

## PENGEMBANGAN METODE ANALISIS PARAMETER MINYAK DAN LEMAK PADA CONTOH UJI AIR

### *METHOD DEVELOPMENT ON OIL AND GREASE ANALYSIS IN WATER SAMPLE*

**Setyani Hardiana S. dan Aris Mukimin**

Balai Besar Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri

Jl. Ki Mangunsarkoro No 6, Semarang, 50136

Telp : (024) 8310216, Fax : (024) 8414811

Naskah diterima tanggal 10 Januari 2014, disetujui tanggal 3 Maret 2014

#### **ABSTRACT**

*Oils and grease are the parameters of industrial waste water and surface water that the maximum concentration is required. Infrared and gravimetric are two analysis of methods standards that are still used. The weakness of these methods is the use of solvents  $CCl_4$  (IR method) and the range concentration of analysis (gravimetric method) so important to do research into the use of other solvents and decrease the detection limit, particularly the gravimetric method. Solvent  $C_2Cl_4$  and S316 are recommended as the extraction solvent because they are relatively environmental friendly. Variation of the sample volume and extraction stages with n-hexane as a solvent made for the development of the gravimetric method so as to lower the detection limit below 10 mg/L. The type of oil is used as a sample i.e. the vegetable oil and mineral oil. Absorbance readings solvent  $C_2Cl_4$  and S316 showed a very high level of response is 18 mg / L ( $C_2Cl_4$ ) and 15 mg / L (S316) so it not recommended to be used for the analysis of oil with an infrared method. In the gravimetric method percent recovery obtained 92.28% (vegetable oil sample) and 99.25% (mineral oil sample) with the concentration samples of 0.9 mg / L and 0.88 mg / L. The percent recovery values obtained in 2000 mL sample volume and extraction techniques 4 stages with a detection limit of 0.5639 mg / L and 0.4736 mg / L so that the gravimetric method development is feasible to used for the analysis of samples of waste water and surface water.*

**Keywords:** Oil and grease, extraction, gravimetry, Infrared

#### **ABSTRAK**

Minyak dan lemak merupakan parameter yang konsentrasinya maksimumnya dipersyaratkan untuk air limbah industri dan air permukaan. Analisis infra merah dan gravimetri adalah dua metode standar yang hingga saat ini digunakan. Kelemahan metode-metode tersebut yaitu penggunaan pelarut  $CCl_4$  (metode IR) dan daerah konsentrasi analisis yang besar (metode gravimetri) sehingga penting dilakukan penelitian penggunaan pelarut lain dan penurunan limit deteksi, khususnya metode gravimetri. Pelarut  $C_2Cl_4$  dan S316 digunakan sebagai pelarut ekstraksi pada metode IR karena tergolong pelarut yang masih direkomendasikan untuk penggunaannya. Variasi volume sampel dan tahapan ekstraksi dengan n-heksan sebagai pelarut dilakukan untuk pengembangan metode gravimetri sehingga mampu menurunkan limit deteksi di bawah 10 mg/L. Jenis minyak yang digunakan sebagai sampel yaitu minyak nabati dan minyak mineral. Pada pembacaan absorbansi pelarut  $C_2Cl_4$  dan S316 menunjukkan level respon yang sangat tinggi yaitu 18 mg/L ( $C_2Cl_4$ ) dan 15 mg/L (S316) sehingga tidak bisa digunakan untuk analisis minyak dengan metode infra merah. Pada metode gravimetri diperoleh persen *recovery* 92,28% (sampel minyak nabati) dan 99,25% (sampel minyak mineral) dengan konsentrasi analit sebesar 0,9 mg/L dan 0,88 mg/L. Nilai persen *recovery* tersebut diperoleh pada volume sampel 2000 mL dan teknik ekstraksi 4 tahap dengan limit deteksi 0,5639 mg/L dan 0,4736 mg/L sehingga pengembangan metode gravimetri ini layak digunakan untuk analisis sampel air limbah dan air permukaan.

