

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM
ARSEN (As) DAN KADMIUM (Cd) TOTAL PADA SUMBER
IPAL TITIK *INLET* DAN *OUTLET* PT. KARSA BUANA
LESTARI SECARA *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-
OPTICAL EMISSION SPECTROSCOPY (ICP-OES)***

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



Disusun Oleh :

**Deka Handayani
NIM : 17231075**

**PROGRAM STUDI DIII ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM
ARSEN (As) DAN KADMIUM (Cd) TOTAL PADA SUMBER
IPAL TITIK *INLET* DAN *OUTLET* PT. KARSA BUANA
LESTARI SECARA *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-
OPTICAL EMISSION SPECTROSCOPY (ICP-OES)***

**METHODS VERIFICATION OF TOTAL ARSEN (As) AND
CADMIUM (Cd) DETERMINATION AT THE IPAL SOURCE
IN INLET AND OUTLET POINTS OF PT. KARSA BUANA
LESTARI USING INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-
OPTICAL EMISSION SPECTROSCOPY (ICP-OES)**



Disusun Oleh :

**Deka Handayani
NIM : 17231075**

**PROGRAM STUDI DIII ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**







MOTTO

(QS. Muhammad: 31)

“Sungguh, Kami benar-benar akan menguji kamu sekalian agar Kami mengetahui orang-orang yang berjuang dan orang-orang yang sabar di antara kamu sekalian.”

(Al Insyirah: 5-6)

“Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan, sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan.”

(Penulis)

“Let’s mean to be, will always find it away.”

(Penulis)

“A life without a risk is a life unlive, cause life is about struggle.”

(Penulis)

“Bermimpilah setinggi-tingginya dan kemudian gapailah semua mimpi itu dengan cara yang hebat.”

HALAMAN PERSEMBAHAN

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Yang Utama dari Segalanya...

Sujud syukur kupersembahkan kepada-Mu ya Allah, Tuhan Yang Maha Esa, Maha Agung, Maha Tinggi dan Maha Penyayang. Atas semua takdirmu ini, saya bisa menjadi pribadi yang kuat, menjadi pribadi yang berpikir, berilmu, beriman dan bersabar. Terimakasih Ya Allah atas segala Rahmat-Mu, Engkau berikan saya kemudahan Rezeki yang berlimpah untuk tiap waktunya. Terimakasih Ya Allah, Engkau telah memberikan saya kemudahan sehingga saya dapat menyelesaikan masa kuliah saya di DIII Analisis Kimia, Universitas Islam Indonesia. Semoga keberhasilan ini menjadi satu langkah awal untuk masa depanku, dalam meraih cita-cita saya. Aamiin Aamiin ya Rabbal Alamin.

Shalawat serta salam tak lupa saya haturkan kepada Nabi Muhammad SAW beserta para sahabat-Nya.

Kupersembahkan Karya Sederhana ini kepada Orang Spesial yang Sangat Aku Sayangi...

Terimakasih ku ucapkan untuk kedua orang tuaku, (Alm) Papa dan Mama.. Terimakasih atas segala pengorbanan dan kasih sayang kalian yang tiada tara kepadaku. Tanpa kalian, aku bukanlah apa-apa dan bukanlah siapa-siapa. Dan karena kalianlah, aku ada diposisi sekarang ini. Pa, Ma terimakasih untuk segala pelajaran hidup yang telah kalian ajarkan kepadaku. Terimakasih sudah selalu mengajarkanku tentang arti dari “kesederhanaan, tulus dan sabar”. Terimakasih ku ucapkan untuk kakak-kakakku tercinta, Mas Dedy, Mba Deby, Mas Deo dan Kakak Iparku, Mba Nita, Mas Rosyid, dan Mba Ita untuk doa dan semangatnya.

Terimakasih juga ku ucapkan untuk seluruh keluarga ku.

Tanpa kalian, aku tak mungkin sekuat ini. Kalianlah semangatku, kalianlah yang menjadi motivasi disaat rasa lelah itu datang, dan kalianlah yang menjadi alasanku

untuk selalu bangkit, kalianlah yang menjadi penghibur disaat cerita sedih itu datang. Dalam setiap langkahku aku selalu berusaha mewujudkan harapan-harapan yang kalian impikan kepada diriku, meski belum semua dapat kuraih Inshaallah atas dukungan doa dan restu kalian semua mimpi itu kan terjawab di masa penuh kehangatan nanti. Aamiin

Terimakasih untuk sahabat-sahabatku, Ica, Usli, Asmaul, Angga, Jefri dan Nabila sudah menjadi penolong dan pendengar yang baik untuk segala permasalahanku, menyemangatiku disaat aku mulai rapuh dan mengingatkanku dikala aku salah.

Terimakasih untuk Almamaterku Program Studi DIII Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia yang telah memberikanku ilmu, wawasan dan bekal untuk langkah selanjutnya...

Teman-Teman Seperjuangan Analis Kimia'17 yang Saya Banggakan...

Terimakasih untuk tiga tahun yang sudah kita lewati bersama. Terimakasih untuk segala ilmunya, terimakasih untuk segala perjuangannya. Semoga kita bisa bertemu lagi di masa yang akan datang. Semoga kita semua bisa lebih sukses dari masa sekarang ini. Aamiin

Kakak-kakak Analis Laboratorium PT. KBL dan Teman-teman PKL teristimewa...

Terimakasih banyak atas ilmu, bimbingan serta pengalaman yang luar biasa selama proses PKL. Semoga kita bisa bertemu kembali di masa nanti.

Terimakasih untuk semua pihak yang telah ikut membantu dukungan doa maupun materiil yang tak dapat disebutkan satu persatu.

Semoga Allah SWT membalas kebaikan kalian semua, Aamiin...

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb
Bismillahirrahmanirrohim...

Puji syukur kehadiran Allah SWT dan shalawat serta salam tercurah kepada Nabi Muhammad SAW dan para sahabat yang senantiasa istiqamah untuk menjalankan agama-Nya. Satu kalimat terucap *Alhamdulillahilalamin* penulis ucapkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, nikmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Praktik Kerja Lapangan yang berjudul “Verifikasi Metode Penentuan Kadar Logam Arsen (As) dan Kadmium (Cd) Total pada Sumber IPAL Titik *Inlet* dan *Outlet* PT. Karsa Buana Lestari Secara *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES)”.

Praktik Kerja Lapangan (PKL) merupakan suatu mata kuliah wajib yang harus ditempuh oleh mahasiswa pada semester VI di luar lingkup perguruan tinggi dengan beban 2 Satuan Kredit (SKS). PKL dilakukan dengan melaksanakan kerja praktik di sebuah instansi yang sesuai dengan lingkup Program Studi DIII Analisis Kimia selama 6 bulan. Kewajiban mahasiswa setelah menyelesaikan PKL adalah membuat Laporan Tugas Akhir. Oleh karena itu laporan ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Ahli Madya Sains (A.Md.Si) Analisis Kimia Program Studi DIII Analisis Kimia.

Dalam penyusunan dan penulisan Laporan Tugas Akhir ini tidak terlepas dari bantuan, bimbingan, serta dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dalam kesempatan ini penulis dengan senang hati menyampaikan banyak terimakasih kepada yang terhormat :

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D, selaku Dekan Fakultas MIPA UII.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si.,M.Si. selaku Ketua Program Studi DIII Analisis Kimia dan Dosen Pembimbing Akademik.
3. Ibu Febi Indah Fajarwati, M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan yang telah memberikan masukan dan dukungannya sehingga

membantu Penulis untuk mengembangkan pengetahuan dalam penulisan laporan ini.

1. Bapak Drs. E. U. Harahap, M.Sc., selaku Direktur Laboratorium PT. Karsa Buana Lestari.
2. Bapak Kurniyawan, selaku Manager Teknis sekaligus Pembimbing Praktik Kerja Lapangan di PT Karsa Buana Lestari.
3. Bapak Guruh, Kak Widi, dan Kak Berlin yang telah memberikan saya kesempatan untuk PKL di PT. Karsa Buana Lestari.
4. Seluruh tim laboratorium yang telah membimbing dan mengajari Penulis dengan penuh ketekunan dan kesabaran selama PKL sehingga pengetahuan Penulis dalam dunia kerja semakin bertambah.
5. Pihak-pihak yang tidak dapat Penulis sebutkan satu persatu yang telah turut membantu sehingga laporan ini dapat terselesaikan dengan baik dan dalam waktu yang tepat.

Penulis menyadari bahwa penyusunan laporan ini masih jauh dari kesempurnaan, namun demikian telah memberikan manfaat bagi Penulis. Akhir kata Penulis berharap laporan ini dapat bermanfaat bagi kita semua. Kritik dan saran yang bersifat membangun akan Penulis terima dengan senang hati.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Yogyakarta, 4 Maret 2020



Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
INTISARI.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB II DASAR TEORI.....	4
2.1 Profil PT. Karsa Buana Lestari.....	4
2.2 Arsen.....	6
2.3 Kadmium	7
2.4 Air Limbah Industri	8
2.5 ICP-OES	9
2.6 Verifikasi	11
2.6.1 Linieritas	12
2.6.2 Akurasi.....	13
2.6.3 Presisi.....	15
2.6.4 LOD dan LOQ	17

2.6.5	Ketidakpastian pengukuran.....	19
BAB III METODOLOGI		22
3.1	Alat.....	22
3.2	Bahan	22
3.3	Prosedur Kerja.....	22
3.3.1	Pengambilan sampel air limbah industri	22
3.3.2	Pengujian logam arsen (As) total.....	22
3.3.2.1	Pembuatan larutan standar logam As 10 mg/L.....	22
3.3.2.2	Pembuatan larutan standar logam As 1 mg/L.....	23
3.3.2.3	Pembuatan larutan kerja logam As	23
3.3.2.4	Persiapan contoh uji.....	23
3.3.2.5	Penentuan akurasi (<i>trueness</i>)	23
3.3.2.6	Penentuan presisi (repeatabilitas)	24
3.3.2.7	Penentuan idl	24
3.3.2.8	Penentuan mdl	24
3.3.3	Pengujian logam kadmium (Cd) total.....	25
3.3.3.1	Pembuatan larutan standar logam Cd 10 mg/L	25
3.3.3.2	Pembuatan larutan standar logam Cd 1 mg/L	25
3.3.3.3	Pembuatan larutan kerja logam Cd.....	25
3.3.3.4	Persiapan contoh uji.....	25
3.3.3.5	Penentuan akurasi (<i>trueness</i>)	26
3.3.3.6	Penentuan presisi (repeatabilitas)	26
3.3.3.7	Penentuan idl	26
3.3.3.8	Penentuan mdl	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		28
4.1	Pengambilan Sampel Air Limbah Industri	28
4.2	Verifikasi Metode Penentuan Kadar Timbal As dan Cd	29
4.2.1	Linearitas	30
4.2.2	Akurasi.....	32
4.2.3	Presisi.....	34

4.2.4	LOD dan LOQ	36
4.2.5	Ketidakpastian pengukuran.....	38
4.3	Penentuan Kadar As dan Cd.....	42
4.3.1	Penentuan kadar As dan Cd total	42
BAB V PENUTUP.....		44
5.1	Kesimpulan.....	44
5.2	Saran.....	45
DAFTAR PUSTAKA		46



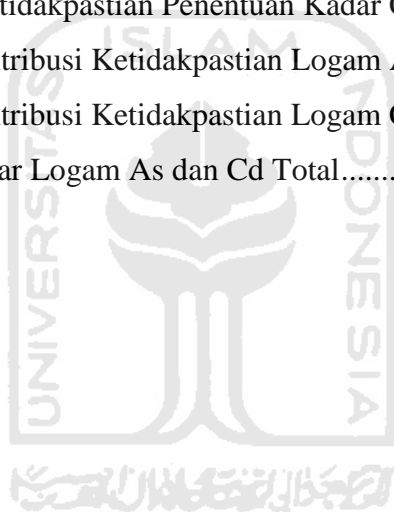
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema ICP-OES	10
Gambar 4.1 Grafik Hubungan Intensitas Terhadap Konsentrasi As Total	31
Gambar 4.2 Grafik Hubungan Intensitas Terhadap Konsentrasi Cd Total	31
Gambar 4.3 Diagram Tulang Ikan Penentuan As Total	38
Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan Penentuan Cd Total.....	39



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Data Pengamatan Sampling.....	28
Tabel 4.2 Hasil Uji Linearitas As dan Cd Total.....	30
Tabel 4.3 Hasil Uji Akurasi (% <i>Trueness</i>).....	33
Tabel 4.4 Hasil Uji Akurasi (% <i>Recovery</i>).....	33
Tabel 4.5 Hasil Uji Presisi (Repeatabilitas).....	35
Tabel 4.6 Hasil Uji Presisi (Reprodusibilitas).....	36
Tabel 4.7 Hasil Uji LOD dan LOQ.....	37
Tabel 4.8 Penyumbang Ketidakpastian Penentuan Kadar As Total.....	40
Tabel 4.9 Penyumbang Ketidakpastian Penentuan Kadar Cd Total.....	40
Tabel 4.10 Persentase Kontribusi Ketidakpastian Logam As Total.....	41
Tabel 4.11 Persentase Kontribusi Ketidakpastian Logam Cd Total.....	41
Tabel 4.12 Penentuan Kadar Logam As dan Cd Total.....	43



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Struktur Organisasi PT. Karsa Buana Lestari.....	50
Lampiran 2 Baku Mutu Air Limbah Untuk Kegiatan dan Usaha	51
Lampiran 3 Verifikasi dan Penentuan Arsen (As) Total.....	52
Lampiran 4 Verifikasi dan Penentuan Kadmium (Cd) Total	61
Lampiran 5 Estimasi Ketidakpastian Arsen (As) Total	70
Lampiran 6 Estimasi Ketidakpastian Kadmium (Cd) Total.....	75



VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM ARSEN (As) DAN KADMIUM (Cd) TOTAL PADA SUMBER IPAL TITIK *INLET* DAN *OUTLET* PT. KARSA BUANA LESTARI SECARA *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-OPTICAL EMISSION SPECTROSCOPY (ICP-OES)*

Deka Handayani

Program Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta
Email: 17231075@students.uii.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan verifikasi metode penentuan hasil uji logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total dalam air limbah industri yang diambil dari sumber IPAL pada titik *inlet* dan *outlet* yang mengacu pada APHA 3030E, APHA 3120B menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)*. Tujuan dilakukannya verifikasi metode pengujian ini adalah untuk mengetahui nilai linieritas; akurasi; presisi; LOD; LOQ dan estimasi ketidakpastian pengukuran, serta untuk mengetahui apakah metode uji yang digunakan untuk penentuan kadar logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total pada sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet* secara ICP-OES dapat diterapkan secara rutin di laboratorium PT. Karsa Buana Lestari. Verifikasi metode penentuan kadar arsen (As) dan kadmium (Cd) total diperoleh hasil yang baik dengan nilai linieritas sebesar As 0,9998 dan Cd 1; akurasi %*trueness* sebesar As *low* 100,30%; As *high* 97,85%; Cd *low* 100,95%; dan Cd *high* 99,40; akurasi %*recovery* sebesar As *low* 101,04%; Cd *low* 106,66%; nilai presisi %RSD sebesar As *low* 8,05%; As *high* 1,60%; As *low* 0,97%; dan Cd *high* 1,02%; nilai presisi *Z-Score* sebesar As *low* 1,6048; As *high* 1,3512; Cd *low* -0,8159; dan Cd *high* 1,5582; nilai IDL As sebesar 0,0063 mg/L dan Cd 0,0010 mg/L; nilai MDL As sebesar 0,0066 mg/L dan Cd 0,0087 mg/L; LOQ As sebesar 0,0209 mg/L dan Cd 0,0277 mg/L; nilai ketidakpastian pengukuran diperluas sebesar As *inlet* $0,0118 \pm 0,0064$ mg/L; As *outlet* $0,0011 \pm 0,0064$ mg/L; Cd *inlet* $0,0270 \pm 0,0038$ mg/L; Cd *outlet* $0,0307 \pm 0,0038$ mg/L. Berdasarkan hasil yang telah didapatkan dapat dikatakan bahwa metode uji yang digunakan untuk penentuan kadar logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total pada sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet* secara ICP-OES dapat diterapkan secara rutin di laboratorium PT. Karsa Buana Lestari.

Kata kunci: arsen (As), kadmium (Cd), ICP-OES, verifikasi

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah adalah sisa hasil buangan dari suatu kegiatan atau proses produksi yang sudah tidak terpakai lagi yang kehadirannya tidak dikehendaki lingkungan karena tidak memiliki nilai ekonomis. Komposisi limbah umumnya terdiri dari dua komponen yaitu organik dan anorganik. Limbah menurut jenisnya digolongkan menjadi limbah padat, cair, gas, dan B3 (Bahan Berbahaya dan Beracun). Limbah ini dapat berasal dari limbah domestik, agrikultur, industri, dan kegiatan lainnya. Kehadiran limbah dengan konsentrasi dan kuantisasi tertentu dapat berdampak negatif terhadap lingkungan terutama bagi kesehatan manusia, apabila langsung dibuang secara bebas ke lingkungan.

Kegiatan industri yang semakin berkembang menyebabkan semakin banyak limbah industri yang dihasilkan sehingga mengakibatkan semakin meningkatnya pencemaran terhadap lingkungan seperti pencemaran udara, tanah, dan perairan. PT. Karsa Buana Lestari merupakan perusahaan yang bergerak dibidang jasa konsultasi multidisiplin dan laboratorium lingkungan yang juga menghasilkan limbah industri dari proses analisis yang dilakukan di laboratorium tersebut. Jasa analisa yang dilakukan meliputi kualitas air (air limbah industri, air limbah domestik, air bersih, air minum, air permukaan, dan air laut), udara, kebisingan, emisi, tanah, mikrobiologi, dan biota air. Analisa kualitas air yang dilakukan meliputi aspek fisik (warna, bau, kekeruhan, dll), kimia (DO, BOD, COD, nitrit, nitrat, logam, dll), mikrobiologi (*E.colli*). Salah satu parameter kimia kualitas air dalam sampel air limbah industri adalah adanya kandungan logam berat, seperti arsen (As) dan kadmium (Cd). As dan Cd merupakan jenis logam berat non-essensial yaitu logam yang dalam jumlah tertentu belum diketahui manfaatnya dalam tubuh dan bersifat sangat toksik, karena bersifat karsinogenik dan dapat menyebabkan kematian. Logam yang dihasilkan di PT. Karsa Buana Lestari ini berasal dari proses analisa logam yang dilakukan, dapat berasal dari bahan atau larutan yang digunakan, seperti larutan standar multielemen logam.

Berdasarkan Peraturan Gubernur Provinsi Daerah Khusus Ibukota Jakarta No. 69 Tahun 2013 Lampiran II menyatakan bahwa kadar logam arsen untuk air limbah industri sebesar 0,1 mg/L dan untuk kadmium sebesar 0,005 mg/L.

Seiring dengan hal itu, dengan tingginya kepedulian akan kelestarian lingkungan maka muncul upaya industri untuk melakukan pengelolaan air limbah industrinya melalui perencanaan proses produksi yang efisien sehingga mampu meminimalkan kandungan berbahaya limbah melalui penerapan instalasi pengolahan air limbah (IPAL) (Sutanto, 2011). Karena alasan itu, maka dilakukan suatu pengujian untuk mengetahui efisiensi IPAL apakah hasil *output* limbah industri tersebut sudah sesuai dengan baku mutu yang berlaku dan aman untuk dibuang ke lingkungan dengan melakukan pengujian penentuan kadar logam pada titik *inlet* dan *outlet* dari sistem IPAL di PT. Karsa Buana Lestari.

Metode yang digunakan untuk penentuan kadar logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total pada sumber IPAL industri yaitu menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES). Metode lain yang dapat digunakan adalah dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). Kelebihan metode ICP-OES dibandingkan metode AAS yaitu mempunyai kemampuan analisis multielemen, mampu membaca semua unsur logam dengan konsentrasi *part per-billion* (ppb), tingkat selektivitas tinggi, batas deteksi rendah, dan akurasi tinggi (Indriana dkk, 2012).

Metode uji yang digunakan dalam suatu laboratorium haruslah menghasilkan data yang valid. Validitas hasil pengujian dapat dilakukan dengan memverifikasi metode tersebut. Verifikasi metode bertujuan untuk mengevaluasi metode uji yang digunakan secara rutin dalam laboratorium apakah mempunyai kesesuaian dalam penggunaan yang dimaksud atau belum. Parameter verifikasi yang dilakukan pada penelitian ini antara lain linearitas, akurasi (ketepatan), presisi (keterulangan), LOD, LOQ dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang ada maka diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana hasil verifikasi metode pengujian ditinjau dari linieritas, akurasi, presisi, LOD, LOQ, dan estimasi ketidakpatian pengukuran?
2. Apakah metode yang digunakan untuk penentuan kadar logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total yang terdapat dalam sampel sumber IPAL pada titik *inlet* dan *outlet* secara ICP-OES dapat diterapkan secara rutin di laboratorium PT. Karsa Buana Lestari?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah yang ada, verifikasi metode uji pada penentuan logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total dalam air limbah industri bertujuan untuk:

1. Mengetahui nilai dari linieritas, akurasi, presisi, LOD, LOQ dan estimasi ketidakpastian pengukuran.
2. Mengetahui hasil verifikasi metode yang digunakan untuk penentuan kadar logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total yang terdapat dalam sampel sumber IPAL pada titik *inlet* dan *outlet* .

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah dapat memberikan informasi mengenai hasil verifikasi metode dan penentuan kadar logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total dalam sampel sumber IPAL pada titik *inlet* dan *outlet* PT. Karsa Buana Lestari secara *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES).

