country, Kenya. *Journal Of Environmental Protection*, Vol 4, 796-802.
- Jeremiah., M. O., W. Ruth, M. Jane, dan O.Charles., 2003. Determination of The Levels of Nitrate in Homemade Brews, Spirits in Water and Raw Materials in Noirobi Country Using UV-Vis Spectroscopy. *International Journal of Scientific & Engineering Research*. Vol 4.
- Jumbe, A. S dan Nandini, N. 2009. Impact Assessment of Heavy Metals Pollution of Vartur Lake, Bangalore. *Journal of Applied and Natural Science*, 1 (1): 53-61
- Jutono, J. Soedarsono, dan S.Hartadi, dkk. 1976. *Pedoman Praktikum Mikrobiologi Umum untuk Perguruan Tinggi*. Yogyakarta : UGM Press.
- Kartikasari, M. 2015. Analisis Logam Timbal (Pb) pada Buah Apel (Pylus Malus L) dengan Metode Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Kasir, Abi Fida Ismail bin Umar. 2010. *Tafsir Ibnu Katsir Juz 4*. Bandung : Penerbit Sinar Baru Algensindo Bandung.
- Katsir, Al-Hafidzh Ibnu. 2003. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bogor: Pustaka.
- Kebbekus, Barbara B. 2003. *Preparation of Samples for Metals Analysis*. New Jersey, Canada : John Wiley and Sons, Inc. 227-240.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI Press.
- Kristianingrum, Susila. 2012. Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan efeknya. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*. Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY.
- Lawrence CB. 1996. Involvement of Interleukin-1 (IL-1) in Excitotoxic Brain Damage. PhD Thesis, Manchester University. *European Journal of Neuroscience*. 1996;10:1188–1195.
- Lawson, E.O. 2011. Physico-Chemical Parameters and Heavy Metal Contents of Water from the Mangrove Swamps of Lagos Lagoon, Lagos, Nigeria. *Advances in Biological Research*. 5 (1): 08-21. ISSN 1992-0067.
- Leiwakabessy, F. 2005. Logam Berat di Perairan Pantai Pulau Ambon dan Korelasinya dengan Kerusakan Cangkang, Rasio Seks, Ukuran cangkang, kepada Individu dan Indeks Keragaman Jenis Siput Nerita (Neritidae: Gastropoda). *Disertasi*. Surabaya : Universitas Airlangga.
- Levinson, R. 2002. Modern Chemical Techniques, RSC. *The Royal Society of Chemistry*, W1J 0BA.
- Li, Mengxue, Jianyoung Liu, Yunfeng Xu, dan Guangran Qian. 2016. Phosphate Adsorption on Hydroxides: A Comparative Review. *Environ Journal*. Rev.24: 319–332.
- Lisa, K. dan Mahvelat, A. D. 2004. A Model for Black Liquor Devolatilization Kinetics. *Journal International Chemical Recovery Conference*. Chaleston, South Carolina. June 6 - 10.
- Malbrue, Courtney M. 2006. An Examination of Heavy Metal Vaporization from The Combustion of Black Liquor. *Thesis*. Georgia Institute of Technology.
- Maria, S. 2010. Penentuan Kadar Fe dalam Tepung Gandum dengan Cara Destruksi Basah dan Destruksi Kering dengan AAS. *Skripsi*. Medan : FMIPA Universitas Sumatera Utara

