

**LAPORAN TUGAS AKHIR**  
**VALIDASI METODE UJI KADAR NITRIT (NO<sub>2</sub>-N) DAN**  
**AMONIAK (NH<sub>3</sub>-N) PADA AIR SUNGAI DENGAN**  
**SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS DI BALAI RISET DAN**  
**STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh**  
**derajat Ahli Madya Sains (A.Md. Si) Analis Kimia Program D**  
**III Analisis Kimia**



**Disusun oleh :**

**Amela Dinda Pradekta**

**NIM: 15231047**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA**  
**YOGYAKARTA**

**2018**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VALIDASI METODE UJI KADAR NITRIT (NO<sub>2</sub>-N) DAN  
AMONIAK (NH<sub>3</sub>-N) PADA AIR SUNGAI DENGAN  
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS DI BALAI RISET DAN  
STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG**

**VALIDATION METHODS OF NITRITE (NO<sub>2</sub>-N) AND  
AMMONIA (NH<sub>3</sub>-N) IN RIVER WATER BY UV-VISIBLE  
SPECTROFOTOMETRY AT BALAI RISET DAN  
STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG**



**Disusun oleh :**

**Amela Dinda Pradekta**

**NIM: 15231047**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
YOGYAKARTA**

**2018**

**HALAMAN PENGESAHAN  
LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VALIDASI METODE UJI KADAR NITRIT ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) DAN  
AMONIAK ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ) PADA AIR SUNGAI DENGAN  
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS DI BALAI RISET DAN  
STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Amela Dinda Pradekta**  
**NIM: 15231047**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan  
Program Studi D III Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
pada Seminar Terbuka tanggal 23 Mei 2018


Menyetujui,

**Ketua Program Studi  
D III Analisis Kimia**

**Pembimbing**



**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si**  
**NIK: 132311102**



**Prof. Riyanto, Ph.D**  
**NIK: 00612010**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE UJI KADAR NITRIT ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) DAN AMONIAK ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ) PADA AIR SUNGAI DENGAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS DI BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Amela Dinda Pradekta  
NIM : 15231047

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 17 Juli 2018

SUSUNAN TIM PENGUJI

Pembimbing/Penguji



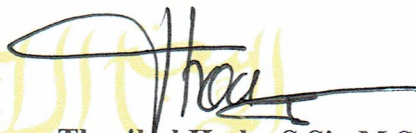
Prof. Riyanto, Ph.D  
NIK: 006120101

Penguji I



Puji Kurniawati, M.Sc  
NIK: 132311103

Penguji II



Thorikul Huda, S.Si., M.Sc  
NIK: 052316003



Mengetahui,  
Dekan Fakultas MIPA UII

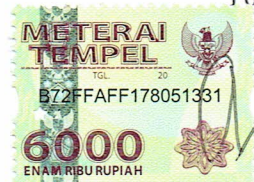



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.  
NIK: 006120101

## HALAMAN PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa laporan praktik kerja lapangan ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk publikasi sebelumnya dan laporan ini adalah hasil kerja saya selama melakukan praktik kerja lapangan, kecuali ada beberapa kutipan dan ringkasan yang masing-masing telah disebutkan sumbernya.

Yogyakarta, 17 Juli 2018



  
Amela Dinda Pradekta

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, sholawat serta salam senantiasa tercurah kepada Nabi Agung Muhammad SAW dan para sahabat yang senantiasa istiqomah menjalankan agama-Nya. Berkat rahmat dan pertolongan Allah SWT penulis dapat menyelesaikan Proposal Tugas Akhir yang berjudul “Validasi Metode Uji Kadar Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) dan Amoniak ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ) pada Air Sungai dengan Spektrofotometri UV-Vis” yang dilakukan di Balai Riset dan Standardisasi Industri Palembang. Laporan praktik kerja lapangan ini dibuat dalam rangka memenuhi mata kuliah yang mana sebagai syarat untuk mendapatkan gelar A.Md.Si dan sebagai pertanggungjawaban atas kegiatan PKL di Baristand Industri Palembang

Dalam penulisan laporan ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu dalam Kegiatan PKL dan pembuatan proposal tugas akhir ini. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Ketua Prodi Program Studi DIII Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Si.
2. Dosen Pembimbing PKL Bapak Prof. Riyanto, Ph.D.
3. Pimpinan Baristand Industri Palembang Ibu Qury Siti Mirah Pergiwati S, AT.MT.
4. Kepala Seksi Program dan Pengembangan Kompetensi Balai Riset dan Standardisasi Industri Palembang Bapak Hazairin Fauzi, ST.
5. Kepala Seksi Standardisasi dan Sertifikasi Ibu Eli Yulita, S.Si., M.Si.
6. Pengarah Mahasiswa Praktik Kerja Lapangan Ibu Nesi Susilawati, ST., MT.
7. Bapak dan Ibu Penyelia dan Analis di Laboratorium Baristand Industri Palembang.
8. Orang tua dan saudara penulis yang selalu memberikan doa dan semangat kepada penulis.

9. Teman-teman D III Analisis Kimia yang telah banyak membantu.

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh sebab itu, penulis mengharapkan arahan, bimbingan, kritik dan saran yang membangun demi terciptanya laporan yang lebih baik untuk kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat untuk kedepannya bagi pihak-pihak yang terkait khususnya bagi penulis sendiri.

Yogyakarta, 17 Juli 2018

Amela Dinda Pradekta

## DAFTAR ISI

HALAMAN LUAR .....	i
HALAMAN JUDUL.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN .....	v
KATA PENGANTAR .....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
INTISARI.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian .....	2
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
BAB II DASAR TEORI .....	4
2.1 Profil Instansi .....	4
2.1.1 Sejarah Singkat.....	4
2.1.2 Tugas Pokok dan Fungsi .....	4
2.2 Air Sungai .....	5
2.3 Nitrit .....	8
2.3.1 Sifat Nitrit .....	9
2.3.2 Bahaya Nitrit .....	9
2.4 Amoniak.....	10
2.4.1 Sifat Amoniak .....	11
2.4.2 Bahaya Amoniak.....	11
2.5 Spektrofotometer UV-Vis .....	12

2.5.1 Prinsip Kerja Spektrofotometer UV-Vis.....	12
2.5.2 Hukum Lambert-Beer.....	13
2.5.3 Skema Alat Spektrofotometer UV-Vis .....	14
2.6 Validasi dan Verifikasi.....	15
2.6.1 Linieritas .....	15
2.6.2 Presisi.....	16
2.6.3 Akurasi .....	16
2.6.4 Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantitatif (LOQ).....	17
2.7 Estimasi Ketidakpastian.....	18
<b>BAB III METODOLOGI.....</b>	<b>19</b>
3.1 Alat.....	19
3.2 Bahan.....	19
3.3 Prosedur Kerja.....	19
3.3.1 Penentuan Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ).....	19
3.3.2 Penentuan Amoniak ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ).....	21
<b>BAB IV PEMBAHASAN.....</b>	<b>23</b>
4.1 Kadar Nitrit dan Amoniak pada Air Sungai.....	23
4.2 Kurva Kalibrasi Standar .....	23
4.2.1 Nitrit .....	23
4.2.2 Amoniak .....	25
4.3 Penentuan Presisi.....	26
4.3.1 Nitrit .....	26
4.3.2 Amoniak .....	28
4.4 Penentuan Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantitatif (LOQ) .....	29
4.4.1 Nitrit .....	29
4.4.2 Amoniak .....	31
4.5 Penentuan Akurasi.....	31
4.5.1 Nitrit .....	31
4.5.2 Amoniak .....	32
4.6 Estimasi Ketidakpastian .....	33

4.6.1 Nitrit .....	33
4.6.2 Amoniak .....	36
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>38</b>
5.1 Kesimpulan.....	38
5.2 Saran.....	38
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>39</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Rumus Struktur Nitrit ( $\text{NO}_2$ ).....	9
Gambar 2.2	Rumus Struktur Amoniak ( $\text{NH}_3$ ).....	10
Gambar 2.3	Skema Alat Spektrofotometer UV-Vis .....	14
Gambar 4.1	Kurva Kalibrasi Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) .....	24
Gambar 4.2	Kurva Kalibrasi Amoniak ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ) .....	26
Gambar 4.3	Reaksi Pembentukan Zat Warna Nitrit .....	27
Gambar 4.4	Reaksi Pembentukan Biru Indofenol .....	28
Gambar 4.5	Diagram Tulang Ikan Nitrit.....	34
Gambar 4.6	Diagram Tulang Ikan Amoniak .....	36

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Klasifikasi Air .....	6
Tabel 2.2	Kriteria Mutu Air Berdasarkan Kelas .....	7
Tabel 2.3	Sifat Fisika Amoniak .....	11
Tabel 2.4	Tingkat Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit.....	16
Tabel 4.1	Kurva Kalibrasi Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) .....	24
Tabel 4.2	Kurva Kalibrasi Amoniak ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ) .....	25
Tabel 4.3	Penentuan Presisi Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ).....	27
Tabel 4.4	Penentuan Presisi Amoniak ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ).....	29
Tabel 4.5	Penentuan Limit Deteksi Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) .....	30
Tabel 4.6	Penentuan Limit Deteksi Amoniak ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ).....	31
Tabel 4.7	Penentuan Akurasi Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ).....	32
Tabel 4.8	Penentuan Akurasi Amoniak ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ).....	33
Tabel 4.9	Sumber Estimasi Ketidakpastian Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ).....	35
Tabel 4.10	Sumber Estimasi Ketidakpastian Amoniak ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ).....	37

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Perhitungan Pembuatan Larutan Nitrit .....	42
Lampiran 2	Data Kurva Kalibrasi Standar Nitrit.....	45
Lampiran 3	Perhitungan Presisi Nitrit .....	46
Lampiran 4	Perhitungan Limit Deteksi Nitrit.....	47
Lampiran 5	Perhitungan Akurasi Nitrit .....	49
Lampiran 6	Perhitungan Estimasi Ketidakpastian Nitrit.....	51
Lampiran 7	Perhitungan Pembuatan larutan Amoniak.....	57
Lampiran 8	Data Kurva Kalibrasi Standar Amoniak .....	59
Lampiran 9	Perhitungan Presisi Amoniak.....	60
Lampiran 10	Perhitungan Limit Deteksi Amoniak .....	61
Lampiran 11	Perhitungan Akurasi Amoniak.....	63
Lampiran 12	Perhitungan Estimasi Ketidakpastian Amoniak.....	65

# VALIDASI METODE Uji Kadar Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) DAN AMONIAK (NH<sub>3</sub>-N) PADA AIR SUNGAI DENGAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS DI BALAI RISET DAN STANDARDISASI INDUSTRI PALEMBANG

Amela Dinda Pradekta

Program Studi D III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam  
Indonesia

Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta

Email : [amelaprdkta97@gmail.com](mailto:amelaprdkta97@gmail.com)

## INTISARI

Telah dilakukan validasi metode uji penentuan kadar nitrit dan amoniak pada air sungai. Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengetahui validasi metode uji kadar nitrit dan amoniak tersebut dapat diterima, untuk mengetahui masuk atau tidaknya kadar nitrit dan amoniak dalam baku mutu kualitas air. Persamaan regresi linier dari larutan standar nitrit  $y=3,652x + 0,000$  dengan koefisien korelasi  $R=0,99995$  dan determinasi  $R^2=0,99990$ . Persamaan regresi linier larutan standar amoniak  $y=0,566x - 0,004$  dengan koefisien korelasi  $R=0,9996$  dan determinasi  $R^2=0,9993$ . Hasil yang diperoleh pada pengujian ini adalah kadar nitrit pada sampel air limbah diperoleh sebesar 0,0046 mg/L dan kadar amoniak pada sampel air limbah diperoleh sebesar 0,0844 mg/L. Validasi metode uji untuk kadar nitrit dapat diterima. Presisi pada penentuan kadar nitrit %RSD sebesar 2,40% dengan 2/3 CV Horwitz sebesar 23,95%, tingkat akurasi (%*Recovery*) yang diperoleh sebesar 91,76% memenuhi persyaratan mutu 6989:2004 (rentang 90-110%), nilai LOD yang diperoleh pada penentuan kadar nitrit sebesar 0,00071 mg/L dan nilai LOQ yang diperoleh sebesar 0,0023 mg/L, estimasi ketidakpastian kadar nitrit yang diperoleh sebesar  $1,71 \times 10^{-3}$  mg/L. Validasi metode uji untuk amoniak tidak dapat diterima. Presisi pada penentuan kadar amoniak %RSD sebesar 3,92% dan 2/3 CV Horwitz sebesar 15,47%, dimana %RSD  $\leq$  CV Horwitz, tingkat akurasi (%*Recovery*) yang diperoleh sebesar 59,04% tidak memenuhi persyaratan mutu 6989:2005 (rentang 85-115%), nilai LOD yang diperoleh pada penentuan kadar amoniak sebesar 0,0264 mg/L dan nilai LOQ yang diperoleh sebesar 0,0882 mg/L, estimasi ketidakpastian kadar amoniak diperoleh sebesar 0,0108 mg/L.

**Kata Kunci:** nitrit, amoniak, validasi, presisi, akurasi

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Air merupakan zat yang sangat penting dalam kehidupan makhluk hidup. Banyak kegunaan air bagi kehidupan makhluk hidup terutama manusia. Kegunaan air biasa digunakan untuk air minum, air untuk mandi dan mencuci, air untuk sarana/prasarana rekreasi, air untuk mengairi tanaman dan pertanian, air untuk mengairi perikanan dan perindustrian. Berdasarkan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air, klasifikasi air dibagi menjadi 4 kelas yaitu air kelas satu, air kelas dua, air kelas tiga, dan air kelas empat.

Pencemaran air adalah masuk atau dimasukkannya suatu makhluk hidup, zat, energi dan atau komponen lain ke dalam air baik karena kegiatan manusia atau oleh proses alam yang dapat menimbulkan kualitas air menurun sampai ke tingkat tertentu sehingga menimbulkan suatu dampak bagi lingkungan hidup. Ada beberapa kelompok komponen penyebab pencemaran air salah satunya adalah adanya zat anorganik yang terdapat dalam air. Zat anorganik tersebut dapat berupa logam seperti timbal (Pb), kadmium (Cd), tembaga (Cu). Contoh lain dari zat anorganik dalam air adalah adanya  $\text{NH}_3\text{-N}$  dan  $\text{NO}_2\text{-N}$ .

Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air, kadar nitrit dalam perairan alami sebesar 0,06 mg/L dan tidak melebihi 1 mg/L karena akan bersifat toksik. Senyawa nitrit yang berlebihan akan menyebabkan menurunnya kemampuan darah untuk mengikat  $\text{O}_2$  karena nitrit akan bereaksi lebih kuat dengan haemoglobin yang mengakibatkan tingkat kematian tinggi (Trobos, 2007). Menurut Effendi (2003) kadar amoniak dalam perairan alami biasanya kurang dari 0,1 mg/L. Konsentrasi amoniak yang tinggi dapat menyebabkan toksik bagi makhluk hidup. Menurut Widayat dkk (2010) pada konsentrasi 1 mg/L, beberapa jenis ikan akan mati lemas karena amoniak dapat mengurangi konsentrasi oksigen dalam air.

Penentuan kadar nitrit dan amoniak dalam air ada 2 metode yang biasa dilakukan yaitu pada penentuan nitrit dengan metode Nessler dan metode Spektrofotometri UV-Vis, sedangkan pada penentuan amoniak dengan metode *Salicylate Test Kit* dan Spektrofotometri UV-Vis. Pada penentuan kadar nitrit dan amoniak metode yang digunakan adalah metode spektrofotometri UV-Vis. Alasan memilih metode spektrofotometri UV-Vis karena pada penentuan kadar hasilnya lebih akurat dibandingkan dengan metode nessler. Pada penentuan kadar nitrit dan amoniak ini dilakukan validasi metode. Validasi metode adalah suatu kegiatan atau proses konfirmasi kembali melalui pengujian dan penyediaan bukti yang objektif bahwa persyaratan tertentu untuk suatu maksud khusus telah dipenuhi. Tujuan dilakukannya validasi metode ini adalah untuk melihat apakah metode uji yang telah dilakukan di laboratorium tertentu dapat diterima sesuai dengan prosedur yang ada di SNI 6989:2004 (nitrit) dan SNI 6989:2005 (amoniak) yang telah dimodifikasi pada bagian tertentu. Parameter yang dilakukan dalam pengujian validasi metode ini antara lain presisi, LOD dan LOQ, akurasi, dan estimasi ketidakpastian.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan dari uraian yang telah disampaikan, maka dapat dibuat beberapa rumusan masalah:

1. Berapa kadar nitrit dan amoniak dalam sampel air sungai?
2. Bagaimana hasil kadar nitrit dan amoniak pada sampel air sungai berdasarkan mutu kualitas air?
3. Bagaimana hasil validasi metode uji kadar nitrit dan amoniak?

## **1.3 Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk:

1. Mengetahui kadar nitrit dan amoniak.
2. Mengetahui hasil kadar nitrit dan amoniak berdasarkan mutu kualitas air.
3. Mengetahui hasil validasi metode uji kadar nitrit dan amoniak.

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat dilakukannya penelitian ini adalah untuk:

1. Memberitahu kadar nitrit dan amoniak yang telah diuji.
2. Memberikan pengetahuan dalam melakukan verifikasi dan validasi metode uji pengujian kadar nitrit dan amoniak yang dapat diaplikasikan.
3. Memberikan informasi kepada masyarakat akan bahaya nitrit dan amoniak dalam air apabila melebihi batas konsentrasi yang telah ditentukan.