BAB II

DASAR TEORI

2.1 Profil PT. Karsa Buana Lestari

Perseroan Terbatas (PT) Karsa Buana Lestari merupakan perusahaan yang bergerak di bidang jasa konsultasi multidisiplin dan laboratorium lingkungan yang telah berpengalaman dengan didukung oleh sumber daya manusia yang profesional dan berpengalaman di bidangnya. Perusahaan ini melayani jasa analisis dan juga jasa konsultan lingkungan dan didukung oleh tenaga kerja yang berpengalaman dan profesional. Perusahaan ini didirikan pada tanggal 27 September 2002 yang memiliki 2 kantor yaitu kantor pertama yang terletak di Jl. Kesehatan IV No. 45A, Bintaro, Jakarta Selatan sebagai kantor pusat dan kantor kedua yang terletak di Jl. Bintaro Permai Raya Kab III/8 RT/RW 001/006, Kelurahan Bintaro, Kecamatan Pesanggrahan, Jakarta Selatan 12330.

Laboratorium PT. Karsa Buana Lestari telah berpengalaman dalam menangani masalah lingkungan diantaranya adalah Analisis Mengenai Dampak Lingkungan (AMDAL), Upaya Pemantauan Lingkungan Hidup (UPL), Upaya Pengelolaan Lingkungan Hidup (UKL), pendidikan lingkungan, serta audit lingkungan. PT. Karsa Buana Lestari telah mendapatkan registrasi sebagai Lembaga Penyedia Jasa Penyusun Dokumen dengan No.0012/LPJ/AMDAL-I/LRK/KLH yang sesuai dengan adanya peraturan Menteri LH No.07 tahun 2010 dan untuk memenuhi Peraturan Menteri LH No.11 tahun 2008 tentang Persyaratan Kompetensi dalam Penyusunan Dokumen AMDAL, perusahaan ini telah memiliki Sertifikasi Kompetensi bagi dua orang Ketua Tim Penyusun Dokumen AMDAL yang bekerja sebagai Tenaga Ahli Tetap. Jumlah studi-studi yang telah dikerjakan saat ini mencapai ± 300 studi.

Selain berpengalaman dalam pengerjaan studi-studi lingkungan dan manajemen rekayasa lalu lintas, PT. Karsa Buana Lestari memiliki Laboratorium Lingkungan Hidup yang telah berpengalaman dalam Pengelolaan Lingkungan Hidup Daerah (BPLHD) provinsi DKI Jakarta sebagai laboratorium lingkungan yang telah menerapkan Sistem Manajemen Mutu ISO:17025. Penerapan Sistem

Manajemen Mutu ISO:17025 dibuktikan dengan diperolehnya akreditasi dari Komite Akreditasi Nasional (KAN) No.LP-372-IDN tanggal 5 Oktober 2007. PT. Karsa Buana Lestari juga telah mendapat rekomendasi dari Pesarpedal KLH No.B-276/PS.VII/LH/10/2007 sebagai Laboratorium Lingkungan.

Visi dan misi yang diemban PT. Karsa Buana Lestari yaitu visi PT. Karsa Buana Lestari adalah menjadi perusahaan konsultan terdepan sebagai ujung tombak pembangunan yang berwawasan lingkungan dengan mengutamakan profesionalisme sebagai tujuan dan dasar falsafah kerja. Misi PT. Karsa Buana Lestari adalah menyediakan jasa konsultasi multidisiplin dan laboratorium lingkungan yang profesional, sehingga dapat memberikan layanan terbaik dan kepuasan kepada mitra usaha atau mitra kerja dengan berpegang teguh pada prinsip pelestarian fungsi lingkungan hidup demi kelangsungan peri kehidupan dan kesejahteraan.

Seluruh kegiatan yang berlangsung di Perusahaan dipimpin oleh Dewan Komisaris yang membawahi langsung seluruh bagian. Struktur organisasi secara keseluruhan dapat dilihat pada lampiran 1.

Sarana laboratorium di PT. Karsa Buana Lestari yang digunakan untuk tempat analisis meliputi:

1. Ruang preparasi, ruang ini berfungsi sebagai ruangan preparasi sampel dan pembuatan reagen pada saat akan dilakukan analisis. Ruang preparasi dibedakan atas ruang preparasi udara dan air. Parameter untuk sampel air meliputi pengukuran pH, kesadahan, kekeruhan, warna, sulfat, fenol, krom heksavalen, total padatan tersuspensi, total padatan terlarut, kebutuhan oksigen kimiawi, minyak dan lemak, sulfide, kebutuhan oksigen biokimia, amonia, Daya Hantar Listrik (DHL), kebutuhan oksigen terlarut, MBAS/detergen, besi, nitrat, nitrit, fosfat terlarut, dan fosfat total. Sedangkan untuk parameter sampel udara meliputi analisis udara ambien (NH_3 , H_2S , NO_2 , SO_2 , CO, debu) dan Analisis udara emisi (NO_x , H_2S , NH_3 , SO_2 , HCl, HF, CO , Cl_2).

2. Ruang instrumen dan ruang timbang, analisis yang dilakukan di laboratorium ini adalah seluruh analisis yang berkenaan dengan alat instrumen yaitu SSA (Spektrofotometer Serapan Atom), Spektrofotometer UV/Visible, Kromatografi Gas, FTIR, dan ICP-OES (*Inductively Coupled Plasma – Optical Emmition Spectroscopy*), serta neraca o'haus dan neraca sartorius.

2.2 Arsen

Arsen (As) adalah suatu unsur kimia metaloid (semilogam) golongan VA dengan nomor atom 33, berat atom 74,92 g/mol, berat jenis 5,72 g/cm³, titik leleh 817°C, dan titik didih 613°C. Arsen merupakan bahan metaloid yang memiliki tiga bentuk alotropik, yaitu kuning (alpha), hitam (beta), dan abu-abu (gamma). Arsen ditemukan di alam dalam bentuk organik dan anorganik. Arsen dan beberapa senyawa arsen juga dapat langsung tersublimasi (berubah dari padat menjadi gas tanpa menjadi cairan terlebih dahulu). Arsen jarang ditemukan dalam bentuk unsur karena biasanya membentuk berbagai macam senyawa kompleks, bisa berupa trivalen (As^{3+}) atau pentavalen (As^{5+}) yang terdapat secara luas di alam. Arsen di air ditemukan dalam bentuk As^{3+} berupa senyawa arsen trioksida (As_2O_3), natrium arsenit (Na_3AsO_3), dan arsen triklorida (AsCl_3). Sementara itu As^{5+} berupa senyawa arsen pentaoksida (As_2O_5), asam arsenat (H_3AsO_4), timbal arsenat ($\text{Pb}_3(\text{AsO}_4)_2$), dan kalsium arsenat ($\text{Ca}_3(\text{AsO}_4)_2$) (Budiyanto, 2011). Arsen (As) adalah salah satu logam berat yang mempunyai sifat sangat beracun dan memiliki dampak merusak lingkungan. Arsen diklasifikasikan sebagai kelompok pertama bahan karsinogen oleh WHO yang terdapat di air, makanan, tanah, dan udara. Arsen ditemukan dalam jumlah yang relatif sedikit namun tingkat toksisitasnya tinggi (Tyler dan Allan, 2014).

Gejala yang terlihat jika seseorang keracunan arsen menunjukkan tanda-tanda radang lambung dan usus yang parah, dimulai dengan rasa terbakar di tenggorokan, sulit menelan, dan sakit perut yang parah, gejala ini diikuti rasa mual, muntah, hingga diare akut yang menyebabkan feses bercampur dengan air dan lendir (Nurhayati, 2009). Keracunan akut menimbulkan gejala muntaber

disertai darah, disusul dengan koma, dan apabila dibiarkan dapat menyebabkan kematian. Secara kronis, keracunan arsen dapat menyebabkan anorexia, kolk, mual, diare, atau konstipasi, iceterus, pendarahan pada ginjal, dan kanker kulit. As dapat menimbulkan iritasi dan cacat bawaan. Kasus keracunan arsen pernah terjadi di Bangladesh pada tahun 1993 yang mengungkapkan bahwa air sumur tercemar arsen dan sudah membunuh 3000 jiwa serta membuat 125000 korban terkena kanker kulit (Istarani dan Pandebesie, 2014).

Berdasarkan Peraturan Gubernur Provinsi Daerah Khusus Ibukota Jakarta Nomor 69 Tahun 2013 tentang baku mutu air limbah, kadar As maksimal yang diperbolehkan sebesar 0,1 mg/L. Kadar logam As dalam perairan ataupun lingkungan perlu diketahui secara pasti dikarenakan dengan kadar yang terlalu tinggi akan berdampak buruk bagi kesehatan manusia seperti kanker dan bahkan kematian (Palar, 2012).

2.3 Kadmium

Kadmium (Cd) merupakan logam golongan IIB dengan nomor atom 48, berat atom 112,41 g/mol, berat jenis 8,65 g/cm³, titik leleh 320,9°C, dan titik didih 765°C yang berwarna putih perak, bersifat lunak, lentur, mengkilap, tidak larut dalam basa, tahan terhadap tekanan, serta dapat dimanfaatkan sebagai pencampur logam lain, seperti nikel (Ni), emas (Au), kuprum (Cu), dan besi (Fe), mudah bereaksi serta menghasilkan kadmium oksida (CdO) bila dipanaskan (Widowati dkk, 2008). Umumnya Cd terdapat dalam kombinasi dengan elemen lain seperti Oksigen (Kadmium Oxide), Clorine (Kadmium Chloride), ataupun Belerang (Kadmium Sulfide). Logam Cd alami hampir selalu ada dalam bentuk Cd²⁺ dan terdapat delapan isotop yang stabil (Basel, 1986). Cd adalah logam berat yang dapat menyebabkan pencemaran dan berbahaya bagi kehidupan makhluk hidup.

Kebanyakan Cd merupakan produk samping dari pengecoran seng, timah atau tembaga. Logam Cd juga ditemukan dalam berbagai jumlah sebagai komponen alami di lingkungan seperti dalam permukaan batu, tanah, air, udara, jaringan tumbuhan dan hewan. Cd lebih banyak masuk kedalam air karena kegiatan manusia seperti perindustrian dimana limbah hasil dari pabrik tersebut

dibuang langsung kedalam perairan yang akan terakumulasi didasar perairan yang membentuk sedimen. Industri yang dapat menghasilkan limbah Cd adalah industri tekstil, elektroplating, baterai, cat, plastik, dan lain-lain. Walkees (2003) menyatakan bahwa Cd bersifat karsinogenik dan dapat menyebabkan kanker paru-paru. Selain itu, Cd juga dapat berpengaruh terhadap ginjal, hipertensi, dan kerapuhan tulang (Sudarmaji dkk, 2006). Logam Cd dapat masuk dan terakumulasi dalam tubuh manusia melalui makanan, minuman, dan lingkungan air maupun udara yang akan menyebabkan kerusakan, tidak hanya pada tulang dan ginjal tetapi juga testis, jantung, hati, otak dan sistem darah. Cd juga dapat mengakibatkan gangguan psikologi, dikarekan kemiripan sifat kimianya dengan seng (Achmad, 2014). Oleh karena itu, penting untuk mengurangi konsentrasi logam Cd yang terdapat di lingkungan terutama lingkungan perairan. Pencemaran lingkungan yang disebabkan oleh logam berat dapat mengakibatkan terjadinya pergeseran ekosistem khususnya dalam rantai makanan, hal ini akan mengganggu keseimbangan ekosistem yang berdampak pada kesehatan masyarakat. Salah satu kasus terkenal keracunan Cd adalah kasus *Itai-itai disease* di Jepang. Gejalanya adalah sakit pinggang, patah tulang, tekanan darah tinggi, kerusakan ginjal, gejala seperti influenza dan sterilitas pada laki-laki.

Berdasarkan Peraturan Gubernur Provinsi Daerah Ibukota Jakarta Nomor 69 Tahun 2013 tentang baku mutu air limbah, kadar Cd maksimal yang diperbolehkan dalam air limbah industri sebesar 0,05 mg/L. Kadar logam Cd dalam lingkungan perlu diketahui secara pasti dikarenakan dengan kadar yang terlalu tinggi dapat berdampak buruk bagi kesehatan makhluk hidup (Palar, 2012).

2.4 Air Limbah Industri

Air limbah industri adalah air hasil pengolahan suatu proses yang memiliki kualitas kurang baik karena adanya kontaminan yang terkandung di dalamnya. Kontaminan air limbah industri bermacam-macam tergantung dari proses terkait yang menghasilkan air limbah tersebut (Fernando, 2015).

Berdasarkan Peraturan Gubernur Provinsi Daerah Khusus Ibukota Jakarta No. 69 Tahun 2013 yang dapat dilihat pada lampiran II, bahwa terdapat tiga parameter pencemaran pada air limbah industri, yaitu parameter fisika, kimia, dan biologi. Parameter fisika yang diamati terdiri dari *Total Solid Suspended* (TSS), bau, kekeruhan, dan warna. Parameter kimia terdiri atas *Dissolved Oxygen* (DO), *Biological Oxygen Demand* (BOD), *Chemical Oxygen Demand* (COD), dan pH. Parameter biologi yang biasa diamati adalah deskripsi mikroba secara morfologis. Beberapa parameter lain yang digunakan dalam pengukuran kualitas air limbah, yaitu kandungan zat anorganik seperti nitrat, nitrit, fosfor, serta logam berat seperti As, Pb, Fe, Cu, Cd, dan Hg (Ardiasih, 2016).

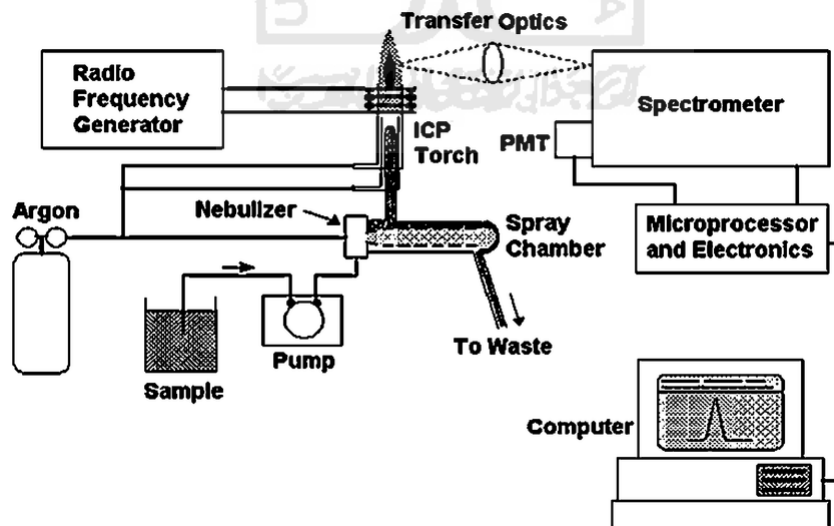
Air limbah sebelum dibuang ke lingkungan harus diolah terlebih dahulu untuk meminimalisir dampak dari limbah tersebut. Air limbah dapat ditangani dengan teknologi pengolahan air limbah (IPAL). Pengolahan air limbah bertujuan untuk mengelola dan mengurangi komponen-komponen berbahaya yang ada di air limbah sehingga aman untuk dibuang ke lingkungan. Pengolahan air limbah dapat dibagi menjadi tiga metode, yaitu metode fisika, kimia dan biologi. Dilihat dari tingkat perlakuan sistem pengolahan air limbah diklasifikasikan menjadi *pre-treatment*, *primary treatment system*, *secondary treatment system*, dan *tertiary treatment system*. Setiap tingkatan *treatment* terdiri atas sub-sub *treatment* yang berbeda (Kencanawati, 2016).

2.5 *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)*

Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES) merupakan salah satu instrumen spektroskopi dalam bidang analisa kimia untuk menganalisis dan mendeteksi *trace metals* (logam) dari suatu sampel dengan menggunakan metode spektrofotometer emisi. Spektrofotometer emisi adalah metode analisis yang didasarkan pada pengukuran intensitas emisi pada panjang gelombang yang khas untuk setiap unsur. ICP dapat menganalisa 80 unsur sekaligus dengan konsentrasi di bawah 1 mg/L, dan alat ini dapat menganalisa secara kualitatif dan kuantitatif. Sampel yang dapat dianalisis menggunakan ICP

adalah bahan-bahan alam seperti batu, mineral, tanah, sedimen, air, dan jaringan tanaman dan hewan. Bahan yang akan dianalisis untuk alat ini harus berwujud larutan yang homogen (Yodha dan Masriyanti, 2011). Apabila sampel yang akan dianalisa berbentuk padatan, maka sampel harus dipreparasi dahulu melalui proses *digestion* dengan *acid digestion*.

ICP-OES merupakan salah satu alat yang digunakan untuk menganalisis logam dengan terbentuknya plasma pada tingkat kekhususan dan sensitifitas yang tinggi, serta limit deteksi yang baik untuk segala aplikasi. Analisis logam menggunakan ICP-OES dapat dilakukan dengan cepat karena ICP-OES dapat mengukur semua logam secara langsung dan berkesinambungan (Aden dkk, 2016). Prinsipnya adalah sampel logam diubah bentuknya menjadi aerosol oleh gas argon pada nebulizer, pada temperatur plasma, sampel-sampel akan tereksitasi dan akan kembali ke keadaan awal (*ground state*) sambil memancarkan sinar radiasi berupa emisi yang akan terdispersi dan berubah menjadi sinyal listrik. Sinyal listrik tersebut besarnya sebanding dengan sinar yang dipancarkan oleh besarnya konsentrasi unsur.



Gambar 2.1 Skema *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy*(ICP-OES) (Jovita, 2018)

Sampel yang telah mengalami preparasi diantarkan pada plasma melewati *nebulizer* dan *spray chamber*. *Nebulizer* berfungsi untuk mengubah cairan sampel menjadi aerosol kemudian mengukur intensitas cahaya dengan *photomultiplier tube* pada panjang gelombang spesifik tiap elemen, sedangkan *spray chamber* berfungsi untuk mentransportasikan aerosol ke plasma. Saat di *spray chamber* ini aerosol mengalami desolvasi atau volatilisasi yaitu proses penghilangan pelarut sehingga didapatkan aerosol kering yang bentuknya beragam. Temperatur plasma cukup tinggi yaitu 7000-10000 K sehingga membuat aerosol menguap dengan cepat. Plasma dilengkapi dengan tabung konsentris yang disebut *torch* yang memancarkan sinar radiasi dengan tekanan dan suhu tinggi yang menyebabkan aerosol berbentuk partikel kecil hingga menjadi ion (Noor, 2014). Kegunaan plasma sebagai pemecah sampel menjadi atom atau ion, yang menyebabkan elektron dalam atom tersebut tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi dan kembali ke keadaan dasar dengan melepaskan foton (emisi) pada panjang gelombang tertentu. Foton yang diemisikan melalui ICP akan difokuskan dengan menggunakan optik pemfokus yang memberi jalur untuk satu arah seperti monokromator sehingga panjang gelombang ini akan melewati spektrofotometer dan diubah menjadi sinyal elektrik oleh fotodetektor. Sinyal elektrik tersebut kemudian diolah masuk ke dalam integrator untuk diubah ke dalam sistem pembacaan data yang kemudian dapat disimpan oleh komputer. Data tersebut menghasilkan informasi mengenai banyaknya emisi foton yang dihasilkan. Banyaknya emisi foton (intensitas) yang dihasilkan atom analit tersebut sebanding dengan konsentrasi analit yang terkandung dalam sampel (Yodha dan Masriyanti, 2011).

2.6 Verifikasi

Pengujian parameter uji yang dipersyaratkan dalam standar uji, bahwa laboratorium harus mempunyai mutu yang berkualitas dan personil yang handal. Hal tersebut dapat dicapai melalui sistem manajemen mutu sehingga laboratorium memiliki kemampuan dan kepercayaan yang baik serta hasil pengujiannya dapat dipertanggungjawabkan (Supriyanto dan Samin, 2017). Sistem manajemen mutu

SNI ISO/IEC 17025:2008 tentang persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi, suatu laboratorium diharuskan untuk melakukan validasi metode, salah satunya adalah validasi metode terbatas atau internal yang biasa disebut verifikasi metode. Verifikasi metode dilakukan terhadap metode uji standar dan baru saja akan digunakan di laboratorium sehingga dapat dijadikan sebagai metode pengujian rutin. Verifikasi perlu dilakukan jika terjadi perubahan instrumen yang digunakan untuk analisis rutin. Instrumen dengan spesifikasi berbeda akan menghasilkan hasil analisis yang berbeda pula. Metode standar yang telah digunakan laboratorium untuk analisis rutin juga perlu dilakukan verifikasi metode. Verifikasi metode bertujuan untuk memastikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode uji dengan hasil yang valid (Saputra, 2009). Verifikasi metode juga bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja, karena setiap laboratorium memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda (Mulhaquddin, 2014). Tahapan verifikasi mirip dengan validasi metode, hanya saja parameter yang dilakukan tidak selengkap validasi (Riyadi, 2009). Metode kuantitatif untuk pengujian harus dilakukan verifikasi dengan parameter yang akan ditentukan yaitu kekhususan/selektivitas dan LOD, akurasi (bias), dan presisi. Parameter yang harus dipenuhi dalam verifikasi metode uji yaitu presisi dan akurasi (Sa'adah dan Winata, 2010).

2.6.1 Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode analisis untuk menunjukkan hubungan secara langsung atau proporsional antara respon detektor dengan perubahan konsentrasi analit. Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variasi sekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Uji linieritas dilakukan dengan suatu seri larutan standar yang terdiri dari minimal lima konsentrasi yang berbeda.