- Morrow H. 2001. *Cadmium and Cadmium Alloys*. dalam Kirk, Othmer Encyclopedia of Chemical Technology. John Wiley & Sons, Inc., 471-507.
- Mulyani, O. 2007. Studi Perbandingan Cara Destruksi Basah Pada Beberapa Sampel Tanah Asal Aliran Sungai Citarum Dengan Metode Konvensional Dan Bomb Teflon. *Tesis*. ITB Bandung.
- Muntau H, dan Baudo R. 1992. Sources of Cadmium, its Distribution and Turnover in the Freshwater Environment. *IARC Science Publication*, 118:133-148.
- Murtini., Hastuti, Rum., dan Gunawan. 2005. Efek Destruksi Terhadap Penentuan Kadar Cu(II) dalam Air Sumur, Air Laut Dan Air Limbah Pelapisan Krom Menggunakan AAS. *Jurnal Riset Murty pdf*. Semarang: FMIPA UNDIP.
- Namik, K., Aras, O dan A. Yavuz. 2006. Trace Element Analysis Of Food And Diet. *The Royal Society Of Chemistry*. Cambridge. Hal : 66-67.
- Nasir, Subriyer, Yuni Eka Putri, dan Ira Elita. 2014. Penyisihan Ion Kadmium pada Limbah Cair Pabrik Pulp & Paper dengan Menggunakan Membran Keramik. *Jurnal Teknik Kimia*, No. 2, Vol. 20.
- Nasution, Rozaini. 2003. Teknik Sampling. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*. Medan: USU Digital Library.
- Negilski, D. S., Ahsanullah M., dan M. C. Mobley. 1981. Toxicity of Zinc, Cadmium and Copper to the Shrimp *Callinassa Austra-liensis*. II : Effects of paired and triad combinations of metals. *Journal Marine Biology*, 64, 305-309
- Nielsen. S dan Suzanne. 2010. *Food Analysis Fourth Edition*. Springer : London. Hal : 110-111
- Nowrouzi M, Pourkhabbaz A, dan Rezaei M. 2012. Bioaccumulation and Distribution of Metals in Sediments and *Avicenna Marina* Tissues in The Hara Biosphere Reserve, Iran. *Journal Environment Contaminant Toxicology*. vol 89(4):799-804
- NTP. 2005. *Cadmium. Report on carcinogens 11th ed*. Research Triangle Park, NC: U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service, National Toxicology.

- Obaidy, A. H., Talib A.H., dan Zaki, S.R. 2014. Environmental Assessment of Heavy Metal Distribution in Sediment of Tigris River Within Baghdad City. *International Journal of Advanced Research*, Vol. 2 Issue 8, 947-952
- Pan J, Plant JA, Voulvoulis N, Oates CJ & Ihlenfeld C. 2010. Cadmium levels in Europe: Implications for Human Health. *Environment Geochem Health*. 32:1-12.
- Pan, L., N. Liu, H. Zhang, J. Wang dan J. Miao. 2011. Effects of heavy metal ions (Cu^{2+} , Pb^{2+} and Cd^{2+}) on DNA Damage of The Gills, Hemocytes and Hepatopancreas of Marine Crab, *Charybdis Japonica*. *J. Ocean Univ. China* 10(2): 177-184.
- Pangestu, Hendar, dan Haki, Helmi. 2013. Analisis Angkutan Sedimen Total pada Sungai Dawas Kabupaten Musi Banyuasin. *Jurnal Teknik Sipil dan Lingkungan*. No. 1, Vol. 1.
- Patty, I Simon. Hairati A., Malik S. Abdul. 2015. Zat Hara (Fosfat, Nitrat), Oksigen Terlarut dan Kaitannya dengan Kesuburan di Perairan Jikumerasa, Pulau Buru. *Jurnal Pesisir dan Laut Tropis*. Vol. 1. No.1.
- Paytan, A. dan McLaughlin. 2007. The Oceanic Phosphorus Cycle. *Chem. Rev.*,107(2): 563-576
- Pemkab Malang. 2016. Informasi Kinerja Pengelolaan Lingkungan Hidup Daerah (IKPLHD). Kabupaten Malang.
- Petrusevski, Vladimir M., Bukleski Miha. 2010. Reaction of Aluminium with Diluted Nitric Acid Containing Dissolved Sodium Chloride: On The Nature of The Gaseous Products. *Chemistry Journal*. Vol 19. No 3.
- Prabowo, Rossi. 2015. Kadar Nitrit pada Sumber Air Sumur di Kelurahan Meteseh, Kec. Tembalang Kota Semarang. *Jurnal Ilmiah Cendekia Eksakta*, ISSN 2528-5912.
- Prihandi, F., Soetopo, W dan Prasetyo, R. 2013. Studi Penatagunaan Potensi Air di Wilayah Sub Das Lesti Kabupaten Malang. *Jurnal Teknik Pengairan, Malang : Universitas Brawijaya*.
- Putri, Wike Ayu Eka. Dietrich G.B. 2015. Konsentrasi Logam Berat (Cu dan Pb) di Sungai Musi Bagian Hilir. Bogor. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis*, no 2 Vol 7. 453-463.