## **BAB II DASAR TEORI**

### **2.1 Profil Instansi**

#### **2.1.1 Sejarah Singkat**

Balai Riset dan Standardisasi Industri Palembang (Baristad Industri Palembang) sebelumnya dikenal sebagai Balai Penelitian dan Pengembangan Industri Palembang adalah unit pelaksana teknis di lingkungan Kementerian Perindustrian yang berada di bawah Badan Penelitian dan Pengembangan Industri Kementerian Perindustrian. Institusi ini diresmikan pada tahun 1981 berdasarkan SK. Menperin No. 357/M/SK/8/1980 tanggal 26 Agustus 1980 sebagai Balai Penelitian dan Pengembangan Industri. Setelah itu institusi ini berganti nama menjadi Baristad Industri dan Perdagangan Palembang berdasarkan SK Menperindag No. 784/MPP/Kep/11/2002 tanggal 29 November 2002, kemudian berdasarkan Peraturan Menteri Perindustrian No.49/MIND/PER/6/2006 tanggal 29 Juni 2006 berganti nama menjadi Baristad Industri Palembang.

#### **2.1.2 Tugas Pokok dan Kegiatan Utama**

##### **1. Tugas Pokok**

Melaksanakan riset dan standardisasi serta sertifikasi di bidang industri.

##### **2. Fungsi**

- a. Pelaksanaan penelitian dan pengembangan teknologi industri di bidang bahan baku, bahan penolong, proses, peralatan/mesin dan hasil produk, serta penanggulangan pencemaran industri.
- b. Penyusunan program dan pengembangan kompetisi di bidang jasa riset/litbang.
- c. Perumusan dan penerapan standar, pengujian dan sertifikasidalam bidang bahan baku, bahan penolong, proses, peralatan/mesin, dan hasil produk.
- d. Pemasaran, kerjasama, promosi, pelayanan informasi, penyebarluasan dan penyalahgunaan hasil riset/litbang.

- e. Pelaksanaan urusan kepegawaian, keuangan, tata persuratan, perlengkapan, kearsipan, rumah tangga, koordinasi penyusunan bahan rencana dan program, penyiapan bahan evaluasi dan pelaporan.

### **3. Kegiatan Utama**

- a. Kegiatan riset di bidang bahan baku, bahan penolong, proses, peralatan/mesin, dan produk sesuai kebutuhan pada industri kecil dan menengah serta melakukan pengembangan teknologi penanggulangan pencemaran industri.
- b. Pengujian aneka komoditi/produk.
- c. Sampling dan pengujian limbah industri.
- d. Sampling dan pengujian udara ambien dan emisi gas.
- e. Sertifikasi sistem mutu dan produk.
- f. Pelatihan teknologi proses/produk dan manajemen industri.
- g. Rancangan bangun dan perekayasaan mesin dan peralatan industri.
- h. Konsultasi sistem manajemen mutu/proses produksi.

## **2.2 Air Sungai**

Air sungai termasuk ke dalam air permukaan yang banyak digunakan oleh masyarakat. Air sungai yang berfungsi sebagai sumber air merupakan salah satu sumber daya alam yang mempunyai fungsi serbaguna bagi kehidupan dan penghidupan manusia dan makhluk hidup lainnya. Fungsi sungai antara lain sebagai sumber air minum, sarana transportasi, sumber irigasi, perikanan, pertanian dan perindustrian. Aktivitas-aktivitas manusia inilah yang dapat menyebabkan sungai menjadi rentan terhadap pencemaran air. Begitu pula pertumbuhan industri yang dapat menimbulkan penurunan kualitas lingkungan (Soemarwoto, 2003).

Berdasarkan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air menetapkan klasifikasi air terbagi menjadi empat kelas, dapat dilihat pada Tabel 2.1.

**Tabel 2.1 klasifikasi Air**

<b>Kelas</b>	<b>Keterangan</b>
<b>I</b>	Dapat digunakan untuk air baku air minum dan atau diperuntukkan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegiatan tersebut.
<b>II</b>	Dapat digunakan untuk sarana/prasarana kegiatan rekreasi air, pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi tanaman, dan atau diperuntukkan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegiatan tersebut.
<b>III</b>	Dapat digunakan untuk pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi tanaman, dan atau diperuntukkan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegiatan tersebut.
<b>IV</b>	Dapat digunakan air untuk mengairi tanaman dan atau diperuntukkan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegiatan tersebut.

Menurut Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air menetapkan kriteria mutu air berdasarkan kelas dapat dilihat dari Tabel 2.2.

**Tabel 2.2 kriteria mutu air berdasarkan kelas**

Parameter	Satuan	Kelas				Keterangan
		I	II	III	IV	
Kimia Anorganik		I	II	III	IV	
BOD	mg/L	2	3	6	12	
COD	mg/L	10	25	50	100	
DO	mg/L	6	4	3	0	Angka batas minimum
NO <sub>3</sub> -N	mg/L	10	10	20	20	
NH <sub>3</sub> -N	mg/L	0,5	(-)	(-)	(-)	Bagi perikanan, kandungan ammonia bebas untuk ikan yang peka $\leq 0,02$ mg/L sebagai NH <sub>3</sub>
Tembaga	mg/L	0,02	0,02	0,02	0,2	Bagi pengolahan air minum secara konvensional Cu $\leq 1$ mg/L
Timbal	mg/L	0,03	0,03	0,03	1	Bagi pengolahan air minum secara konvensional Pb $\leq 0,1$ mg/L
NO <sub>2</sub> -N	mg/L	0,06	0,06	0,06	(-)	Bagi pengolahan air minum secara konvensional NO <sub>2</sub> -N $\leq 1$ mg/L

Dampak pencemaran air sungai bagi lingkungan pada umumnya dibagi dalam 4 kategori yaitu (KLH, 2004):

1. Dampak terhadap kehidupan biota air

Banyaknya zat pencemaran pada air limbah akan mempengaruhi kondisi air salah satunya adalah akan menurunkan kadar oksigen terlarut dalam air tersebut

sehingga mengakibatkan kehidupan dalam air tersebut yang membutuhkan oksigen terganggu serta mengurangi perkembangannya.

## 2. Dampak terhadap kualitas air tanah

Banyaknya zat pencemaran yang ada di dalam air, menyebabkan menurunnya kadar oksigen di dalam air tersebut. Beberapa jenis tumbuh-tumbuhan yang menyerap air dalam tanah akan mati karena kekurangan oksigen. Demikian pula apabila zat pencemar tersebut beracun dan berbahaya, maupun terjadinya kenaikan suhu air, beberapa jenis biota akan mati, sehingga keseimbangan rantai makanan terganggu.

## 3. Dampak terhadap kesehatan

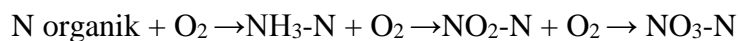
Air berperan sebagai pembawa berbagai macam penyakit menular antara lain: air sebagai media untuk hidup mikroba pathogen, air sebagai sarang insekta penyebar penyakit, jumlah air yang tersedia tak cukup sehingga manusia bersangkutan tak dapat membersihkan diri, dan air sebagai media untuk hidup vektor penyakit.

## 4. Dampak terhadap estetika lingkungan

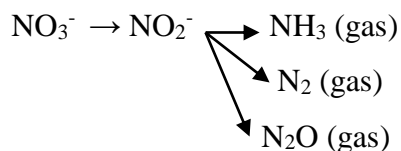
Dampak dari pencemaran terhadap estetika lingkungan dapat dirasakan dengan panca indra. Semakin banyaknya zat organik yang dibuang ke lingkungan perairan, maka perairan tersebut akan semakin tercemar dengan ditandai bau yang menyengat disamping tumpukan yang dapat mengurangi estetika lingkungan.

## 2.2 Nitrit

Nitrit ( $\text{NO}_2$ ) merupakan bentuk peralihan antara ammonia dan nitrat (nitrifikasi) dan antara nitrat dengan gas nitrogen (denitrifikasi). Proses nitrifikasi ditunjukkan dalam persamaan reaksi berikut:

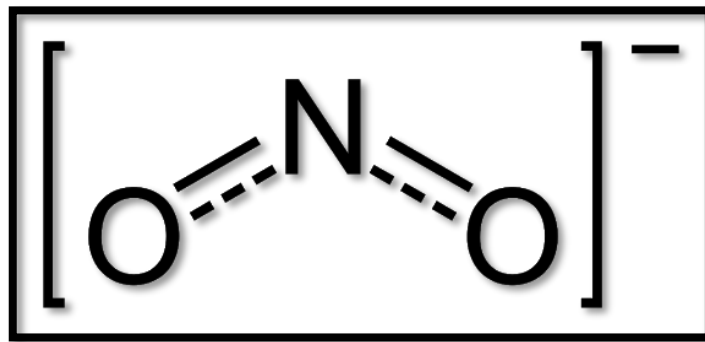


Proses denitrifikasi ditunjukkan dalam persamaan reaksi berikut:



Sumber nitrit dapat berupa limbah industri dan limbah domestik. Kadar nitrit dalam perairan relatif kecil karena dioksidasi menjadi nitrat. Garam-garam nitrit

digunakan sebagai penghambat terjadinya proses korosi pada industri. Kandungan nitrit pada perairan alami mengandung nitrit sekitar 0,001 mg/L. Kadar nitrit yang lebih dari 0,06 mg/L dapat bersifat toksik bagi organism perairan. Keberadaan nitrit menggambarkan berlangsungnya proses biologis perombakan bahan organik yang memiliki kadar oksigen terlarut yang rendah (Sanusi, 2006). Untuk menganalisa kadar nitrit dalam air sungai dapat dilakukan dengan metode spektrofotometer UV-Vis (Effendi, 2003).



**Gambar 2.1. Rumus struktur nitrit (NO<sub>2</sub>)**

### **2.2.1 Sifat Nitrit**

Nitrit merupakan hasil metabolisme dari siklus nitrogen. Di perairan alam, nitrit ditemukan dalam jumlah yang sangat sedikit, lebih sedikit dari nitrat karena bersifat tidak stabil dengan keberadaan oksigen. Nitrit memiliki dua atom oksigen dan satu atom nitrogen. Nitrit memiliki berat molekul 46,01 g/mol.

Nitrit bersifat beracun (toksik) karena dapat bereaksi dengan hemoglobin dalam darah. Selain itu, nitrit dapat membentuk nitrosamine (RRN-NO) pada air buangan dan dapat menimbulkan kanker (Maladi dkk, 2013).

### **2.2.2 Bahaya Nitrit**

Pengaruh nitrit pada kesehatan manusia yaitu dapat menyebabkan methamoglobinemia dan efek racun kandungan nitrit dalam air lebih dari 0,06 mg/L (Prabowo, 2006). Senyawa nitrit yang berlebihan akan menyebabkan menurunnya kemampuan darah untuk mengikat O<sub>2</sub> karena nitrit akan bereaksi lebih kuat dengan haemoglobin yang mengakibatkan tingkat kematian tinggi

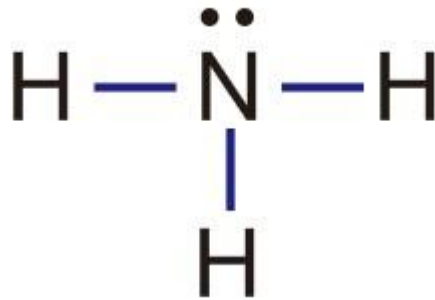
(Trobos, 2007). Kondisi ini disebut methamoglobinemia yaitu nitrit akan mengikat hemoglobin (Hb) darah sehingga menghalangi ikatan Hb dengan oksigen. Nitrit juga berfungsi sebagai inhibitor korosi. Selain itu, nitrit juga dapat membentuk senyawa nitrosamin. Senyawa ini dapat menimbulkan penyakit kanker (Cahyadi, 2008). Sumber-sumber nitrit adalah dari air buangan baik air buangan hasil industri maupun air buangan domestik (Nasution, 2013).

Nitrit sebaiknya dihindari bagi bayi yang berusia dibawah 6 bulan karena nitrit dapat menghalangi kemampuan darah untuk membawa oksigen (dalam bentuk haemoglobin). Nitrit akan mengubah haemoglobin menjadi methaemoglobin (protein yang tidak dapat membawa oksigen), kejadian ini sering disebut dengan *Blue Baby Syndrome* (sindrom bayi biru) (Manalu, 2011).

Waktu yang dibutuhkan untuk mengeluarkan nitrit secara sempurna dari saluran cerna menuju urin berkisar 12 jam hingga 3 hari, tergantung pada kadar persenyawaan nitrit dan fungsi ginjal. Pada orang sehat, dengan konsumsi pangan rendah nitrit (210  $\mu\text{mol/hari}$ ) maka sekitar 50% nitrit dalam urin yang akan dikeluarkan berasal dari seluruh hasil sintesis NO dari dalam tubuh (Jobgen, 2007).

### **2.3 Amoniak**

Amoniak adalah gas berbau menyengat yang tidak berwarna terdiri dari tiga atom hidrogen (H) dan 1 atom nitrogen (N). Amoniak merupakan senyawa nitrogen yang mudah larut dalam air dan bersifat basa sehingga dalam air akan membentuk ammonium hidroksida. Secara alami amoniak diproduksi setiap hari di dalam tubuh. Amoniak banyak diproduksi oleh organ dan jaringan, tetapi ada juga yang diproduksi oleh bakteri yang hidup dalam usus (EPA, 2004).



**Gambar 2.2 Rumus struktur amoniak**

Amoniak dapat dijumpai dalam bentuk cair maupun dalam bentuk gas. Amoniak merupakan kontaminan yang terdapat di tanah maupun air limbah yang memiliki konsentrasi 5-10 mg/L (Ekasari, 2013).

### 2.3.1 Sifat Amoniak

Amoniak mempunyai sifat-sifat seperti Tabel 2.3:

**Tabel 2.3 Sifat fisika amoniak**

Sifat Fisika	Nilai
Massa jenis dan fasa	0,7710 g/L, gas
Kelarutan dalam air	89,9 g/100mL pada 0°C
Titik lebur	-77,7°C (195,42 K)
Titik didih	-33,34°C (239,81 K)
Temperatur autosulutan	650°C
Keasaman (pKa)	9,25
Kebasaan (pKb)	4,75

Sumber : *Toxicological Profile For Ammonia*, EPA.2004

Amoniak adalah gas berbau menyengat yang tidak berwarna yang mudah terbakar dan bereaksi dengan oksigen membentuk nitrogen dan air atau nitrogen oksida dan air. Oksidasi amoniak yang baik terhadap *hydrazine* bersifat korosif, dan oksidasi garam ammonium pada dikromat dan perklorat dapat meledak ketika dipanaskan (Lerner, 2008). Kandungan amoniak bebas dan ion ammonium sangat dipengaruhi oleh keberadaan oksigen terlarut. Semakin tinggi kandungan oksigen

maka kandungan amoniak dalam perairan relatif kecil sehingga kandungan amoniak dalam perairan semakin bertambah dikarenakan bertambahnya kedalaman air. Pada bagian dasar perairan kemungkinan besar terdapat kandungan amoniak dalam jumlah yang lebih banyak dibandingkan dengan perairan bagian permukaan karena oksigen terlarut pada bagian dasar relatif kecil (Wibowo, 2009).

#### **2.4.2 Bahaya Amoniak**

Dalam Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air, baku mutu amoniak untuk air sungai kelas satu adalah 0,5 mg/L. Konsentrasi amoniak yang tinggi dapat menyebabkan toksik bagi makhluk hidup. Menurut Widayat dkk (2010) pada konsentrasi 1 mg/L, beberapa jenis ikan akan mati lemas karena amoniak dapat mengurangi konsentrasi oksigen dalam air.

### **2.4 Spektrofotometer UV-Vis**

Spektrofotometer UV-Vis adalah suatu alat pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu (Day dan Underwood 2002). Spektrofotometer UV-Vis memiliki 2 sinar tampak dengan rentang panjang gelombang yang berbeda. Sinar ultraviolet (sinar UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (sinar visible) mempunyai panjang gelombang antara 400-750 nm. Spektrofotometer UV-Vis biasa digunakan untuk mengukur besarnya energi yang diabsorpsi atau diteruskan. Sinar radiasi dari monokromatik akan melewati larutan yang mengandung zat yang dapat menyerap sinar radiasi (Harmita, 2006)

#### **2.4.1 Prinsip Spektrofotometer UV-Vis**

Spektrum elektromagnetik dibagi dalam beberapa daerah cahaya. Suatu daerah akan diabsorpsi oleh atom atau molekul dan panjang gelombang cahaya elektromagnetik meliputi suatu daerah panjang gelombang yang luas dari sinar

gamma gelombang pendek berenergi tinggi sampai pada panjang gelombang mikro (Marzuki, A 2012).

Pada spektrofotometer UV-Vis apabila cahaya jatuh pada suatu medium homogen, maka sebagian dari cahaya masuk akan dipantulkan, sebagian diserap dalam medium tersebut dan sisanya akan diteruskan. Spektrum absorpsi dalam daerah-daerah ultra ungu dan sinar tampak umumnya terdiri dari satu atau beberapa pita absorpsi yang lebar, semua molekul dapat menyerap radiasi dalam daerah UV-tampak. Oleh karena itu mereka mengandung elektron, baik yang dipakai bersama atau tidak yang dapat dieksitasi ke tingkat yang lebih tinggi (Wunas dkk, 2011). Nilai yang keluar dari cahaya yang diteruskan dinyatakan dalam nilai absorbansi karena memiliki hubungan dengan konsentrasi sampel.