Parameter hubungan kelinearan yang digunakan yaitu koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R^2). Pada analisis regresi linier $y = ax + b$, dimana a adalah slope, b adalah intersep, x adalah konsentrasi analit, dan y adalah respon instrumen. Slope adalah nilai yang menunjukkan seberapa besar kontribusi yang diberikan oleh suatu variabel x terhadap y . Slope dapat juga diartikan sebagai ukuran kemiringan dari suatu garis. Intersep adalah titik potong kurva terhadap sumbu y . Koefisien determinasi adalah rasio dari variasi yang dijelaskan terhadap variasi keseluruhan. Nilai rasio ini selalu tidak negatif sehingga ditandai R^2 . Koefisien korelasi adalah suatu ukuran yang menunjukkan kuat atau tidaknya hubungan antar dua variabel yang ditandai dengan r dimana nilai r dapat bervariasi dari -1 sampai $+1$. Nilai r yang mendekati -1 atau $+1$ menunjukkan hubungan yang kuat antara dua variabel tersebut dan nilai r yang mendekati 0 mengindikasikan lemahnya hubungan antara dua variabel tersebut. Sedangkan tanda positif (+) dan negatif (-) memberikan informasi mengenai arah hubungan antara dua variabel tersebut. Jika bernilai positif maka kedua variabel tersebut memiliki hubungan yang searah. Dalam arti lain peningkatan x akan bersamaan dengan peningkatan y dan begitu juga sebaliknya. Jika bernilai negatif artinya korelasi antara kedua variabel tersebut bersifat berlawanan. Peningkatan nilai x akan dibarengi dengan penurunan y . Metode yang baik memiliki linieritas deret standar dengan nilai koefisien determinasi (R^2) minimal $0,997$ dan nilai koefisien korelasinya $\geq 0,995$ (Puspita, 2018).

2.6.2 Akurasi

Akurasi adalah derajat ketepatan antara nilai yang diukur dengan nilai sebenarnya yang diterima (Gary, 1996). Akurasi merupakan kemampuan metode analisis untuk memperoleh nilai benar setelah dilakukan secara berulang. Nilai replika analisis semakin dekat dengan sampel yang sebenarnya maka semakin akurat metode tersebut (Khan, 1996). Kriteria akurasi sangat tergantung pada konsentrasi analit dalam matriks sampel dan keseksamaan metode atau RSD. Rentang kesalahan yang diperbolehkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks berbeda-beda tergantung pada konsentrasi analit dalam sampel (Harmita, 2014).

Metode analisis yang dapat digunakan untuk menetapkan akurasi yaitu dengan menggunakan CRM (*Certified Reference Material*) dan adisi standar. CRM mempunyai nilai tertelusur ke SI dan dapat dijadikan sebagai nilai acuan untuk nilai yang sebenarnya. Syarat CRM yang digunakan adalah mempunyai matriks yang cocok dengan contoh uji. Metode adisi standar dilakukan dengan menggunakan bahan yang mirip contoh uji yang diperkaya dengan analit yang memiliki kemurnian tinggi. Analit yang terkait dalam matriks contoh harus dilarutkan atau dibebaskan sebelum diukur karena analit tidak boleh hilang selama proses agar hasil pengujian akurat maka efisiensi pelarutan harus 100%. Apabila CRM tidak tersedia dalam laboratorium, dapat digunakan larutan standar dengan konsentrasi tertentu.

Akurasi dapat dibagi menjadi %*trueness* dan %bias. *Trueness* merupakan perbandingan antara nilai rata-rata hasil pengulangan pengujian dengan nilai benar yang dinyatakan dalam persentase. Sedangkan bias diungkapkan dalam nilai mutlak yang merupakan perbandingan nilai rata-rata hasil pengulangan pengujian dengan nilai benar. Bila hasil *trueness* 100% maka pengulangan pengujian yang dilakukan memiliki akurasi yang sangat baik. Dalam prakteknya, bias lebih umum digunakan daripada *trueness*. Hasil pengulangan pengujian diharapkan memiliki nilai bias = 0 dalam satuan pengujian atau diungkapkan dalam 0%. Persamaan matematika untuk penentuan %*trueness* dan %bias dapat dilihat pada rumus :

$$\%Trueness = \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100\%$$

$$\%Bias = \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100\%$$

\bar{x} : rata-rata hasil pengulangan pengujian (mg/L)

μ : nilai benar atau nilai acuan (mg/L)

Akurasi juga dapat ditentukan dengan menggunakan perhitungan %*Recovery*. Uji *recovery* dilakukan dengan menambahkan (men-*spike*) analit target pada konsentrasi tertentu ke dalam sampel yang akan diuji. Teknik *spike*

bertujuan untuk mengevaluasi atau melihat pengaruh matriks sampel terhadap analit dari larutan standar. Konsentrasi sampel yang telah ditambahkan analit harus masuk dalam regresi linier kurva kalibrasi yang digunakan. Syarat larutan standar yang ditambahkan ke sampel harus memiliki kemurnian tinggi, matriks dan kelarutan yang hampir sama dengan sampel. %*Recovery* dapat ditentukan dengan rumus :

$$\%Recovery = \frac{(C1 - C2)}{C3} \times 100\%$$

C1 : konsentrasi sampel yang ditambah sejumlah analit yang tidak diketahui konsentrasinya (mg/L)

C2 : konsentrasi contoh uji yang tidak di-*spike* (mg/L)

C3 : konsentrasi standar yang diperoleh (*target value*) (mg/L)

$$C3 = \frac{V_s \times C_s}{V}$$

V_s : volume larutan baku yang ditambahkan (mL)

C_s : konsentrasi larutan baku (mg/L)

V : volume akhir sampel yang di-*spike* (mL)

2.6.3 Presisi

Presisi adalah suatu ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan antara hasil uji individual yang diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi menunjukkan bagaimana anggota kelompok menyebar diantara nilai benar. Presisi dapat dinyatakan dengan berbagai cara antara lain dengan simpangan baku, simpangan rata-rata atau kisaran yang merupakan selisih hasil pengukuran yang terbesar dan terkecil. Presisi tergantung konsentrasi dan harus diukur pada konsentrasi yang berbeda dalam rentang kerja, biasanya dibawah, pertengahan, dan bagian atas (Riyanto, 2014). Presisi menunjukkan tingkat ketelitian seorang analis dalam melakukan pengujian. Presisi dipengaruhi oleh kesalahan acak yaitu dari ketidakstabilan instrumen, variasi suhu atau pereaksi, keragaman teknik, dan operator yang berbeda.

Presisi dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*), presisi antara (*intermediate precision*), dan ketertiruan (*reproducibility*). Keterulangan (*repeatability*) adalah ketelitian yang diperoleh dari hasil pengulangan dengan menggunakan metode, operator, peralatan, pereaksi, dan laboratorium yang sama dengan interval pemeriksaan waktu yang singkat. Tujuan parameter ini adalah melihat konsistensi analisis, kesulitan metode, kesesuaian metode dan contoh uji. Repeatabilitas dinilai dengan menggunakan minimum 9 penentuan dalam rentang penggunaan metode analisis tersebut, misalkan dengan 3 konsentrasi atau 3 replika. Presisi antara (*intermediate precision*) merupakan presisi yang dilakukan dengan cara mengulang pemeriksaan terhadap contoh uji dengan alat, waktu, pereaksi, dan analisis yang berbeda namun dalam laboratorium yang sama. Tujuan parameter ini adalah untuk memastikan pada laboratorium yang sama metode akan menyediakan hasil yang tidak berbeda nyata, mengevaluasi kinerja operator, mengetahui dan meningkatkan mutu laboratorium dan untuk mengetahui tingkat kesulitan metode. Ketertiruan (*reproducibility*) adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda, biasanya pengujian dilakukan dalam laboratorium yang berbeda, dengan peralatan, pereaksi, pelarut, dan analisis yang berbeda pula. Reprodusibilitas dapat juga dilakukan dalam laboratorium yang sama dengan peralatan, pereaksi, pelarut, dan analisis yang berbeda. Faktor yang mempengaruhi reprodusibilitas adalah adanya perbedaan suhu kamar dan kelembaban, operator dengan pengalaman dan pengetahuan yang berbeda, peralatan dengan karakteristik yang berbeda, variasi bahan dan kondisi instrumen, umur pakai alat yang berbeda, dan pelarut, pereaksi serta bahan lain dengan mutu yang berbeda. Presisi dari metode uji dapat dihitung dengan rumus :

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}}$$

SD : standar deviasi

\bar{x} : nilai rata-rata konsentrasi sampel

Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan nilai $\%RSD \leq 2\%$. Nilai $\%RSD$ meningkat seiring dengan menurunnya kadar analit yang dianalisis

(Harmita, 2004). Nilai presisi dapat ditentukan dengan analisis duplo (%RPD) jika pengulangan 2 kali. Selain itu presisi dapat ditentukan dengan %RSD jika pengulangan dilakukan 7-10 kali. Apabila %RSD yang didapatkan > 2%, maka presisi dapat dihitung dengan menggunakan perhitungan CV Horwitz (*Coefficient Variance Horwitz*) dengan rumus :

$$\%CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log C}$$

Dimana C adalah rata-rata konsentrasi larutan standar dikali 10^{-6} (konversi dari ppm ke persen). Repeatabilitas dikatakan baik apabila nilai %RSD $\leq 2/3$ %CV Horwitz (Puspita, 2018).

2.6.4 Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantitation (LOQ)

Limit of Detection (LOD) adalah jumlah terkecil analit sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko, akan tetapi tidak perlu terkuantisasi di bawah kondisi pengujian yang disepakati (Kantasubrata, 2008). LOD merupakan parameter uji batas terkecil yang dimiliki instrumen. *Limit of Quantitation* (LOQ) adalah konsentrasi terendah dari analit dalam contoh yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima, dibawah kondisi pengujian yang disepakati. LOQ disebut juga sebagai limit pelaporan (limit of reporting). LOD dan LOQ dapat ditentukan dengan menggunakan 3 cara, yaitu :

1) *Signal to Noise*

Metode *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. Kebisingan besarnya dapat diukur secara manual pada *printout* kromatogram atau dengan auto integrator dari instrumen. Sebuah *signal to noise ratio* (S/N) dari tiga umumnya diterima untuk memperkirakan LOD dan *rasio signal to noise* dari sepuluh digunakan untuk LOQ. Metode ini diterapkan untuk metode analisis yang menunjukkan suara dasar.

2) Penentuan Blanko

Penentuan blanko diterapkan ketika analisis blanko memberikan nilai standar deviasi tidak nol. LOD dinyatakan sebagai konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko sampel ditambah 3 SD dan LOQ adalah konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko sampel ditambah 10 SD seperti yang ditunjukkan dalam persamaan berikut :

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

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

Dimana x adalah konsentrasi rata-rata blanko dan SD adalah standar deviasi dari blanko.

3) Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi yang linier diasumsikan bahwa respon instrumen y berhubungan linier dengan konsentrasi x standar untuk rentang yang terbatas konsentrasi. Hal ini dapat dinyatakan dalam model matematik seperti $y = ax+b$. Model ini digunakan untuk menghitung sensitivitas b, LOD dan LOQ. LOD dan LOQ dapat dinyatakan dengan persamaan :

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

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{slope}}$$

Limit of Detection (LOD) dibagi menjadi dua, yaitu *Instrumen detection limit* (IDL) dan *Method detection limit* (MDL). IDL adalah signal terkecil di atas *noise* yang mampu dideteksi oleh alat. Pengujian IDL menggunakan pelarut yang digunakan pada pengujian yang dilakukan 7-10 kali pengulangan. Sedangkan *method detection limit* (MDL) adalah konsentrasi terkecil yang dapat dibaca dengan menggunakan suatu metode tertentu.

Penentuan batas deteksi metode pengujian merupakan kemampuan laboratorium dalam menerapkan suatu metode pengujian tertentu pada kadar rendah metode tersebut. *Method detection limit* (MDL) dihitung dengan menambahkan analit dalam matriks tertentu seperti limbah. Penentuan batas deteksi bertujuan untuk menghindari penulisan laporan hasil pengujian tidak terdeteksi. Hasil MDL harus lebih besar dari nilai IDL. *Method detection limit* (MDL) adalah kadar analit yang ditentukan sesuai tahapan metode pengujian secara menyeluruh sehingga menghasilkan signal probabilitas 99% bahwa signal tersebut berbeda dengan blanko. Penentuan MDL minimum 7 kali pengulangan. MDL dihitung dengan menggunakan rumus:

$$MDL = T_{students} \times SD$$

Keterangan :

$T_{students}$ = 10 kali pengulangan (2,896)

SD = Standar Deviasi

Method detection limit (MDL) yang telah memenuhi batas keberterimaan secara statistika maka MDL harus dibandingkan dengan nilai baku mutu lingkungan hidup. Jika MDL yang dihasilkan lebih kecil dari nilai baku mutu lingkungan hidup maka laboratorium dapat menggunakan metode tersebut untuk pengujian parameter kualitas lingkungan. Namun, apabila yang dihasilkan lebih besar dari nilai baku mutu lingkungan hidup maka laboratorium harus mencari metode pengujian lainnya hingga diperoleh nilai MDL dibawah nilai baku mutu lingkungan hidup (Hadi, 2010).

2.6.5 Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran adalah suatu parameter yang menyatakan kemungkinan terjadinya kesalahan dalam suatu pengujian atau tingkat keyakinan dari suatu pengujian yang dilakukan (Riyanto, 2014). Adanya ketidakpastian pengukuran memberikan jaminan kecocokan dari metode uji yang digunakan. Ketidakpastian menggabungkan semua kesalahan yang diketahui menjadi suatu rentang tunggal. Penyumbang dari ketidakpastian pengukuran ini

bersumber dari hal-hal yang dapat mempengaruhi hasil uji, yaitu dapat berasal dari contoh, sampling, efek matriks dan gangguan, kondisi lingkungan, ketidakpastian massa dan volumetrik, nilai acuan, perkiraan dan asumsi yang tergabung dalam metode pengukuran dan prosedur serta variasi acak. Nilai ketidakpastian ditandai dengan $X \pm U$. Estimasi ketidakpastian adalah indikator untuk menentukan kapabilitas laboratorium pengujian atau kalibrasi. Ketidakpastian dapat digunakan untuk mengevaluasi unjuk kerja laboratorium dalam uji profisiensi (Kusumaningtyas dkk, 2016).

Kesalahan-kesalahan yang terjadi pada saat analisis dibagi menjadi dua kategori yaitu (Day dan Underwood, 1999):

1. Kesalahan Sistematis

Kesalahan sistematis merupakan kesalahan yang dapat diramalkan dan diminimalkan yang berkaitan dengan alat atau cara pengukuran yang dipakai. Kesalahan sistematis berpola tetap dan bersifat konstan, sehingga tidak mungkin mendapatkan hasil yang tetap dan sangat mempengaruhi nilai akurasi dari pengukuran. Kesalahan sistematis dibagi menjadi tiga macam, yaitu:

- 1) Kesalahan metodik merupakan kesalahan yang ditimbulkan dari metode yang digunakan dan merupakan kesalahan yang paling serius dalam proses analisis. Kesalahan ini sumbernya dari sifat kimia dari sistem, misalnya dari adanya ion pengganggu, reaksi samping, bentuk hasil reaksi seperti endapan yang tidak sesuai dengan reaksi kimia yang diinginkan.
- 2) Kesalahan operatif merupakan kesalahan yang ditimbulkan oleh orang yang melakukan analisis atau sering disebut kesalahan personal, misalnya kesalahan dari ketidaktepatan pembacaan jarum digital karena posisi mata yang tidak tepat.
- 3) Kesalahan instrumen merupakan kesalahan yang ditimbulkan dari instrumennya sendiri, misalnya karena efek lingkungan, kesalahan nol dalam pembacaan instrumen, adanya *noise*, dll.

2. Kesalahan tak tentu

Kesalahan tak tentu merupakan kesalahan yang sifatnya tidak bisa diramalkan dan nilainya berfluktuasi. Kesalahan jenis ini dapat terjadi dari variasi kesalahan tertentu ataupun dari sumber lainnya yang bersifat acak dan mempengaruhi nilai presisi dari pengukuran.



BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain instrumen *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) (*Agilent Technologies 5100*), *Hot plate* (*Thermo Scientific*), neraca analitik (*O'haus*), erlenmeyer 250 mL (Iwaki), pipet volume 1 mL (Iwaki) $20^{\circ}\text{C}\pm 0,0008$ mL, pipet volume 2 mL (Iwaki) $20^{\circ}\text{C}\pm 0,01$ mL, pipet volume 3 mL (Iwaki) $20^{\circ}\text{C}\pm 0,015$ mL, pipet volume 100 mL (Iwaki) $20^{\circ}\text{C}\pm 0,00778$, labu ukur 50 dan 100 mL (Iwaki), pipet tetes, corong gelas, batang pengaduk, spatula, propipet, kaca arloji, *Eutech* pH 2700, gayung plastik, corong plastik dan botol sampel plastik (*poethylene*).

3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan antara lain sampel sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet*, asam nitrat pekat (HNO_3 65%), larutan pengencer asam nitrat 5% (HNO_3 5%), air bebas mineral, standar multi elemen 100 mg/L, gas argon (Ar) *high purity* 99,99% dengan tekanan minimum 90 psi.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pengambilan Sampel Air Limbah Industri

Sebanyak 4 liter sampel air limbah industri diambil dari IPAL PT. Karsa Buana Lestari pada titik *inlet* dan *outlet* dengan menggunakan ember plastik. Sampel kemudian dimasukkan ke dalam botol plastik (*poethylene*) masing-masing 2 liter untuk sampel *inlet* dan *outlet*. Sampel kemudian dihomogenkan

3.3.2 Pengujian Logam Arsen (As) Total

3.3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Logam Arsen (As) 10 mg/L

Sebanyak 10 mL standar logam multielemen 100 mg/L dipipet ke dalam labu takar 100 mL. Larutan ditepatkan dengan larutan HNO_3 5 % sampai tanda tera dan dihomogenkan.

3.3.2.2 Pembuatan Larutan Standar Logam Arsen (As) 1 mg/L

Sebanyak 10 mL larutan standar logam arsen (As) 10 mg/L dipipet ke dalam labu takar 100 mL. Larutan ditepatkan dengan larutan HNO₃ 5% sampai tanda tera dan dihomogenkan.

3.3.2.3 Pembuatan Larutan Kerja Logam Arsen (As)

Larutan kerja logam arsen (As) total dibuat dengan konsentrasi 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,1; 0,2; 0,4; dan 0,6 mg/L dari larutan standar arsen (As) 1 mg/L (untuk konsentrasi 0,02; 0,04; dan 0,06 mg/L) dan 10 mg/L (untuk konsentrasi 0,1; 0,2; 0,4; dan 0,6 mg/L). Larutan ditepatkan dengan larutan HNO₃ 5% sampai tanda tera dan dihomogenkan.

3.3.2.4 Persiapan Contoh Uji

Persiapan contoh uji dilakukan dengan menggunakan sampel *inlet* dan *outlet*. Contoh uji yang digunakan dihomogenkan terlebih dahulu, kemudian dipipet 100 mL contoh uji *inlet* dan *outlet* dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambahkan HNO₃ pekat sebanyak 5 mL dan ditutup dengan corong gelas. Larutan contoh uji tersebut dipanaskan sampai volumenya tersisa 10-20 mL, apabila destruksi belum sempurna (warna larutan contoh uji tidak jernih) maka ditambahkan lagi 5 mL HNO₃ pekat, kemudian dilanjutkan proses destruksi hingga sempurna yang dapat dilihat dari warna larutan yang cerah dan jernih. Larutan contoh uji didinginkan, dan contoh uji disaring (bila perlu) menggunakan kertas saring dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera, kemudian contoh uji dihomogenkan. Contoh uji dibaca serapannya menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 193,695 nm.

3.3.2.5 Penentuan Akurasi (*Trueness*)

Penentuan *trueness* dilakukan dengan menggunakan dua standar yaitu konsentrasi standar terendah dan tertinggi dari deret larutan kerja. Standar terendah menggunakan konsentrasi 0,02 mg/L yang dibuat dengan memipet larutan standar 1 mg/L sebanyak 2 mL dalam labu ukur 100 mL dan ditera

menggunakan larutan HNO_3 5%. Sedangkan standar tertinggi menggunakan konsentrasi 0,6 mg/L yang dibuat dengan memipet larutan kerja 10 mg/L sebanyak 6 mL dalam labu ukur 100 mL dan ditera menggunakan larutan HNO_3 5%. Diulangi langkah sebanyak 10 kali pengulangan dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 193,695 nm.

3.3.2.6 Penentuan Presisi (Repeatabilitas)

Penentuan repeatabilitas dilakukan dengan menggunakan 2 sampel yaitu sampel *lowrange* dan *highrange*. Sampel *lowrange* adalah sampel yang memiliki konsentrasi kecil atau mendekati standar terkecil kurva, sedangkan sampel *highrange* adalah sampel yang memiliki konsentrasi tinggi atau mendekati standar tertinggi kurva yang digunakan. Perlakuan pada penentuan repeatabilitas sama dengan prosedur persiapan contoh uji. Diulangi langkah sebanyak 10 kali dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 193,695 nm.

3.3.2.7 Penentuan IDL (*Instrument Detection Limit*)

Penentuan IDL dilakukan dengan mengukur larutan blanko. Blanko yang digunakan dalam percobaan ini adalah larutan HNO_3 5%. Diulangi langkah sebanyak 10 kali pengulangan dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 193,695 nm.

3.3.2.8 Penentuan MDL (*Method Detection Limit*)

Sebanyak 1 mL larutan standar arsen (As) 1 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan dalam labu ukur ditera menggunakan sampel yang sudah diketahui konsentrasinya. Larutan tersebut kemudian dipindahkan ke dalam erlenmeyer 250 mL dan dilakukan pemanasan hingga volume tersisa 10-20 mL. Larutan didinginkan, kemudian ditera dengan akuades dalam labu ukur 100 mL. Diulangi langkah sebanyak 10 kali dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 193,695 nm.