**Kata kunci:** Minyak dan Lemak, Ekstraksi, gravimetri, Infrared

#### **PENDAHULUAN**

Minyak dan Lemak merupakan salah satu senyawa yang dapat menyebabkan terjadinya pencemaran di suatu perairan sehingga konsentrasinya harus dibatasi.

Minyak mempunyai berat jenis lebih kecil dari air sehingga akan membentuk lapisan tipis di permukaan air. Kondisi ini dapat mengurangi konsentrasi oksigen terlarut dalam air karena fiksasi oksigen bebas menjadi terhambat. Minyak yang menutupi permukaan air juga akan

menghalangi penetrasi sinar matahari ke dalam air sehingga mengganggu ketidakseimbangan rantai makanan. Minyak dan lemak merupakan bahan organik bersifat tetap dan sukar diuraikan bakteri (Andreozzi dkk, 2000; Atlas dkk, 1992).

Peningkatan konsentrasi minyak dan lemak di Jawa Tengah telah teridentifikasi, salah satunya di Sungai Bengawan Solo. Hasil pemantauan tahun 2010 di sampel air sungai tersebut menunjukkan konsentrasi minyak dan lemak pada kisaran 2,6 – 8,6 mg/L. Bila dibandingkan dengan baku air sungai (1 mg/L) maka telah melampaui. Ridho (2010) menyatakan bahwa pencemaran air sungai tersebut disebabkan oleh pembuangan air limbah penduduk dan industri yang berada di sekitarnya.

Baku mutu yang mengatur batasan maksimal konsentrasi minyak dan lemak yang diperbolehkan untuk air limbah salah satunya ditetapkan dalam Perda Provinsi Jawa Tengah no. 5 tahun 2012. Kisaran konsentrasi yang disyaratkan adalah 2 – 25 mg/L. Baku mutu Kepmen LH No.51 tahun 2004 juga telah menetapkan konsentrasi maksimum untuk air permukaan dan laut. Konsentrasi maksimal yang dibolehkan lebih kecil dari effluent air limbah industri yaitu 1mg/L. Perairan lain seperti air laut pada perairan pelabuhan dipersyaratkan mempunyai konsentrasi minyak dan lemak maximum sebesar 5 mg/L.

Berdasarkan fakta tersebut, maka ketersediaan metode uji minyak dan lemak yang sesuai dengan batasan konsentrasi tersebut penting untuk dilakukan. Saat ini, terdapat dua metode uji standar yang telah digunakan untuk penentuan konsentrasi minyak dan lemak yaitu metode infra merah (APHA SM: 5520 C) dan metode gravimetri (APHA SM: 5520 B dan SNI 06-6989.10-2011). Metode Infra merah dilakukan dengan menggunakan pelarut  $CCl_4$  yang kemudian diukur dengan oil content meter. Jenis pelarut ini sudah dilarang karena sangat berbahaya untuk kesehatan (Recknagel dkk, 1989; Simeonava dkk, 2001). Sedangkan metode gravimetri dalam SNI 06-6989.10-2011 digunakan untuk penentuan minyak dan lemak dengan konsentrasi diatas 5 mg/L. Berdasarkan hal tersebut perlu dilakukan pengembangan metode yaitu dengan penggantian solven yang lebih ramah lingkungan untuk metode FTIR dan pengembangan teknik analisa metode gravimetri sehingga diperoleh daerah analisis pada konsentrasi di kisaran 1 mg/L.

## METODE PENELITIAN

### Bahan

$C_2Cl_4$  (karbon tetraklorida), S316 (poliklorofluoroetan),  $Na_2SO_4$  anhidrat, n-Heksan, Minyak, Solar, Aquades, HCl

### Alat

*Oil content Meter POC 100*, corong pisah, erlenmeyer, corong kaca, kertas saring, labu ukur, waterbath, pipet ukur, oven, beaker glass, kertas saring kasar, timbangan, desikator

### Prosedur

Analisis kandungan minyak dan lemak dilakukan dengan dua metode yaitu metode IR dan Gravimetri.