### 2.5.2 Hukum Lambert-Beer

Banyaknya cahaya yang diserap pada larutan sampel diukur sebagai absorbansi (A), sedangkan banyaknya cahaya yang dihamburkan diukur sebagai transmitansi (T) (Wiji dkk, 2010). Hal ini dinyatakan dengan Hukum Lambert-Beer atau Hukum Beer yang berbunyi:

“Jumlah setiap radiasi cahaya tampak yang diserap atau ditransmisikan oleh suatu larutan merupakan suatu fungsi eksponen dari konsentrasi zat dan tebal larutan.”

Berdasarkan Hukum Lambert-Beer, banyaknya cahaya yang dihamburkan dapat ditentukan dengan rumus (Tahir, 2009):

$$T = \frac{I_t}{I_0} \text{ atau } \%T = \frac{I_t}{I_0} \times 100\%$$

dan absorbansi dapat ditentukan dengan rumus:

$$A = -\log T = -\log \frac{I_t}{I_0}$$

dimana  $I_0$  adalah intensitas cahaya datang dan  $I_t$  adalah intensitas cahaya setelah melewati sampel. Dari rumus perhitungan diatas dapat diturunkan lagi rumus dari Hukum Lambert-Beer yang ditulis sebagai:

$$A = a.b.c \text{ atau } A = \epsilon.b.c$$

dimana : A = absorbansi

b/l = tebal larutan (tebal kuvet diperhitungkan umumnya 1 cm)

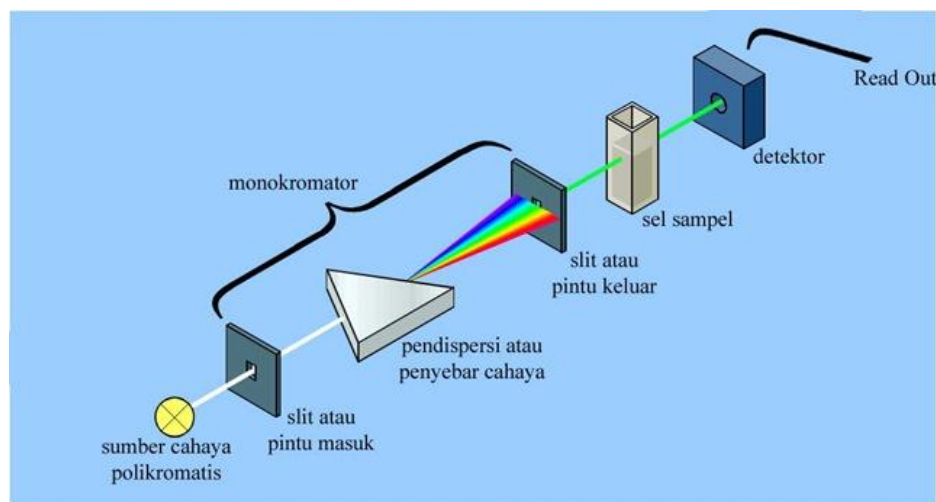
c = konsentrasi larutan yang diukur

$\epsilon$  = tetapan absorpsivitas molar

$a$  = tetapan absorbtivitas (jika konsentrasi larutan diukur dalam ppm)

### 2.5.3 Skema Alat Spektrofotometri UV-Vis

Skema kerja alat spektrofotometri UV-Vis (Sastrohamidjojo, 2013) di tunjukkan pada Gambar 2.3:



**Gambar 2.3 Skema Alat Spektrofotometri UV-Vis**

Skema alat spektrofotometer UV-Vis meliputi :

1. Sumber cahaya polikromatis, berfungsi sebagai sumber cahaya polikromatis yang memiliki berbagai macam rentang panjang gelombang.
2. Monokromator, berfungsi sebagai penyeleksi panjang gelombang yaitu mengubah cahaya yang berasal dari sumber cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis. Proses ini disebut juga proses dispersi atau penyebaran cahaya.
3. Sel sampel, berfungsi sebagai tempat meletakkan sampel. Pada spektrofotometer UV-Vis menggunakan kuvet sebagai tempat meletakkan sampel. Kuvet biasanya terbuat dari kuarsa atau gelas. Tetapi kuvet dari kuarsa yang terbuat dari silica memiliki kualitas penyerapan yang baik. Hal ini karena yang terbuat dari kaca dan plastic dapat menyerap UV sehingga penggunaannya hanya pada sinar tampak (visibel).
4. Detektor, berfungsi untuk menangkap cahaya yang diteruskan dari sampel dan mengubahnya menjadi arus listrik.

5. Read out, merupakan suatu sistem baca yang menangkap besarnya isyarat listrik yang berasal dari detektor.

## **2.6 Validasi dan Verifikasi Metode**

Validasi metode adalah suatu kegiatan atau proses konfirmasi kembali melalui pengujian dan penyediaan bukti yang objektif bahwa persyaratan tertentu untuk suatu maksud khusus telah dipenuhi (ISO/ICE 17025:2005). Dalam melakukan validasi metode, parameter yang harus diuji meliputi presisi, akurasi, batas deteksi (LOD), batas kuantitasi (LOQ), linieritas, dsb.

Verifikasi metode adalah suatu kegiatan atau proses konfirmasi kembali melalui penyediaan bukti yang objektif bahwa persyaratan yang telah ditentukan telah dipenuhi (ISO/IEC 17025:2005). Verifikasi metode dilakukan untuk membuktikan bahwa laboratorium tempat dilakukannya suatu pengujian mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid.

### **2.6.1 Linieritas**

Linieritas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel (Harmita, 2004). Linieritas biasanya dinyatakan dengan istilah variansi disekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematika data yang diperoleh dari hasil pengukuran analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Linieritas metode dapat menggambarkan ketelitian pengerjaan analisis suatu metode yang ditunjukkan oleh nilai koefisien determinasi sebesar  $> 0,997$  (Chan, 2004).

Uji linieritas dilakukan dengan satu seri larutan standar yang terdiri dari minimal empat konsentrasi yang berbeda. Parameter hubungan kelinieran yang digunakan yaitu koefisien korelasi ( $r$ ) dan koefisien determinasi ( $R$ ) pada analisis regresi linier  $y = bx + a$  (dimana  $b$  adalah slope,  $a$  adalah intersep,  $x$  adalah konsentrasi analit dan  $y$  adalah respon instrument). Koefisien korelasi yang baik tidak kurang dari 0,995. Parameter ini tidak berlaku untuk metode kualitatif kecuali ada ambang batas konsentrasi pada pelaporan hasil (Riyanto, 2014).

### 2.6.2 Presisi

Presisi adalah nilai dari pengukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel yang diambil dari campuran yang homogenya (Riyanto, 2014). Presisi dapat dikatakan sebagai reipabilitas (keterulangan) atau reproduktibilitas (ketertiruan).

Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang dari. Semakin kecil kadar analit yang didapat semakin besar koefisien variasinya. Menurut *American pre-veterinary medical association* (APVMA) pada tahun 2004 dalam buku (Riyanto, 2014), tingkat presisi berdasarkan konsentrasi analit:

**Tabel 2.3 Tingkat Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit**

Jumlah komponen terukur dalam sampel (x)	Tingkat Presisi (y)
$x \geq 10,00\%$	$y \leq 2\%$
$1,00\% \leq x \leq 10,00\%$	$y \leq 2\%$
$0,10\% \leq x \leq 1,00\%$	$y \leq 10\%$
$x \leq 0,10\%$	$y \leq 20\%$

Suatu nilai ketelitian dinyatakan dalam *Relative Standart Deviation* (%RSD). Besarnya RSD menyatakan tingkat ketelitian analisis, semakin kecil %RSD yang dihasilkan maka semakin tinggi tingkat ketelitiannya (Riyanto, 2014).

### 2.6.3 Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi (*accuracy*) dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (%Recovery) analit yang ditambahkan. Ada dua cara penentuan akurasi, yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standar additional method*) (Riyanto, 2014).

Metode adisi (penambahan baku), sampel yang akan dianalisis ditambahkan dengan sejumlah larutan standar kemudian dianalisis. Selisih kedua

hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya. Metode ini tidak dapat digunakan jika penambahan analit dapat mengganggu pengukuran, misalnya analit yang ditambahkan menyebabkan kekurangan pereaksi. Perhitungan perolehan kembali dapat juga ditetapkan dengan rumus:

$$\% \text{Recovery} = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \times 100\%$$

$C_1$  = konsentrasi dari analit dalam campuran contoh + jumlah analit tertentu

$C_2$  = konsentrasi dari analit dalam contoh

$C_3$  = konsentrasi dari analit yang ditambahkan ke dalam contoh

#### **2.6.4 Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantitasi (LOQ)**

Batas deteksi (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Sedangkan batas kuantitatif (LOQ) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Riyanto, 2014).

Penentuan LOD dan LOQ terdapat tiga cara, yaitu:

1. Signal to noise, puncak ke puncak kebisingan disekitar waktu retensi analit diukur dan kemudian konsentrasi analit yang akan menghasilkan sinyal sama dengan nilai tertentu dari kebisingan untuk sinyal rasio diperkirakan.
2. Penentuan blanko, diterapkan ketika analisis blanko memberikan hasil standar deviasi tidak nol. Persamaan standar deviasi ditunjukkan seperti:

$$\text{LOD} = x + 3sd$$

$$\text{LOQ} = x + 10sd$$

3. Kurva kalibrasi, model ini digunakan untuk menghitung sensitivitas  $b$  dan LOD dan LOQ. Oleh karena itu persamaan dapat dinyatakan sebagai:

$$\text{LOD} = 3sd/b$$

$$\text{LOQ} = 10sd/b$$

dimana  $b$  adalah slope ( $y = bx + a$ )

## 2.7 Estimasi Ketidakpastian

Ketidakpastian pengukuran (*uncertainty*) adalah suatu rentang dimana nilai benar dari besaran pengukuran tersebut dipercaya berada di dalamnya dengan tingkat kepercayaan tertentu (BSN, 2008). Ketidakpastian dalam suatu pengukuran merupakan hal yang sangat penting karena menggambarkan mutu hasil dari suatu pengukuran dan membawa pemahaman yang lebih baik akan proses pengukuran. Menurut Riyanto (2014) penentuan estimasi ketidakpastian terdapat dua kategori komponen ketidakpastian, yaitu:

1. Tipe A, yaitu ketidakpastian yang berdasarkan perlakuan eksperimental dan dihitung dari rangkaian berulang.
2. Tipe B, yaitu ketidakpastian berdasarkan informasi/data yang dapat dipercaya.

Penentuan estimasi ketidakpastian dapat ditentukan dengan cara membuat diagram yang biasa disebut diagram tulang ikan (*fish bone*) dengan melakukan tahapan-tahapan penyumbang estimasi ketidakpastian. Metodologi estimasi ketidakpastian menurut ISO GUM terdiri atas beberapa langkah yang dapat dikelompokkan menjadi lima tahapan, yaitu:

1. Menentukan definisi objek yang akan diukur serta mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian pengukuran.
2. Membuat model pengukuran.
3. Menghitung kontribusi ketidakpastian dari tiap sumber.
4. Menggabungkan seluruh komponen ketidakpastian menjadi sebuah ketidakpastian baku kombinasi.
5. Menghitung ketidakpastian bentangan.

Setiap melakukan analisis sampel mempunyai komponen-komponen pengukuran yang mempunyai potensi timbulnya nilai ketidakpastian. Nilai ketidakpastian dapat bersumber pada standar acuan, alat ukur yang digunakan, metode pengukuran, kondisi lingkungan, dan personil pelaku pengukuran. Selain itu sumber-sumber ketidakpastian dapat juga timbul dari ketidak lengkapan definisi atau spesifikasi dari kuantitas yang diukur, nilai tetapan yang digunakan dalam hitungan, perbedaan hasil pengamatan yang berulang pada kondisi yang sama (Sri, 2009).

## **BAB III METODOLOGI**

### **3.1 Alat**

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah: spektrofotometer UV-Vis, labu ukur 50 mL, 100 mL 250 mL, 1000 mL, pipet volume 1 mL, 10 mL, 25 mL, 50 mL, pipet ukur 5 mL, erlenmeyer 100 mL dan 250 mL, neraca analitik, kertas saring Whatman No.42, corong, beaker glass 100 mL 250 mL, pengaduk kaca, spatula, kaca arloji.

### **3.2 Bahan**

Bahan-bahan yang diperlukan pada penelitian ini adalah: natrium nitrit ( $\text{NaNO}_2$ ), air suling bebas nitrit, larutan NED dihidroklorida, larutan sulfanilamida, ammonium klorida ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), larutan fenol, larutan Na-nitroprusid, larutan pengoksid.

### **3.3 Prosedur Kerja**

#### **3.3.1 Penentuan Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ )**

##### **1. Pembuatan Larutan Induk Nitrit 75,6 mg/L**

Ditimbang sebanyak 0,3751 gram  $\text{NaNO}_2$  dilarutkan dalam air suling bebas nitrit. Dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL, ditepatkan sampai tanda batas. Diseka leher labu dengan kertas saring dan dihomogenkan.

##### **2. Pembuatan Larutan Intermedia Nitrit 15 mg/L**

Dipipet 50 mL larutan induk 75,6 mg/L  $\text{NO}_2\text{-N}$  ke dalam labu ukur 250 mL. Ditepatkan sampai tanda batas dengan air suling bebas nitrit. Diseka leher labu dengan kertas saring dan dihomogenkan.

##### **3. Pembuatan Larutan Baku Nitrit 0,15 mg/L**

Dipipet 10 mL larutan intermedia nitrit 15 mg/L  $\text{NO}_2\text{-N}$  ke dalam labu ukur 1000 mL. Ditepatkan sampai tanda batas dengan air suling bebas nitrit. Diseka leher labu dengan kertas saring dan dihomogenkan.

#### **4. Pembuatan Larutan Kerja Nitrit, NO<sub>2</sub>-N**

Diipet 0,0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 15,0 mL; 20,0 mL larutan baku nitrit 0,15 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL. Ditambahkan air suling sampai tanda batas dengan air suling bebas nitrit sehingga diperoleh kadar nitrit, NO<sub>2</sub>-N 0,00 mg/L; 0,003 mg/L; 0,006 mg/L; 0,015 mg/L; 0,03 mg/L; 0,045 mg/L; dan 0,06 mg/L.

#### **5. Penentuan Kurva Kalibrasi Standar Nitrit**

Dipipet 50 mL larutan kerja kedalam erlenmeyer 250 mL, ditambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan didiamkan selama 2 sampai 8 menit. Ditambahkan 1 mL larutan NEDA, dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Dibaca masing-masing absorbansi pada panjang gelombang 543 nm.

#### **6. Penentuan Kadar Nitrit**

Disaring contoh uji menggunakan kertas saring Whatman No.42. Dipipet 50 mL contoh uji kedalam erlenmeyer 250 mL. Ditambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan didiamkan selama 2 sampai 8 menit. Ditambahkan 1 mL larutan NED dihidroklorida, dikocok dan didiamkan selama 10 menit (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam). Dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm.

#### **7. Penentuan Persentase *Recovery* Nitrit**

Dibuat larutan spike dengan cara dipipet 40 mL sampel ke dalam erlenmeyer 250 mL, ditambahkan 10 mL larutan standar nitrit NO<sub>2</sub>-N 0,15 mg/L. Ditambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan didiamkan selama 2 sampai 8 menit. Ditambahkan 1 mL larutan NEDA, dikocok dan didiamkan selama 10 menit (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam). Dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm.

### **3.3.2 Penentuan Amoniak (NH<sub>3</sub>-N)**

#### **1. Pembuatan Larutan Induk Amoniak 777 mg/L**

Ditimbang 2,971 g ammonium klorida (telah dikeringkan pada suhu 100°C). Dilarutkan dalam gelas beaker 250 mL, dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Ditepatkan dengan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

#### **2. Pembuatan Larutan Induk Amoniak 78 mg/L**

Dipipet 10 mL larutan induk amonia 777 mg/L, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

#### **3. Pembuatan Larutan Induk Amoniak 7,8 mg/L**

Dipipet 10 mL larutan baku amonia 78 mg/L, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera dan dihomogenkan.

#### **4. Pembuatan Larutan Kerja Amoniak**

Dipipet 0,0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; dan 10 mL larutan baku amonia 10 mg/L dan dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan masing-masing air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan sehingga diperoleh kadar amonia 0,0 mg/L; 0,08 mg/L; 0,156 mg/L; 0,234 mg/L dan 0,78 mg/L.

#### **5. Penentuan Kurva Kalibrasi Amoniak**

Dipipet 25 mL larutan kerja dan dimasukkan masing-masing ke dalam erlenmeyer 100 mL. Ditambahkan 1 mL larutan fenol dan dihomogenkan. Ditambahkan 1 mL larutan Na-Nitroprusid dan dihomogenkan. Ditambahkan 2,5 mL larutan pengoksid dan dihomogenkan. Didiamkan larutan selama 1 jam untuk pembentukan warna. Diukur larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 640 nm.

## **6. Penentuan Kadar Amoniak**

Disaring contoh uji menggunakan kertas saring No.42. Dipipet 25 mL contoh uji dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL. Ditambahkan 1 mL larutan fenol dan dihomogenkan. Ditambahkan 1 mL larutan Na-Nitroprusid dan dihomogenkan. Ditambahkan 2,5 mL larutan pengoksid dan dihomogenkan. Didiamkan larutan selama 1 jam untuk pembentukan warna. Diukur larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 640 nm.