3.3.3 Pengujian Logam Kadmium (Cd) Total

3.3.3.1 Pembuatan Larutan Standar Logam Kadmium (Cd) 10 mg/L

Sebanyak 10 mL standar logam multielemen 100 mg/L dipipet ke dalam labu takar 100 mL. Larutan ditepatkan dengan larutan HNO₃ 5 % sampai tanda tera dan dihomogenkan

3.3.3.2 Pembuatan Larutan Standar Logam Kadmium (Cd) 1 mg/L

Sebanyak 10 mL standar logam kadmium (Cd) 10 mg/L dipipet ke dalam labu takar 100 mL. Larutan ditepatkan dengan larutan HNO₃ 5% sampai tanda tera dan dihomogenkan.

3.3.3.3 Pembuatan Larutan Kerja Logam Kadmium (Cd)

Larutan kerja logam kadmium (Cd) dibuat dengan konsentrasi 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,1; 0,2; 0,4; dan 0,6 mg/L dari larutan standar Kadmium (Cd) 1 mg/L (untuk konsentrasi 0,02; 0,04; dan 0,06 mg/L) dan 10 mg/L (untuk konsentrasi 0,1; 0,2; 0,4; dan 0,6 mg/L). Larutan ditepatkan dengan larutan HNO₃ 5% sampai tanda tera dan dihomogenkan.

3.3.3.4 Persiapan Contoh Uji

Persiapan contoh uji dilakukan dengan menggunakan sampel *inlet* dan *outlet*. Contoh uji yang digunakan dihomogenkan terlebih dahulu, kemudian dipipet 100 mL contoh uji *inlet* dan *outlet* dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambahkan HNO₃ pekat sebanyak 5 mL dan ditutup dengan corong gelas. Larutan contoh uji tersebut dipanaskan sampai volumenya tersisa 10-20 mL, apabila destruksi belum sempurna (warna larutan contoh uji tidak jernih) maka ditambahkan lagi 5 mL HNO₃ pekat, kemudian dilanjutkan proses destruksi hingga sempurna yang dapat dilihat dari warna larutan yang cerah dan jernih. Larutan contoh uji didinginkan, dan contoh uji disaring (bila perlu) menggunakan kertas saring dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera, kemudian contoh uji

dihomogenkan. Contoh uji dibaca serapannya menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 226,50 nm.

3.3.3.5 Penentuan Akurasi (*Trueness*)

Penentuan *trueness* dilakukan dengan menggunakan dua standar yaitu konsentrasi standar terendah dan tertinggi dari deret larutan kerja. Standar terendah menggunakan konsentrasi 0,02 mg/L yang dibuat dengan memipet larutan standar 1 mg/L sebanyak 1 mL dalam labu ukur 50 mL dan ditera menggunakan larutan HNO₃ 5%. Sedangkan standar tertinggi menggunakan konsentrasi 0,6 mg/L yang dibuat dengan memipet larutan kerja 10 mg/L sebanyak 3 mL dalam labu ukur 50 mL dan ditera menggunakan larutan HNO₃ 5%. Diulangi langkah sebanyak 10 kali pengulangan dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 226,50 nm.

3.3.3.6 Penentuan Presisi (*Repeatabilitas*)

Penentuan *repeatabilitas* dilakukan dengan menggunakan 2 sampel yaitu sampel *lowrange* dan *highrange*. Sampel *lowrange* adalah sampel yang memiliki konsentrasi kecil atau mendekati standar terkecil kurva, sedangkan sampel *highrange* adalah sampel yang memiliki konsentrasi tinggi atau mendekati standar tertinggi kurva yang digunakan. Perlakuan pada penentuan *repeatabilitas* sama dengan prosedur persiapan contoh uji. Diulangi langkah sebanyak 10 kali dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 226,50 nm.

3.3.3.7 Penentuan IDL (*Instrument Detection Limit*)

Penentuan IDL dilakukan dengan mengukur larutan blanko. Blanko yang digunakan dalam percobaan ini adalah larutan HNO₃ 5%. Diulangi langkah sebanyak 10 kali pengulangan dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 226,50 nm.

3.3.3.8 Penentuan MDL (*Method Detection Limit*)

Sebanyak 0,2 mL larutan standar kadmium (Cd) 1 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan dalam labu ukur ditera menggunakan sampel yang sudah diketahui konsentrasinya. Larutan tersebut kemudian dipindahkan ke dalam erlenmeyer 250 mL dan dilakukan pemanasan hingga volume tersisa 10-20 mL. Larutan didinginkan, kemudian ditera dengan akuades dalam labu ukur 100 mL. Diulangi langkah sebanyak 10 kali dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 226,50 nm.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengambilan Sampel Air Limbah Industri

Pengambilan sampel air limbah industri dilakukan di Instalasi Pembuangan Air Limbah (IPAL), tepatnya pada sampel *inlet* dan *outlet* dari proses IPAL PT. Karsa Buana Lestari. Sampel *inlet* adalah sampel yang diambil dari bak awal sebelum melalui proses pengolahan, dan sampel *outlet* adalah sampel yang telah diolah atau diambil dari proses akhir pengolahan. Sampel air limbah industri diambil dengan menggunakan peralatan sederhana, yaitu ember plastik. Syarat peralatan sampling yang digunakan adalah harus terbuat dari bahan yang tidak mempengaruhi sifat contoh serta bersih dan bebas dari kontaminan. Pengambilan sampel yang dilakukan harus homogen dan bersifat representatif atau mewakili daerah yang sedang di pantau. Pengambilan sampel ini dilakukan untuk mengetahui tingkat efisiensi dari IPAL di PT. Karsa Buana Lestari. Persiapan pengambilan sampel dilakukan dengan mempersiapkan peralatan pengambilan sampel, wadah sampel, alat ukur lapangan, dan peralatan pendukung.

Tabel 4.1 Data Pengamatan Sampling

Parameter	Hasil Pengamatan
Lokasi Pengambilan Sampel	IPAL PT. Karsa Buana Lestari
Waktu	09.30 WIB
Suhu	30°C
Cuaca	Cerah
pH	<i>Inlet</i> : 3,574 <i>Outlet</i> : 6,023

Berdasarkan Tabel 4.1 sampling dilakukan pada pukul 09.30 WIB. Pengambilan sampel dilakukan pada jam tersebut dikarenakan waktu tersebut efisien karena IPAL sudah beroperasi. Sampel diambil dari titik *inlet* dengan menggunakan ember plastik, kemudian sampel dipindahkan ke botol plastik berbahan *polyethylene*. Sedangkan sampel *outlet* diambil dengan menampung air secara langsung ke dalam botol plastik berbahan *polyethylene* hingga volume

yang diinginkan. Sampel tersebut kemudian diukur pH nya dengan menggunakan pH meter dan didapatkan pH *inlet* sebesar 3,574 dan *outlet* 6,023. Alat ukur yang digunakan harus sudah terkalibrasi dengan baik agar didapatkan hasil yang akurat. pH merupakan derajat keasaman yang digunakan untuk menyatakan tingkat keasaman atau kebasaan yang dimiliki oleh suatu larutan. pH air menunjukkan tingkat pencemaran yang terdapat di dalamnya. Larutan dapat dikatakan asam apabila pH nya dibawah 7, dan basa jika pH nya diatas 7, sedangkan pH netral adalah jika pH larutan 7. pH normal berada pada kisaran pH 6-8,5. Perubahan pH air tergantung kepada bahan pencemarnya. pH air mempengaruhi tingkat kesuburan perairan karena mempengaruhi kehidupan biota perairan, karena pada pH rendah kandungan oksigen terlarut akan berkurang. Kandungan pH yang terlalu rendah atau terlalu tinggi adalah salah satu parameter pencemaran oleh bahan kimia, yang apabila dibuang langsung ke lingkungan akan merusak lingkungan sekitar dan dapat menimbulkan penyakit seperti dermatitis (kulit), iritasi pada mata, dan pada titik ekstrim dapat menimbulkan keracunan akut. Apabila sampel tidak langsung dipreparasi, sampel diawetkan dengan menambahkan larutan asam nitrat (HNO_3) pekat sampai pH 2. Hal tersebut bertujuan untuk memperlambat proses perubahan kimia dan biologis yang dapat mengganggu saat proses analisis dan dapat membuat hasil yang didapatkan tidak akurat.

4.2 Verifikasi Metode Penentuan Kadar Arsen (As) dan Kadmium (Cd) Total

Verifikasi metode merupakan uji kelayakan terhadap suatu metode standar (metode baku) atau metode yang telah di validasi pada saat mulai digunakan sampai pada waktu tertentu secara berkala. Verifikasi biasanya mengacu pada SNI atau metode baku lain seperti APHA. Verifikasi metode digunakan untuk membuktikan bahwa suatu laboratorium memiliki data kinerja karena setiap laboratorium memiliki kondisi dan kompetensi personel serta kemampuan peralatan yang berbeda (Mulhaquddin, 2014). Manfaat verifikasi metode analisis adalah untuk mengevaluasi unjuk kerja suatu metode, menjamin prosedur analisis,

menjamin keakuratan hasil analisis, dan mengurangi resiko kemungkinan yang mungkin terjadi (Riyanto, 2014). Suatu metode dapat dikatakan baik dan dapat digunakan secara rutin oleh laboratorium apabila didapatkan suatu data verifikasi yang memenuhi syarat keberterimaan. Parameter yang mendukung data verifikasi pada penelitian ini adalah linearitas, akurasi, presisi, *limit of detection* (LOD), dan *limit of quantitation* (LOQ).

4.2.1 Linearitas

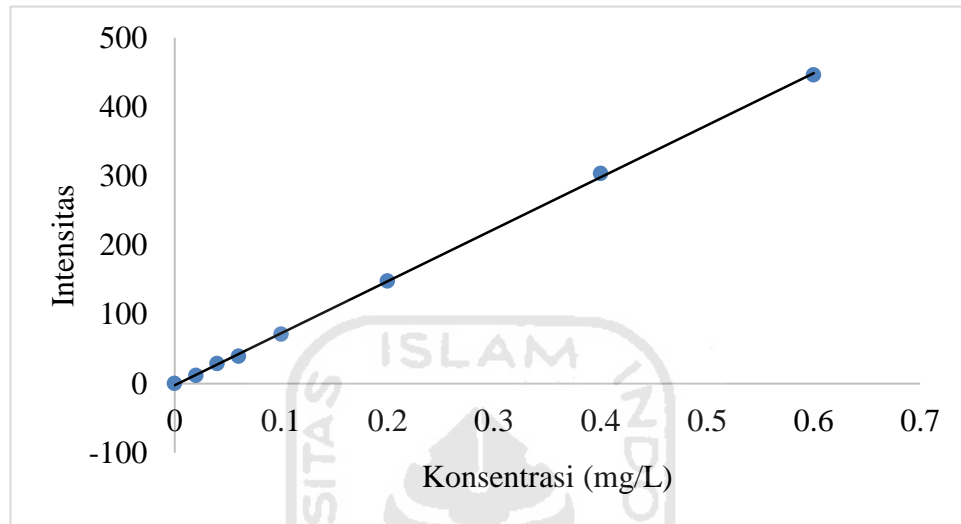
Linearitas adalah kemampuan metode analisis dalam memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel uji dengan sinyal atau respon detektor. Pengukuran linearitas ditunjukkan dari hasil grafik yang menghasilkan suatu persamaan garis linear yang menghubungkan antara sinyal dengan konsentrasi suatu standar yang menunjukkan koefisien korelasi (r).

Uji linearitas pada penentuan kadar logam arsen dan kadmium total dilakukan dengan cara membuat larutan standar kerja dengan variasi konsentrasi 0,0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,1; 0,2; 0,4; dan 0,6 mg/L dengan standar logam multielemen 100 mg/L. Pengenceran larutan deret standar kerja ini dilakukan dengan menggunakan larutan HNO₃ 5%. Larutan HNO₃ 5% digunakan karena untuk menyamakan kondisi larutan multielemen logam yang juga dilarutkan dengan larutan HNO₃ 5% dan juga sebagai pengawet karena tidak akan bereaksi dengan logam. Hasil pengukuran larutan standar arsen (As) dan kadmium (Cd) menggunakan ICP-OES dapat dilihat pada Tabel 4.2.

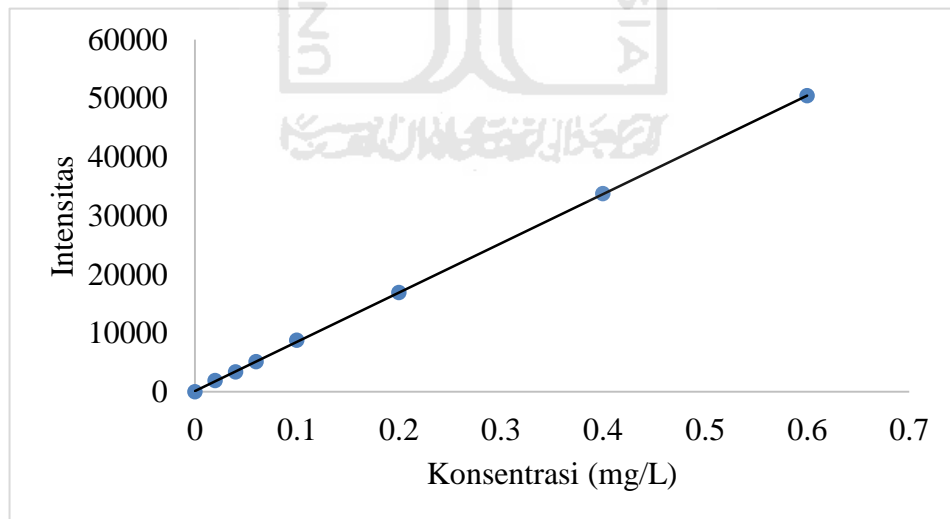
Tabel 4.2 Hasil Uji Linearitas dengan ICP-OES

Air Limbah Industri (As)		Air Limbah Industri (Cd)	
Konsentrasi (mg/L)	Intensitas	Konsentrasi (mg/L)	Intensitas
0,00	0,0000	0,00	0,0000
0,02	11,5859	0,02	1898,2589
0,04	28,8097	0,04	3394,8227
0,06	39,4054	0,06	5100,4508
0,10	71,3098	0,10	8747,6998
0,20	148,0790	0,20	16893,7276
0,40	303,6202	0,40	33727,3249
0,60	445,9372	0,60	50422,3196

Hasil uji linearitas pada Tabel 4.2 dapat ditentukan kurva kalibrasinya, yang dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan 4.2. Berdasarkan kurva standar tersebut diperoleh persamaan regresi linier, yaitu $y = ax + b$, dimana y adalah intensitas dan x sebagai konsentrasi, a menunjukkan nilai slope dan b adalah intersep.



Gambar 4.1 Grafik Hubungan Intensitas terhadap Konsentrasi As Total



Gambar 4.2 Grafik Hubungan Intensitas terhadap Konsentrasi Cd Total

Berdasarkan Gambar 4.1 dan 4.2, setiap titik mendekati garis lurus yang terbentuk sehingga dapat dikatakan bahwa kurva standar menunjukkan hubungan

yang linear. Persamaan regresi linear yang diperoleh untuk uji kadar As total yaitu, $y = 752,1341 - 2,4104x$, dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9998, sedangkan untuk uji kadar Cd total yaitu, $y = 83896,9405 + 131,3686x$ dengan koefisien korelasi (r) sebesar 1. Nilai koefisien korelasi menunjukkan kelayakan penggunaan grafik dalam pengujian. Hal yang harus diperhatikan dalam pengukuran kurva standar adalah tingkat linearitasnya. Uji linearitas akan memenuhi syarat apabila didapatkan nilai korelasi $\geq 0,995$ (AOAC, 2003), atau mendekati nilai 1 atau -1 yang menunjukkan bahwa kurva yang dihasilkan semakin linier dan memiliki hubungan yang kuat antar kedua variabelnya. Nilai slope yang diperoleh menunjukkan bahwa semakin besar nilainya akan semakin sensitif metode yang digunakan, sedangkan nilai intersep yang terdapat pada persamaan regresi linier menunjukkan rerata absorbansi (y) ketika konsentrasi (x) adalah nol, dimana semakin kecil atau semakin nilainya mendekati nol maka interferensi dari faktor lain akan semakin kecil pula. Menurut Sasongko, Yulianto, dan Sarastri (2017) menyatakan bahwa nilai intersep yang ideal adalah harus lebih kecil dari nilai slope. Nilai intersep boleh besar dari nilai slope asalkan nilai intersep tidak lebih besar dari batas deteksi. Nilai slope dan intersep yang didapatkan untuk pengujian kadar logam As total sebesar 752,1341 dan -2,4104, sedangkan untuk pengujian kadar Cd total sebesar 83896,9405 dan 131,3686. Hasil yang didapatkan menunjukkan bahwa nilai intersep yang didapatkan lebih kecil dari nilai slope.

Nilai intensitas yang didapat dari penentuan kurva kalibrasi pada Tabel 4.2 dapat dibandingkan dengan intensitas sampel yang dapat dilihat pada Tabel 4.12. Intensitas sampel yang tidak masuk dalam rentang intensitas standar menunjukkan bahwa pengujian yang dilakukan tidak efisien, karena jika intensitas yang didapat dari sampel lebih besar dari intensitas standar, maka harus dilakukan pengenceran agar masuk dalam rentang nilai dari intensitas standar yang telah ditentukan.

4.2.2 Akurasi

Akurasi merupakan kedekatan antara hasil pengujian dengan nilai yang sebenarnya (*true value*). Akurasi biasanya dinyatakan dalam nilai *%trueness*. *%Trueness* adalah perbandingan antara nilai rerata hasil pengulangan pengujian

dengan nilai benar yang dinyatakan dalam nilai persentase. Nilai replika analisis semakin dekat dengan nilai yang sebenarnya maka semakin akurat metode tersebut. Hasil uji *%trueness* logam As dan Cd total yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.3

Tabel 4.3 Hasil Uji *%Trueness*

Keterangan	C Target (mg/L)	C Hasil (mg/L)	<i>%Trueness</i>
<i>As Low</i>	0,02	0.02006	100,30
<i>As High</i>	0,6	0.5871	97,85
<i>Cd Low</i>	0,02	0.02019	100,95
<i>Cd High</i>	0,6	0.59642	99,40

Berdasarkan Tabel 4.3 menunjukkan bahwa hasil nilai akurasi yang diperoleh baik dan akurat. *%Trueness* yang diperoleh dinyatakan baik apabila hasil pengujian berada pada rentang $(100\pm 10)\%$ yang menunjukkan bahwa pengulangan pengujian yang dilakukan memiliki akurasi yang sangat baik. *%Trueness* yang didapatkan juga masuk dalam syarat keberterimaan yaitu 80-120%.

Akurasi juga dapat ditentukan melalui uji *recovery* (perolehan kembali) analit yang ditambahkan. Uji *recovery* dilakukan dengan menambahkan (*men-spike*) analit target pada konsentrasi tertentu ke dalam sampel yang akan di uji. *Recovery* dilakukan dengan *men-spike* larutan sampel *Low* yang telah diketahui konsentrasinya dengan menggunakan larutan standar 10 mg/L sebanyak 1 mL. Nilai *recovery* didapatkan dari perbandingan antara selisih konsentrasi dengan konsentrasi standar yang di-*spike* ke dalam sampel, hasilnya dalam perseratus bagian (%). Hasil *%recovery* dapat dilihat pada Tabel 4.4

Tabel 4.4 Hasil Uji *%Recovery*

Keterangan	<i>%Recovery</i>	C Sampel + Spike Nilai (mg/L)	C Target
<i>As Low</i>	101,04	0,0412	0,1
<i>Cd Low</i>	106,66		

Hasil penentuan *%recovery* berdasarkan Tabel 4.4 menunjukkan nilai yang cukup baik. Hal tersebut dikarenakan nilai *%recovery* yang didapatkan memenuhi

syarat keberterimaan yang ditetapkan oleh AOAC (2003) yaitu 80-120%. nilai *%recovery* yang baik adalah 100%, apabila nilai yang didapatkan kurang atau lebih maka terjadi kesalahan saat pengukuran sampel. Kesalahan yang terjadi dapat bersifat acak. Kesalahan acak tersebut tidak dapat dihilangkan, akan tetapi dapat diminimalkan dengan melakukan penentuan berulang. Kesalahan ini timbul karena adanya perubahan sistematis.