- Quthb, Sayyid. 2002. *Tafsir fi Zhilalil Quran*. Jakarta: Gema Insani Press.
- Rangkuti, Ahmad Muhtadi. 2009. Analisis Kandungan Logam Berat Hg, Cd, dan Pb pada Air dan Sedimen di Perairan Pulau Panggang-Pramuka Kep. Seribu, Jakarta. *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor.
- Riber, H.H. 1984. Phosphorus Uptake from Water by the Macrophyte-Epiphyte Complex in a Danish Lake: Relationship to Plankton. *Verh. int. Ver. Limnol.* 22: 790-794.
- Rini, D.S. 2002. Minimisasi Limbah dalam Industri Pulp and Paper. *Ecological Observation and Wetland Conservation*, No. 1. Vol 1.
- Risamasu, F.J.L dan H.B. Prayitno. 2011. Kajian Zat Hara Fosfat, Nitrit, Nitrat dan Silikat di Perairan Kepulauan Matasiri, Kalimantan Selatan. *Jurnal Ilmu Kelautan*, Vol. 16 (3) 135-142.
- Roechan, S., Nasution I., Sukarno, L. dan Makarim, A.K. 1995. *Masalah Pencemaran Kadmium pada Padi Sawah. dalam Kinerja Penelitian Tanaman Pangan. Pusat Penelitian dan Pengembangan Tanaman Pangan*. Jakarta : Badan Litbang Pertanian. Hal. 56-59.
- Rosa, Michele B, Eliézer Q. Oreste, a Daísa H. Bönemann. 2016. Evaluation of the Use of a Reflux System for Sample Preparation of Xanthan Gum and Subsequent Determination of Ca, Cu, K, Mg, Na and Zn by Atomic Spectrometry Techniques. *J. Braz. Chemical Society*, Vol. 27. No. 5. Hal. 919-924.
- Rosita, Nita. 2014. Analisis Kualitas Air Minum Isi Ulang Beberapa Depot Air Minum Isi Ulang (DAMIU) di Tangerang Selatan. *Jurnal Kimia Valensi*. Vol. 4. No. 2. Hal. 134-141.
- Rumahlatu, Dominggus. 2011. Konsentrasi Logam Berat Kadmium Pada Air, Sedimen, dan Deadema setosum (Echinodermata, Echinoidea) di Perairan Pulau Ambon. Program Studi Pendidikan Biologi, FKIP Universitas Pattimura. *Jurnal Ilmu Kelautan*, Vol. 16 (2) 78-85.
- Rumhayati, Barlah. 2010. Study of Phosphate Compounds in Sediment and Water Using Diffusive Gradient in Thin Films (DGT) Technique. *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol. 11. No. 2. 160-166.

- Ruttenberg, K.C. 2004. The Global Phosphorus Cycle. *Tratise on Geochemistry*. H. D. Holland, KK Turekian and WH. Schlesinger. Amsterdam, *Elsevier Pergamon*: 585.
- Sahara, E. 2009. Distribusi Pb dan Cu pada Berbagai Ukuran Partikel Sedimen di Pelabuhan Benoa. *Jurnal Kimia*. Vol. 3 No. 2. 75-80.
- Sahara, R dan Puryanti, D. 2015. Distribusi Logam Berat Hg dan Pb Pada Sungai Batanghari Aliran Batu Bakauik Dharmasraya, Sumatera Barat. *Jurnal Fisika Unand*, Vol. 4 No. 1.
- Santoso, Arif D. 2007. Kandungan Zat Hara Fosfat pada Musim Barat dan Musim Timur di Teluk Hurun Lampung. *Jurnal Teknologi Lingkungan*, Vol. 8 No. 3.
- Sasongko, Ashadi., Yulianto, Kurniawan., dan Sarastri, Dwi. 2017. Verifikasi Metode Penentuan Logam Kadmium (Cd) dalam Air Limbah Domestik dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Sains dan Teknologi*. Vol. 6, No. 2. P-ISSN : 2303-3142.
- Sastrawijaya, A. T. 2000. Pencemaran Lingkungan. Jakarta : Rineka Cipta.
- Satarug, S. dan Michael R. 2012. Long-term Exposure to Cadmium in Food and Cigarette Smoke, Liver Effects and Hepatocellular Carcinoma. *Curr. Drug Metab.*, 13, 257-271.
- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Vol 4. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M.Q. 2009. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sihaloho, W. S. 2009. Analisa Kandungan Amonia dari Limbah Cair Inlet dan Outlet Dari Bebarapa Industri Kelapa Sawit. *Skripsi*. Medan : Universitas Sumatera Utara.
- Sirait, Anna Maria. 2001. *Analisis Varians (ANOVA) dalam Penelitian Kesehatan*. *Media Litbang Kesehatan*. Vol 9. No 2.
- Soeparman. 2001. *Pembuangan Tinja dan Limbah Cair*. Jakarta: Kedokteran EGC.
- Standar Nasional Indonesia (SNI). 2004. *SNI 06-6989.9 : 2004 Air dan Air Limbah : Cara Uji Nitrit (NO₂-N) Secara Spektrofotometri*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional.