## **7. Penentuan Persentase *Recovery* Amoniak**

Dibuat larutan spike dengan cara dipipet 25 mL sampel ke dalam erlenmeyer 100 mL, ditambahkan 1 mL larutan standar amoniak 7,8 mg/L. Ditambahkan 1 mL larutan fenol dan dihomogenkan. Kemudian ditambahkan 1 mL larutan Na-Nitroprusid dan dihomogenkan. Kemudian ditambahkan 2,5 mL larutan pengoksid dan dihomogenkan. Didiamkan larutan selama 1 jam untuk pembentukan warna. Diukur larutan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 640 nm.

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Penentuan Kadar Nitrit dan Amoniak Pada Air Sungai**

Penentuan kadar nitrit dan amoniak berdasarkan SNI 6989:2004 dan SNI 6989:2005 diperoleh hasil untuk kadar nitrit sebesar 0,0046 mg/L dan hasil untuk amoniak diperoleh sebesar 0,0844 mg/L. Berdasarkan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air kadar nitrit dalam perairan alami sebesar 0,06 mg/L. dapat dilihat dari hasil yang diperoleh kadar nitrit ada dibawah batas nilai yang diharuskan yaitu 0,0046 mg/L.

Menurut Effendi (2003) kadar amoniak dalam perairan alami biasanya kurang dari 0,1 mg/L, hasil yang diperoleh pada penentuan kadar amoniak sebesar 0,0844 mg/L masih dibawah batas yang diharuskan. Hal ini dapat disimpulkan bahwa kadar nitrit dan amoniak pada air sungai tersebut masih masuk dalam mutu kualitas air karena masih dibawah batas kadar yang diharuskan.

#### **4.2 Kurva Kalibrasi Standar Nitrit**

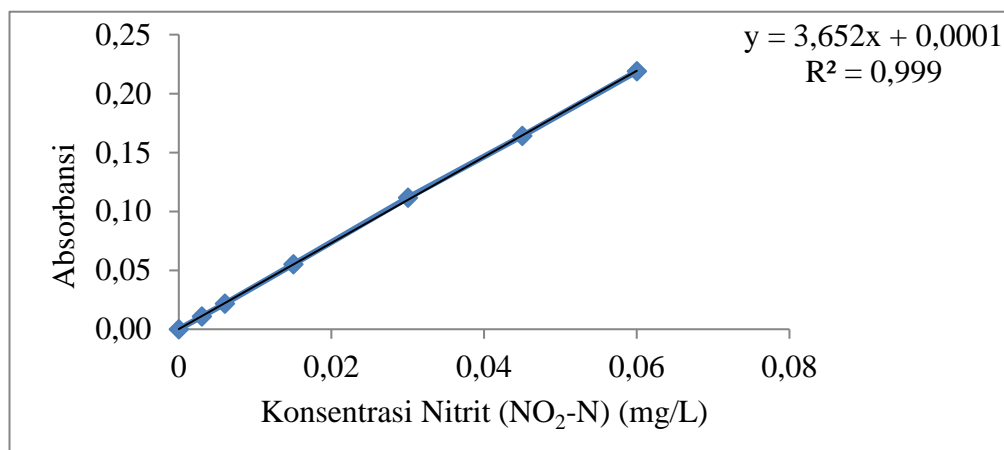
##### **4.2.1 Kurva Kalibrasi Standar Nitrit**

Pembuatan kurva kalibrasi standar nitrit dilakukan dengan membuat variasi konsentrasi standar yaitu 0,00 mg/L; 0,003 mg/L; 0,006 mg/L; 0,015 mg/L; 0,03 mg/L; 0,045 mg/L; dan 0,06 mg/L dari larutan baku nitrit 0,15 mg/L NO<sub>2</sub>-N. Larutan standar kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 543 nm sehingga diperoleh data absorbansi dari larutan standar tersebut. Hasil pengukuran deret larutan standar nitrit, NO<sub>2</sub>-N ditunjukkan pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit, NO<sub>2</sub>-N**

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0,00	0,0000
0,003	0,0107
0,006	0,0217
0,015	0,0551
0,03	0,1115
0,045	0,1641
0,06	0,2188

Dari Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan maka semakin besar pula nilai absorbansinya. Untuk lebih jelas lagi dapat dilihat kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi (mg/L) larutan standar nitrit dengan absorbansi dapat dilihat pada Gambar 4.1.



**Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit, NO<sub>2</sub>-N**

Gambar 4.1 merupakan kurva kalibrasi larutan standar Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) yang menunjukkan hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi berbanding lurus. Semakin besar konsentrasi larutan standar maka nilai absorbansinya semakin besar. Persamaan regresi linier diperoleh  $y = 3,652x + 0,0001$  dengan koefisien korelasi  $R = 0,99995$  dan koefisien determinasi  $R^2 = 0,99990$ . Nilai koefisien korelasi (R) menunjukkan hubungan antara konsentrasi larutan standar nitrit dengan respon yang diberikan oleh alat (nilai absorbansi) adalah berbanding lurus, sedangkan nilai determinasi ( $R^2$ ) menunjukkan bahwa kurva yang

dihasilkan layak untuk digunakan dimana standar nilai koefisien determinasi adalah minimal 0,995.

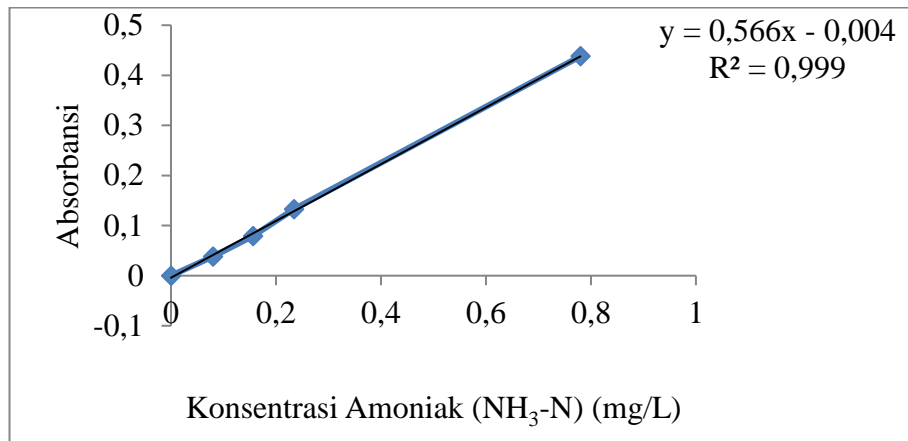
#### 4.2.2 Kurva Kalibrasi Standar Amoniak

Pembuatan kurva kalibrasi standar dilakukan dengan membuat variasi konsentrasi standar yaitu 0,0 mg/L; 0,08 mg/L; 0,156 mg/L; 0,234 mg/L dan 0,78 mg/L dari larutan baku amoniak 7,8 mg/L. Perlakuan pembuatan kurva kalibrasi hamper sama dengan perlakuan penentuan kadar. Yang membedakan hanya adanya variasi konsentrasi pada penentuan kurva kalibrasi. Larutan standar dengan variasi konsentrasi ditambahkan dengan reagen, kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 640 nm sehingga diperoleh data absorbansi dari larutan standar tersebut. Hasil pengukuran deret larutan standar amonia ditunjukkan pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Amonia (NH<sub>3</sub>)**

<b>Konsentrasi (mg/L)</b>	<b>Absorbansi</b>
0,00	0,000
0,08	0,038
0,156	0,079
0,234	0,133
0,78	0,438

Dari Tabel 4.2 tersebut diperoleh kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi (mg/L) larutan standar amonia dengan absorbansi dapat dilihat pada Gambar 4.2



**Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Amonia**

Gambar 4.2 merupakan kurva kalibrasi larutan standar Amonia (NH<sub>3</sub>-N) yang menunjukkan hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi berbanding lurus. Semakin besar konsentrasi larutan standar maka nilai absorbansinya semakin besar. Persamaan regresi linier diperoleh  $y = 0,566x - 0,004$  dengan koefisien korelasi  $R = 0,9996$  dan determinasi  $R^2 = 0,9993$ . Dari nilai determinasi ( $R^2$ ) yang diperoleh menunjukkan bahwa kurva yang dihasilkan layak untuk digunakan dimana standar nilai koefisien determinasi adalah minimal 0,995.

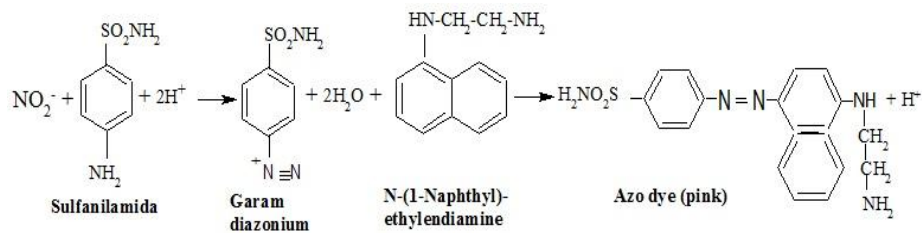
### 4.3 Penentuan Presisi

#### 4.3.1 Presisi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

Penentuan presisi dilakukan dengan tujuan untuk melihat kedekatan hasil uji yang dilakukan secara berulang pada sampel. Penentuan presisi dilakukan dengan metode pengulangan (ripitabilitas) yang dilakukan sebanyak 7 kali sehingga dapat diperoleh hasil ketepatan sistem dalam memberikan respon terhadap analit yang dideteksi.

Langkah pertama yang dilakukan untuk penentuan presisi dilakukan dengan pipet 50 mL sampel air ke dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 1 mL larutan sulfanilamida dan diamkan selama 10 menit. Fungsi penambahan larutan sulfanilamida adalah untuk membentuk ion diazonium yang merupakan penentu adanya kandungan nitrit dalam sampel. Selanjutnya ditambahkan 1 mL larutan NED dihidroklorida dan diamkan selama 10 menit. Fungsi penambahan

larutan NED dihidroklorida adalah untuk membentuk warna (azo dye) pada larutan sampel sebagai penanda banyaknya kandungan nitrit. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.3.



**Gambar 4.3** reaksi pembentukan zat warna nitrit

Semakin pekat warna maka kandungan nitrit dalam sampel semakin tinggi. Selanjutnya dibaca absorbansi larutan menggunakan spektrofotometri UV-Vis dengan panjang gelombang 543 nm. Hasil absorbansi sampel dapat dilihat pada tabel 4.3

**Tabel 4.3** Penentuan Presisi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
1	0,0168	0,0046
2	0,0168	0,0046
3	0,0165	0,0045
4	0,0165	0,0045
5	0,0173	0,0047
6	0,0174	0,0047
7	0,0175	0,0048
	Rata-rata	0,004628571
	Standar Deviasi	0,00011127
	%RSD	2,40 %
	CV	35,93
	Horwitz	23,95
	2/3 CV Horwitz	

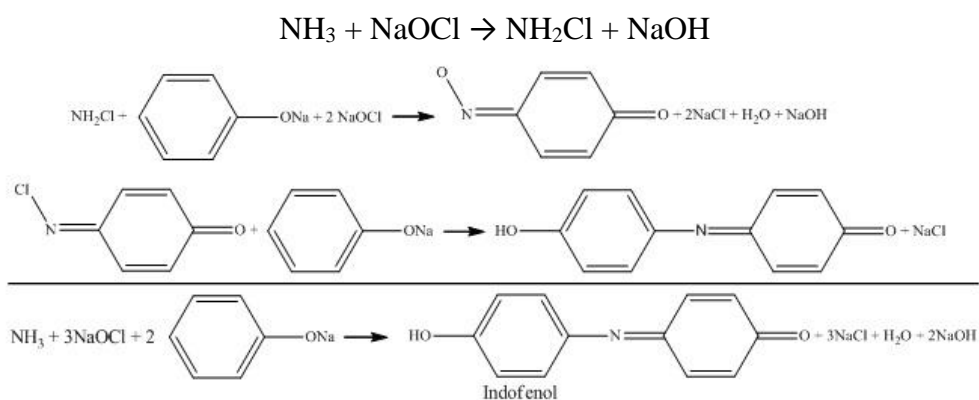
Dari Tabel 4.3 diperoleh hasil %RSD (*Relative Standart Deviation*) sebesar 2,40%. Syarat diterima nilai %RSD adalah  $\leq 2\%$ , artinya presisi pengujian kurang baik karena nilai %RSD melebihi syarat diterimanya presisi. Hal ini perlu dilakukan perbandingan dengan 2/3 CV Horwitz dikarena nilai %RSD  $\geq 2\%$ .

Syarat presisi dapat dikatakan baik adalah  $\%RSD \leq 2/3$  CV Horwitz. Hasil CV Horwitz diperoleh sebesar 23,95. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan pengujian nitrit dengan spektrofotometri UV-Vis memiliki presisi yang baik dan dapat diterima.

#### 4.3.2 Presisi Amoniak (NH<sub>3</sub>)

Penentuan presisi amoniak dilakukan dengan metode pengulangan (ripitabilitas) yang dilakukan sebanyak 7 kali sehingga dapat diperoleh hasil ketepatan sistem dalam memberikan respon terhadap analit yang dideteksi.

Langkah pertama yang dilakukan untuk penentuan presisi ammonia dilakukan dengan pipet 25 mL sampel air ke dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 1 mL larutan fenol, 1 mL larutan Na-nitropousid, dan 2,5 mL larutan pengoksid. Penambahan larutan fenol berfungsi sebagai pereaksi yang dapat membentuk senyawa kompleks dengan ammonia sehingga menghasilkan senyawa yang berwarna biru yang disebut indophenol-blue. Fungsi penambahan larutan Na-nitropousid adalah sebagai katalisator yang dapat mempercepat berlangsungnya reaksi. Fungsi penambahan larutan pengoksid adalah untuk mengoksidasi ammonia menjadi suatu amina klorida. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.4.



**Gambar 4.4** reaksi pembentuk biru indofenol

Setelah ditambahkan dengan larutan tersebut, diamkan larutan selama 1 jam sampai terjadi pembentukan warna. Setelah itu diukur absorbansi larutan dengan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 640 nm. Hasil pembacaan absorbansi dapat di lihat pada Tabel 4.4

**Tabel 4.4 Penentuan Presisi Amonia (NH<sub>3</sub>)**

<b>Pengulangan</b>	<b>Absorbansi</b>	<b>Konsentrasi</b>
1	0,043	0,082
2	0,043	0,082
3	0,042	0,081
4	0,044	0,084
5	0,044	0,084
6	0,047	0,089
7	0,047	0,089
	Rata-rata	0,0844
	Standar Deviasi	$3,309 \times 10^{-3}$
	%RSD	3,92
	CV	23,21
	Horwitz	
	2/3 CV	15,47
	Horwitz	

Dari Tabel 4.4 diperoleh hasil %RSD (*Relative Standard Deviation*) sebesar 3,92%. Perlu dilakukan perbandingan dengan 2/3 CV Horwitz dikarenakan nilai %RSD  $\geq 2\%$ . Syarat presisi dapat dikatakan baik adalah %RSD  $\leq 2/3$  CV Horwitz. Hasil 2/3 CV Horwitz diperoleh sebesar 15,47. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan %RSD  $\leq 2/3$  CV Horwitz, artinya dapat dikatakan bahwa pengujian nitrit dengan spektrofotometer UV-Vis memiliki presisi yang baik dan dapat diterima.

#### **4.4 Penentuan Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantitatif (LOQ)**

##### **4.4.1 Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantitatif (LOQ) Nitrit**

Penentuan limit deteksi dan limit kuantitatif bertujuan untuk mengetahui batas konsentrasi terendah yang dapat diuji (LOD) dan batas konsentrasi terendah yang dapat dikuantifikasikan (LOQ). Penentuan limit deteksi dan limit kuantitatif dapat ditentukan dengan 3 cara, yaitu *signal to noise*, kurva kalibrasi, dan penentuan blanko. Pada percobaan ini, penentuan limit deteksi dan limit kuantitatif menggunakan kurva kalibrasi. Hasil dapat dilihat dari Tabel 4.5

**Tabel 4.5 Penentuan Limit Deteksi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)**

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (y)	y <sub>1</sub>	(y-y <sub>1</sub> )	(y-y <sub>1</sub> ) <sup>2</sup>
0	0	0	0	0
0,003	0,0107	0,0109	-0,0002	4x10 <sup>-8</sup>
0,006	0,0217	0,0219	-0,0002	4x10 <sup>-8</sup>
0,015	0,0551	0,0548	0,0003	9x10 <sup>-8</sup>
0,03	0,1115	0,1096	0,0019	3,61x10 <sup>-6</sup>
0,045	0,1641	0,1643	-0,0002	4x10 <sup>-8</sup>
0,06	0,2188	0,219	-0,0002	4x10 <sup>-8</sup>
				Σ = 3,86x10 <sup>-6</sup>
				S <sub>x</sub> /y =
				8,76x10 <sup>-4</sup>
				LOD = 0,00071
				LOQ = 0,0023

Dari Tabel 4.5 pengujian LOD dan LOQ nitrit dari kurva kalibrasi menggunakan larutan standar dengan konsentrasi 0,00 mg/L; 0,003 mg/L; 0,006 mg/L; 0,015 mg/L; 0,03 mg/L; 0,045 mg/L; dan 0,06 mg/L. Setelah itu diuji menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan diperoleh persamaan regresi  $y = 3,652x + 0,0001$  dengan regresi sebesar 0,999. Hasil limit deteksi yang diperoleh sebesar 0,00071 mg/L dan limit kuantitatif sebesar 0,0023 mg/L. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode ini kurang sesuai untuk mendeteksi sampel dengan konsentrasi dibawah 0,00071 mg/L dan metode ini kurang sesuai untuk menunjukkan kuantitas dari analit secara cermat dan seksama untuk sampel yang memiliki konsentrasi kurang dari 0,0023 mg/L. Untuk melihat LOD dan LOQ dapat diterima adalah dengan melihat konsentrasi sampel yang diperoleh. Konsentrasi sampel yang diperoleh 0,0046 mg/L yang artinya konsentrasi tidak dibawah limit deteksi dan konsentrasi diatas limit kuantitas. LOD dan LOQ pada nitrit dapat diterima.