4.2.3 Presisi

Presisi merupakan parameter yang menunjukkan kedekatan atau kesesuaian hasil uji dengan lainnya pada serangkaian pengukuran yang diperoleh dari sampel yang homogen. Presisi dapat dinyatakan dalam berbagai cara antara lain dengan simpangan baku, simpangan rata-rata atau kisaran yang merupakan selisih hasil pengukuran terbesar dan terkecil. Nilai presisi dihitung menggunakan nilai standar deviasi (SD) yang kemudian dapat dihitung *Relative Standard Deviation* (RSD). Nilai keberterimaan %RSD adalah $< 2\%$ yang menunjukkan bahwa hasil pengulangan yang dilakukan memberikan presisi yang baik (Harmita, 2014). Menurut AOAC, tahun 2003 menyatakan bahwa nilai %RSD dapat dikatakan sangat teliti apabila nilai $\%RSD \leq 1\%$. Semakin kecil %RSD yang didapatkan, maka semakin kecil pula tingkat koefisien variasinya yang menunjukkan semakin tinggi tingkat ketelitiannya. Apabila nilai $\%RSD \geq 2\%$ maka harus dibandingkan dengan nilai *CV Horwitz*, untuk mengetahui apakah metode tersebut memiliki presisi yang baik. Metode tersebut memenuhi syarat keberterimaan apabila nilai %RSD yang didapat lebih kecil dari nilai $2/3$ *CV Horwitz* (Riyanto, 2014). Uji presisi dilakukan dengan *repeatability* (keterulangan) dan *reproducibility* (ketertiruan). Sampel air limbah industri disiapkan dengan sampel *low range* yang diambil dari konsentrasi kurva terendah dari deret standar dan sampel *high range* yang diambil dari konsentrasi kurva tertinggi dari deret standar yang digunakan. Kemudian baik sampel *low range* maupun *high range* diambil 100 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL yang kemudian di destruksi pada suhu 400°C dengan *hotplate*. Destruksi ini dilakukan dengan destruksi basah yaitu perombakan dengan menggunakan larutan HNO_3 pekat yang berfungsi untuk memecah ikatan senyawa organologam

sehingga didapatkan logam anorganik bebas yang dapat diukur. Perlakuan ini diulang sebanyak 10 kali pengulangan. Uji presisi dilakukan pada sampel *low range* dan *high range* bertujuan untuk mengetahui kemampuan kinerja instrumen ICP-OES membaca hasil uji pada rentang standar terendah dan tertinggi serta melihat ketelitian metode dalam mengukur logam arsen (As) dan kadmium (Cd) yang sering terdapat dalam konsentrasi kecil. Hasil yang didapatkan pada pengujian presisi *repeatability* dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Nilai Presisi Repeatabilitas

Keterangan	%RSD	2/3 CV Horwitz
<i>As Low</i>	8,05	17,03
<i>As High</i>	1,60	11,47
<i>Cd Low</i>	0,97	16,60
<i>Cd High</i>	1,02	11,40

Berdasarkan Tabel 4.5 menunjukkan bahwa %RSD yang didapatkan menunjukkan hasil yang baik, akan tetapi tidak dengan sampel ALi *Low As*, dimana %RSD yang didapatkan lebih besar dari syarat keberterimaan yaitu 2%. Oleh karena itu harus dibandingkan dengan nilai *2/3 CV Horwitz*. Tabel 4.5 menunjukkan bahwa semua sampel mendapatkan nilai %RSD yang lebih kecil dari *2/3 CV Horwitz*, yang menunjukkan bahwa metode uji yang digunakan pada verifikasi metode penentuan kadar logam As dan Cd total dalam sampel sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet* secara ICP-OES memenuhi syarat nilai %RSD yang diterima sehingga metode ini memiliki nilai presisi yang baik. Nilai presisi memberikan informasi bahwa metode ini dapat digunakan sebagai metode pengujian rutin pada laboratorium. Hasil uji presisi kemudian dihitung nilai reproduisibilitasnya. Reprodusibilitas merupakan kedekatan antara hasil pengujian yang dilakukan pada metode uji yang sama dalam suatu laboratorium, akan tetapi dengan kondisi peralatan, waktu atau analisis yang berbeda untuk mengetahui pengaruh lingkungan terhadap kinerja metode tersebut. Hasil uji reprodusibilitas As dan Cd dapat dilihat pada Tabel 4.6

Tabel 4.6 Nilai Presisi Reprodusibilitas

Keterangan	Nilai Z-Score
As Low	1,6048
As High	1,3512
Cd Low	-0,8159
Cd High	1,5582

Keberterimaan reprodusibilitas ditentukan dengan nilai *Z-Score*, yang merupakan suatu ukuran yang menentukan seberapa besar jarak suatu nilai terhadap rata-ratanya dalam satuan standar deviasi (SD). Nilai *Z-Score* akan berada pada suatu titik pada sumbu datar dari kurva normalnya. Keberadaan nilai *Z-Score* akan menentukan posisinya dalam sumbu datar kurva normal yang juga menunjukkan seberapa jauh keberadaan suatu nilai observasi (x) terhadap rata-ratanya. Apabila nilai *Z-Score* negatif (-) menunjukkan bahwa posisinya berada disebelah kiri rata-ratanya dalam kurva normal, dan apabila bernilai positif (+) maka posisinya berada disebelah kanan rata-ratanya dalam kurva normal. Berdasarkan Tabel 4.6 menunjukkan bahwa nilai *Z-Score* sudah memenuhi nilai keberterimaan pengujian karena hasil *Z-Score* yang diperoleh berada pada rentang kepercayaan -1,96 sampai 1,96. *Z-Score* yang berada pada rentang -1,96 sampai 1,96 menunjukkan data yang baik atau dapat diterima (*inlier*). Rentang -1,96 sampai 1,96 merupakan tingkat kepercayaan 95%.

4.2.4 *Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantitation (LOQ)*

Limit of Detection (LOD) adalah konsentrasi terendah analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi oleh instrumen tetapi tidak perlu dikuantisasi. *Limit of Quantitation (LOQ)* adalah konsentrasi terendah analit dalam sampel yang dapat dikuantisasi secara tepat. LOD dapat dibagi dalam dua macam, yaitu *Instrumen Detection Limit (IDL)* dan *Method Detection Limit (MDL)*. *Instrumen Detection Limit* adalah konsentrasi terendah dari analit yang dapat terdeteksi oleh instrumen dan secara statistik berbeda dengan respon yang didapat dengan respon dari sinyal latar belakang (absorbansi, waktu retensi, dll). *Method Detection Limit* adalah konsentrasi terendah analit yang dapat diukur dan dilaporkan dengan kepercayaan 99% bahwa konsentrasi analit lebih besar dari nol dan ditentukan dari analisis

Sampel dalam matriks yang mengandung analit. Pengukuran IDL dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan menggunakan larutan HNO₃ 5% sebagai blanko. Hasil pengukuran serapan kemudian di rata-rata dan dijadikan standar deviasi sehingga didapat konsentrasi IDL. Selanjutnya dilakukan pengukuran MDL dengan sampel yang dispiki dengan standar yang dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan. Hasil limit deteksi dan limit kuantisasi dapat dilihat pada Tabel 4.7

Tabel 4.7 Hasil LOD dan LOQ

Parameter	As (mg/L)	Cd (mg/L)
IDL	0,0063	0,0010
MDL	0,0066	0,0087
LOQ	0,0209	0,0277

Berdasarkan Tabel 4.7 didapatkan nilai IDL untuk As sebesar 0,0063 mg/L dan MDL 0,0066 mg/L, sedangkan nilai IDL untuk Cd yaitu 0,0010 mg/L dan MDL 0,0087 mg/L. Nilai IDL yang lebih kecil dari nilai MDL dan konsentrasi menunjukkan hasil yang baik. Menurut PerGub DKI 69/2013 menyatakan bahwa syarat keberterimaan logam As dan Cd total dalam limbah industri maksimal sebesar 0,1 mg/L dan 0,05 mg/L. Nilai MDL yang didapatkan adalah harus lebih kecil dari baku mutu, sehingga MDL dapat diterima.

Nilai LOD yang baik adalah serendah-rendahnya karena menunjukkan tingkat sensitivitas alat yang semakin tinggi. Akan tetapi kadar sampel yang dianalisis seharusnya lebih besar dari nilai LOD, karena artinya memberikan sinyal analit yang akurat. Apabila kadar sampel yang didapatkan adalah lebih kecil dari nilai LOD, berarti sinyal yang dihasilkan tidak dapat dipercaya sebagai analit, melainkan noise. LOQ yang didapatkan sebesar 0,0209 mg/L untuk As dan 0,0277 mg/L untuk Cd. Hal ini menunjukkan bahwa kadar As dan Cd dalam limbah industri yang lebih besar dari nilai LOQ dapat dikuantisasi dengan baik, sedangkan kadar As dan Cd dalam limbah industri yang lebih kecil dari nilai LOQ tidak dapat dikuantisasi dengan baik. Hal ini menunjukkan bahwa metode dan instrumen yang digunakan dalam analisis logam arsen (As) dan kadmium (Cd) dalam limbah industri baik dan dapat digunakan secara rutin oleh laboratorium tersebut.

4.2.5 Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran bertujuan untuk mengetahui dan memastikan bahwa hasil yang diperoleh pada penentuan kadar logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total memiliki hasil yang valid. Penentuan nilai ketidakpastian dapat dilakukan dengan membuat langkah kerja, menentukan rumus, membuat diagram tulang ikan, menentukan ketidakpastian baku, menentukan ketidakpastian gabungan, dan menentukan ketidakpastian diperluas. Ketidakpastian pengukuran dari rumus dapat dilihat sebagai berikut:

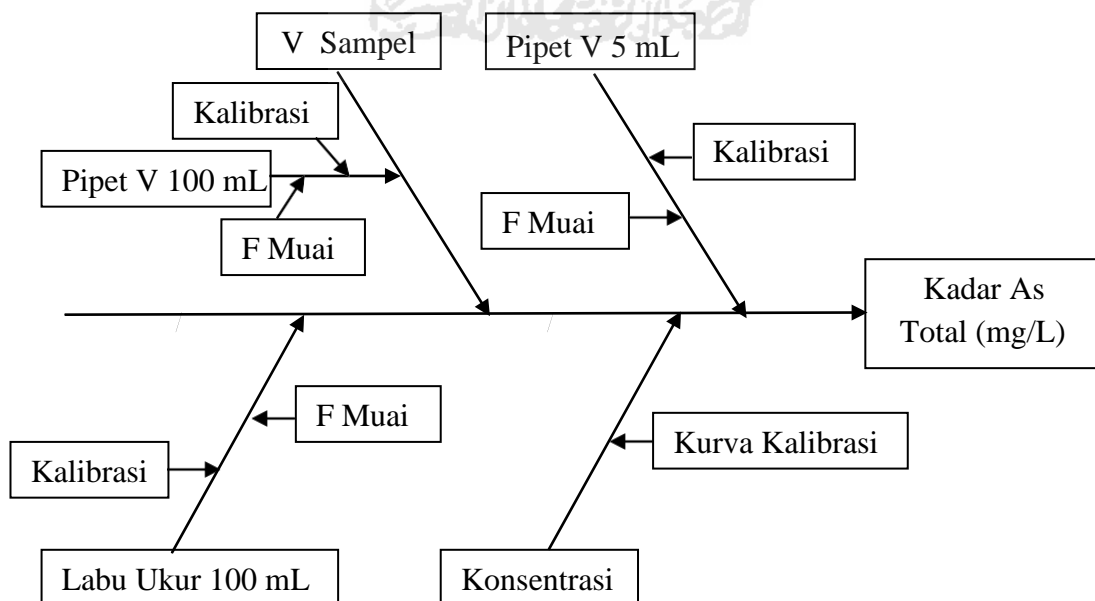
$$\text{Kadar As total dalam air limbah industri (mg/L)} = C \times F_p$$

$$\text{Kadar Cd total dalam air limbah industri (mg/L)} = C \times F_p$$

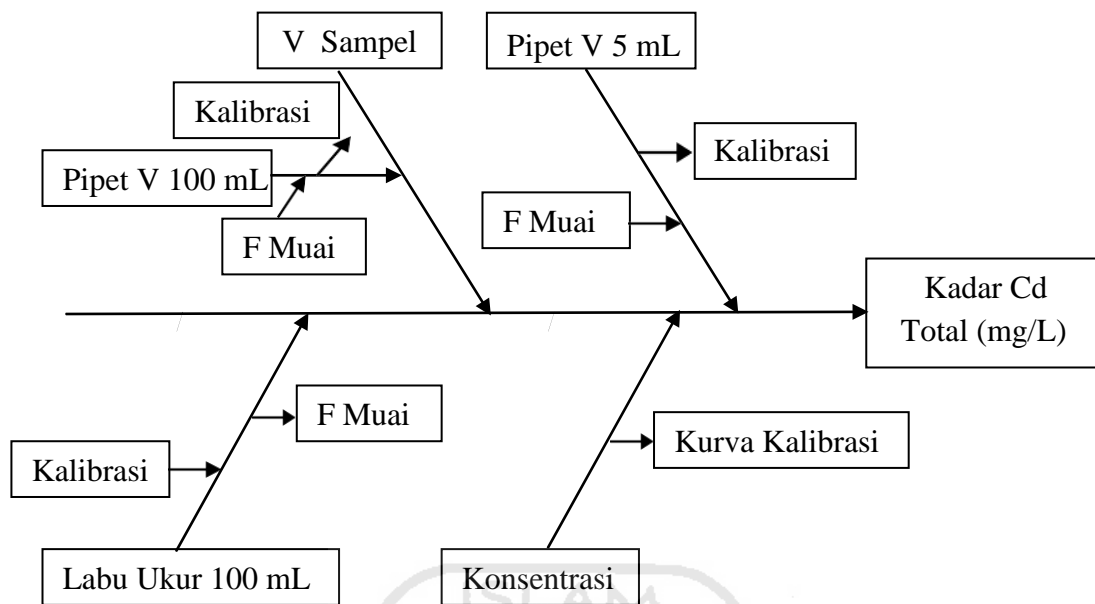
C : Konsentrasi (mg/L)

F_p : Faktor Pengenceran

Masing-masing kontribusi ketidakpastian disebut komponen ketidakpastian yang dapat dirumuskan dengan diagram tulang ikan. Sumber-sumber ketidakpastian pengukuran kadar As dan Cd total dijelaskan pada Gambar 4.3 dan 4.4.



Gambar 4.3 Diagram Tulang Ikan Penentuan Arsen (As) Total



Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan Penentuan Kadmium (Cd) Total

Berdasarkan Gambar 4.3 dan Gambar 4.4 terdapat 4 faktor penyumbang ketidakpastian dalam penentuan kadar logam arsen (As) dan kadmium (Cd) pada sampel sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet*, yaitu faktor volume sampel, faktor pipet volume, faktor labu ukur dan faktor konsentrasi. Masing-masing penyumbang ketidakpastian tersebut memiliki nilai ketidakpastian yang disebut dengan nilai ketidakpastian baku. Gabungan dari nilai-nilai ketidakpastian baku disebut dengan ketidakpastian gabungan. Nilai ketidakpastian suatu pengukuran dalam kepentingan analitik perlu diperluas menggunakan suatu tingkat kepercayaan. Tingkat kepercayaan yang digunakan dalam pengujian ini adalah sebesar 95% dengan nilai faktor cakupan sebesar 2. Data ketidakpastian dalam penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 4.8 dan Tabel 4.9.

Tabel 4.8 Penyumbang Ketidakpastian Penentuan Kadar As Total

Keterangan	Nilai (x)	Ketidakpastian	Ketidakpastian	$(\mu \ x/x)^2$
		Baku ($\mu \ x$)	Baku Relatif ($\mu \ x/x$)	
Volume sampel	100	0,0970	0,0009	$8,1 \times 10^{-7}$
Pipet Volume	5	0,0099	0,0019	$3,61 \times 10^{-6}$
Labu Ukur	100	0,0971	0,0009	$8,1 \times 10^{-7}$
Konsentrasi	0,0011	0,0032	-2,909	8,462281
			μ Gabungan	0,0032
			μ Diperluas	0,0064

Tabel 4.9 Penyumbang Ketidakpastian Penentuan Kadar Cd Total

Keterangan	Nilai (x)	Ketidakpastian	Ketidakpastian	$(\mu \ x/x)^2$
		Baku ($\mu \ x$)	Baku Relatif ($\mu \ x/x$)	
Volume sampel	100	0,0970	0,0009	$8,1 \times 10^{-7}$
Pipet Volume	5	0,0099	0,0019	$3,61 \times 10^{-7}$
Labu Ukur	100	0,0971	0,0009	$8,1 \times 10^{-7}$
Konsentrasi	0,0307	0,0011	0,0358	0,00128164
			μ Gabungan	0,0011
			μ Diperluas	0,0023

Tabel 4.8 menunjukkan bahwa nilai ketidakpastian diperluas kadar arsen (As) total dalam sampel sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet* diperoleh hasil sebesar 0,0064. Sehingga didapatkan nilai ketidakpastian *inlet* sebesar $0,0118 \pm 0,0064$ mg/L dan *outlet* yaitu $0,0011 \pm 0,0064$ mg/L. Tabel 4.9 menunjukkan bahwa nilai ketidakpastian diperluas kadar kadmium (Cd) total dalam sampel sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet* diperoleh hasil sebesar 0,0023. Sehingga didapatkan nilai ketidakpastian air limbah industri *inlet* $0,0270 \pm 0,0023$ mg/L dan *outlet* yaitu $0,0307 \pm 0,0023$ mg/L. Hal ini menunjukkan nilai ketidakpastian yang rendah. Nilai ketidakpastian pengukuran yang baik adalah yang memiliki nilai serendah-rendahnya, karena semakin rendah nilai ketidakpastian maka semakin kecil pula tingkat kesalahan yang terjadi saat proses analisis.

Hasil ketidakpastian dalam pengukuran ini kemudian dihitung kontribusi ketidakpastian pengukurannya untuk mengetahui penyumbang terbesar dari pengujian. Kontribusi pengukuran dihitung dalam satuan persen (%). Kontribusi

ketidakpastian pengukuran dapat dihitung dengan persamaan dibawah ini :

$$\text{Kontribusi (\%)} = \frac{(\mu x/x^2)}{\sum (\mu x/x^2)} \cdot 100\%$$

Hasil kontribusi ketidakpastian penentuan pada penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 4.10 dan 4.11

Tabel 4.10 Persentase Kontribusi Ketidakpastian Kadar As Total

Kontribusi				
Sumber	Nilai (x)	μ Baku (μ x)	(μ x/x)²	Kontribusi (%)
Volume sampel	100	0,097	8,1x10 ⁻⁷	9,57188x10 ⁻⁶
Pipet Volume	5	0,0099	3,61x10 ⁻⁶	4,26599x10 ⁻⁵
Labu Ukur	100	0,0971	8,1x10 ⁻⁷	9,57188x10 ⁻⁶
Konsentrasi	0,0011	0, 0032	8,462281	99,9999382
Jumlah			8,46228623	100%

Tabel 4.11 Persentase Kontribusi Ketidakpastian Kadar Cd Total

Kontribusi				
Sumber	Nilai (x)	μ Baku (μ x)	(μ x/x)²	Kontribusi (%)
Volume sampel	100	0,097	8,1x10 ⁻⁷	0,0206
Pipet Volume	5	0,0099	3,61x10 ⁻⁶	0,0917
Labu Ukur	100	0,0971	8,1x10 ⁻⁷	0,0206
Konsentrasi	0,0307	0,0015	0,0039313	99,8671
Jumlah			0,00393652	100%

Berdasarkan Tabel 4.10 dan 4.11 didapatkan kontribusi terbesar penyumbang nilai ketidakpastian untuk penentuan kadar logam arsen dan kadmium total dalam sampel sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet* diperoleh dari ketidakpastian konsentrasi. Ketidakpastian faktor konsentrasi ini dapat berasal dari ketidaktepatan dalam proses pipetasi pembuatan larutan standar yang dibuat dengan cara pengenceran bertingkat dari konsentrasi 100 mg/L, 10 mg/L, 1 mg/L, s/d konsentrasi deret standar yang digunakan. Faktor kesalahan lain adalah faktor personal dari ketidaktepatan pembacaan jarum digital karena posisi mata yang

tidak tepat sehingga didapatkan larutan yang tidak tepat dengan konsentrasi target yang ingin dibuat.

4.3 Penentuan Kadar Logam Arsen (As) dan Kadmium (Cd)

Arsen dan kadmium merupakan jenis polutan logam berat yang banyak terakumulasi pada lingkungan. Logam berat dianggap berbahaya bagi kesehatan bila terakumulasi secara berlebihan di dalam tubuh. Efek toksik dari logam berat yaitu mampu menghalangi kerja enzim sehingga mengganggu metabolisme tubuh, menyebabkan alergi, bersifat mutagen, teratogen, dan karsinogen. Arsen dan kadmium mempunyai sifat toksik yang dapat terakumulasi dalam rantai makanan. Absorpsi arsen dan kadmium dalam tubuh menyebabkan dasar keracunan serta gangguan pada ginjal, paru-paru, tulang, hati, limpa, jantung, pankreas dan otak.

4.3.1 Penentuan Kadar Logam Arsen (As) dan Kadmium (Cd) Total

Analisis kadar logam As dan Cd total dalam sampel sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet* mengacu pada APHA 3030E dan APHA 3120B. Penentuan kadar logam As dan Cd dalam sampel sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet* dilakukan dengan proses destruksi basah yaitu perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, yang kemudian dioksidasi menggunakan zat oksidator sehingga dihasilkan logam anorganik bebas yang dapat diukur (Wulandari dan Sukei, 2013). Destruksi dilakukan dengan HNO₃ pekat yang berfungsi memutus ikatan senyawa kompleks organologam secara cepat karena sifatnya sebagai oksidator. Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan berwarna jernih yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Penentuan kadar logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total dalam air dapat dilihat pada Tabel 4.12.