- Standar Nasional Indonesia (SNI). 2005. *SNI 06-6989.30 : 2005 Air dan Air Limbah : Cara Uji Kadar Amonia dengan Spektrofotometer Secara Fenat*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional.
- Standar Nasional Indonesia (SNI). 2005. *SNI 06-6989.31 : 2005 Air dan Air Limbah : Cara Uji Kadar Fosfat dengan Spektrofotometer Secara Asam Askorbat*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional.
- Standar Nasional Indonesia (SNI). 2008. *SNI 6989.59 : 2008 Air dan air limbah – Bagian 59: Metoda Pengambilan Contoh Air Limbah*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional.
- Standar Nasional Indonesia (SNI). 2011. *SNI 06-6989.79 : 2011 Air dan Air Limbah : Cara Uji Nitrat ($\text{NO}_3\text{-N}$) dengan Spektrofotometer UV-Visibel secara Reduksi Kadmium*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional.
- Sudarmaji., Mukono J., dan Corie, I.P. 2006. Toksikologi Logam Berat B3 dan Dampaknya terhadap Kesehatan. *Jurnal Kesehatan Lingkungan*, Vol. 2, No. 2.
- Sudarwin. 2008. Analisis Spasial Pencemaran Logam Berat (Pb dan Cd) pada Sedimen Aliran Sungai dari Tempat Pembuangan Akhir (TPA) Sampah Jatibarang Semarang. *Tesis*. Universitas Diponegoro Semarang.
- Sukirno, Bambang Irianto. 2006. Kajian Logam Medium dan Berat dalam Air dan Sedimen Sungai Code Daerah Hulu dengan Teknik AAN. *Prosiding PPI-PDIPTN*. Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan (BATAN).
- Sumardi. 1981. Metode Destruksi Contoh Secara Kering dalam Analisa Unsur-Unsur Fe, Cu, Mn, dan Zn dalam Contoh-Contoh Biologis. *Prosiding Seminar Nasional : Metode Analisis Lembaga Kimia Nasional*. Jakarta : LIPI.
- Sun, Qi-Ning., Hse, Chung-Yun., Todd, F. Shupe. 2014. Effect of Different Catalysts on Urea-Formaldehyde Resin Synthesis. *Journal of Applied Polymer*. 10.1002/APP.40644.
- Supriatno dan Lelifajri. 2009. Analisis Logam Berat Pb dan Cd dalam Sampel Ikan dan Kerang Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Rekayasa Kimia Dan Lingkungan*. Vol. 7 No. 1.