#### 4.4.2 Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantitatif (LOQ) Amoniak

Penentuan limit deteksi dan limit kuantitatif pada percobaan ini menggunakan kurva kalibrasi. Hasil dapat dilihat dari Tabel 4.6

**Tabel 4.6 Penentuan limit deteksi dan limit kuantitatif amoniak (NH<sub>3</sub>)**

konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (y)	y <sub>1</sub>	(y-y <sub>1</sub> )	(y-y <sub>1</sub> ) <sup>2</sup>
0	0	-0,004	0,004	1,6x10 <sup>-5</sup>
0,08	0,038	0,0413	-0,0033	1,0896x10 <sup>-5</sup>
0,156	0,079	0,0844	-0,0054	2,9166x10 <sup>-5</sup>
0,234	0,133	0,1286	0,0044	1,9366x10 <sup>-5</sup>
0,78	0,438	0,438	0	0
				Σ = 7,5416x10 <sup>-5</sup>
				S <sub>x/y</sub> = 0,0050
				LOD = 0,0264
				LOQ = 0,0882

Dari Tabel 4.6, pengujian LOD dan LOQ nitrit dari kurva kalibrasi menggunakan larutan standar dengan konsentrasi 0,0 mg/L; 0,08 mg/L; 0,156 mg/L; 0,234 mg/L dan 0,78 mg/L. Hasil limit deteksi yang diperoleh sebesar 0,0264 mg/L dan limit kuantitatif sebesar 0,0822 mg/L. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode ini kurang sesuai untuk mendeteksi sampel dengan konsentrasi dibawah 0,0264 mg/L dan metode ini kurang sesuai untuk menunjukkan kuantitas dari analit secara cermat dan seksama untuk sampel yang memiliki konsentrasi kurang dari 0,0882 mg/L. LOD dan LOQ pada amoniak dikatakan tidak dapat diterima karena konsentrasi sampel berada diantara Limit deteksi dan limit kuantitas, yaitu 0,0844 mg/L.

#### **4.5 Penentuan Akurasi**

##### **4.5.1 Akurasi Nitrit**

Penentuan akurasi bertujuan untuk mengetahui ketepatan hasil analisis dengan metode ujinya. Ketepatan pada dasarnya adalah nilai dari suatu pengukuran yang menunjukkan derajat kedekatan antara hasil kadar analit yang dianalisis dengan kadar analit yang sebenarnya (Harmita, 2004). Hasil akurasi (%*Recovery*) dari pengujian nitrit dapat dilihat pada tabel 4.7

**Tabel 4.7 Penentuan Akurasi Nitrit**

<b>Konsentrasi (spike+standar ) (mg/L)</b>	<b>Abs</b>	<b>Konsentrasi standar (mg/L)</b>	<b>Konsentrasi sampel (mg/L)</b>	<b>Recovery (%)</b>
0,0321	0,1174	0,03	0,0046	91,67
0,0321	0,1174	0,03	0,0046	91,67
0,0321	0,1175	0,03	0,0045	92
0,0321	0,1175	0,03	0,0045	92
0,0323	0,1777	0,03	0,0047	92
0,0322	0,1176	0,03	0,0047	91,67
0,0322	0,1176	0,03	0,0048	91,33
			Rata-rata	91,76

Penentuan perolehan kembali (*%Recovery*) dilakukan 7 kali pengujian dengan 40 mL sampel uji ditambahkan dengan 10 mL larutan standar nitrit 0,15 mg/L kemudian diuji dengan spektrofotometer UV-Vis. Hasil perolehan kembali pengujian nitrit mendapatkan hasil rata-rata sebesar 91,76%. Berdasarkan SNI 6989:2004 pengujian nitrit yang dapat diterima dengan kisaran rentang 90-110%. Hal ini dapat disimpulkan bahwa penentuan perolehan kembali nitrit memiliki perolehan yang baik dan dapat diterima karena masuk ke dalam rentang tersebut.

#### **4.5.2 Akurasi Amoniak**

Penentuan akurasi bertujuan untuk mengetahui ketepatan hasil analisis dengan metode ujinya. Ketepatan pada dasarnya adalah nilai dari suatu pengukuran yang menunjukkan derajat kedekatan antara hasil kadar analisis yang dianalisis dengan kadar analit yang sebenarnya (Harmita, 2004). Hasil akurasi (*%Recovery*) dari pengujian nitrit dapat dilihat pada Tabel 4.8

**Tabel 4.8 Penentuan Akurasi Amonia (NH<sub>3</sub>)**

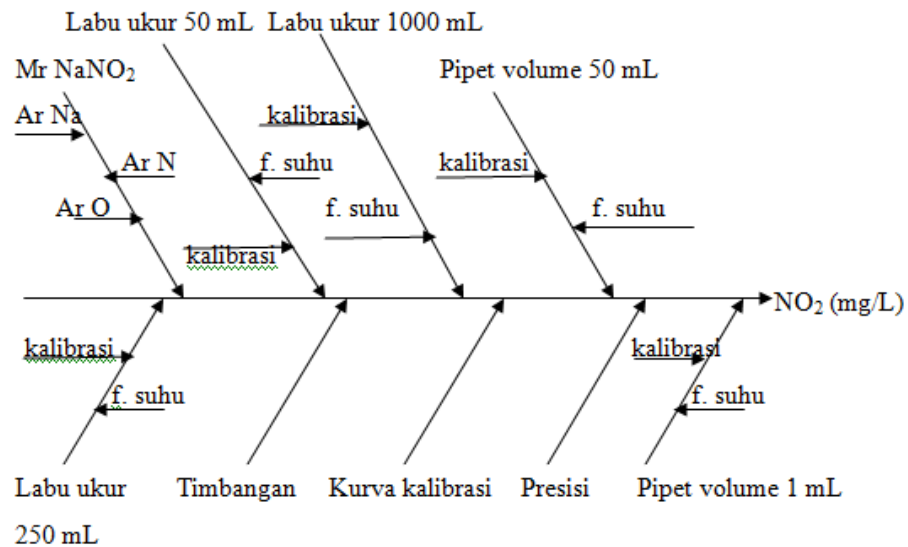
<b>Konsentrasi (spike+sampel) (mg/L)</b>	<b>Abs</b>	<b>Konsentrasi standar (mg/L)</b>	<b>Konsentrasi sampel (mg/L)</b>	<b>Recovery (%)</b>
0,259	0,143	0,3	0,082	59
0,262	0,145	0,3	0,082	60
0,262	0,145	0,3	0,081	60,33
0,262	0,145	0,3	0,084	59,33
0,262	0,145	0,3	0,084	59,33
0,262	0,145	0,3	0,089	57,67
0,262	0,145	0,3	0,089	57,67
			Rata-rata	59,04

Penentuan perolehan kembali (*%Recovery*) dilakukan 7 kali pengujian dengan 25 mL sampel uji ditambahkan dengan 1 mL larutan standar amonia 7,8 mg/L kemudian diuji dengan spektrofotometer UV-Vis. Hasil perolehan kembali pengujian nitrit mendapatkan hasil rata-rata sebesar 59,04%. Berdasarkan SNI 6989:2005 pengujian nitrit yang dapat diterima dengan kisaran rentang 85-115%. Hal ini dapat disimpulkan bahwa penentuan perolehan kembali amonia memiliki perolehan yang kurang baik dan tidak dapat diterima karena kurang dari rentang yang telah ditentukan.

## **4.6 Penentuan Estimasi Ketidakpastian**

### **4.6.1 Estimasi Ketidakpastian Nitrit**

Penentuan estimasi ketidakpastian dapat digambarkan dengan diagram tulang ikan untuk mengetahui sumber-sumber yang dapat mempengaruhi ketidakpastian dalam suatu pengukuran. Berikut adalah diagram tulang ikan dalam penentuan nitrit:



**Gambar 4.5 Diagram Tulang Ikan Nitrit**

Berdasarkan Gambar 4.5 estimasi ketidakpastian pengujian nitrit ( $\text{NO}_2$ ) menunjukkan sumber-sumber yang dapat memberikan kontribusi ketidakpastian pengukuran. Penentuan sumber-sumber yang berkontribusi pada estimasi ketidakpastian dapat dilihat dari rumus perhitungan kadar nitrit (mg/L). Faktor yang memberikan kontribusi ketidakpastian antara lain labu ukur yang digunakan, pipet yang digunakan pada saat mengambil sampel, pengulangan yang dilakukan pada saat pengujian nitrit, timbangan yang digunakan, berat molekul dari bahan yang digunakan dan konsentrasi nitrit dari kurva kalibrasi.

Kurva kalibrasi merupakan salah satu faktor penyumbang ketidakpastian dari pengukuran nitrit. Ketidakpastian baku yang diperoleh dari kurva kalibrasi sebesar  $6,98 \times 10^{-5}$  mg/L. Ketidakpastian ini diperoleh nilainya dengan rumus :

$$S_x = \frac{S_{x/y}}{\text{slope}} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(\text{yrata sampel} - \text{yrata standar})^2}{\text{slope}^2 \times \sum (x_i - \text{xrerata})^2}}$$

Selain kurva kalibrasi, pipet volume juga merupakan salah satu sumber estimasi ketidakpastian pengukuran nitrit. Pipet volume yang digunakan adalah pipet volume 50 mL yang memiliki ketidakpastian asal sebesar  $\pm 0,05$  mL ( $20^\circ\text{C}$ ). Diperoleh ketidakpastian yang berasal dari faktor muai sebesar 0,0303 mL dan ketidakpastian kalibrasi pipet volume sebesar 0,0204 mL sehingga diperoleh ketidakpastian dari pipet volume 50 mL sebesar 0,0365 mL dengan ketidakpastian

gabungan sebesar  $7,3 \times 10^{-4}$ . Pipet volume 1 mL memiliki ketidakpastian asal sebesar  $\pm 0,008$  mL ( $20^{\circ}\text{C}$ ). Diperoleh ketidakpastian dari faktor muai sebesar  $6,06 \times 10^{-4}$  mL dan ketidakpastian kalibrasi sebesar  $1,49 \times 10^{-4}$  mL dengan ketidakpastian gabungan sebesar 0,0323. Pengulangan yang dilakukan saat pengujian juga termasuk faktor penyumbang estimasi ketidakpastian diperoleh nilai sebesar 0,00016 mg/L dengan ketidakpastian gabungan sebesar 0,3720. Labu ukur 1000 mL diperoleh nilai ketidakpastian sebesar 0,6277 mL dengan ketidakpastian gabungan sebesar  $6,28 \times 10^{-4}$ . Labu ukur 250 mL diperoleh nilai ketidakpastiaan 0,1567 mL dengan ketidakpastian gabungan sebesar  $6,27 \times 10^{-4}$  mL. Mr  $\text{NaNO}_2$  diperoleh nilai ketidakpastian sebesar  $3,48 \times 10^{-4}$  g/mol dengan ketidakpastian gabungan sebesar  $5,04 \times 10^{-6}$ , m  $\text{NaNO}_2$  diperoleh nilai ketidakpastian sebesar 0,00068 gram dengan ketidakpastian gabungan sebesar  $1,81 \times 10^{-3}$ .

Ketidakpastian diperluas dihitung dengan menggabungkan hasil dari ketidakpastian baku dari masing-masing sumber penyumbang ketidakpastian. Berikut perhitungan ketidakpastian diperluas pengujian nitrit ( $\text{NO}_2$ ) pada Tabel 4.9.

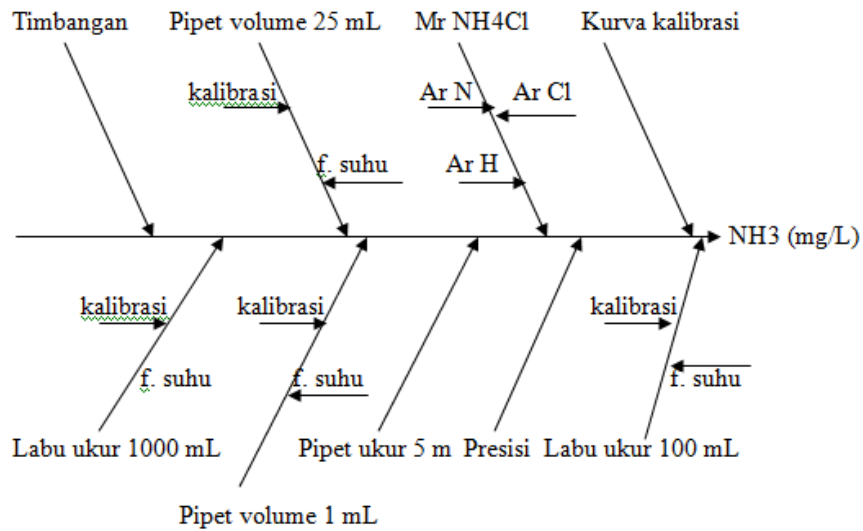
**Tabel 4.9 Sumber Ketidakpastian Kadar Nitrit (NO<sub>2</sub>)**

Sumber	Nilai (x)	satuan	$\mu$ (x)	satuan	$\mu$ (x)/(x)	$(\mu$ (x)/(x)) <sup>2</sup>
Pipet volume	50	mL	0,0365	mL	$7,3 \times 10^{-4}$	$5,33 \times 10^{-7}$
Pipet volume	1	mL	$3,25 \times 10^{-3}$	mL	$3,25 \times 10^{-3}$	$1,05 \times 10^{-5}$
Konsentrasi standar	0,0046	mg/L	$1,49 \times 10^{-4}$	mg/L	0,0323	$1,04 \times 10^{-3}$
Presisi	0,00043	mg/L	0,00016	mg/L	0,3720	0,1384
Labu ukur	1000	mL	0,6277	mL	$6,28 \times 10^{-4}$	$3,94 \times 10^{-7}$
Labu ukur	250	mL	0,1567	mL	$6,27 \times 10^{-4}$	$3,93 \times 10^{-7}$
Labu ukur	50	mL	0,0389	mL	$7,78 \times 10^{-4}$	$6,05 \times 10^{-7}$
Mr NaNO <sub>2</sub>	68,9952	g/mol	$3,48 \times 10^{-4}$	g/mol	$5,04 \times 10^{-6}$	$2,54 \times 10^{-11}$
m NaNO <sub>2</sub>	0,3751	g	0,00068	g	$1,81 \times 10^{-3}$	$3,28 \times 10^{-6}$
$\Sigma(\mu$ (x)/(x)) <sup>2</sup>						0,1394
$\sqrt{\Sigma(\mu$ (x)/(x)) <sup>2</sup>						0,3733

Berdasarkan Tabel 4.9 dapat disimpulkan bahwa estimasi ketidakpastian diperluas kadar nitrit (NO<sub>2</sub>) sebesar  $1,71 \times 10^{-3}$  mg/L. Hasil pengujian kadar nitrit pada air limbah sebesar  $0,0046 \pm 1,71 \times 10^{-3}$  mg/L.

#### 4.5.2 Estimasi Ketidakpastian Amoniak

Ketidakpastian pengukuran dilakukan untuk mengetahui sumber-sumber penyumbang yang dapat mempengaruhi nilai suatu ketidakpastian. Berikut adalah diagram tulang ikan dalam penentuan amoniak pada Gambar 4.6.



**Gambar 4.6 Diagram Tulang Ikan Amoniak**

Berdasarkan gambar 4.6 estimasi ketidakpastian pengujian amonia ( $\text{NH}_3$ ) menunjukkan sumber-sumber yang dapat memberikan kontribusi ketidakpastian pengukuran. Penentuan sumber-sumber yang berkontribusi pada estimasi ketidakpastian dapat dilihat dari rumus perhitungan kadar amonia (mg/L). Faktor yang memberikan kontribusi ketidakpastian antara lain pipet yang digunakan pada saat mengambil sampel, pengulangan yang dilakukan, dan konsentrasi amonia dari kurva kalibrasi.

Kurva kalibrasi merupakan salah satu penyumbang ketidakpastian pengukuran amonia. Ketidakpastian baku yang didapatkan dari kurva kalibrasi sebesar  $7,39 \times 10^{-3} \text{ mg/L}$ . Ketidakpastian kurva kalibrasi didapat nilainya dengan rumus :

$$S_x = \frac{S_{x/y}}{\text{slope}} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(\text{yrata sampel} - \text{yrata standar})^2}{\text{slope}^2 \times \sum (x_i - \text{xrerata})^2}}$$

Selain kurva kalibrasi, pipet volume juga merupakan salah satu sumber estimasi ketidakpastian pengukuran nitrit. Pipet volume yang digunakan adalah pipet volume 25 mL yang memiliki ketidakpastian asal sebesar  $\pm 0,03 \text{ mL}$  ( $20^\circ\text{C}$ ). Diperoleh ketidakpastian yang berasal dari faktor muai sebesar  $0,0152 \text{ mL}$  dan ketidakpastian kalibrasi pipet volume sebesar  $0,0122 \text{ mL}$  sehingga diperoleh ketidakpastian dari pipet volume 25 mL sebesar  $0,0194$  dengan nilai

ketidakpastian gabungan sebesar  $6,02 \times 10^{-7}$ . Pengulangan yang dilakukan saat pengujian juga termasuk faktor penyumbang estimasi ketidakpastian diperoleh nilai sebesar  $1,64 \times 10^{-3}$  mg/L dengan ketidakpastian gabungan sebesar 0,1421. Estimasi ketidakpastian kemurnian bahan terdiri dari beberapa faktor yaitu volume labu ukur yang digunakan diperoleh nilai ketidakpastian sebesar 0,0730 mL dengan ketidakpastian gabungan sebesar  $5,33 \times 10^{-7}$ , Mr  $\text{NH}_4\text{Cl}$  diperoleh nilai ketidakpastian sebesar  $5,45 \times 10^{-4}$  g/mol dengan ketidakpastian gabungan sebesar  $1,03 \times 10^{-10}$ , m  $\text{NH}_4\text{Cl}$  diperoleh nilai ketidakpastian sebesar 0,00068 gram dengan ketidakpastian gabungan sebesar  $5,23 \times 10^{-8}$ .