#### 1) Metode FTIR

Pelarut  $C_2Cl_4$  & S316 diukur pada serapan IR dengan *Oil Content Meter POC 100*, kemudian sampel yang mengandung minyak sebanyak 250 mL dimasukkan ke dalam corong pisah dan diekstrak menggunakan pelarut  $C_2Cl_4$  dan S316 sebanyak 50 mL, dan didiamkan. Setelah terbentuk dua lapisan pelarut, ekstrak disaring menggunakan kertas saring yang berisi  $Na_2SO_4$  sebanyak 10 gram pelarut ekstrak dibaca pada *Oil Content Meter POC 100*

#### 2) Metode Gravimetri

Analisis minyak dengan menggunakan metode gravimetri dilakukan dalam beberapa variasi berdasarkan tingkat ekstrak dan volume sampel. Selain itu, jenis minyak juga menjadi bagian yang diinvestigasi pengaruhnya terhadap kualitas metode.

### Tingkat Ekstraksi I Tahap

Sampel sebanyak 500 mL yang berisi minyak nabati 2,1 mg diasamkan dengan menambahkan HCl 1 : 1 hingga pH lebih kecil dari 2, kemudian di ekstrak dengan n-heksan sebanyak 100 mL selama 2 menit. Biarkan lapisan air dan n-heksan memisah. Fase air dipisahkan kedalam erlenmeyer, sedangkan lapisan fase n-heksan dilewatkan kertas saring yang berisi 10 gram  $Na_2SO_4$  anhidrat dan ditampung dalam labu destilasi yang telah diketahui beratnya ( $W_0$ ). Lapisan fase n-heksan didestilasi dengan penangas air pada suhu  $70^\circ C$ . Saat terlihat kondensasi pelarut terhenti, destilasi dihentikan. Dinginkan dan keringkan labu destilasi pada oven dengan suhu  $70^\circ C \pm 2^\circ C$  selama 30-45 menit. Labu destilasi dimasukkan kedalam desikator selama 30 menit dan ditimbang labu destilasi sampai didapat berat tetap ( $W_1$ ). Kadar minyak dan lemak dihitung.

### **Tingkat Ekstraksi II Tahap**

Sampel sebanyak 500 mL yang berisi minyak nabati 2,1 mg diasamkan dengan menambahkan HCl 1 : 1 hingga pH lebih kecil dari 2. Tambahkan n-heksana sebanyak 50 mL kedalam corong pisah, yang berisi contoh uji sebanyak 250 mL kemudian dikocok kuat selama 2 menit. Setelah didiamkan dan terpisah, fase air dipisahkan kedalam erlenmeyer, sedangkan lapisan fase n-heksan dilewatkan ke kertas saring yang berisi 10 gram  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat dan ditampung dalam labu destilasi yang telah diketahui beratnya ( $W_0$ ). Masukkan kembali sampel sisa kedalam corong pisah untuk diekstraksi kembali dengan 50 mL n-heksan. Ekstraksi dilakukan 2 kali dengan masing – masing menggunakan n – heksan sebanyak 50 mL. Gabungkan ekstrak dalam labu destilasi dan lakukan destilasi dengan penangas air pada suhu  $70^\circ\text{C}$ . Saat terlihat kondensasi pelarut terhenti, hentikan destilasi, dinginkan dan keringkan labu destilasi dengan oven pada suhu  $70^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  selama 30-45 menit. Labu destilasi dimasukkan kedalam desikator selama 30 menit dan ditimbang sampai didapat berat tetap ( $W_1$ ). Kadar minyak dan lemak dihitung. Lakukan langkah yang sama untuk volume sampel 1000 mL dengan contoh uji dibuat 500 mL.