Tabel 4.12 Penentuan Kadar Logam Arsen (As) dan Kadmium (Cd)

Keterangan	Intensitas	Konsentrasi (mg/L)
<i>As Inlet</i>	6,4647	0,0118
<i>As Outlet</i>	-1,5830	0,0011
<i>Cd Inlet</i>	2396,5859	0,0270
<i>Cd Outlet</i>	2707,0046	0,0307

Tabel 4.12 menunjukkan bahwa konsentrasi hasil logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total masih berada dalam ambang aman sesuai dengan Peraturan Gubernur Provinsi Daerah Khusus Ibukota Jakarta No. 69 Tahun 2013 Lampiran II, yaitu kadar logam As dan Cd total maksimum dalam air limbah industri sebesar 0,1 mg/L dan 0,05 mg/L. Sehingga dapat dikatakan bahwa air limbah hasil pengolahan IPAL di PT. Karsa Buana Lestari sudah aman untuk dibuang ke lingkungan. Penentuan kadar logam As total pada sampel *outlet* adalah 0,0011 mg/L dan didapatkan kadar logam As *inlet* sebesar 0,0118 mg/L, tetapi pada Cd total pada sampel *outlet* didapatkan hasil yang lebih besar dari sampel *inlet*nya, yaitu sebesar 0,0307 mg/L dan 0,0270 mg/L. Hal ini dapat disebabkan karena sistem instalasi pembuangan air limbah yang kurang baik. Salah satu tahapan dalam pengolahan air limbah di PT. Karsa Buana Lestari adalah proses penyaringan (absorpsi) menggunakan karbon. Karbon aktif pada umumnya mampu menyerap logam yang terdapat di air limbah, namun karbon aktif memiliki masa jenuh apabila terlalu lama dipakai. Karbon aktif akan rusak sehingga tidak mampu menyerap logam dengan baik, yang mengakibatkan logam masih terkandung di dalam air limbah, bahkan bisa saja kandungan logam tersebut lebih besar di *inlet* dibandingkan *outlet*, sehingga logam-logam yang terukur sebelumnya akan terakumulasi dan ikut terlarut saat penyaringan dengan karbon aktif.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

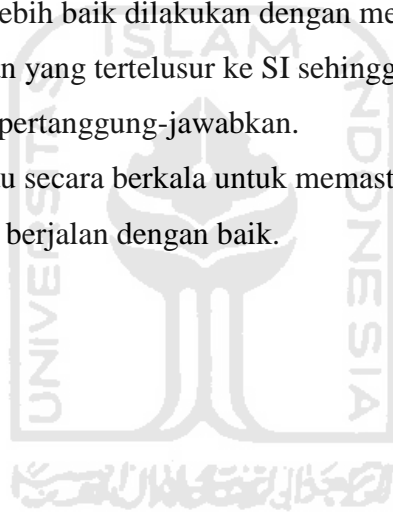
1. Uji verifikasi metode analisis kadar logam arsen (As) dan kadmium (Cd) dalam sampel sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet* menunjukkan hasil yang baik yaitu, sebagai berikut:
 - 1) Linieritas : As sebesar 0,9998 dan Cd sebesar 1
 - 2) Akurasi : %*trueness* As *Low* sebesar 100,30%, As *High* sebesar 97,85%, dan Cd *Low* sebesar 100,95%, Cd *High* sebesar 99,40%
 - 3) Presisi : %RSD As *Low* sebesar 8,05%, As *High* sebesar 1,60%; Cd *Low* sebesar 0,97%, dan Cd *High* sebesar 1,02%. *Z-Score* As *Low* sebesar 1,6048, As *High* sebesar 1,3512 ; Cd *Low* sebesar -0,8159, dan Cd *High* sebesar 1,5582.
 - 4) Limit deteksi (LOD) :
 - IDL : As sebesar 0,0063 mg/L, dan Cd sebesar 0,0010mg/L
 - MDL : As sebesar 0,0066 mg/L, dan Cd sebesar 0,0087mg/L
 - 5) Limit Kuantisasi (LOQ) : As sebesar 0,0209 mg/L, dan Cd sebesar 0,0277 mg/L
 - 6) Nilai estimasi ketidakpastian pengukuran untuk As *inlet* sebesar $0,0118 \pm 0,0064$ mg/L, dan As *outlet* sebesar $0,0011 \pm 0,0064$ mg/L; Cd *inlet* sebesar $0,0270 \pm 0,0038$ mg/L, dan Cd *outlet* sebesar $0,0307 \pm 0,0038$ mg/L. Hasil ini telah memenuhi syarat baku menurut Peraturan Gubernur Provinsi Daerah Khusus Ibukota Jakarta No. 69 Tahun 2013 Lampiran II, dimana syarat keberterimaan kadar logam As dan Cd total dalam air limbah industri minimal sebesar 0,1 mg/L dan 0,005 mg/L

2. Hasil uji verifikasi metode untuk penentuan logam arsen (As) dan kadmium (Cd) total dalam sampel sumber IPAL titik *inlet* dan *outlet* telah memenuhi persyaratan yang ditetapkan dan metode tersebut dapat digunakan secara rutin di Laboratorium PT. Karsa Buana Lestari.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil Praktik Kerja Lapangan yang dilaksanakan di Laboratorium PT. Karsa Buana Lestari, penulis menyarankan agar:

1. Keselamatan kerja perlu ditingkatkan, seperti APD yang digunakan harus mengikuti standar yang telah ditetapkan.
2. Pengujian akurasi lebih baik dilakukan dengan menggunakan CRM karena memiliki nilai acuan yang tertelusur ke SI sehingga didapatkan data yang akurat dan dapat dipertanggung-jawabkan.
3. IPAL perlu dipantau secara berkala untuk memastikan kinerja sistem pengolahan limbah berjalan dengan baik.



DAFTAR PUSTAKA

- [AOAC] *Association of Official Analytical Chemist.*, 2003, *Official Methods of Analysis of AOAC Internasional*, Edisi ke 18, Maryland: AOAC Internasional.
- [APHA] *American Public Health Association.*, 1992, *Standard Methods for Examination of Water and Wastewater*, Washington DC (US): ISBN: 0-87553-207-1.
- Achmad, U.F., 2004, *Peranan Air dalam Peningkatan Kesehatan Masyarakat*, <http://www.bpkpenatur.or.id/kps-jkt/berita/200104/lapperananair.pdf>., diakses pada tanggal 5 mei 2020.
- Aden, D.R., Endang, S., Octaviana, K.G.C., Okto, F., Siti, H., Tasqia, T., Tiwi, P., 2016, *Analisis Kandungan Logam dalam Sampel Air Mineral (ADES) Menggunakan ICP-OES*, Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Afifah, Z., 2019, Verifikasi Metode dan Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Total pada Sampel Air Limbah dan Pb pada Udara Ambien Menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)* di PT. Karsa Buana Lestari, *Laporan Praktek Kerja Lapangan*, Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia.
- Agustina, T., 2014, Kontaminasi Logam Berat pada Makanan dan Dampaknya pada Kesehatan, *Jurnal Teknologi Busana dan Boga*, Vol. 1 No. 1, Hal 54-56.
- Amalia, S.R., 2019, Verifikasi Metode dan Penentuan Kadar Logam Arsen (As) dalam Air Limbah Menggunakan ICP-OES, *Laporan Akhir*, Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Ardiasih, N.A.B., 2016, *Analisis dan Prediksi Beban Pencemaran Limbah Cair Industri Perikanan*, Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Astawan, M., 2008, *Bahaya Logam Berat pada Makanan*, <http://www.kompas.com/read/xml/2008/09/21/11254074>., diakses pada tanggal 17 februari 2020.
- Basel, B.V., 1986, *Kadmium in Environment*, Library of Congress Cataloging in Publication Data 50 doi:10.1007/978-3-0348-7238-6., diakses pada tanggal 17 februari 2020.
- Budiyanto, F., 2011, Arsenik dan Senyawa Arsenik: Sumber, Toksisitas dan Sifat di Alam, *Pusat Penelitian Oseanografi-LIPI*, Vol. XXXVI No. 4, Hal 23-30.

- Fernando, M.R., 2015, *Penggunaan Air Limbah Industri*, Bandung: Deepublish.
- Gary, C.D., 1994, *Analytical Chemistry (5th Edition)*, New York: Jhon Wiley & Sons ITC.
- Hadi, A., 2010, Penentuan Batas Deteksi Metode (*Method Detection Level*) dan Batas Kuantifikasi (*Limit of Quantitatiton*) Pengujian Sulfida dalam Air dan Air Limbah dengan Biru Metilen Secara Spektrofotometri, *Ecolab*, Vol. 4 No. 2, Hal 55-96.
- Harmita, 2004, Review Artikel Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Jurnal Majalah Ilmu Kefarmasian FMIPA UI*, Vol. 1 No. 3.
- Indirawati, S.M., 2017, Pencemaran Logam Berat Pb dan Cd dan Keluhan Kesehatan pada Masyarakat di Kawasan Pesisir Belawan, *Jurnal JUMANTIK*, Vol. 2. No. 2, Hal 54-60.
- Indriana, L.F., Sutrisno, A., dan Ita, W., 2012, Studi Kandungan 13 Logam Berat Menggunakan Metode ICP MS pada Ikan yang Terdapat di Pasar Ikan Larantuka Flores Timur, *Seminar Nasional Penelitian Perikanan dan Kelautan*, Semarang: Universitas Diponegoro.
- Istarani, F dan Pandebesie, E.S., 2014, Studi Dampak As dan Cd Terhadap Penurunan Kualitas Lingkungan, *Jurnal Teknik Pomits*, Vol. 3 No. 1, Hal 53-58.
- Jovita, D., 2018, Analisis Unsur Makro (K, Ca, Mg) Mikro (Fe, Zn, Cu) pada Lahan Pertanian dengan Metode Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrofotometry (ICP-OES), *Skripsi*, Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Kantasubrata, J., 2008, *Validasi Metode*, Bandung: Pusat Penelitian LIPI.
- Kencanawati, C.I.P.K., 2016, *Sistem Pengolahan Air Limbah*, Bali: Universitas Udayana.
- Khaerunisa, J., 2017, Penentuan Kadar Total Fenolik pada Teh Hijau, Teh Hitam dan Teh Rosella Secara Spektrofotometri UV-Visible, *Laporan Praktikum Mandiri*, Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia.
- Khan, S. and Mark, A.J., 1996, *Laboratory Statistics (3th Edition)*, Inc. Missouri: Mosby Year Book.
- Maryati, S., 2012, Verifikasi dan Evaluasi Penerapan Cara Uji Cemar Arsen dalam makanan Metode Spektrofotometri Biru Molybdenum, *Jurnal Standardisasi*, Vol. 14 No. 3, Hal 228-236.

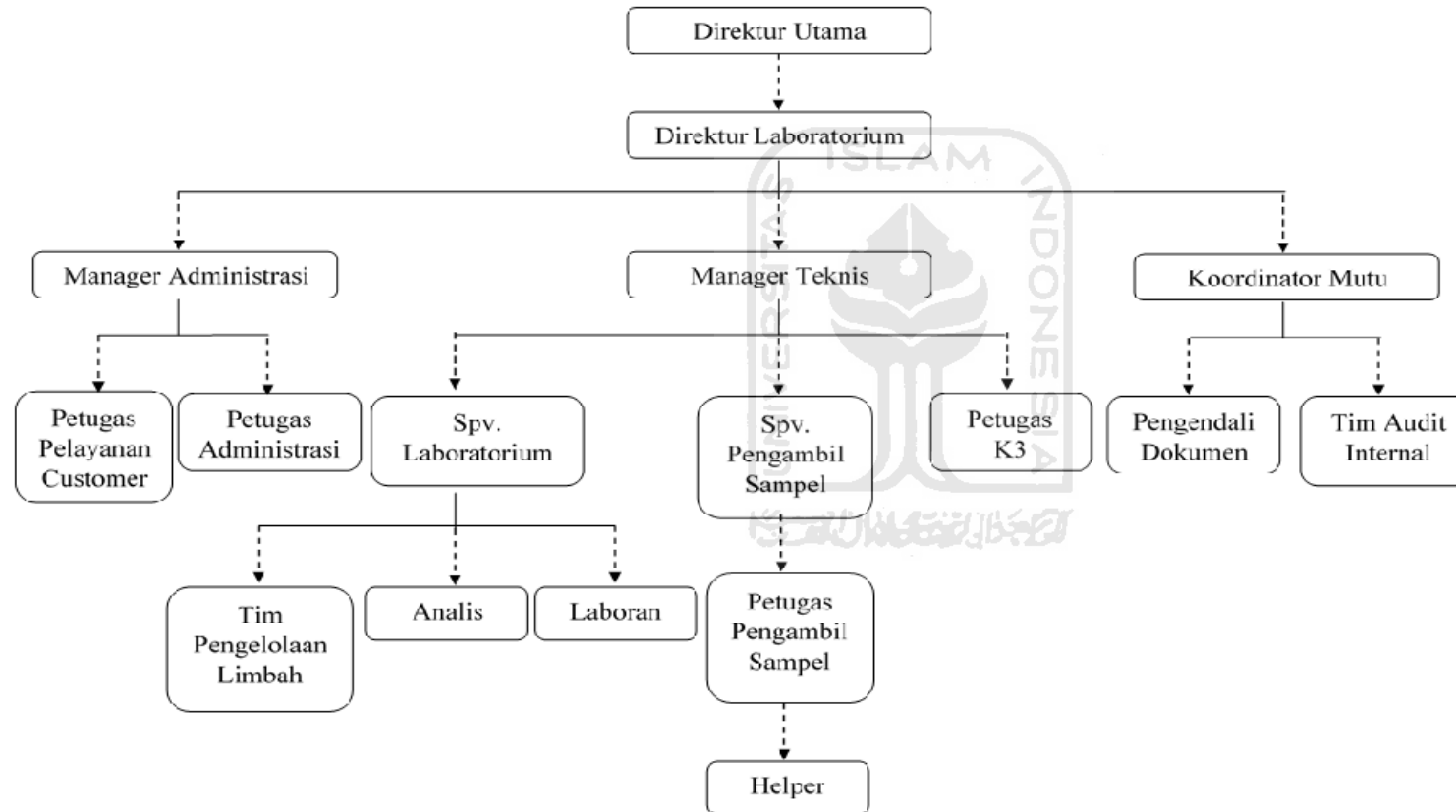
- Mulhaquddin, A., 2014, *Validation Method*, Ambon (ID): Baristand Industri.
- Noor, A., 2014, *Kimia Analisis Unsur Runut*, Makassar (ID): Dua Satu Press.
- Nurhayati., 2009, Analisis Kadar Arsen (As) pada Kerang *Bivalvia* yang Berasal dari Laut Belawan, *Skripsi*, Medan: FKM Universitas Sumatera Utara.
- Palar, H., 2012, *Pencemaran dan Toksikologi Logam*, Jakarta (ID): Rineka Cipta.
- PerGub DKI, 2013, *Peraturan Gubernur Provinsi Daerah Khusus Ibukota Jakarta No. 69 Tahun 2013 Lampiran tentang Baku Mutu Air Limbah Bagi Kegiatan Dan/Atau Usaha*, Jakarta.
- Pratiwi, D., 2016, Pembuatan Komposit Karbon Aktif-Nano Magnetit-Pirozalon (1-Fenil-3-Metil-5-Pirazolon) Sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium, *Tesis*, Bogor: Sekolah Pascasarjana Institut Pertanian Bogor.
- Puspita, I.D.R.C., 2018, Verifikasi Metode Penentuan Besi (Fe) Terlarut pada Sampel Air Filter Layer Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom Di Balai Konservasi Borobudur, *Tugas Akhir*, Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia.
- Riyanto, 2014, *Validasi & Verifikasi Metode Uji*, Edisi 1, Yogyakarta: Deepublish.
- Sa'adah, E. dan Winanta, A.S., 2010, Validasi Metode Pengujian Logam Tembaga pada Produk Air Minum dalam Kemasan Secara Spektrofotometri Serapan Atom Nyala, *BIOPROPAL INDUSTRI*, Vol. 01 No. 02, Hal 31-37.
- Saputra, Y.E., 2009, Verifikasi dan Validasi Metoda di Laboratorium, <http://www.chemistry.org/artikel-kimianalisis/verifikasi-dan-validasi-metoda-di-laboratorium/>., diakses pada tanggal 17 februari 2020.
- Sasongko, A., Yulianto, K., Sarastri, D., 2017, Verifikasi Metode Penentuan Logam Kadmium (Cd) dalam Air Limbah Domestik dengan Metode Spektrofotometer Serapan Atom, *Jurnal Sains dan Teknologi*, Vol. 6 No. 2, Hal 220-237.
- Sudarmaji., Mukono, J., dan I.P, Corie., 2006, Toksikologi Logam Berat (B3) dan Dampaknya Terhadap Kesehatan, *Jurnal Kesehatan Lingkungan*, Vol. 2 No. 2, Hal 129-142.
- Sukaryono, I.D., Hadinoto, S., Fasa, L.R., 2017, Verifikasi Metode Pengujian Cemaran Logam pada Air Minum Dalam Kemasan (AMDK) dengan Metode AAS-GFA, *Majalah Biam*, Hal 8-16.

- Supriyanto, C dan Samin., 2007, Unjuk Kerja Metode Flame Atomic Absorption Spectrometry (F-AAS) Pasca Akreditasi, *In Prosiding PPI-PDIPTN*, Hal 240-250.
- Tyler, C. dan Allan, A.M., 2014, The Effects of Arsenic Exposure on Neurological and Cognitive Dysfunction in Human and Rodent Studies: A Review, *Curr Environ Health Rep*, Vol. 1 No. 2, Hal 132-147.
- Walkees, M.P., 2003, *Cadmium Carcinogenesis, Mutation*. 533:107-120.doi:101616/j.mtfmmm.2003.07.11., diakses pada tanggal 17 februari 2020.
- Wulandari, E.A., Sukei., 2013, Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma Cottonii*), *Jurnal Sains dan Seni Pomits*, Vol.2 No. 2, Hal C15-C17.
- Yodha, A.W. dan Masriyanti., 2011, *Inductively Coupled Plasma (ICP) Chemistry Article and Design Graphics*, Vol. 3, Hal 934.



LAMPIRAN 1

Struktur Organisasi PT. Karsa Buana Lestari



LAMPIRAN 2

Baku Mutu Air Limbah Untuk Kegiatan dan/atau Usaha Lainnya

Lampiran II : Peraturan Gubernur Provinsi Daerah Khusus
Ibukota Jakarta

Nomor 69 TAHUN 2013
Tanggal 16 JULI 2013

BAKU MUTU AIR LIMBAH UNTUK KEGIATAN DAN/ATAU USAHA LAINNYA

PARAMETER	BAKU MUTU	SATUAN
I. FISIS		
Suhu	38	°C
Zat padat terlarut	1000	mg/L
Zat padat tersuspensi	100	mg/L
II. KIMIAWI		
Air raksa	0.02	mg/L
Amonia	5.0	mg-N/L
Arsen	0.1	mg/L
Besi (total)	5.0	mg/L
Flourida	2.0	mg/L
Kadmium	0.05	mg/L
Khlorin bebas	1.0	mg-C12/L
Krom (total)	0.5	mg/L
Krom heksavalen	0.1	mg-Cr6/L
Nikel	0.1	mg/L
Nitrat	10.0	mg-N/L
Nitrit	1.0	Mg-N/L
pH	6 - 9	-
Seng	2.0	mg/L
Sulfida	0.05	Mg-S/L
Tembaga	1.0	mg/L
Timbal	0.1	mg/L
Mangan	2.0	mg/L
Fenol	0.5	Mg/L
Minyak dan Lemak	5.0	mg/L
Senyawa aktif biru metilen	1.0	mg/L
Sianida	0.05	mg/L
Zat organik (KMnO4)	85.0	mg/L
BOD	75.0	mg/L
COD (dichromat)	100.0	mg/L

GUBERNUR PROVINSI DAERAH KHUSUS
IBUKOTA JAKARTA,

Ttd.

JOKO WIDODO

LAMPIRAN 3

Verifikasi dan Penentuan Arsen (As) Total

1. Linearitas Larutan Standar Arsen (As)

Pengukuran Intensitas Larutan Standar Arsen (As)

Konsentrasi Standar As (mg/L)	Intensitas
0,00	0,0000
0,02	11,5859
0,04	28,8097
0,06	39,4054
0,10	71,3098
0,20	148,0790
0,40	303,6202
0,60	445,9372

Pembuatan konsentrasi standar As

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

Keterangan :

C_1 = Konsentrasi awal larutan (mg/L)

V_1 = Volume larutan yang akan diambil (mL)

C_2 = Konsentrasi larutan yang akan dibuat (mg/L)

V_2 = Volume larutan yang akan dibuat (mL)

Contoh perhitungan :

1. Konsentrasi standar 0,02 mg/L

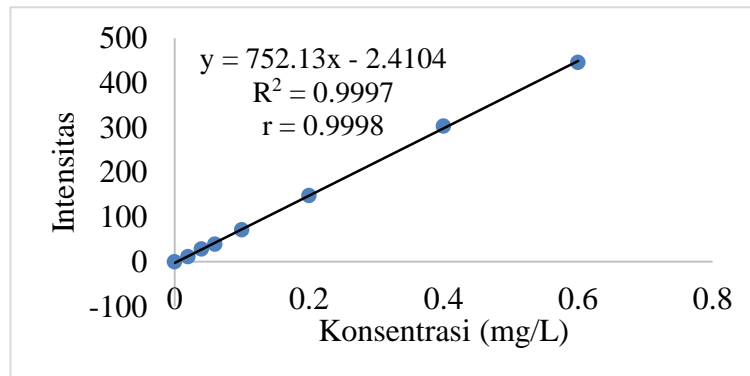
$$1 \text{ mg/L} \times (x) = 0,02 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$(x) = 2 \text{ mL}$$

2. Konsentrasi standar 0,60mg/L

$$10 \text{ mg/L} \times (x) = 0,60 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$(x) = 3 \text{ mL}$$



Gambar 4.1 Hubungan Intensitas terhadap Konsentrasi As Total

Persamaan regresi linear yang diperoleh:

$$y = 752,1341x - 2,4104, \text{ dengan } R^2 = 0,9997$$

2. Penentuan Akurasi

Nilai Akurasi *Low Range*

Pengulangan	Intensitas	C Standar	C Hasil	% <i>Trueness</i>
1	11,5792	0,0200	0,0186	93,00
2	11,8801	0,0200	0,0190	95,00
3	12,1810	0,0200	0,0194	97,00
4	12,5570	0,0200	0,0199	99,50
5	12,8579	0,0200	0,0203	101,50
6	12,8579	0,0200	0,0203	101,50
7	13,0083	0,0200	0,0205	102,50
8	13,0083	0,0200	0,0205	102,50
9	13,3844	0,0200	0,0210	105,00
10	13,4596	0,0200	0,0211	105,50
Rata-rata				100,30