Ketidakpastian diperluas dapat dihitung dengan menggabungkan hasil dari ketidakpastian baku dari masing-masing sumber penyumbang ketidakpastian. Berikut perhitungan ketidakpastian diperluas pengujian amoniak ( $\text{NH}_3$ ):

**Tabel 4.10 Sumber Ketidakpastian Kadar Amonia ( $\text{NH}_3$ )**

Sumber	Nilai (x)	satuan	$\mu$ (x)	satuan	$\mu$ (x)/(x)	$(\frac{\mu}{x})^2$
Pipet volume	25	mL	0,0194	mL	$7,76 \times 10^{-4}$	$6,02 \times 10^{-7}$
Pipet volume	1	mL	$3,25 \times 10^{-3}$	mL	$3,25 \times 10^{-3}$	$1,05 \times 10^{-5}$
Pipet ukur	5	mL	0,0125	mL	$2,5 \times 10^{-3}$	$6,25 \times 10^{-6}$
Konsentrasi standar	0,0844	mg/L	$7,39 \times 10^{-3}$	mg/L	0,0875	$7,66 \times 10^{-3}$
Pengulangan	$4,35 \times 10^{-3}$	mg/L	$1,64 \times 10^{-3}$	mg/L	0,3770	0,1421
Labu ukur	1000	mL	0,6277	Mg/L	$6,28 \times 10^{-4}$	$3,94 \times 10^{-7}$
Labu ukur	100	mL	0,0730	mL	$7,3 \times 10^{-4}$	$5,33 \times 10^{-7}$
Mr $\text{NH}_4\text{Cl}$	53,4912	g/mol	$5,45 \times 10^{-4}$	g/mol	$1,01 \times 10^{-5}$	$1,03 \times 10^{-10}$
m $\text{NH}_4\text{Cl}$	2,971	g	0,00068	g	$2,28 \times 10^{-4}$	$5,23 \times 10^{-8}$
$\sum(\frac{\mu}{x})^2$						0,0166
$\sqrt{\sum(\frac{\mu}{x})^2}$						0,1288

Berdasarkan Tabel 4.10 dapat disimpulkan bahwa estimasi ketidakpastian diperluas kadar amonia ( $\text{NH}_3$ ) sebesar 0,0108 mg/L. Hasil pengujian kadar amonia pada air limbah sebesar  $0,0844 \pm 0,0108$  mg/L.

## **BAB V PENUTUP**

### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan validasi metode uji penentuan kadar nitrit dan ammonia menggunakan spektrofotometer UV-Vis mengacu pada SNI 6989:2004 (nitrit) dan SNI 6989:2005 (ammonia) yang dilakukan di Balai Riset dan Standardisasi Industri Palembang dapat disimpulkan :

1. Kadar nitrit pada sampel air limbah diperoleh sebesar 0,0046 mg/L dan kadar amoniak pada sampel air limbah diperoleh sebesar 0,0844 mg/L.
2. Berdasarkan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 kandungan nitrit dan amoniak pada sampel air masih memenuhi persyaratan mutu kualitas air dimana mutu nitrit sebesar 0,06 mg/L dan mutu amoniak sebesar 0,5 mg/L.
3. Hasil validasi metode uji penentuan kadar nitrit dapat diterima karena dari beberapa parameter yang telah dilakukan, metode uji nitrit masuk ke dalam rentang dan persyaratan diterimanya suatu metode analisis. Sedangkan validasi metode uji amoniak tidak dapat diterima karena dari beberapa parameter yang telah diuji hanya penentuan presisi yang masuk kedalam rentang dan persyaratan diterimanya suatu metode analisis.

### **5.2 Saran**

Berdasarkan pengalaman dan pengamatan selama melakukan praktik kerja lapangan, terdapat beberapa saran yang perlu disampaikan. Sebaiknya segera mengganti beberapa alat gelas yang sudah pecah/retak terutama pada alat ukur karena dapat mempengaruhi volume sampel/larutan pereaksi pada saat penentuan suatu analisis. Dan juga dapat menambah dan mengembangkan parameter uji.

## DAFTAR PUSTAKA

- APVMA. 2004. *Guidelines For The Validation Of Analytical Methods for Active Constituent, Agricultural And Veterinary Chemical Product*. Kingston APVMA: Australia.
- Badan Standardisasi Nasional. 2008. *Ketidakpastian dan Ketertelusuran Pengukuran dalam ISO/ICE 17025:2005*
- BSN. 2004. Standar Nasional Indonesia (SNI) 06-6989.9-2004. *Cara Uji Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) secara Spektrofotometri*.
- BSN. 2005. Standar Nasional Indonesia (SNI) 06-6989.30-2005. *Cara Uji Kadar Amonia dengan Spektrofotometer secara Fenat*.
- Cahyadi, W. 2008. *Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*. Jakarta: Bumi Aksara.
- Chan, C.C, dan X. Zhang. 2004. *Analytical Method Validation and Instrumental Performant Verification*. Willey Intercine A. John Willy and Sons. Inc., Publication.
- Day, R.A., dan Underwood, A.L., 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif* (edisi keenam). Jakarta: Erlangga.
- Effendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air: Bagi Pengelolaan Sumberdaya dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Kanisius.
- Ekasari, S.R. 2013. *Penyisihan Amonia Dari Limbah Menggunakan Gabungan Proses Membran dan Oksidasi Lanjut dalam Reaktor Hibrida Ozon-plasma Menggunakan Larutan Penjerap Asam Sulfat*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- EPA. 2004. *Toxicological Profile for Ammonia*. U.s. Departemen Of Health and Human Service.
- Harmita. 2004. Review Artikel. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Perhitungannya*. Jurnal Majalah Ilmu Kefarmasian, Departemen Farmasi: FMIPA UI, Vol 1, No 3, 117-135.
- Harmita. 2006. *Analisis Kuantitatif Bahan Baku dan Sediaan Farmasi*. Jakarta: Departemen Farmasi FMIPA Universitas Indonesia.
- Herlambang, Ari., Suprihatin, dan Widayat, Wahyu,. 2010. *Penyisihan Amoniak Dalam Upaya Meningkatkan Kualitas Air Baku PDAM-IPA Bojong Renged*

*Dengan Proses Biofiltrasi Menggunakan Media Plastik Tipe Sarang Tawon. JAI. Vol 6 No 1.*

Ida, Yustina. 2009. *Penentuan Kadar Nitrit pada Beberapa Air Sungai Di Kota Medan Dengan Metode Spektrofotometer (Visible). Karya Ilmiah.* Departemen Kimia: FMIPA Universitas Sumatera Utara.

Kementrian Lingkungan Hidup. 2004. *Pengendalian Pencemaran Air.* Jakarta.

Maladi, Irham, dkk. 2013. *Analisa Uji Fisik, Amoniak (NH<sub>3</sub>), Nitrit (NO<sub>2</sub>), Penentuan Kadar Besi (Fe), Mangan (Mn), dan Klorin (Cl) dalam Sampel Air Minum Nestle dan Cleo.* Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah.

Manalu, H. 2011. *Analisa Perubahan Kandungan Nitrit (NO<sub>2</sub>) dalam Hasil Rebusan Sayur Bayam Hijau dengan Metode Spektrofotometer UV-Vis. Skripsi.* Medan: FMIPA Universitas Sumatera Utara.

Marzuki, Asnah. 2012. *Kimia Analisis Farmasi.* Makassar: Dua Satu Press.

Peraturan Pemerintah Republik Indonesi Nomor 82 Tahun 2001. *Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air.* 14 Desember 2001. Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2001 No 153. Jakarta

Riyanto. 2014. *Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/ICE 17025* Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi. Deepublish. Yogyakarta.

Sanusi, H. S., 2006. *Kimia Laut Proses Fisik Kimia dan Interaksinya dengan Lingkungan.* Bogor: Departemen Ilmu dan Teknologi Kelautan Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Institut Pertanian Bogor. Bogor.

Sastrohamidjojo, H. 2013. *Dasar-Dasar Spektroskopi.* Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.

Soemarwoto, O., 2003. *Analisis Mengenai Dampak Lingkungan.* Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.

Tahir, Hikmal. 2009. *Arti Penting Kalibrasi Pada Proses Pengukuran Analitik: Aplikasi Pada Penggunaan pH Meter dan Spektrofotometer UV-Vis.* Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.

Trobos. 2007. *Bioremediasi dengan bakteri endogenous: Upaya untuk menghidupkan kembali kejayaan budidaya udang windu.* Artikel dan Berita tentang Limnologi. Pusat Penelitian Limnologi LIPI.

Wibowo, R.K.A. 2009. *Analisis Kualitas Air Pada Sentral Outlet Tambak Udang Sistem Terpadu Tulang Bawang Lampung.* Bandung: ITB.

Wiji, dkk. 2010. *Penuntun Praktikum Kimia Analitik Instrumen*. Bandung: Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA Universitas Pendidikan Indonesia.

Wunas, Yeanny dan Susanti.2011. *Analisis Kimia Farmasi Kuantitatif* (revisi kedua).

## LAMPIRAN

### Lampiran 1

#### Penentuan Pembuatan Larutan Induk, Larutan Baku dan Larutan Kerja Nitrit, NO<sub>2</sub>-N

##### 1) Pembuatan Larutan Induk

$$\begin{aligned}\text{Gram} &= \text{mol} \times \text{Mr NaNO}_2 \\ 0,3751 \text{ g} &= \text{mol} \times 69,00 \text{ g/mol} \\ \text{Mol} &= \frac{0,3751 \text{ g}}{69,00 \text{ g/mol}} \\ &= 0,0054 \text{ mol.}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol} &= \frac{\text{g}}{\text{Mr}} \\ 0,0054 \text{ mol} &= \frac{\text{g}}{14,0067 \text{ g/mol}} \\ \text{Gram} &= 0,0054 \text{ mol} \times 14,0067 \text{ g/mol} \\ &= 0,0756 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}1 \text{ ppm} &= 1 \text{ mg/L} \\ \text{Larutan induk} &= \frac{0,0756 \text{ g}}{1 \text{ L}} \times \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \\ &= \frac{0,0756 \text{ mg}}{1 \text{ L}} \\ &= 75,6 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

##### 2) Larutan Baku

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 75,6 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} &= M_2 \times 250 \text{ mL} \\ M_2 &= \frac{75,6 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 50 \text{ mL}}{250 \text{ mL}} \\ &= 15 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 15 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL} &= M_2 \times 1000 \text{ mL} \\ M_2 &= \frac{15 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 10 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \\ &= 0,15 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

##### 3) Larutan Kerja

- 0 mg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 0,15 \text{ mg/L} \times 0 \text{ mL} &= M_2 \times 50 \text{ mL} \\ M_2 &= 0 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

- 0,003 mg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,15 \text{ mg/L} \times 1 \text{ mL} &= M_2 \times 50 \text{ mL} \\M_2 &= 0,003 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

- 0,006 mg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,15 \text{ mg/L} \times 2 \text{ mL} &= M_2 \times 50 \text{ mL} \\M_2 &= 0,006 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

- 0,015 mg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,15 \text{ mg/L} \times 5 \text{ mL} &= M_2 \times 50 \text{ mL} \\M_2 &= 0,015 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

- 0,03 mg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,15 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL} &= M_2 \times 50 \text{ mL} \\M_2 &= 0,03 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

- 0,045 mg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,15 \text{ mg/L} \times 15 \text{ mL} &= M_2 \times 50 \text{ mL} \\M_2 &= 0,045 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

- 0,06 mg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,15 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL} &= M_2 \times 50 \text{ mL} \\M_2 &= 0,06 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

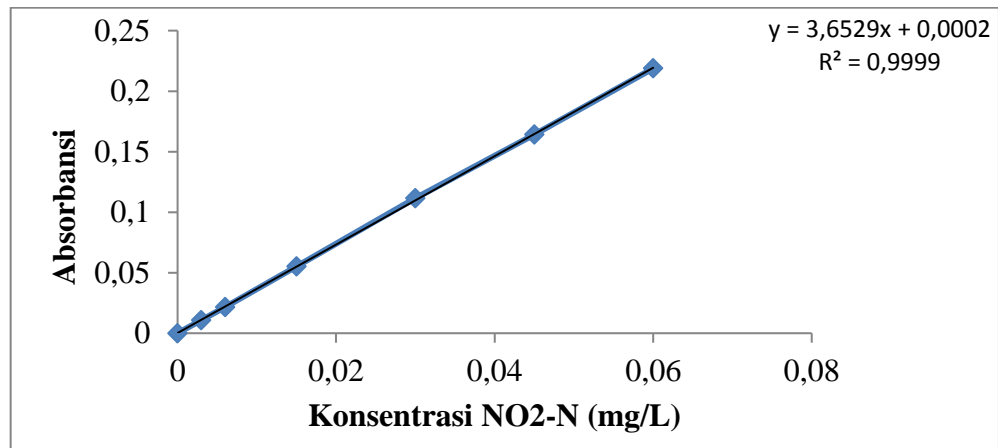
## Lampiran 2

### Penentuan Kurva Kalibrasi Standar Nitrit, NO<sub>2</sub>-N

Tabel, grafik dan persamaan regresi linier untuk kurva kalibrasi

**Tabel Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)**

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0,00	0,0000
0,003	0,0107
0,006	0,0217
0,015	0,0551
0,03	0,1115
0,045	0,1641
0,06	0,2188



**Grafik Hubungan Konsentrasi (mg/L) dengan absorbansi**

### Lampiran 3

#### Penentuan Presisi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

#### Tabel dan rumus perhitungan penentuan presisi nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

Tabel Penentuan Presisi Nitrit (NO <sub>2</sub> -N)				
Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,0168	0,0046	$-2,8571 \times 10^{-5}$	$8,1630 \times 10^{-10}$
2	0,0168	0,0046	$-2,8571 \times 10^{-5}$	$8,1630 \times 10^{-10}$
3	0,0165	0,0045	$-1,2857 \times 10^{-4}$	$1,6530 \times 10^{-8}$
4	0,0165	0,0045	$-1,2857 \times 10^{-4}$	$1,6530 \times 10^{-8}$
5	0,0173	0,0047	$7,1429 \times 10^{-5}$	$5,1020 \times 10^{-9}$
6	0,0174	0,0047	$7,1429 \times 10^{-5}$	$5,1020 \times 10^{-9}$
7	0,0175	0,0048	$1,7143 \times 10^{-4}$	$2,9387 \times 10^{-8}$
$\bar{x} = 0,004628571$				$7,4284 \times 10^{-8}$

$$\begin{aligned} \text{Rata-rata konsentrasi (mg/L)} &= \frac{c_1 + c_2 + c_3 + c_4 + c_5 + c_6 + c_7}{n} \\ &= \frac{(0,0046 + 0,0046 + 0,0045 + 0,0045 + 0,0047 + 0,0047 + 0,0048) \text{ mg/L}}{7} \\ &= 0,004628571 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Standar Deviasi} &= \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}} \\ &= \sqrt{\frac{7,4284 \times 10^{-8}}{7-1}} \\ &= 0,00011127 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{RSD} &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \\ &= \frac{0,00011127 \text{ mg/L}}{0,004628571 \text{ mg/L}} \times 100 \\ &= 2,40 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{CV Horwitz} &= 2^{(1-0,5 \log C)} \\ &= 2^{(1-0,5 \log 4,6285 \times 10^{-9})} \\ &= 35,93 \end{aligned}$$

$$2/3 \text{ CV Horwitz} = 23,95$$

#### Lampiran 4

#### Penentuan Limit Deteksi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

#### Tabel dan rumus perhitungan batas limit deteksi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

Tabel Penentuan Limit Deteksi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (y)	y <sub>1</sub>	(y-y <sub>1</sub> )	(y-y <sub>1</sub> ) <sup>2</sup>
0	0	0	0	0
0,003	0,0107	0,0109	-0,0002	4x10 <sup>-8</sup>
0,006	0,0217	0,0219	-0,0002	4x10 <sup>-8</sup>
0,015	0,0551	0,0548	0,0003	9x10 <sup>-8</sup>
0,03	0,1115	0,1096	0,0019	3,61x10 <sup>-6</sup>
0,045	0,1641	0,1643	-0,0002	4x10 <sup>-8</sup>
0,06	0,2188	0,219	-0,0002	4x10 <sup>-8</sup>
				Σ = 3,86x10 <sup>-6</sup>

$$y_1 = bx + a$$

0 mg/L

$$\begin{aligned} y_1 &= 3,652(0) + 0,000 \\ &= 0 \end{aligned}$$

0,003 mg/L

$$\begin{aligned} y_1 &= 3,652 (0,003) + 0,000 \\ &= 0,0109 \end{aligned}$$

0,006 mg/L

$$\begin{aligned} y_1 &= 3,652 (0,006) + 0,000 \\ &= 0,0219 \end{aligned}$$

0,015 mg/L

$$\begin{aligned} y_1 &= 3,652 (0,015) + 0,000 \\ &= 0,0548 \end{aligned}$$

0,03 mg/L

$$\begin{aligned} y_1 &= 3,652 (0,03) + 0,000 \\ &= 0,1096 \end{aligned}$$

0,045 mg/L

$$y_1 = 3,652 (0,045) + 0,000$$

$$= 0,1643$$

$$0,06 \text{ mg/L}$$

$$y_1 = 3,652 (0,06) + 0,000$$

$$= 0,219$$

$$\begin{aligned} S_{x/y} &= \sqrt{\frac{\sum(y-y_1)^2}{n-2}} \\ &= \sqrt{\frac{3,86 \times 10^{-6}}{7-2}} \\ &= 8,76 \times 10^{-4} \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{LOD} &= \frac{3 \times S_{x/y}}{\text{slope}} \\ &= \frac{3 \times 8,76 \times 10^{-4}}{3,652} \\ &= 0,00071 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{LOQ} &= \frac{10 \times S_{x/y}}{\text{slope}} \\ &= \frac{10 \times 8,76 \times 10^{-4}}{3,652} \\ &= 0,0023 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