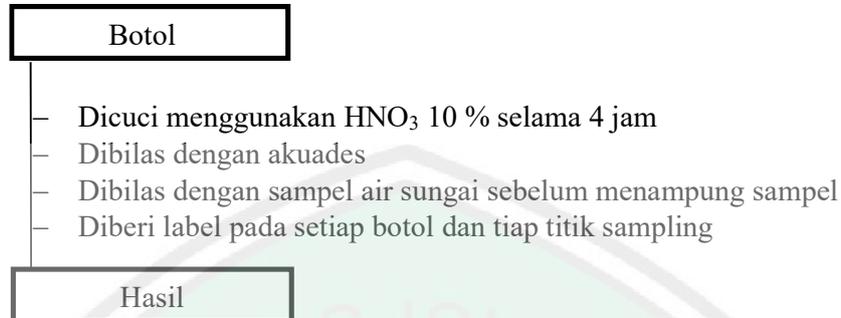
- Supriyantini, Endang dan Endrawati, Hadi. 2015. Kandungan Logam Berat Besi (Fe) pada Air, Sedimen, dan kerang Hijau (*Perna viridis*) di Perairan Tanjung Emas Semarang. *Jurnal Kelautan Tropis*. No. 1. Vol. 18.
- Supriyantini, Endang dan Nirwani Soenardjo. 2015. Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) Dan Tembaga (Cu) Pada Akar Dan Buah Mangrove Avicennia marina Di Perairan Tanjung Emas Semarang. *Jurnal Kelautan Tropis*. Vol. 18(2):98–106.
- Suwandi, Y., Bali, S., dan Itnawita. 2014. Analisis Total Fosfat, Nitrat dan Logam Timbal Pada Sungai Sail dan Sungai Air Hitam Pekanbaru. *JOM FMIPA*. 1(2): 55-66.
- Syahputra, R. 2004. *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*. Laboratorium Instrumentasi Terpadu : Universitas Islam Malang.
- Taberna, H., Nillos, M., Pahila, I. G and Arban, J. P. B. 2015. Distribution And Geochemical Behavior Of Heavy Metals (Cr, Cu, Ni, and Pb) In Iloilo River Estuarine Sediment. *International Journal Of The Bioflux Society*. Vol. 7 Issue 1
- Taftazani, Agus dan Rusmanto, Tri. 2005. Evaluasi Kadar Logam Berat dan Pestisida pada Sampel Air Sungai Bribin Gunung Kidul Fungsi Waktu dan Lokasi Sampling (Bagian I). *P3TM-BATAN*. Vol. 8. No. 1.
- Tesfamariam, Z., Younis, Y. M.H dan Elsanousi, S. S. 2016. Assessment Of Heavy Metal Status Of Sediment And Water In Mainefhi And Toker Drinking-Water Reservoir Of Asmara City, Eritrea. *American Journal Of Research Communication*, Vol. 4 (6).
- Twyman, R.M. 2005. *Sample Dissolution for Elemental Analysis*. New York: University of York, UK.
- Wall, Gary R., Karen Riva-Murray, dan Patrick J. Phillips. 1992. Water Quality in the Hudson River Basin, New York and Adjacent States, *Journal Geological Survey*. 1992–95.
- Westheimer F. H. 1987. Why Nature Chose Phosphates. *J STOR*, Vol. 235. No. 4793: 1173-1178.
- Widowati, Wahyu. 2008. Efek Toksik Logam. Yogyakarta: ANDI.

- Wildco. 2007. 197-C15 Large, 196-F65 Tall, & 196-B15 Standard Ekman Bottom Grabs. *Instructions and Maintenance*.
- Williams J. D. H. dan T. Mayer 1972. Effects of Sediment Diagenesis and Regeneration of Phosphorus with Special Reference to Lakes Eire and Ontario. *Nutrients in Natural Waters*. New York, John Wiley & Sons: 281-315.
- Wirasuta, I Made Agus Gelgel dan Niruri Rasmaya. 2006. *Toksikologi Umum*. Jimbaran, Bali : Universitas Udayana.
- Wulandari, E. A dan Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd, dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma cottonii*). *Jurnal Sains dan Seni Pomits*, Vol. 2 (2) : 2337-3520.
- Young T.C. & W.G. Comstock. 1986. *Direct Effects and Interactions Involving Iron and Humic Acid during Formation of Colloidal Phosphorus. Sediments and Water Interactions*. PG. Sly. New York, Springer-Verlag.
- Yunitawati., Nurmasari, R., Mujiyanti, D.R., Umaningrum, D. 2011. Kajian pH dan Waktu Kontak Optimum Adsorpsi Cd(II) dan Zn(II) pada Humin. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*. Vol 5. No. 2. Hal 151-157.

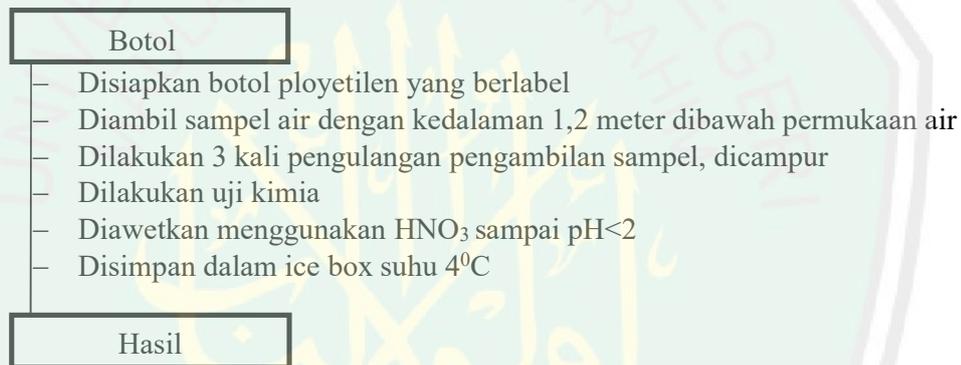
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