### **Tingkat Ekstraksi IV Tahap**

Sampel sebanyak 500 mL yang berisi minyak nabati 2,1 mg diasamkan dengan menambahkan HCl 1 : 1 hingga pH lebih kecil dari 2. Tambahkan n-heksan sebanyak 25 mL kedalam corong pisah yang berisi contoh uji sebanyak 125 mL. Dikocok dengan kuat selama 2 menit kemudian didiamkan. Setelah memisah, fase air dipindahkan kedalam gelas piala, sedangkan lapisan fase n-heksan dilewatkan kertas saring yang berisi 10 gram  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat dan ditampung dalam labu destilasi yang telah diketahui beratnya ( $W_0$ ). Masukkan kembali sampel sebanyak 125 mL kedalam corong pisah untuk diekstraksi kembali dan ulangi tahapan ekstraksi hingga pemisahan. Ulangi langkah tersebut hingga volume total contoh uji yang terekstraksi menjadi 500 mL (4 kali ekstraksi) dengan menggunakan n – heksan masing – masing sebanyak 25 mL. Gabungkan ekstrak dalam labu destilasi dan lakukan destilasi dengan penangas air pada suhu  $70^\circ\text{C}$ . Saat terlihat kondensasi pelarut terhenti, destilasi dihentikan. Dinginkan dan keringkan labu destilasi pada oven dengan suhu  $70^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  selama 30-45 menit. Labu destilasi dimasukkan kedalam desikator selama 30 menit dan ditimbang sampai didapat berat tetap ( $W_1$ ). Kadar minyak dan lemak dihitung. Ulangi

langkah keseluruhan 4 tahap untuk volume sampel 1000 mL dengan volume contoh uji dibuat 250 mL dan untuk volume sampel 2000 mL dengan contoh uji dibuat 500 mL.

### **Tingkat Ekstraksi VIII Tahap**

Sejumlah variasi volume sampel sebanyak 1000 mL yang berisi minyak nabati 2,1 mg diasamkan dengan menambahkan HCl 1 : 1 hingga pH lebih kecil dari 2. Tambahkan n-heksana sebanyak 12,5 mL kedalam corong pisah yang berisi contoh uji sebanyak 125 mL. Kocok kuat selama selama 2 menit, diamkan dan fase air pisahkan kedalam erlenmeyer atau gelas piala, sedangkan lapisan fase n-heksan dilewatkan kertas saring yang berisi 10 gram  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat dan ditampung dalam labu destilasi yang telah diketahui beratnya ( $W_0$ ). Masukkan kembali sampel sebanyak 125 mL kedalam corong pisah untuk diekstraksi kembali. Ulangi tahapan ekstraksi hingga tahap pemisahan. Ulangi langkah tersebut hingga didapatkan volume total yang terekstraksi sebanyak 1000 mL (8 tahap ekstraksi) dengan menggunakan n-heksan masing – masing sebanyak 12,5 mL. Gabungkan ekstrak dalam labu destilasi dan lakukan destilasi dengan penangas air pada suhu  $70^\circ\text{C}$ . Saat terlihat kondensasi pelarut terhenti, hentikan destilasi, dinginkan dan keringkan labu destilasi pada oven dengan suhu  $70^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  selama 30 -45 menit. Labu destilasi dimasukkan kedalam desikator selama 30 menit dan ditimbang sampai didapat berat tetap ( $W_1$ ). Kadar minyak dan lemak dihitung. Ulangi langkah keseluruhan untuk sampel dengan volume 2000 mL dengan contoh uji dibuat 250 mL.