Contoh perhitungan :

$$\%Trueness = \frac{\text{Konsentrasi Terukur}}{\text{Konsentrasi Sebenarnya}} \times 100\%$$

$$\%Trueness = \frac{0,0186}{0,0200} \times 100\% = 93,00\%$$

Nilai Akurasi *High Range*

Pengulangan	Intensitas	C Standar	C Hasil	% <i>Trueness</i>
1	432,3231	0,6000	0,5780	96,33
2	433,0752	0,6000	0,5790	96,50
3	434,5795	0,6000	0,5810	96,83
4	437,5880	0,6000	0,5850	97,50
5	439,0923	0,6000	0,5870	97,83
6	439,0923	0,6000	0,5870	97,83
7	440,5966	0,6000	0,5890	98,17
8	442,8530	0,6000	0,5920	98,67
9	444,3573	0,6000	0,5940	99,00
10	448,1179	0,6000	0,5990	99,83
Rata-rata				97,85

Contoh perhitungan :

$$\%Trueness = \frac{\text{Konsentrasi Terukur}}{\text{Konsentrasi Sebenarnya}} \times 100\%$$

$$\%Trueness = \frac{0,5780}{0,6000} \times 100\% = 96,33\%$$

3. Penentuan Presisi

Repeatabilitas *Low Range* Pengujian Arsen (As)

Pengulangan	Intensitas	C Sampel	(x - \bar{x})	(x - \bar{x}) ²
1	28,2767	0,0408	-0,0039	0,00001529
2	28,8032	0,0415	-0,0032	0,00001030
3	29,1040	0,0419	-0,0028	0,00000790
4	29,7809	0,0428	-0,0019	0,00000365
5	30,3074	0,0435	-0,0012	0,00000146
6	30,3826	0,0436	-0,0011	0,00000123
7	30,6835	0,0440	-0,0007	0,00000050
8	34,1433	0,0486	0,0039	0,00001513
9	34,8202	0,0495	0,0048	0,00002294
10	35,8732	0,0509	0,0062	0,00003832
Rata-rata		0,0447		
Jumlah				0,00011673

Contoh perhitungan :

Nilai koreksi (Ci)

$$Ci = (x - \bar{x})$$

$$Ci = (0,0408 - 0,0447)$$

$$Ci = -0,0039$$

Nilai (x - \bar{x})²

$$(x - \bar{x}) = Ci^2$$

$$(x - \bar{x})^2 = (-0,0039)^2$$

$$(x - \bar{x})^2 = 0,00001529$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x-\bar{x})^2}{n-1}} \quad \%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,00011673}{10-1}} = 0,0036 \quad \%RSD = \frac{0,0036}{0,0447} \times 100\% = 8,05\%$$

CV Horwitz

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5(\log C)}$$

C dalam mg/L (10^{-6}) = $0,0447 \times 10^{-6}$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5(\log 0,0477 \times 10^{-6})}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 25,54\%$$

$$\frac{2}{3} CV \text{ Horwitz} = \frac{2}{3} \times 25,54 = 17,03\%$$

Nilai RSD < CV Horwitz, artinya presisi pengujian baik

Repeatabilitas High Range Pengujian Arsen (As)

Pengulangan	Intensitas	C Sampel	(x - \bar{x})	(x - \bar{x}) ²
1	449,9983	0,6015	-0,0158	0,00024996
2	451,8034	0,6039	-0,0134	0,00017983
3	452,5555	0,6049	-0,0124	0,00015401
4	463,3110	0,6192	0,0019	0,00000357
5	464,8153	0,6212	0,0039	0,00001513
6	465,6427	0,6223	0,0050	0,00002490
7	465,9435	0,6227	0,0054	0,00002905
8	467,6734	0,6250	0,0077	0,00005914
9	468,4255	0,6260	0,0087	0,00007552
10	468,7264	0,6264	0,0091	0,00008263
Rata-rata		0,6173		
Jumlah				0,00087373

Contoh perhitungan :

Nilai koreksi (Ci)

$$Ci = (x - \bar{x})$$

$$Ci = (0,6015 - 0,6173)$$

$$Ci = -0,0518$$

Nilai (x - \bar{x})²

$$(x - \bar{x}) = Ci^2$$

$$(x - \bar{x})^2 = (-0,0518)^2$$

$$(x - \bar{x})^2 = 0,00024996$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x-\bar{x})^2}{n-1}} \quad \%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,00087373}{10-1}} = 0,0099 \quad \%RSD = \frac{0,0099}{0,6173} \times 100\% = 1,60\%$$

CV Horwitz

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5(\log C)}$$

C dalam mg/L (10^{-6}) = $0,6173 \times 10^6$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5(\log 0,6173 \times 10^{-6})}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 17,20\%$$

$$2/3 \text{ CV Horwitz} = 2/3 \times 17,20 = 11,47\%$$

Nilai RSD < CV Horwitz, artinya presisi pengujian baik

4. Penentuan Reprodusibilitas

Hasil Analisis 1 Low Range

Pengulangan	C Sampel	(x - \bar{x})	(x - \bar{x}) ²	SD
1	0,0408	-0,0039	0,00001529	0,0036
2	0,0415	-0,0032	0,00001030	
3	0,0419	-0,0028	0,00000790	
4	0,0428	-0,0019	0,00000365	
5	0,0435	-0,0012	0,00000146	
6	0,0436	-0,0011	0,00000123	
7	0,0440	-0,0007	0,00000050	
8	0,0486	0,0039	0,00001513	
9	0,0495	0,0048	0,00002294	
10	0,0509	0,0062	0,00003832	
Rata-rata	0,0447			
Jumlah			0,00011673	

Hasil Analisis 2 Low Range

Pengulangan	C Sampel	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$	SD
1	0,0825	-0,0014	0,00000190	0,0016
2	0,0832	-0,0007	0,00000046	
3	0,0841	0,0002	0,00000005	
4	0,0850	0,0011	0,00000125	
5	0,0811	-0,0028	0,00000773	
6	0,0823	-0,0016	0,00000250	
7	0,0846	0,0007	0,00000052	
8	0,0861	0,0022	0,00000493	
9	0,0858	0,0019	0,00000369	
10	0,0841	0,0002	0,00000005	
Rata-rata	0,0839			
Jumlah			0,00002308	

$1,96 \geq Zscore \geq -1,96$ (Diterima)

$$Zscore = \frac{SD1 - SD2}{\sqrt{\frac{SD1^2}{n1} + \frac{SD2^2}{n2}}}$$

$$Zscore = \frac{0,0036 - 0,0016}{\sqrt{\frac{0,0036^2}{10} + \frac{0,0016^2}{10}}} = 1,6048 \text{ (Diterima)}$$

Hasil Analisis 1 High Range

Pengulangan	C Sampel	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$	SD
1	0,6015	-0,0158	0,00024996	0,0099
2	0,6039	-0,0134	0,00017983	
3	0,6049	-0,0124	0,00015401	
4	0,6192	0,0019	0,00000357	
5	0,6212	0,0039	0,00001513	
6	0,6223	0,0050	0,00002490	
7	0,6227	0,0054	0,00002905	
8	0,6250	0,0077	0,00005914	
9	0,6260	0,0087	0,00007552	
10	0,6264	0,0091	0,00008263	
Rata-rata	0,6173			
Jumlah			0,00087373	

Hasil Analisis 2 High Range

Pengulangan	C Sampel	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$	SD
1	0,5804	-0,0075	0,00005625	0,0051
2	0,5824	-0,0055	0,00003025	
3	0,5832	-0,0047	0,00002209	
4	0,5863	-0,0016	0,00000256	
5	0,5871	-0,0008	0,00000064	
6	0,5895	0,0016	0,00000256	
7	0,5895	0,0016	0,00000256	
8	0,5911	0,0032	0,00001024	
9	0,5921	0,0042	0,00001764	
10	0,5974	0,0095	0,00009025	
Rata-rata	0,5879			
Jumlah			0,00023504	

$1,96 \geq Zscore \geq -1,96$ (Diterima)

$$Zscore = \frac{SD1 - SD2}{\sqrt{\frac{SD1^2}{n1} + \frac{SD2^2}{n2}}}$$

$$Zscore = \frac{0,0099 - 0,0051}{\sqrt{\frac{0,0099^2}{10} + \frac{0,0051^2}{10}}} = 1,3512 \text{ (Diterima)}$$

5. Penentuan IDL

Pengulangan	Intensitas	Konsentrasi	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$
1	-2,4104	0,0000	-0,0023	0,0000053
2	-2,4104	0,0000	-0,0023	0,0000053
3	-0,9061	0,0020	-0,0003	0,0000001
4	-0,9061	0,0020	-0,0003	0,0000001
5	-0,9061	0,0020	-0,0003	0,0000001
6	-0,9061	0,0020	-0,0023	0,0000053
7	-0,1540	0,0030	-0,0023	0,0000053
8	-0,1540	0,0030	-0,0023	0,0000053
9	0,5981	0,0040	-0,0023	0,0000053
10	1,3503	0,0050	0,0027	0,0000073
Rata-rata		0,0023		
Jumlah				0,0000393

Contoh Perhitungan :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0000393}{10-1}}$$

$$IDL = 3 \times SD = 3 \times 0,0021 = 0,0063 \text{ mg/L}$$

6. Penentuan MDL dan LOQ

Pengulangan	Intensitas	Konsentrasi	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$
1	19033,8780	0,0089	-0,0028	0,0000080
2	18751,0756	0,0084	-0,0033	0,0000110
3	20335,0700	0,0112	-0,0005	0,0000003
4	20391,6305	0,0113	-0,0004	0,0000002
5	20561,3120	0,0116	-0,0001	0,0000000
6	20674,4329	0,0118	0,0001	0,0000000
7	21013,8710	0,0124	0,0007	0,0000005
8	21183,6277	0,0127	0,0010	0,0000010
9	21409,8697	0,0131	0,0014	0,0000019
10	22937,3036	0,0158	0,0041	0,0000166
Rata-rata		0,0117		
Jumlah				0,0000394

Contoh perhitungan :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x-\bar{x})^2}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0000394}{10-1}} = 0,0021$$

$$\begin{aligned} \text{MDL} &= 2,896 \times SD \\ &= 2,896 \times 0,0021 = 0,0061 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{LOQ} &= 10 \times SD \\ &= 10 \times 0,0021 = 0,0209 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

7. Penentuan Konsentrasi Arsen (As)

Keterangan	Intensitas	Konsentrasi (mg/L)
<i>Inlet</i>	6,4647	0,0118
<i>Outlet</i>	-1,5830	0,0011

Dimasukkan intensitas sampel dalam persamaan garis $y = 752,1341x - 2,4104$

Contoh:

$$y = ax + b$$

$$C_s = \frac{y-b}{a}$$

Keterangan:

y = intensitas yang dihasilkan

x = konsentrasi sampel

b = intersep

a = slope

Contoh perhitungan :

$$y = 752,1341 - 2,4104$$

$$6,4647 = 752,1341 - 2,4104$$

$$x = \frac{6,4647 - (-2,4104)}{752,1341} = 0,0118 \text{ mg/L}$$

LAMPIRAN 4

Verifikasi dan Penentuan Kadmium (Cd)

1. Linearitas Larutan Standar Kadmium (Cd)

Pengukuran Intensitas Larutan Standar Kadmium (Cd)

<u>Konsentrasi Standar As (mg/L)</u>	<u>Intensitas</u>
0,00	0,0000
0,02	1898,2589
0,04	3394,8227
0,06	5100,4508
0,10	8747,6998
0,20	16893,7276
0,40	33727,3249
0,60	50422,3196

Pembuatan konsentrasi standar Cd

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

Keterangan:

C_1 = Konsentrasi awal larutan (mg/L)

V_1 = Volume larutan yang akan diambil (mL)

C_2 = Konsentrasi larutan yang akan dibuat (mg/L)

V_2 = Volume larutan yang akan dibuat (mL)

Contoh perhitungan :

1. Konsentrasi standar 0,02 mg/L

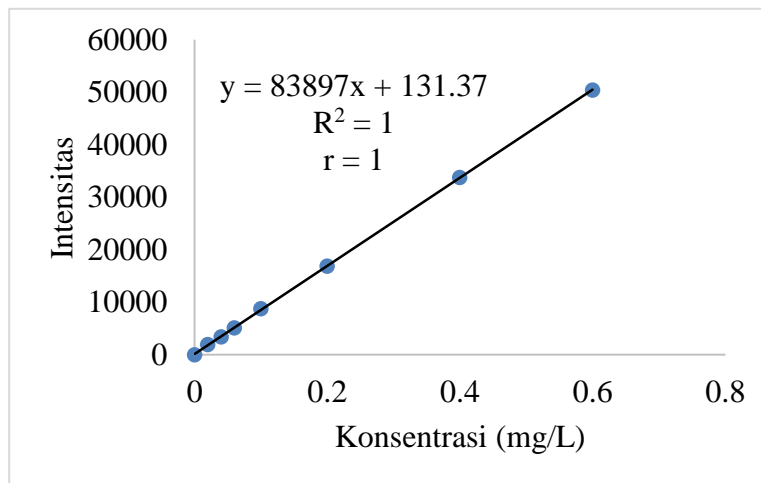
$$1 \text{ mg/L} \times (x) = 0,02 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$(x) = 2 \text{ mL}$$

2. Konsentrasi standar 0,60 mg/L

$$10 \text{ mg/L} \times (x) = 0,60 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$(x) = 3 \text{ mL}$$



Gambar 4.2 Hubungan Intensitas terhadap Konsentrasi Cd Total

Persamaan regresi linear yang diperoleh:

$$y = 83896,9405x + 131,3686, \text{ dengan } R^2 = 1$$

2. Penentuan Akurasi

Nilai Akurasi *Low Range*

Pengulangan	Intensitas	C Standar	C Hasil	% <i>Trueness</i>
1	1758,9692	0,0200	0,0194	97,00
2	1758,9692	0,0200	0,0194	97,00
3	1809,3074	0,0200	0,0200	100,00
4	1826,0868	0,0200	0,0202	101,00
5	1826,0868	0,0200	0,0202	101,00
6	1826,0868	0,0200	0,0202	101,00
7	1834,4765	0,0200	0,0203	101,50
8	1834,4765	0,0200	0,0203	101,50
9	1884,8147	0,0200	0,0209	104,50
10	1893,2044	0,0200	0,0210	105,00
Rata-rata				100,95

Contoh perhitungan :

$$\%Trueness = \frac{\text{Konsentrasi Terukur}}{\text{Konsentrasi Sebenarnya}} \times 100\%$$

$$\%Trueness = \frac{0,0194}{0,0200} \times 100\% = 97,00\%$$

Nilai Akurasi High Range

Pengulangan	Intensitas	C Standar	C Hasil	%Trueness
1	49630,5635	0,6000	0,5900	98,33
2	50050,0482	0,6000	0,5950	99,17
3	50091,9967	0,6000	0,5955	99,25
4	50117,1657	0,6000	0,5958	99,30
5	50217,8421	0,6000	0,5970	99,50
6	50268,1802	0,6000	0,5976	99,60
7	50301,7390	0,6000	0,5980	99,67
8	50301,7390	0,6000	0,5980	99,67
9	50326,9081	0,6000	0,5983	99,72
10	50385,6360	0,6000	0,5990	99,83
Rata-rata				99,40

Contoh perhitungan :

$$\%Trueness = \frac{\text{Konsentrasi Terukur}}{\text{Konsentrasi Sebenarnya}} \times 100\%$$

$$\%Trueness = \frac{0,5900}{0,6000} \times 100\% = 98,33\%$$

3. Penentuan Presisi

Nilai Repeatabilitas Low Range Pengujian Kadmium (Cd)

Pengulangan	Intensitas	C Sampel	(x - \bar{x})	(x - \bar{x}) ²
1	4502,3992	0,0521	-0,0007	0,00000056
2	4502,3992	0,0521	-0,0007	0,00000056
3	4535,9580	0,0525	-0,0003	0,00000012
4	4544,3477	0,0526	-0,0002	0,00000006
5	4561,1271	0,0528	0,0000	0,00000000
6	4577,9064	0,0530	0,0002	0,00000002
7	4603,0755	0,0533	0,0005	0,00000020
8	4603,0755	0,0533	0,0005	0,00000020
9	4611,4652	0,0534	0,0006	0,00000030
10	4611,4652	0,0534	0,0006	0,00000030
Rata-rata		0,0529		
Jumlah				0,00000235

Contoh perhitungan :

Nilai koreksi (Ci)

Nilai (x - \bar{x})²

Ci = (x - \bar{x})

(x - \bar{x}) = Ci²

Ci = (0,0521 - 0,0529)

(x - \bar{x})² = (-0,0007)

Ci = -0,0007

(x - \bar{x})² = 0,00000056

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}} \quad \%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,00000235}{10-1}} = 0,0005 \quad \%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = 0,97\%$$

CV Horwitz

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5(\log C)}$$

$$C \text{ dalam mg/L } (10^{-6}) = 0,0529 \times 10^{-6}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5(\log 0,0529 \times 10^{-6})}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 24,91\%$$

$$\frac{2}{3} CV \text{ Horwitz} = \frac{2}{3} \times 24,91\% = 16,60\%$$

Nilai RSD < CV Horwitz, artinya presisi pengujian baik

Nilai Repeatabilitas *High Range* Pengujian Kadmium (Cd)

Pengulangan	Intensitas	C Sampel	(x - \bar{x})	(x - \bar{x}) ²
1	53028,3896	0,6305	-0,0126	0,00015775
2	53439,4846	0,6354	-0,0077	0,00005868
3	53959,6456	0,6416	-0,0015	0,00000213
4	54009,9838	0,6422	-0,0009	0,00000074
5	54026,7632	0,6424	-0,0007	0,00000044
6	54127,4395	0,6436	0,0005	0,00000029
7	54228,1158	0,6448	0,0017	0,00000303
8	54404,2994	0,6469	0,0038	0,00001475
9	54756,6666	0,6511	0,0080	0,00006464
10	54840,5635	0,6521	0,0090	0,00008172
Rata-rata		0,6431		
Jumlah				0,00038416

Contoh perhitungan :

Nilai koreksi (Ci)

$$Ci = (x - \bar{x})$$

$$Ci = (0,6305 - 0,6431)$$

$$Ci = -0,0126$$

Nilai (x - \bar{x})²

$$(x - \bar{x}) = Ci^2$$

$$(x - \bar{x})^2 = (-0,0126)$$

$$(x - \bar{x})^2 = 0,00015775$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x-\bar{x})^2}{n-1}} \quad \%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,00038416}{10-1}} = 0,0065 \quad \%RSD = \frac{0,0065}{0,6431} \times 100\% = 1,02\%$$

CV Horwitz

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5(\log C)}$$

C dalam mg/L (10^{-6}) = $0,6431 \times 10^{-6}$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5(\log 0,6431 \times 10^{-6})}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 17,10\%$$

$$2/3 \text{ CV Horwitz} = 2/3 \times 17,10\% = 11,40\%$$

Nilai RSD < CV Horwitz, artinya presisi pengujian baik

4. Penentuan Reprodusibilitas

Hasil Analisis 1 *Low Range*

Pengulangan	C Sampel	(x - \bar{x})	(x - \bar{x}) ²	SD
1	0,0521	-0,0007	0,00000056	0,0005
2	0,0521	-0,0007	0,00000056	
3	0,0525	-0,0003	0,00000012	
4	0,0526	-0,0002	0,00000006	
5	0,0528	0,0000	0,00000000	
6	0,0530	0,0002	0,00000002	
7	0,0533	0,0005	0,00000020	
8	0,0533	0,0005	0,00000020	
9	0,0534	0,0006	0,00000030	
10	0,0534	0,0006	0,00000030	
Rata-rata	0,0529			
Jumlah			0,00000235	

Hasil Analisis 2 Low Range

Pengulangan	C Sampel	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$	SD
1	0,0621	-0,0016	0,00000253	0,0007
2	0,0630	-0,0007	0,00000048	
3	0,0634	-0,0003	0,00000008	
4	0,0635	-0,0002	0,00000004	
5	0,0636	-0,0001	0,00000001	
6	0,0640	0,0003	0,00000010	
7	0,0641	0,0004	0,00000017	
8	0,0643	0,0006	0,00000037	
9	0,0643	0,0006	0,00000037	
10	0,0646	0,0009	0,00000083	
Rata-rata	0,0637			
Jumlah			0,00000497	

$1,96 \geq Zscore \geq -1,96$ (Diterima)

$$Zscore = \frac{SD1 - SD2}{\sqrt{\frac{SD1^2}{n1} + \frac{SD2^2}{n2}}}$$

$$Zscore = \frac{0,0005 - 0,0007}{\sqrt{\frac{0,0005^2}{10} + \frac{0,0007^2}{10}}} = -0,8159 \text{ (Diterima)}$$

Hasil Analisis 1 High Range

Pengulangan	C Sampel	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$	SD
1	0,6305	-0,0126	0,00015775	0,0065
2	0,6354	-0,0077	0,00005868	
3	0,6416	-0,0015	0,00000213	
4	0,6422	-0,0009	0,00000074	
5	0,6424	-0,0007	0,00000044	
6	0,6436	0,0005	0,00000029	
7	0,6448	0,0017	0,00000303	
8	0,6469	0,0038	0,00001475	
9	0,6511	0,0080	0,00006464	
10	0,6521	0,0090	0,00008172	
Rata-rata	0,6431			
Jumlah			0,00038416	

Hasil Analisis 2 High Range

Pengulangan	C Sampel	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$	SD
1	0,5595	-0,0040	0,00001616	0,0030
2	0,5602	-0,0033	0,00001102	
3	0,5602	-0,0033	0,00001102	
4	0,5622	-0,0013	0,00000174	
5	0,5630	-0,0005	0,00000027	
6	0,5641	0,0006	0,00000034	
7	0,5648	0,0013	0,00000164	
8	0,5664	0,0029	0,00000829	
9	0,5674	0,0039	0,00001505	
10	0,5674	0,0039	0,00001505	
Rata-rata	0,5635			
Jumlah			0,00008060	