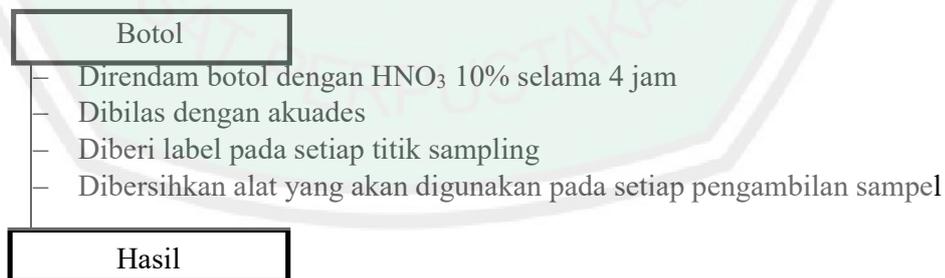
1. Preparasi pengambilan sampel air



2. Pengambilan sampel air



3. Preparasi pengambilan sampel sedimen



4. Pengambilan sampel sedimen

Botol

- Disiapkan botol polyetilen yang berlabel
- Diambil sampel sedimen sebanyak 500 gram tiap titiknya pada kedalaman 2 cm
- Dimasukkan kedalam ice box dengan suhu 4°C
- Dibawa ke laboratorium untuk dianalisis secara eksitu

Hasil

5. Preparasi Sampel Air Sungai Lesti

Sampel air

- Dimasukkan sampel sebanyak 50 mL ke dalam labu alas bulat
- Ditambahkan larutan HNO₃ p.a sebanyak 5 mL
- Dipanaskan dengan suhu 60-70°C selama 2-3 jam
- Dimasukkan sampel pada labu ukur 50 mL dan ditanda bataskan dengan HNO₃ 0,5 M
- Dianalisis menggunakan SSA

Hasil

6. Preparasi sampel sedimen

Sampel sedimen

- Diambil sebanyak 0,5 gram
- Dikeringkan pada suhu 50°C selama 24 jam
- Dihaluskan
- Ditambahkan HNO₃ 65% dan HCl 37% (5 mL: 15 mL) pada 2 gram sedimen
- Dipanaskan pada suhu 110°C selama 3 jam
- Disaring dengan kertas Whatman No. 42 dan dimasukkan labu ukur 100 mL
- Ditanda bataskan dengan HNO₃ 0,5 M dan di analisis menggunakan SSA

Hasil

7. Pengaturan alat SSA

Alat SSA

- Diatur panjang gelombang 228,8 nm
- Diatur laju alir asetilen 1,8 L/menit
- Diatur laju alir udara 15 L/menit
- Diatur tinggi burner 7 mm

Hasil

8. Pembuatan kurva standar

larutan baku Cd 1000 mg/L

- Diambil 1 mL larutan Cd 1000 mg/L
- Dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan ditanda bataskan
- Didapatkan larutan standar Cd 10 mg/L
- Diambil masing-masing 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7,0 mL larutan baku standar 10 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL
- Diencerkan sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan standar Cd 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1,4 mg/L
- Diukur dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 228,8 nm

Hasil

9. Pembuatan kurva standar fosfat

larutan baku fosfat 10 mg/L

- Dipipet 0 mL, 5 mL, 10 mL, 20 mL, dan 25 mL larutan baku fosfat 10 mg/L
- Dimasukkan dalam labu takar 250 mL dan ditanda bataskan sehingga diperoleh larutan standar 0 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1 mg/L

Hasil

10. Pengukuran kadar fosfat dalam sampel air Sungai Lesti

larutan kurva standar

- Dipipet masing-masing 50 mL larutan dan dimasukkan ke erlenmeyer
- Ditambah indikator pp (jika terbentuk warna merah muda, ditambah H_2SO_4 5N sampai warna hilang
- Ditambah 8 mL larutan campuran (50 mL H_2SO_4 5M, 5 mL kalium antimonil tartrat, 15 mL larutan ammonium molibdat dan 30 mL larutan asam askorbat). Dihomogenkan
- Dianalisis menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 880nm