### **Tingkat Ekstraksi XVI Tahap**

Sampel sebanyak 2000 mL yang berisi minyak nabati 2,1 mg diasamkan dengan menambahkan HCl 1 : 1 hingga pH lebih kecil dari 2 (bilas elektroda pH dengan n-heksan). Tambahkan n-heksan sebanyak 6,25 mL kedalam corong pisah yang didalamnya terdapat 125 ml contoh uji. Kocok dengan kuat selama 2 menit. diamkan kemudian pisahkan fase air kedalam erlenmeyer atau gelas piala, sedangkan lapisan fase n-heksan ditampung dalam labu destilasi yang telah diketahui beratnya ( $W_0$ ). Masukkan kembali sampel sebanyak 125 mL kedalam corong pisah untuk diekstraksi kembali. Ulangi langkah tahapan ekstraksi hingga tahap pemisahan. Kemudian ulangi langkah tersebut hingga volume total contoh uji yang terekstraksi menjadi 2000 mL (16 kali ekstraksi) dengan menggunakan n-heksan masing – masing sebanyak 6,25 mL. Gabungkan ekstrak dalam labu destilasi dan

lakukan destilasi dengan penangas air pada suhu 70°C. Saat terlihat kondensasi pelarut terhenti, hentikan destilasi, dinginkan dan keringkan labu destilasi pada oven dengan suhu 70°C ± 2 °C selama 30 -45 menit. Labu destilasi dimasukan kedalam desikator selama 30 menit dan ditimbang sampai didapat berat tetap ( $W_1$ ). Kadar minyak dan lemak dihitung.

Perlakuan yang sama dilakukan untuk pengujian sampel yang mengandung minyak mineral sejumlah 2,0 mg pada masing – masing sampel.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Metode FTIR

Analisis minyak dan lemak dengan metode FTIR telah dilakukan dengan jenis pelarut  $C_2Cl_4$  dan S316. Kedua pelarut ini dipilih dengan pertimbangan bahwa tidak terdapat ikatan C-H yang merupakan ciri utama senyawa minyak dan lemak. Hasil pembacaan pelarut  $C_2Cl_4$  dan S316 pada FTIR jenis instrumen *Oil Content Meter POC 100* sebagaimana disajikan pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil Pembacaan Pelarut pada POC 100

No	Pelarut	Konsentrasi (mg/L)
1.	$C_2Cl_4$	18
2.	S316 ( $C_2CF_3$ )	15

Berdasarkan tabel 1 pelarut  $C_2Cl_4$  murni telah terbaca konsentrasinya sebesar 18 ppm. Tingginya serapan pelarut  $C_2Cl_4$  dimungkinkan karena adanya vibrasi di daerah panjang gelombang 3100 nm. Panjang gelombang di posisi ini merupakan vibrasi ikatan C-H (Ohno dkk, 2005). Sementara itu, Man dkk (1954) menyatakan bahwa etilen terhalogenasi mempunyai daerah vibrasi 3000 nm – 5200 nm. Kesamaan daerah vibrasi ini menjadi sebab tingginya absorbansi IR oleh pelarut  $C_2Cl_4$  ketika diukur dengan instrumen oil content meter.

Hasil pengukuran pelarut S316 juga sama yaitu sebesar 15 ppm. Nilai konsentrasi ini bisa menjadi indikator yang sama sebagaimana pelarut  $C_2Cl_4$  yaitu terjadinya vibrasi dari ikatan rangkap yang berada di panjang gelombang sama dengan vibrasi ikatan hidrokarbon. Fenomena ini dikuatkan oleh data penelitian Mann dkk tahun 1954 yang menyatakan bahwa tetrafluoroetilen mempunyai daerah vibrasi 2200 nm – 5200 nm. Hasil respon serapan ini menjadi bukti bahwa kedua jenis pelarut tersebut ( $C_2Cl_4$  dan S316)

tidak dapat digunakan dalam analisis minyak dengan metode infra merah.