## Lampiran 5

### Penentuan Akurasi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

#### Tabel dan rumus perhitungan penentuan akurasi nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

**Tabel Penentuan Akurasi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)**

Konsentrasi (spike+standar) (mg/L)	Abs	Konsentrasi standar (mg/L)	Konsentrasi sampel (mg/L)	Recovery (%)
0,0321	0,1174	0,03	0,0046	91,67
0,0321	0,1174	0,03	0,0046	91,67
0,0321	0,1175	0,03	0,0045	92
0,0321	0,1175	0,03	0,0045	92
0,0323	0,1777	0,03	0,0047	92
0,0322	0,1176	0,03	0,0047	91,67
0,0322	0,1176	0,03	0,0048	91,33
			Rata-rata	91,76

$$\begin{aligned}C_3 &= \frac{v \text{ larutan standar} \times \text{konsentrasi larutan standar}}{v \text{ total}} \\ &= \frac{10 \text{ mL} \times 0,15 \text{ mg/L}}{50 \text{ mL}} \\ &= 0,03 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

$$\% \text{Recovery} = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \times 100\%$$

Recovery 1

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,0321 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,0046 \text{ mg/L}}{0,03 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 91,67\%\end{aligned}$$

Recovery 2

$$\% \text{Recovery} = \frac{0,0321 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,0046 \text{ mg/L}}{0,03 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

$$= 91,67\%$$

Recovery 3

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,0321 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,0045 \text{ mg/L}}{0,03 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 92\%\end{aligned}$$

Recovery 4

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,0321 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,0045 \text{ mg/L}}{0,03 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 92\%\end{aligned}$$

Recovery 5

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,0323 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,0047 \text{ mg/L}}{0,03 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 92\%\end{aligned}$$

Recovery 6

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,0322 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,0047 \text{ mg/L}}{0,03 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 91,67\%\end{aligned}$$

Recovery 7

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,0322 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,0048 \text{ mg/L}}{0,03 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 91,33\%\end{aligned}$$

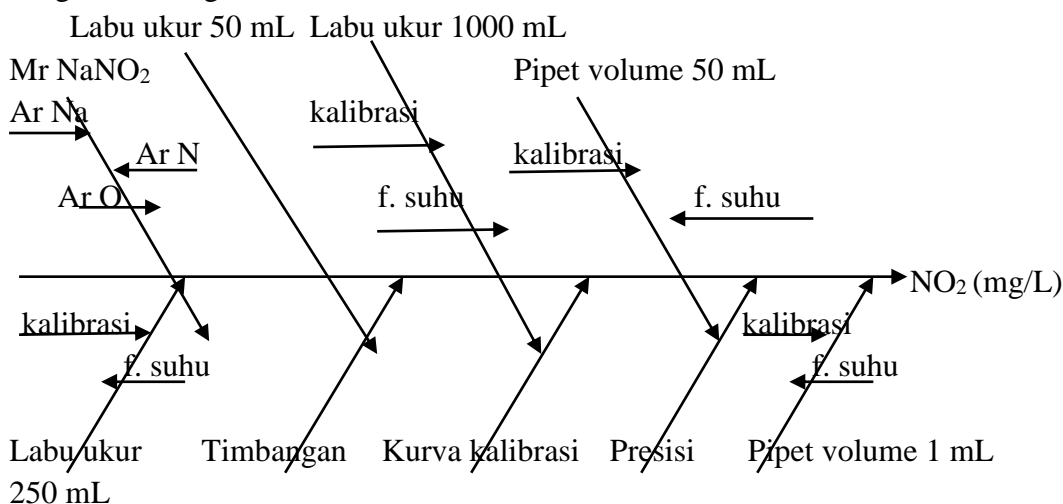
Rata-rata %Recovery yang diperoleh sebesar 91,76%

## Lampiran 6

### Penentuan Estimasi Ketidakpastian Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

Tabel, diagram tulang ikan dan rumus perhitungan estimasi ketidakpastian Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

#### Diagram Tulang Ikan



#### Estimasi Ketidakpastian Kurva Kalibrasi

No.	Cstd (mg/L) (xi)	Abs (yi)	$xi - \bar{x}$	$(xi - \bar{x})^2$	$y = ax + b$ (yc)	$yi - yc$	$(yi - yc)^2$
1	0	0	-0,0227	0,00051	0	0	0
2	0,003	0,0107	-0,0197	0,00038	0,0109	- 0,0002	$4 \times 10^{-8}$
3	0,006	0,0217	-0,0167	0,00027	0,0219	- 0,0002	$4 \times 10^{-8}$
4	0,015	0,0551	-0,0077	$5,95 \times 10^{-5}$	0,0548	0,0003	$9 \times 10^{-8}$
5	0,03	0,1115	0,0072	$5,30 \times 10^{-5}$	0,1096	0,0019	$3,61 \times 10^{-6}$
6	0,045	0,1641	0,0222	0,00049	0,1643	- 0,0002	$4 \times 10^{-8}$
7	0,06	0,2188	0,0372	0,00139	0,219	- 0,0002	$4 \times 10^{-8}$
jumlah	0,159	0,5819		0,00318			$3,86 \times 10^{-6}$
rata-rata	0,0227	0,0831		0,00046			$5,51 \times 10^{-7}$

$$\begin{aligned}
 S_{x/y} &= \sqrt{\frac{\sum(y_i - y_c)^2}{n-2}} \\
 &= \sqrt{\frac{3,86 \times 10^{-6}}{7-2}} \\
 &= 8,78 \times 10^{-4}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 S_x &= \frac{S_{x/y}}{\text{slope}} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(\text{yrata sampel} - \text{yrata standar})^2}{\text{slope}^2 \times \sum(x_i - \bar{x})^2}} \\
 &= \frac{8,78 \times 10^{-4}}{3,652} \times \sqrt{\frac{1}{7} + \frac{1}{7} + \frac{(0,0169 - 0,0831)^2}{(3,652)^2 \times 0,00318}} \\
 &= 1,49 \times 10^{-4} \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

### Estimasi Ketidakpastian Pipet Volume 50 mL ± 0,05 mL

$$\begin{aligned}
 \mu \text{ kalibrasi} &= \frac{s}{\sqrt{6}} \\
 &= \frac{0,05}{\sqrt{6}} \\
 &= 0,0204 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Faktor muai

$$\begin{aligned}
 \mu F_s &= \frac{v \times \Delta t \times 2,1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} \\
 &= \frac{50 \text{ mL} \times (25^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C}) \times 2,1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} \\
 &= 0,0303 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \mu \text{ Pipet volume} &= \sqrt{\mu F_s^2 + \mu \text{kalibrasi}^2} \\
 &= \sqrt{(0,0303 \text{ mL})^2 + (0,0204 \text{ mL})^2} \\
 &= 0,0365 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

### Estimasi Ketidakpastian Pipet Volume 1 mL ± 0,008 mL

$$\begin{aligned}
 \mu \text{ kalibrasi} &= \frac{s}{\sqrt{6}} \\
 &= \frac{0,008}{\sqrt{6}} \\
 &= 0,0032 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Faktor muai

$$\begin{aligned}
 \mu F_s &= \frac{v \times \Delta t \times 2,1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} \\
 &= \frac{1 \text{ mL} \times (25^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C}) \times 2,1 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} \\
 &= 6,06 \times 10^{-4} \text{ mL}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \mu \text{ Pipet volume} &= \sqrt{\mu F_s^2 + \mu \text{kalibrasi}^2} \\
 &= \sqrt{(6,06 \times 10^{-4} \text{ mL})^2 + (0,0032 \text{ mL})^2} \\
 &= 3,25 \times 10^{-3} \text{ mL}
 \end{aligned}$$

**Estimasi Ketidakpastian Labu Ukur 1000 mL ± 0,40 mL**

$$\begin{aligned}\mu \text{ kalibrasi} &= \frac{s}{\sqrt{6}} \\ &= \frac{0,40}{\sqrt{6}} \\ &= 0,1632 \text{ mL}\end{aligned}$$

Faktor muai

$$\begin{aligned}\mu \text{ fs} &= \frac{v \times \Delta t \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{1000 \text{ mL} \times (25 \text{oC} - 20 \text{oC}) \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= 0,6062 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu \text{ Labu ukur} &= \sqrt{\mu \text{fs}^2 + \mu \text{kalibrasi}^2} \\ &= \sqrt{(0,1632)^2 + (0,6062)^2} \\ &= 0,6277 \text{ mL}\end{aligned}$$

**Estimasi Ketidakpastian Labu Ukur 250 mL ± 0,15 mL**

$$\begin{aligned}\mu \text{ kalibrasi} &= \frac{s}{\sqrt{6}} \\ &= \frac{0,15}{\sqrt{6}} \\ &= 0,0612 \text{ mL}\end{aligned}$$

Faktor muai

$$\begin{aligned}\mu \text{ fs} &= \frac{v \times \Delta t \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{250 \text{ mL} \times (25 \text{oC} - 20 \text{oC}) \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= 0,1443 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu \text{ Labu ukur} &= \sqrt{\mu \text{fs}^2 + \mu \text{kalibrasi}^2} \\ &= \sqrt{(0,1443)^2 + (0,0612)^2} \\ &= 0,1567 \text{ mL}\end{aligned}$$

**Estimasi Ketidakpastian Labu Ukur 50 mL ± 0,06 mL**

$$\begin{aligned}\mu \text{ kalibrasi} &= \frac{s}{\sqrt{6}} \\ &= \frac{0,06}{\sqrt{6}} \\ &= 0,0244 \text{ mL}\end{aligned}$$

Faktor muai

$$\begin{aligned}\mu \text{ fs} &= \frac{v \times \Delta t \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{50 \text{ mL} \times (25 \text{oC} - 20 \text{oC}) \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= 0,0303 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu \text{ Labu ukur} &= \sqrt{\mu fs^2 + \mu \text{kalibrasi}^2} \\ &= \sqrt{(0,0303)^2 + (0,0244)^2} \\ &= 0,0389 \text{ mL}\end{aligned}$$

### Estimasi Ketidakpastian Pengulangan (Presisi)

$$\begin{aligned}\text{Presisi} &= \frac{SD}{\sqrt{n}} \\ &= \frac{0,00043}{\sqrt{7}} \\ &= 0,00016\end{aligned}$$

### Estimasi Ketidakpastian Timbangan

Kapasitas timbangan =  $210 \pm 0,0014$

Tingkat kepercayaan 95% dengan faktor cakupan (k) 2,05

$$\begin{aligned}\mu \text{ massa} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,0014}{2,05} \\ &= 0,00068 \text{ gram}\end{aligned}$$

### Estimasi Ketidakpastian Berat Molekul

Berat molekul  $\text{NaNO}_2$

Uraian	Na	N	O <sub>2</sub>
Berat atom	22,9897	14,00674	31,9988
Ketidakpastian	0,000002	0,00007	0,0006

$$\begin{aligned}\mu \text{ NaNO}_2 &= \sqrt{\frac{\mu \text{Na}^2}{\sqrt{3}} + \frac{\mu \text{N}^2}{\sqrt{3}} + \frac{\mu \text{O}_2^2}{\sqrt{3}}} \\ &= \sqrt{\left(\frac{0,000002}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,00007}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,0006}{\sqrt{3}}\right)^2} \\ &= 3,48 \times 10^{-4}\end{aligned}$$

### Ringkasan Ketidakpastian Pengujian Nitrit

Sumber	Nilai (x)	satuan	$\mu (x)$	satuan	$\mu (x)/(x)$	$(\mu (x)/(x))^2$
Pipet volume	50	mL	0,0365	mL	$7,3 \times 10^{-4}$	$5,33 \times 10^{-7}$
Pipet volume	1	mL	$3,25 \times 10^{-3}$	mL	$3,25 \times 10^{-3}$	$1,05 \times 10^{-5}$

Kurva kalibrasi	0,0046	mg/L	$1,49 \times 10^{-4}$	mg/L	0,0323	$1,04 \times 10^{-3}$
Presisi	0,00043	mg/L	0,00016	mg/L	0,3720	0,1384
Labu ukur	1000	mL	0,6277	mL	$6,28 \times 10^{-4}$	$3,94 \times 10^{-7}$
Labu ukur	250	mL	0,1567	mL	$6,27 \times 10^{-4}$	$3,93 \times 10^{-7}$
Labu ukur	50	mL	0,0389	mL	$7,78 \times 10^{-4}$	$6,05 \times 10^{-7}$
Mr NaNO <sub>2</sub>	68,9952	g/mol	$3,48 \times 10^{-4}$	g/mol	$5,04 \times 10^{-6}$	$2,54 \times 10^{-11}$
m NaNO <sub>2</sub>	0,3751	g	0,00068	g	$1,81 \times 10^{-3}$	$3,28 \times 10^{-6}$
$\Sigma(\mu(x)/(x))^2$						0,1394
$\sqrt{\Sigma(\mu(x)/(x))^2}$						0,3733

$$\mu_{G/C} = \sqrt{\Sigma(\mu(x)/(x))^2}$$

$$\mu_G = 0,0046 \text{ mg/L} \times 0,3733$$

$$= 1,71 \times 10^{-3} \text{ mg/L}$$

**Lampiran 7**  
**Penentuan Pembuatan Larutan Induk, Larutan Baku dan Larutan Kerja Amoniak, NH<sub>3</sub>-N**

4) Pembuatan Larutan Induk

$$\begin{aligned} \text{Gram} &= \text{mol} \times \text{Mr NH}_4\text{Cl} \\ 2,971 \text{ g} &= \text{mol} \times 53,5 \text{ g/mol} \\ \text{Mol} &= \frac{2,971 \text{ g}}{53,5 \text{ g/mol}} \\ &= 0,0555 \text{ mol.} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol} &= \frac{\text{g}}{\text{Mr}} \\ 0,0555 \text{ mol} &= \frac{\text{g}}{14,0067 \text{ g/mol}} \\ \text{Gram} &= 0,0555 \text{ mol} \times 14,0067 \text{ g/mol} \\ &= 0,7773 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 1 \text{ ppm} &= 1 \text{ mg/L} \\ \text{Larutan induk} &= \frac{0,7773 \text{ g}}{1 \text{ L}} \times \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} \\ &= \frac{0,7773 \text{ mg}}{1 \text{ L}} \\ &= 777 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

5) Larutan Baku

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 777 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL} &= M_2 \times 100 \text{ mL} \\ M_2 &= \frac{777 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 10 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \\ &= 78 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 78 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL} &= M_2 \times 100 \text{ mL} \\ M_2 &= \frac{78 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 10 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \\ &= 7,8 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

6) Larutan Kerja

- 0 mg/L

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

$$7,8 \text{ mg/L} \times 0 \text{ mL} = M_2 \times 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 0 \text{ mg/L}$$

- 0,08 mg/L

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

$$7,8 \text{ mg/L} \times 1 \text{ mL} = M_2 \times 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 0,08 \text{ mg/L}$$

- 0,156 mg/L

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

$$7,8 \text{ mg/L} \times 2 \text{ mL} = M_2 \times 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 0,156 \text{ mg/L}$$

- 0,234 mg/L

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

$$7,8 \text{ mg/L} \times 3 \text{ mL} = M_2 \times 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 0,234 \text{ mg/L}$$

- 0,78 mg/L

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

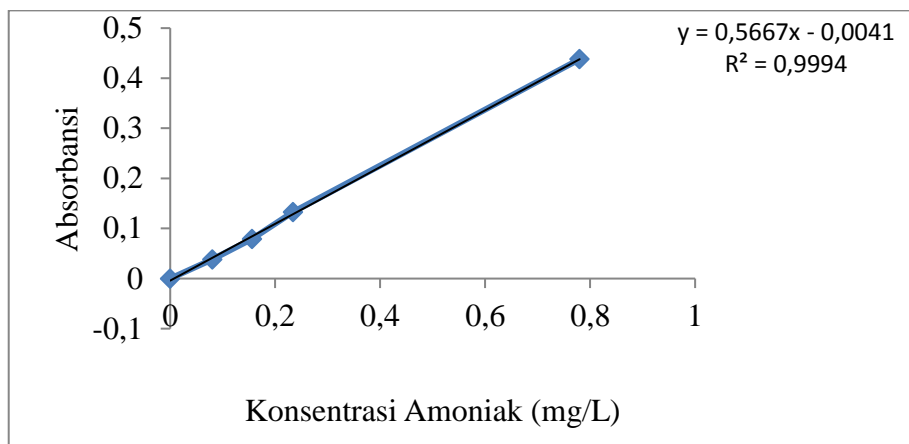
$$7,8 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL} = M_2 \times 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 0,78 \text{ mg/L}$$