Hasil

11. Pembuatan kurva standar amonia

larutan baku amonia 10 mg/L

- Dipipet 0 mL, 1 mL, 2 mL, 3 mL, dan 5 mL larutan baku amonia 10 mg/L
- Dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan ditanda bataskan sehingga diperoleh larutan standar 0 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,3 mg/L; dan 0,5 mg/L

Hasil

12. Pengukuran kadar amonia dalam sampel air Sungai Lesti

larutan kurva standar

- Dipipet masing-masing 25 mL larutan dan dimasukkan ke erlenmeyer
- Ditambah 1 mL larutan fenol
- Ditambah 1 mL natrium nitroprusid
- ditambah 2,5 mL larutan pengoksidasi
- Ditutup erlenmeyer dengan plastik atau parafin film
- Dibiarkan 1 jam untuk pembentukan warna
- Dianalisis menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 640nm

Hasil

13. Pembuatan kurva standar nitrat

larutan induk nitrat 100 mg/L

- Dipipet 100 mL larutan ke dalam labu ukur 1000 mL
- Dipipet 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 4 mL, 8 mL, 10 mL larutan baku nitrat masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL, ditandabatkan
- Dilewatkan masing-masing ke kolom reduksi
- Dibuang 25 mL tampungan pertama
- Dipipet larutan standar 50 ml yang sudah direduksi ke dalam labu ukur 1000 mL
- Ditambah 2 ml larutan pewarna (100 mL H₃PO₄ 85%, 10g sulfanilamid, 1g NED), ditandabatkan
- Diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 543 nm.

Hasil

14. Pengukuran kadar nitrat dalam sampel air Sungai Lesti

Sampel air

- Diatur pH dari sampel air ledeng, air sumur, air baak antara 7 – 9 dengan menambahkan HCl dan NaOH
- Dipipet 25 mL sampel ke dalam labu ukur 100 mL
- Ditambah 75 mL larutan NH₄Cl-EDTA pekat, dikocok
- Dilewatkan larutan pada kolom reduksi dengan laju alir 7-10 mL/menit
- Dibuang 25 mL tampungan pertama, ditampung eluat berikutnya dengan erlenmeyer
- Diambil 50 mL eluat ke dalam erlenmeyer
- Ditambahkan 2 mL larutan pewarna, dikocok
- Diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer dengan panjang gelombang 543 nm

Hasil

15. Analisis nitrit

larutan baku nitrit 0,5 mg/L

- Dipipet 0 mL, 1 mL, 2 mL, 4 mL, 8 mL, 10 mL, dan 15 mL larutan baku nitrit masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL, ditandabatkan
- Ditambah 1 mL larutan sulfanilamida ke masing-masing labu ukur
- Dipipet sampel air
- Dikocok, didiamkan 2-8 menit
- Ditambah 1 mL NED, dikocok
- Dibiarkan 10 menit
- Diukur absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm

Hasil

16. Pengukuran pH

pH meter

- Dikalibrasi pH meter menggunakan aquades
- Dibersihkan dengan tisu secara perlahan pada ujung pH meter yang sudah dikalibrasi
- Dimasukkan pH meter kedalam sampel air dan tunggu beberapa menit sampai nilainya konstan
- Dicatat hasilnya

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan

a. Kadar Sedimen yang Terbaca Instrumen (dengan pengenceran)

Titik Sampling	Kadar Logam Kadmium (Cd) mg/kg		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Titik 1	0.006	0.007	0.008
Titik 2	0.008	0.007	0.007
Titik 3	0.005	0.006	0.004
Titik 4	0.006	0.006	0.007
Titik 5	0.008	0.008	0.006
Titik 6	0.019	0.017	0.016
Titik 7	0.009	0.009	0.009

b. Kadar Sebenarnya

Titik Sampling	Kadar Logam Kadmium (Cd) mg/kg		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Titik 1	0.150	0.175	0.200
Titik 2	0.200	0.175	0.175
Titik 3	0.125	0.150	0.100
Titik 4	0.150	0.150	0.175
Titik 5	0.200	0.200	0.150
Titik 6	0.475	0.425	0.400
Titik 7	0.225	0.225	0.225

$$K_s = (k.\text{instrumen} \times fp) / m. \text{ sampel}$$

$$AS1 = \frac{(0,006 \frac{mg}{L}) \times 10 \times 5 \times 10^{-3}}{(2 \times 10^{-3} kg)} = 0.150 \text{ mg/Kg}$$