### Metode Gravimetri

Metode gravimetri dengan variasi jumlah tahap ekstraksi dan volume sampel dilakukan untuk minyak nabati dan minyak mineral. Untuk analisa minyak dan lemak biasanya menggunakan pelarut n – heksan, ether atau kloroform (Rahma, 2011). Penelitian ini menggunakan pelarut n–heksan karena mempunyai koefisien distribusi yang besar dan selektifitas yang tinggi. Berat minyak nabati 2,1 gram dan minyak solar 2,0 gram diencerkan kedalam 500 mL, 1000 mL, dan 2000 mL aquades. Data hasil pengamatan konsentrasi minyak pada berbagai variasi tahap ekstraksi dan volume sampel disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Analisa Minyak Nabati dengan Metode Gravimetri

Vs sampel Pelarut	500 mL	1000 mL	2000mL
<b>100</b>	5,3 mg	-	-
<b>1</b>			
<b>2</b>	5,8 mg	-	-
<b>50x2</b>			
<b>1</b>	4,7 mg	1,7 mg	-
<b>2</b>	4,0 mg	1,6 mg	-
<b>25x4</b>			
<b>1</b>	3,4 mg	3,5 mg	2,0 mg
<b>2</b>	3,9 mg	3,7 mg	1,9 mg
<b>12,5x8</b>			
<b>1</b>	-	2,5 mg	2,7 mg
<b>2</b>	-	2,4 mg	2,5 mg
<b>6,25x16</b>			
<b>1</b>	-	-	1,3 mg
<b>2</b>	-	-	1,3 mg

Berdasarkan Tabel 2., nilai *recovery* yang mendekati nilai benar didapatkan pada hasil analisis volume 2000 mL dengan tahapan ekstraksi 4 kali yaitu 2,0 mg dan 1,9 mg. Nilai *recovery* rata – rata hasil tersebut sebesar 92,85%.

Berdasarkan data hasil analisis pada tabel 3.2, khususnya untuk volume 2000 mL dengan tahapan ekstraksi 4 kali jika ditinjau dari aspek konsentrasi maka diperoleh nilai kandungan minyak dalam sampel sebesar 1 mg/L dan 0,95 mg/L untuk pengulangan 1 dan pengulangan 2 atau 0,975 mg/L hasil rata – ratanya.

**Tabel 3.** Hasil Analisa minyak Solar dengan Metode gravimetri

V samp	500 mL	1000 mL	2000mL
<b>Pelarut</b>			
<b>100</b>			
1	4,9 mg	-	-
2	4,5 mg	-	-
<b>50x2</b>			
1	5,6 mg	3,0 mg	-
2	7,0 mg	3,5 mg	-
<b>25x4</b>			
1	4,1 mg	3,5 mg	1,9 mg
2	3,7 mg	3,0 mg	1,8 mg
<b>12,5x 8</b>			
1	-	2,8 mg	2,7 mg
2	-	3,0 mg	1,9 mg
<b>6,25 x16</b>			
1	-	-	1,1 mg
2	-	-	0,7 mg

Berdasarkan hasil pengukuran di tabel 3, maka untuk analisa minyak mineral dalam volume 2000 mL dengan tahapan ekstraksi 4 kali mempunyai *recovery* yang terbaik atau mendekati nilai benar, yaitu 1,9 mg dan 1,8 mg untuk pengulangan 1 dan 2. Tahapan ekstraksi pada metode tersebut sebanyak 4 kali. Hasil ini memiliki kecenderungan yang sama dengan hasil analisis untuk minyak nabati. Rata – rata persen *recovery* yang dihasilkan sebesar 92,5%.

Konsentrasi sampel dengan nilai *recovery* di atas relatif cukup rendah, yaitu 0,975 mg/L untuk minyak nabati dan 0,925 mg/L untuk minyak mineral. Nilai konsentrasi tersebut lebih rendah dari konsentrasi maksimal dibeberepa baku mutu perairan (sungai dan laut). Berdasarkan hasil pengukuran dan data perhitungan *recovery* metode ini berpotensi digunakan untuk menganalisa contoh perairan dan juga industri.