**Lampiran 8**  
**Penentuan Kurva Kalibrasi Standar Amonia (NH<sub>3</sub>)**  
**Tabel, grafik dan persamaan regresi linier untuk kurva kalibrasi**

**Tabel Kurva Kalibrasi Larutan Standar Amonia (NH<sub>3</sub>)**

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0,00	0,000
0,08	0,038
0,156	0,079
0,234	0,133
0,78	0,438



**Grafik hubungan antara konsentrasi (mg/L) dengan absorbansi**

**Lampiran 9**  
**Penentuan Presisi Amonia (NH<sub>3</sub>)**  
**Tabel, dan rumus perhitungan penentuan presisi ammonia (NH<sub>3</sub>)**

<b>Tabel Penentuan Presisi Amonia (NH<sub>3</sub>)</b>				
pengulan gan	Absorb ansi	konsent rasi	$x - \bar{x}$	$\frac{(x - \bar{x})^2}{}$
1	0,043	0,082	-	5,89x 10 <sup>-6</sup>
			0,00 24	
2	0,043	0,082	-	5,89x 10 <sup>-6</sup>
			0,00 24	
3	0,042	0,081	-	1,17x 10 <sup>-5</sup>
			0,00 34	
4	0,044	0,084	-	1,83x 10 <sup>-7</sup>
			0,00 04	
5	0,044	0,084	-	1,83x 10 <sup>-7</sup>
			0,00 04	
6	0,047	0,089	0,00	2,08 x10 <sup>-5</sup>
			45	
7	0,047	0,089	0,00	2,08 x10 <sup>-5</sup>
			45	
		$\bar{x} =$ 0,0844		$\Sigma =$ 6,57 x10 <sup>-5</sup>

$$\begin{aligned} \text{Rata-rata konsentrasi (mg/L)} &= \frac{C1+C2+C3+C4+C5+C6+C7}{n} \\ &= \\ &= \frac{(0,082+0,082+0,081+0,084+0,084+0,089+0,089)\text{mg/L}}{7} \\ &= 0,0844 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{SD} &= \sqrt{\frac{\Sigma(x - \bar{x})^2}{n-1}} \\ &= \sqrt{\frac{6,57 \times 10^{-5}}{7-1}} \\ &= 3,309 \times 10^{-3} \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\% \text{RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100$$

$$\begin{aligned} &= \frac{3,309 \times 10^{-3} \text{ mg/L}}{0,0844 \text{ mg/L}} \times 100 \\ &= 3,92\% \\ \text{CV Horwitz} &= 2^{(1-0,5 \log C)} \\ &= 2^{(1-0,5 \log 8,44 \times 10^{-8})} \\ &= 23,21 \\ 2/3 \text{ CV Horwitz} &= 15,47 \end{aligned}$$

**Lampiran 10**  
**Penentuan Limit Deteksi Amonia (NH<sub>3</sub>)**  
**Tabel, dan rumus perhitungan penentuan limit deteksi amonia (NH<sub>3</sub>)**

**Tabel Penentuan Limit Deteksi Amonia (NH<sub>3</sub>)**

konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (y)	y1	(y-y1)	(y-y1) <sup>2</sup>
0	0	-0.004	0.004	1,6x10 <sup>-5</sup>
0.08	0.038	0.0413	- 0.0033	1,0896x10 <sup>-5</sup>
0.156	0.079	0.0844	- 0.0054	2,9166x10 <sup>-5</sup>
0.234	0.133	0.1286	0.0044	1,9366x10 <sup>-5</sup>
0.78	0.438	0.438	0	0
				7,5416x10 <sup>-5</sup>

$$y_1 = bx - a$$

0 mg/L

$$y_1 = 0,5667 (0) - 0,0040$$

$$= -0,004$$

0,08 mg/L

$$y_1 = 0,5667 (0,08) - 0,0040$$

$$= 0,0413$$

0,156 mg/L

$$y_1 = 0,5667 (0,156) - 0,0040$$

$$= 0,0844$$

0,233 mg/L

$$y_1 = 0,5667 (0,234) - 0,0040$$

$$= 0,1286$$

0,78 mg/L

$$y_1 = 0,5667 (0,78) - 0,0040$$

$$= 0,4380$$

$$S_{x/y} = \sqrt{\frac{\sum(y-y_1)^2}{n-2}}$$

$$= \sqrt{\frac{7,5416 \times 10^{-5}}{5-2}}$$

$$= 0,0050 \text{ mg/L}$$

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S_{x/y}}{\text{slope}}$$

$$\begin{aligned} &= \frac{3 \times 0,0050}{0,5567} \\ &= 0,0264 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{LOQ} &= \frac{10 \times Sx/y}{\text{slope}} \\ &= \frac{10 \times 0,0050}{0,5567} \\ &= 0,0882 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

**Lampiran 11**  
**Penentuan Akurasi Amonia (NH<sub>3</sub>)**  
**Tabel, dan rumus perhitungan penentuan Akurasi amonia (NH<sub>3</sub>)**

**Tabel Penentuan Akurasi Amonia (NH<sub>3</sub>)**

Konsentrasi (spike+sampel) (mg/L)	Abs	Konsentrasi standar (mg/L)	Konsentrasi sampel (mg/L)	Recovery (%)
0,259	0,143	0,3	0,082	59
0,262	0,145	0,3	0,082	60
0,262	0,145	0,3	0,081	60,33
0,262	0,145	0,3	0,084	59,33
0,262	0,145	0,3	0,084	59,33
0,262	0,145	0,3	0,089	57,67
0,262	0,145	0,3	0,089	57,67
			Rata-rata	59,04

$$C_3 = \frac{v \text{ larutan standar} \times \text{konsentrasi larutan standar}}{v \text{ total}}$$

$$= \frac{1 \text{ mL} \times 7,8 \text{ mg/L}}{26 \text{ mL}}$$

$$= 0,3 \text{ mg/L}$$

$$\% \text{Recovery} = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \times 100\%$$

Recovery 1

$$\% \text{Recovery} = \frac{0,259 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,082 \text{ mg/L}}{0,3 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

$$= 59\%$$

Recovery 2

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,262 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,082 \text{ mg/L}}{0,3 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 60\%\end{aligned}$$

Recovery 3

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,262 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,081 \text{ mg/L}}{0,3 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 60,33\%\end{aligned}$$

Recovery 4

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,262 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,084 \text{ mg/L}}{0,3 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 59,33\%\end{aligned}$$

Recovery 5

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,262 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,084 \text{ mg/L}}{0,3 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 59,33\%\end{aligned}$$

Recovery 6

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,262 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,089 \text{ mg/L}}{0,3 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 57,67\%\end{aligned}$$

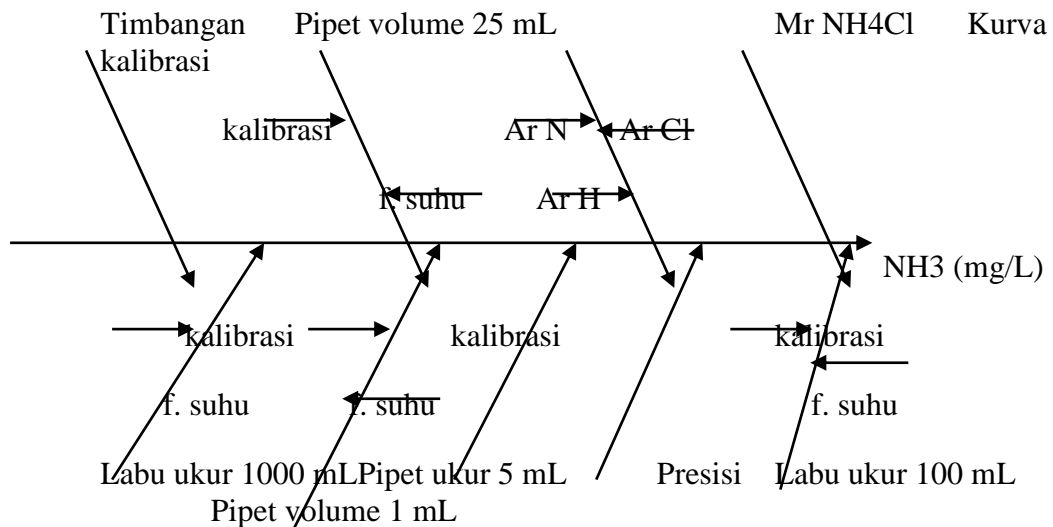
Recovery 7

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{0,262 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,089 \text{ mg/L}}{0,3 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 57,67\%\end{aligned}$$

Rata-rata %Recovery yang diperoleh sebesar 59,04%

**Lampiran 12**  
**Penentuan Estimasi Ketidakpastian Amonia (NH<sub>3</sub>)**  
**Tabel, diagram tulang ikan dan rumus perhitungan penentuan**  
**Akurasi amonia (NH<sub>3</sub>)**

Diagram Tulang Ikan



**Estimasi Ketidakpastian Kurva Kalibrasi**

No.	Cstd (mg/L) (xi)	Abs (yi)	$xi - \bar{x}$	$(xi - \bar{x})^2$	$y = ax + b$ (yc)
1	0	0	-0,25	0,0625	-0,004
2	0,08	0,038	-0,17	0,0289	0,0413
3	0,156	0,079	-	0,0088	0,0844
4	0,234	0,133	-	0,0002	0,1286
5	0,78	0,438	0,53	0,2809	0,438
jumlah	1,25	0,688		0,3813	
rata-rata	0,25	0,1376		0,0762	

$$S^{x/y} = \sqrt{\frac{\sum (yi - yc)^2}{n-2}}$$

$$= \sqrt{\frac{7,541 \times 10^{-5}}{5-2}}$$

$$= 5,01 \times 10^{-3}$$

$$S_x = \frac{S_{x/y}}{\text{slope}} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(\text{yrata sampel} - \text{yrata standar})^2}{\text{slope}^2 \times \sum (x_i - \text{raterata})^2}}$$

$$= \frac{5,01 \times 10^{-3}}{0,5667} \times \sqrt{\frac{1}{7} + \frac{1}{5} + \frac{(0,0442 - 0,1376)^2}{(0,5667)^2 \times 0,0762}}$$

$$= 7,39 \times 10^{-3} \text{ mg/L}$$

### Estimasi Ketidakpastian Pipet Volume $25 \pm 0,03$ mL

$$\mu \text{ kalibrasi} = \frac{s}{\sqrt{6}}$$

$$= \frac{0,03}{\sqrt{6}}$$

$$= 0,0122 \text{ mL}$$

Faktor muai

$$\mu F_s = \frac{v \times \Delta t \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}}$$

$$= \frac{25 \text{ mL} \times (25 \text{ oC} - 20 \text{ oC}) \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}}$$

$$= 0,0152 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Pipet volume} = \sqrt{\mu f_s^2 + \mu \text{kalibrasi}^2}$$

$$= \sqrt{(0,0152 \text{ mL})^2 + (0,0122 \text{ mL})^2}$$

$$= 0,0194 \text{ mL}$$

### Estimasi Ketidakpastian Pipet Volume $1 \text{ mL} \pm 0,008$ mL

$$\mu \text{ kalibrasi} = \frac{s}{\sqrt{6}}$$

$$= \frac{0,008}{\sqrt{6}}$$

$$= 0,0032 \text{ mL}$$

Faktor muai

$$\mu F_s = \frac{v \times \Delta t \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}}$$

$$= \frac{1 \text{ mL} \times (25 \text{ oC} - 20 \text{ oC}) \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}}$$

$$= 6,06 \times 10^{-4} \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Pipet volume} = \sqrt{\mu f_s^2 + \mu \text{kalibrasi}^2}$$

$$= \sqrt{(6,06 \times 10^{-4} \text{ mL})^2 + (0,0032 \text{ mL})^2}$$

$$= 3,25 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

### Estimasi Ketidakpastian Pipet Ukur $5 \pm 0,03$ mL

$$\begin{aligned}\mu \text{ kalibrasi} &= \frac{s}{\sqrt{6}} \\ &= \frac{0,03}{\sqrt{6}} \\ &= 0,0122 \text{ mL}\end{aligned}$$

Faktor muai

$$\begin{aligned}\mu \text{ Fs} &= \frac{v \times \Delta t \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{5 \text{ mL} \times (25 \text{ oC} - 20 \text{ oC}) \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= 0,0030 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu \text{ Pipet volume} &= \sqrt{\mu \text{fs}^2 + \mu \text{kalibrasi}^2} \\ &= \sqrt{(0,0030 \text{ mL})^2 + (0,0122 \text{ mL})^2} \\ &= 0,0125 \text{ mL}\end{aligned}$$

### **Estimasi Ketidakpastian Labu Ukur 1000 mL $\pm$ 0,40 mL**

$$\begin{aligned}\mu \text{ kalibrasi} &= \frac{s}{\sqrt{6}} \\ &= \frac{0,40}{\sqrt{6}} \\ &= 0,1632 \text{ mL}\end{aligned}$$

Faktor muai

$$\begin{aligned}\mu \text{ fs} &= \frac{v \times \Delta t \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{1000 \text{ mL} \times (25 \text{ oC} - 20 \text{ oC}) \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= 0,6062 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu \text{ Labu ukur} &= \sqrt{\mu \text{fs}^2 + \mu \text{kalibrasi}^2} \\ &= \sqrt{(0,1632)^2 + (0,6062)^2} \\ &= 0,6277 \text{ mL}\end{aligned}$$

### **Estimasi Ketidakpastian Labu Ukur 100 mL $\pm$ 0,10 mL**

$$\begin{aligned}\mu \text{ kalibrasi} &= \frac{s}{\sqrt{6}} \\ &= \frac{0,10}{\sqrt{6}} \\ &= 0,0408 \text{ mL}\end{aligned}$$

Faktor muai

$$\begin{aligned}\mu \text{ fs} &= \frac{v \times \Delta t \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{100 \text{ mL} \times (25 \text{ oC} - 20 \text{ oC}) \times 2,1 \times 10^{-4} / \text{oC}}{\sqrt{3}} \\ &= 0,0606 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu \text{ Labu ukur} &= \sqrt{\mu \text{fs}^2 + \mu \text{kalibrasi}^2} \\ &= \sqrt{(0,0606 \text{ mL})^2 + (0,0408 \text{ mL})^2}\end{aligned}$$

$$= 0,0730 \text{ mL}$$

### Estimasi Ketidakpastian Pengulangan (Presisi)

$$\begin{aligned} \mu \text{ Presisi} &= \frac{SD}{\sqrt{n}} \\ &= \frac{4,35 \times 10^{-3}}{\sqrt{7}} \\ &= 1,64 \times 10^{-3} \text{ mg/L} \end{aligned}$$

### Estimasi Ketidakpastian Timbangan

Kapasitas timbangan =  $210 \pm 0,0014$

Tingkat kepercayaan 95% dengan faktor cakupan (k) 2,05.

$$\begin{aligned} \mu \text{ massa} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,0014}{2,05} \\ &= 0,00068 \text{ gram} \end{aligned}$$

### Estimasi Ketidakpastian Berat Molekul

Uraian	N	H <sub>4</sub>	Cl
Berat atom	14,00674	4,03176	35,4527
Ketidakpastian	0,00007	0,00028	0,0009

$$\begin{aligned} \mu \text{ NH}_4\text{Cl} &= \sqrt{\frac{\mu \text{ N}^2}{\sqrt{3}} + \frac{\mu \text{ H}_4^2}{\sqrt{3}} + \frac{\mu \text{ Cl}^2}{\sqrt{3}}} \\ &= \sqrt{\left(\frac{0,00007}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,00028}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0,0009}{\sqrt{3}}\right)^2} \\ &= 5,45 \times 10^{-4} \end{aligned}$$

### Ringkasan Ketidakpastian Pengujian Amoniak (NH<sub>3</sub>)

Sumber	Nilai (x)	satuan	$\mu$ (x)	satuan	$\mu$ (x)/(x)	$(\mu$ $(x)/(x))^2$
Pipet volume	25	mL	0,0194	mL	$7,76 \times 10^{-4}$	$6,02 \times 10^{-7}$
Pipet volume	1	mL	$3,25 \times 10^{-3}$	mL	$3,25 \times 10^{-3}$	$1,05 \times 10^{-5}$
Pipet ukur	5	mL	0,0125	mL	$2,5 \times 10^{-3}$	$6,25 \times 10^{-6}$
Kurva kalibrasi	0,0844	mg/L	$7,39 \times 10^{-3}$	mg/L	0,0875	$7,66 \times 10^{-3}$

Pengulangan	$4,35 \times 10^{-3}$	mg/L	$1,64 \times 10^{-3}$	mg/L	0,3770	0,1421
Labu ukur	1000	mL	0,6277	Mg/L	$6,28 \times 10^{-4}$	$3,94 \times 10^{-7}$
Labu ukur	100	mL	0,0730	mL	$7,3 \times 10^{-4}$	$5,33 \times 10^{-7}$
Mr NH <sub>4</sub> Cl	53,4912	g/mol	$5,45 \times 10^{-4}$	g/mol	$1,01 \times 10^{-5}$	$1,03 \times 10^{-10}$
m NH <sub>4</sub> Cl	2,971	g	0,00068	g	$2,28 \times 10^{-4}$	$5,23 \times 10^{-8}$
$\Sigma(\mu(x)/(x))^2$						0,0166
$\sqrt{\Sigma(\mu(x)/(x))^2}$						0,1288

$$\mu_{G/C} = \sqrt{\Sigma(\mu(x)/(x))^2}$$

$$\mu_G = 0,0844 \text{ mg/L} \times 0,1288$$

$$= 0,0108 \text{ mg/L}$$