$$AS2 = \frac{(0,007 \frac{mg}{L}) \times 10 \times 5 \times 10^{-3}}{(2 \times 10^{-3} kg)} = 0.175 \text{ mg/Kg}$$

$$AS3 = \frac{(0,008 \frac{mg}{L}) \times 10 \times 5 \times 10^{-3}}{(2 \times 10^{-3} kg)} = 0.200 \text{ mg/Kg}$$

$$BS1 = \frac{(0,008 \frac{mg}{L}) \times 10 \times 5 \times 10^{-3}}{(2 \times 10^{-3} kg)} = 0.200 \text{ mg/Kg}$$

$$BS2 = \frac{(0,007 \frac{mg}{L}) \times 10 \times 5 \times 10^{-3}}{(2 \times 10^{-3} kg)} = 0.175 \text{ mg/Kg}$$

$$BS3 = \frac{(0,007 \frac{mg}{L}) \times 10 \times 5 \times 10^{-3}}{(2 \times 10^{-3} kg)} = 0.175 \text{ mg/Kg}$$

$$CS1 = \frac{(0,005 \frac{mg}{L}) \times 10 \times 5 \times 10^{-3}}{(2 \times 10^{-3} kg)} = 0.125 \text{ mg/Kg}$$

$$CS2 = \frac{\left(0,006 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.150 \text{ mg/Kg}$$

$$CS3 = \frac{\left(0,004 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.100 \text{ mg/Kg}$$

$$DS1 = \frac{\left(0,006 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.150 \text{ mg/Kg}$$

$$DS2 = \frac{\left(0,006 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.150 \text{ mg/Kg}$$

$$DS3 = \frac{\left(0,007 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.175 \text{ mg/Kg}$$

$$ES1 = \frac{\left(0,008 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.200 \text{ mg/Kg}$$

$$ES2 = \frac{\left(0,008 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.200 \text{ mg/Kg}$$

$$ES3 = \frac{\left(0,006 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.150 \text{ mg/Kg}$$

$$FS1 = \frac{\left(0,019 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.475 \text{ mg/Kg}$$

$$FS2 = \frac{\left(0,017 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.425 \text{ mg/Kg}$$

$$FS3 = \frac{\left(0,016 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.400 \text{ mg/Kg}$$

$$GS1 = \frac{\left(0,009 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.225 \text{ mg/Kg}$$

$$GS2 = \frac{\left(0,009 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.225 \text{ mg/Kg}$$

$$GS3 = \frac{\left(0,009 \frac{mg}{L}\right) x 10 x 5 x 10^{-3}}{\left(2 x 10^{-3} kg\right)} = 0.225 \text{ mg/Kg}$$

Lampiran 3. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Kurva Standar Kadmium (Cd)

- a. Pembuatan larutan 1000 ppm menjadi 10 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 10 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

- b. Pembuatan larutan standar 0,02 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,02 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,02 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0,1 \text{ mL}$$

- c. Pembuatan larutan standar 0,04 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,04 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,04 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0,2 \text{ mL}$$

- d. Pembuatan larutan standar 0,1 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,1 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

- e. Pembuatan larutan standar 0,2 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,2 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

- f. Pembuatan larutan standar 0,4 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,4 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

2. Pembuatan HNO₃ 0,5 M

$$\text{Diketahui : } \rho \text{ HNO}_3 \text{ 65 \%} = 1,39 \text{ gr/cm}^3$$

$$= 1390 \text{ gr/L}$$

$$\text{Mr HNO}_3 = 63 \text{ gr/mol}$$

$$\text{HNO}_3 = \frac{65 \text{ gr HNO}_3}{100 \text{ gr Larutan}}$$

$$\frac{1390 \text{ gr}}{1 \text{ L}} = \frac{100 \text{ gr}}{V}$$

$$V = \frac{100 \text{ gr} \times 1 \text{ L}}{1390 \text{ gr}}$$

$$V = 0,0719 \text{ L}$$

$$n \text{ HNO}_3 = \frac{65 \text{ gr}}{63 \text{ gr/mol}}$$

$$n \text{ HNO}_3 = 1,0318 \text{ mol}$$

$$M \text{ HNO}_3 = \frac{n}{V}$$

$$M \text{ HNO}_3 = \frac{1,0318 \text{ mol}}{0,0719 \text{ L}}$$

$$M \text{ HNO}_3 = 14,3505 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$14,3505 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL}}{14,3505 \text{ M}}$$

$$V_1 = 17,42 \text{ mL}$$