Nilai persen *recovery* yang relatif akurat ketika ekstraksi dilakukan dengan 4 tahap ekstraksi dan volume sampel 2000 mL baik untuk minyak nabati maupun mineral sangatlah menarik. Fakta pengukuran ini bisa difahami oleh faktor efektivitas kontak antara pelarut pengeksrak dengan analit minyak. Meningkatnya jumlah tahapan ekstraksi berarti menurunkan rasio volume antara pelarut dengan analit. namun disisi lain, memperbesar frekuensi kontak yang didorong oleh gaya fisik ekstraksi. Relativitas kedua faktor tersebut optimal diperoleh pada teknik ekstraksi 4 tahap dengan volume sampel 2000 mL.

### Jaminan Mutu

Jaminan mutu metode gravimetri ditentukan dengan uji akurasi dan presisi (Harmita,2004). Akurasi metode diperoleh melalui perhitungan persen *recovery*. Adapun presisi didapatkan dengan melakukan pengulangan uji sampel sebanyak 7 kali. Teknik ekstraksi dan volume sampel yang dipilih adalah 4 tahap dengan volume sampel 2000 mL. Hal ini didasarkan pada nilai *recovery* terbaik yang dihasilkan. Data pengulangan sampel minyak nabati dan minyak mineral disajikan pada tabel 4 dan tabel 5.

**Tabel 4.** Repeatibilitas hasil analisis minyak nabati

Pengulangan	Hasil Analisis (mg)
1	2,2
2	2
3	1,8
4	1,7
5	1,8
6	2,1
7	2
jumlah total	13,6
Rata - rata	1,9429
SD	0,1813
%RSD	9,3198

**Tabel 5.** Repeatibilitas hasil analisis minyak mineral

Pengulangan	Hasil Analisa (mg)
1	1,8
2	1,7
3	1,9
4	1,6
5	1,6
6	1,7
7	2
jumlah total	12,3
Rata – rata	1,7571
SD	0,1512
RSD	8,6041

Berdasarkan data Tabel 4 maupun Tabel 5 diketahui bahwa nilai *recovery* masing-masing adalah 92,38% dan 88%. Perbedaan nilai *recovery* tersebut menunjukkan tingkat kestabilan yang berbeda antar kedua sampel. Sifat minyak nabati yang cenderung lebih stabil secara fisik dapat menjadi faktor lebih tingginya nilai *recovery* dibanding minyak mineral.

Nilai presisi diketahui dari persen RSD untuk kedua sampel. Berdasar data tabel di atas maka didapat persen RSD 9,3198% untuk sampel minyak nabati dan 8,6041% untuk sampel minyak mineral. Jika dibandingkan dengan Tabel Horwitz maka persen RSD tersebut lebih kecil, dimana untuk konsentrasi 1 mg/L nilai maksimal yang diperbolehkan sebesar 10,72%.

Persen RSD sampel minyak nabati yang tidak sama dengan sampel minyak mineral menunjukkan perbedaan sifat konsistensi matrik dari keduanya. Nilai persen RSD minyak nabati yang lebih tinggi merupakan indikator sulitnya menjaga konsistensi jumlah analit dalam tahapan analisa. Sifat viskositas minyak nabati yang lebih besar menjadi faktor kesulitan dalam keseragaman analit.

Berdasarkan nilai akurasi dan presisi yang diperoleh maka validitas pengembangan metode gravimetri telah terbukti. Nilai akurasi yang relatif besar dan persen RSD yang lebih kecil dari tabel Horwitz menguatkan bahwa metode pengembangan ini mempunyai jaminan mutu analisis yang valid untuk digunakan pada pengukuran minyak dengan konsentrasi rendah (1 mg/L)

Batas deteksi jumlah analit yang masih dapat dideteksi dan tetap memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko menjadi bagian investigasi yang dilakukan. Kuantitas analit terkait hal ini diperoleh pada berat 1,1278 mg untuk minyak nabati dan 0,9472 mg untuk minyak mineral. Nilai massa tersebut jika dikonversikan berdasarkan volume sampel maka diperoleh konsentrasi sampel minyak sebesar 0,5639 mg/L dan 0,4736 mg/L. Fakta hasil uji ini semakin memperbesar pertimbangan penggunaan metode gravimetri dengan tehnik ekstraksi 4 tahap dan volume sampel 2000 mL.

## KESIMPULAN

Pelarut  $C_2Cl_4$  dan S316 tidak dapat menggantikan  $CCl_4$  dalam analisis minyak dan lemak dengan metode infra merah. Respon pembacaan kedua pelarut tersebut pada alat *Oil Content Meter POC 100* mencapai 18 ppm dan 15 ppm. Metode gravimetri dengan tingkat ekstraksi 4 tahap dan volume sampel 2000 mL dapat menghasilkan recovery 92,85% untuk sampel minyak nabati dan 99,25% untuk sampel minyak mineral. Selain itu presisi pengembangan metode uji ini memenuhi keberterimaan karena pada konsentrasi 1 mg/L di dapatkan persen RSD sebesar 9,32 % dan 8,60%. Tabel horwitz untuk konsentrasi tersebut sebesar 10,72%. Limit deteksi yang didapatkan juga rendah, yaitu 0,5639 mg/L

(minyak nabati) dan 0,4736 mg/L (minyak mineral).

## DAFTAR PUSTAKA

- Andreozzi, R., Caprio, V., Insola, A., Maritta, R., Sanchirico, R., 2000, Advanced oxidation processes for the treatment of mineral oil-contaminated wastewater, *Water Resource* 34, No.2, 620-628
- Atlas, R.M., Bartha, R., 1992, Hydrocarbon biodegradation and oil spill bioremediation, *Advances in Microbial Ecology* 12, 287-338
- Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya, Departemen Farmasi UI, Jakarta
- Mardika.Siti Fauziah, 2012, *Ekstraksi caircair*, <http://sitifauziahmardika.blogspot.com> (diakses tanggal 25 Mei 2014)
- Mann, D.E., Ecquista, N., Plylen, E.K., 1954, Vibrational spectra of tetrafluoroethylene and tetrachloroethylene, *Journal of Research of The National Bureau Standards* 52, 67-72
- Netti, H., Ginting, M.H.S., 2002, Lemak dan Minyak, Fakultas Teknik USU, Sumatra Utara
- Ohno, K., Okimura, M., Akai, N., 2005, The effect of cooperative hydrogen bonding on the OH stretching-bond shift for water clusters studied matrix-isolation infrared spectroscopy and density furetime, *Physical Chemistry* 16, 3005-3014
- Rahma, 2011, Analisis minyak dan lemak, <http://Rahmaalchemist.blogspot.com> (diakses pada tanggal 8 Juni 2014)
- Recknagel, R.O., Glender Jr, E.A., Dolak, J.A., Waller, R.L., 1989, Mechanisms of carbon tetrachloride toxicity, *Pharmacology & Therapeutic* 43, 139-154
- Rice, E.W., Baird, R.B., Eaton, A.D., Clesceri, L.S., 1012, *Standard Methods For The Examination Of Water And Wastewater*, 22nd, American Public Health Association, APHA Washington
- Ridho, M.R., 2010, Pencemaran di Sungai Bengawan Solo antara Solo dan Sragen Jawa Tengah, <http://eprints.unsri.ac.id/1671/> (diakses pada tanggal 15 Mei 2014)
- Sieonova, P.P., Callveci, R.M., Hulderman, T., Wilson, R., Komonineral, C., Rao, M., Luster, M.I., 2001, The role of tumor recrosis factor- $\alpha$  in liver toxicity, inflammation, and fibrosis induced by carbon tetrachloride, *Toxicity and Applied Pharmacology* 177, 112-120