$1,96 \geq Zscore \geq -1,96$ (Diterima)

$$Zscore = \frac{SD1 - SD2}{\sqrt{\frac{SD1^2}{n1} + \frac{SD2^2}{n2}}}$$

$$Zscore = \frac{0,0065 - 0,0030}{\sqrt{\frac{0,0065^2}{10} + \frac{0,0030^2}{10}}} = 1,5582 \text{ (Diterima)}$$

5. Penentuan IDL

Pengulangan	Intensitas	Konsentrasi	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$
1	122,9789	-0,0001	0,0003	0,0000001
2	122,9789	-0,0001	0,0003	0,0000001
3	97,8098	-0,0004	0,0000	0,0000000
4	97,8098	-0,0004	0,0000	0,0000000
5	89,4201	-0,0005	-0,0001	0,0000000
6	89,4201	-0,0005	0,0004	0,0000002
7	89,4201	-0,0005	0,0004	0,0000002
8	89,4201	-0,0005	0,0004	0,0000002
9	89,4201	-0,0005	0,0004	0,0000002
10	81,0304	-0,0006	-0,0002	0,0000000
Rata-rata		-0,0004		
Jumlah				0,0000009

Contoh Perhitungan :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,0000009}{10-1}} = 0,0003$$

$$IDL = 3 \times SD = 3 \times 0,0003 = 0,0010 \text{ mg/L}$$

6. Penentuan MDL dan LOQ

Pengulangan	Intensitas	Konsentrasi	$(x - \bar{x})$	$(x - \bar{x})^2$
1	441,7873	0,0037	-0,0043	0,00001849
2	601,1915	0,0056	-0,0024	5,76×10 ⁻⁶
3	643,1399	0,0061	-0,0019	3,61×10 ⁻⁶
4	710,2575	0,0069	-0,0011	0,00000121
5	794,1544	0,0079	-0,0001	1E-08
6	802,5441	0,0080	0	0
7	836,1029	0,0084	0,0004	1,6E-07
8	869,6617	0,0088	0,0008	6,4E-07
9	1071,0143	0,0112	0,0032	0,00001024
10	1255,5876	0,0134	0,0054	0,00002916
Rata-rata		0,0080		0,0000693

Contoh perhitungan :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x-\bar{x})^2}{n-1}}$$
$$SD = \sqrt{\frac{0,0000693}{10-1}} = 0,0028$$

$$MDL = 2,896 \times SD$$
$$= 2,896 \times 0,0028 = 0,0080 \text{ mg/L}$$

$$LOQ = 10 \times SD$$
$$= 10 \times 0,0028 = 0,0277 \text{ mg/L}$$

7. Penentuan Konsentrasi

Keterangan	Intensitas	Konsentrasi (mg/L)
Inlet	2396,5859	0,0270
Outlet	2707,0046	0,0307

Dimasukkan intensitas sampel dalam persamaan garis $y = 83896,9405x + 131,3686$

Contoh:

$$y = ax + b$$

$$C_s = \frac{y-b}{a}$$

Keterangan:

y = intensitas yang dihasilkan

x = konsentrasi sampel

b = intersep

a = slope

$$y = 83896,9405x + 131,3686$$

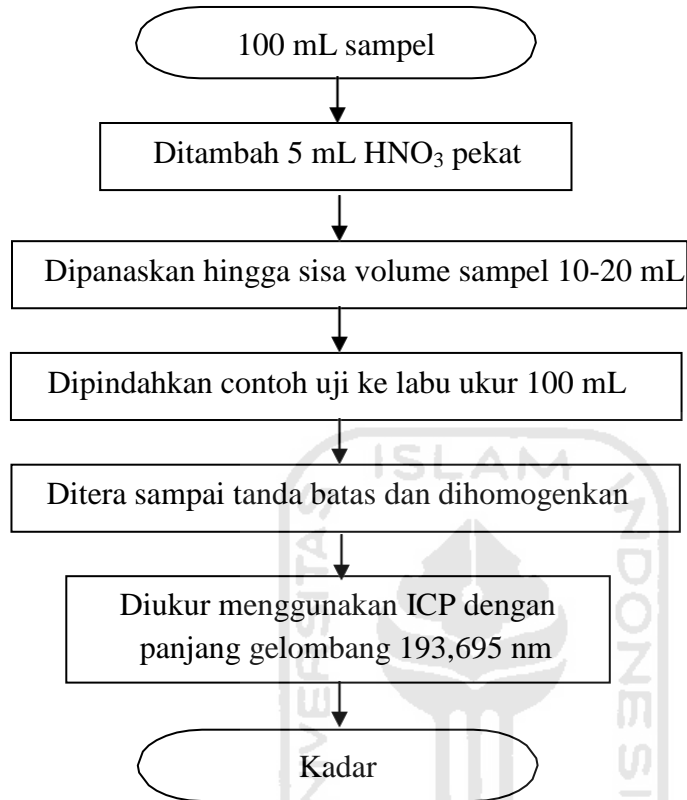
$$2396,5859 = 83896,9405x + 131,3686$$

$$x = \frac{2396,5859 - 131,3686}{83896,9405} = 0,0270 \text{ mg/L}$$

Lampiran 5

Estimasi Ketidakpastian Kadar Arsen (As) Total

1. Prosedur Penentuan Kadar Arsen (As) Total



2. Rumus Perhitungan Kadar Arsen (As) Total

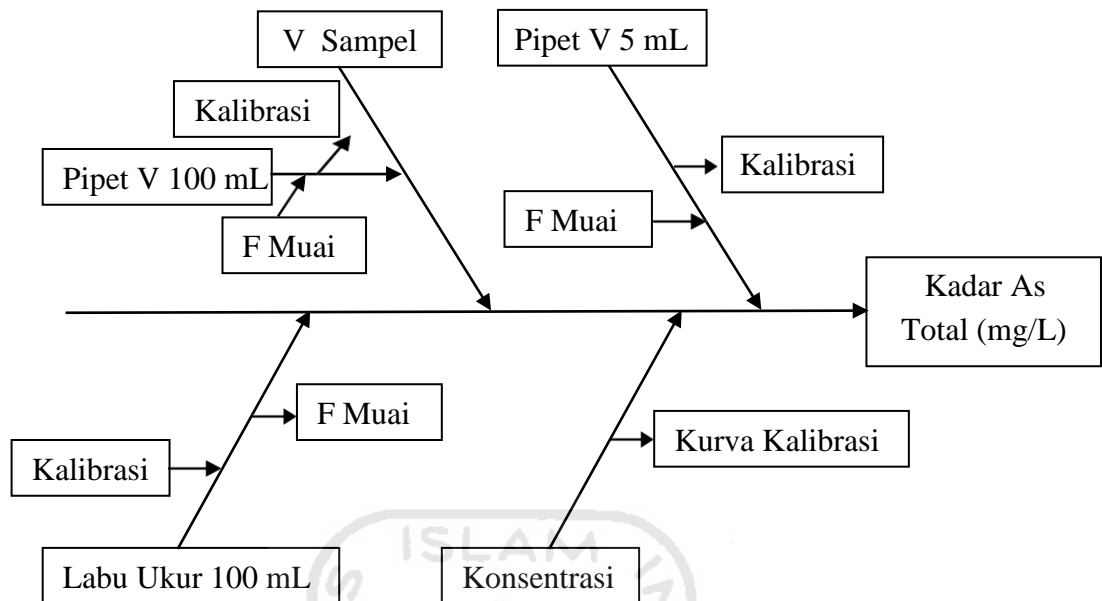
$$\text{As (mg/L)} = C \times F_p$$

Keterangan:

C = kadar yang didapat hasil pengukuran (mg/L)

F_p = faktor pengenceran

3. Diagram Tulang Ikan



4. Penentuan Estimasi Ketidakpastian

a. Ketidakpastian Volume Sampel

Ketidakpastian Baku Pipet Volume 100 mL

Ketidakpastian alat $\pm 0,00778$ mL

Evaluasi tipe B, $k = \sqrt{3}$ (Distribusi rectangular)

$$\mu \text{ Kal} = \frac{qu}{k} = \frac{0,00778 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0,0044 \text{ mL}$$

Efek temperatur

Variasi suhu = $30^{\circ}\text{C} - 22^{\circ}\text{C} = 8^{\circ}\text{C}$

Ketetapan = $0,00021^{\circ}\text{C}$

$$\mu \text{ Muai} = \frac{100 \text{ mL} \times 8^{\circ}\text{C} \times 0,00021^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,0969 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari pipet volume 100 mL

$$\begin{aligned} \mu \text{ (Pipet Volume 100 mL)} &= \sqrt{(\mu \text{ Kal})^2 + (\mu \text{ Muai})^2} \\ &= \sqrt{(0,0044 \text{ mL})^2 + (0,0969 \text{ mL})^2} \\ &= 0,0970 \text{ mL} \end{aligned}$$

b. Ketidakpastian Baku Pipet Volume 5 mL

Ketidakpastian alat $\pm 0,0150$ mL

Evaluasi tipe B, $k = \sqrt{3}$ (Distribusi rectangular)

$$\mu \text{ Kal} = \frac{qu}{k} = \frac{0,0150 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0,0086 \text{ mL}$$

Efek temperatur

Variasi Suhu = $30^\circ\text{C} - 22^\circ\text{C} = 8^\circ\text{C}$

Ketetapan = $0,0002^\circ\text{C}$

$$\mu \text{ Muai} = \frac{5 \text{ mL} \times 8^\circ\text{C} \times 0,00021^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,0048 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari pipet volume 5 mL

$$\begin{aligned} \mu (\text{Pipet Volume 5 mL}) &= \sqrt{(\mu \text{ Kal})^2 + (\mu \text{ Muai})^2} \\ &= \sqrt{(0,0086 \text{ mL})^2 + (0,0048 \text{ mL})^2} \\ &= 0,0099 \text{ mL} \end{aligned}$$

c. Ketidakpastian Baku Labu Ukur 100 mL

Ketidakpastian alat $\pm 0,0100$ mL

Evaluasi tipe B, $k = \sqrt{3}$ (Distribusi rectangular)

$$\mu \text{ Kal} = \frac{qu}{k} = \frac{0,0100 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0,0057 \text{ mL}$$

Efek temperatur

Variasi Suhu = $30^\circ\text{C} - 22^\circ\text{C} = 8^\circ\text{C}$

Ketetapan = $0,0002^\circ\text{C}$

$$\mu \text{ Muai} = \frac{100 \text{ mL} \times 8^\circ\text{C} \times 0,00021^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,0969 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari labu ukur 100 mL

$$\begin{aligned} \mu (\text{Labu Ukur 100 mL}) &= \sqrt{(\mu \text{ Kal})^2 + (\mu \text{ Muai})^2} \\ &= \sqrt{(0,0057 \text{ mL})^2 + (0,0969 \text{ mL})^2} \\ &= 0,0971 \text{ mL} \end{aligned}$$

d. Ketidakpastian Baku Residual Kurva Kalibrasi (μF)

Data hasil ketidakpastian baku residual kurva kalibrasi

	x_i	y_i	y_c	$(y_i - y_c)^2$	$(x_i - \bar{x})^2$	y sampel
	0	0,0000	-2,4104	5,8100	0,0315	66,7859
	0,02	11,5859	12,6322	1,0947	0,0248	64,5295
	0,04	28,8097	27,6749	1,2877	0,0189	
	0,06	39,4054	42,7176	10,9706	0,0138	
	0,10	71,3098	72,8030	2,2296	0,0060	
	0,20	148,0790	148,0164	0,0039	0,0005	
	0,40	303,6202	298,4432	26,8013	0,0495	
	0,60	445,9372	448,8700	8,6013	0,1785	
Rerata	0,1775	131,0934				65,6577
Jumlah				56,7991	0,3235	

$$\text{Slope} = 752,1341$$

$$\text{Intersep} = -2,4104$$

$$S^{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(y_i - y_c)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{56,7991}{8-2}} = 3,0767 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} (\mu F) &= \frac{S^{y/x}}{\text{Slope}} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(y \text{ sampel} - y \text{ standar})^2}{(\text{slope})^2 + (x_i - \bar{x})^2}} \\ &= \frac{3,0767 \text{ mg/L}}{752,1341 \text{ mg/L}} \times \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{8} + \frac{(65,6577 - 131,0934)^2 \text{ mg/L}}{(752,1341)^2 \text{ mg/L} + (0,3235) \text{ mg/L}}} \\ &= 0,0032 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Keterangan :

$S^{y/x}$ = simpangan baku residual

m = jumlah pengulangan sampel

n = jumlah larutan standar

x_i = konsentrasi larutan standar

y_i = absorbansi larutan standar

y_c = absorbansi dari persamaan regresi linear

\bar{x} = rata-rata konsentrasi larutan standar

e. Ketidakpastian Diperluas (U)

$$\mu \text{ Volume Sampel} = 0,0970 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Pipet Volume 5 mL} = 0,0099 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Labu Ukur 100 mL} = 0,0971 \text{ mL}$$

$$\mu F = 0,0032 \text{ mg/L}$$

$$\frac{UG}{C} = \sqrt{\left(\frac{\mu V \text{ spl}}{V \text{ Spl}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ Pipet Vol 5 mL}}{\text{Pipet Vol 5 mL}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ Labu Ukur 100 mL}}{\text{Labu Ukur 100 mL}}\right)^2 + \left(\frac{\mu F}{C}\right)^2}$$

$$UG = C \times \sqrt{\left(\frac{\mu V \text{ spl}}{V \text{ Spl}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ Pipet Vol 5 mL}}{\text{Pipet Vol 5 mL}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ Labu Ukur 100 mL}}{\text{Labu Ukur 100 mL}}\right)^2 + \left(\frac{\mu F}{C}\right)^2}$$

$$= 0,0011 \text{ mg/L} \times \sqrt{\left(\frac{0,0970}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,0099}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,0971}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,0032}{0,0011}\right)^2}$$

$$= 0,0032 \text{ mg/L}$$

f. Ketidakpastian Diperluas (U)

Pada tingkat kepercayaan 95%, $k = 2$

$$U = UG \text{ (mg/L)} \times k$$

$$= 0,0032 \text{ mg/L} \times 2$$

$$= 0,0064 \text{ mg/L}$$

Pelaporan Hasil Uji

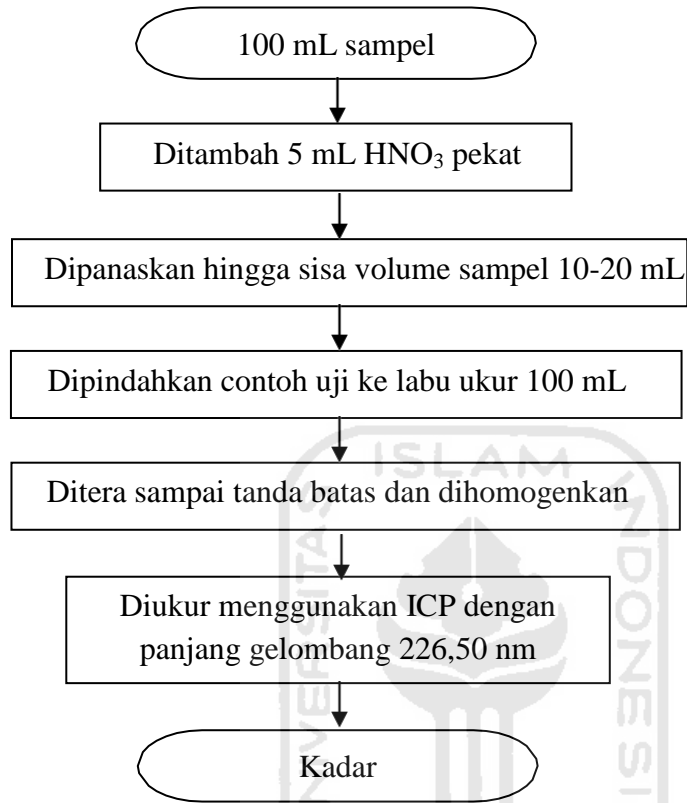
Pada tingkat kepercayaan 95%

$$= 0,0011 \pm 0,0064 \text{ mg/L}$$

Lampiran 6

Estimasi Ketidakpastian Kadar Kadmium (Cd) Total

1. Prosedur Penentuan Kadar Kadmium (Cd) Total



2. Rumus Perhitungan Kadar Kadmium (Cd) Total

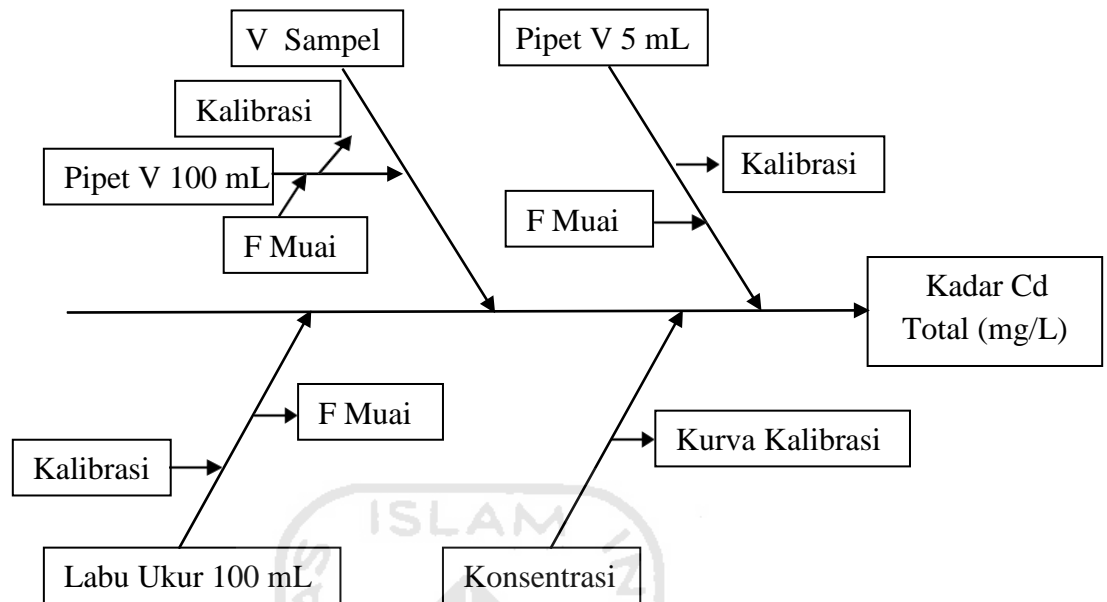
$$\text{Cd (mg/L)} = C \times F_p$$

Keterangan:

C = kadar yang didapat hasil pengukuran (mg/L)

F_p = faktor pengenceran

3. Diagram Tulang Ikan



4. Penentuan Estimasi Ketidakpastian

a. Ketidakpastian Volume Sampel

Ketidakpastian Baku Pipet Volume 100 mL

Ketidakpastian alat $\pm 0,00778$ mL

Evaluasi tipe B, $k = \sqrt{3}$ (Distribusi rectangular)

$$\mu_{\text{Kal}} = \frac{qu}{k} = \frac{0,00778 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0,0044 \text{ mL}$$

Efek temperatur

Variasi suhu = $30^{\circ}\text{C} - 22^{\circ}\text{C} = 8^{\circ}\text{C}$

Ketetapan = $0,00021^{\circ}\text{C}$

$$\mu_{\text{Muai}} = \frac{100 \text{ mL} \times 8^{\circ}\text{C} \times 0,00021^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,0969 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari pipet volume 100 mL

$$\begin{aligned} \mu (\text{Pipet Volume 100 mL}) &= \sqrt{(\mu_{\text{Kal}})^2 + (\mu_{\text{Muai}})^2} \\ &= \sqrt{(0,0044 \text{ mL})^2 + (0,0969 \text{ mL})^2} \\ &= 0,0970 \text{ mL} \end{aligned}$$

b. Ketidakpastian Baku Pipet Volume 5 mL

Ketidakpastian alat $\pm 0,0150$ mL

Evaluasi tipe B, $k = \sqrt{3}$ (Distribusi rectangular)

$$\mu \text{ Kal} = \frac{qu}{k} = \frac{0,0150 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0,0086 \text{ mL}$$

Efek temperatur

Variasi Suhu = $30^\circ\text{C} - 22^\circ\text{C} = 8^\circ\text{C}$

Ketetapan = $0,0002^\circ\text{C}$

$$\mu \text{ Muai} = \frac{5 \text{ mL} \times 8^\circ\text{C} \times 0,00021^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,0048 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari pipet volume 5 mL

$$\begin{aligned} \mu (\text{Pipet Volume 5 mL}) &= \sqrt{(\mu \text{ Kal})^2 + (\mu \text{ Muai})^2} \\ &= \sqrt{(0,0086 \text{ mL})^2 + (0,0048 \text{ mL})^2} \\ &= 0,0099 \text{ mL} \end{aligned}$$

c. Ketidakpastian Baku Labu Ukur 100 mL

Ketidakpastian alat $\pm 0,0100$ mL

Evaluasi tipe B, $k = \sqrt{3}$ (Distribusi rectangular)

$$\mu \text{ Kal} = \frac{qu}{k} = \frac{0,0100 \text{ mL}}{\sqrt{3}} = 0,0057 \text{ mL}$$

Efek temperatur

Variasi Suhu = $30^\circ\text{C} - 22^\circ\text{C} = 8^\circ\text{C}$

Ketetapan = $0,0002^\circ\text{C}$

$$\mu \text{ Muai} = \frac{100 \text{ mL} \times 8^\circ\text{C} \times 0,00021^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,0969 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari labu ukur 100 mL

$$\begin{aligned} \mu (\text{Labu Ukur 100 mL}) &= \sqrt{(\mu \text{ Kal})^2 + (\mu \text{ Muai})^2} \\ &= \sqrt{(0,0057 \text{ mL})^2 + (0,0969 \text{ mL})^2} \\ &= 0,0971 \text{ mL} \end{aligned}$$

d. Ketidakpastian Baku Residual Kurva Kalibrasi (μF)

Data hasil ketidakpastian baku residual kurva kalibrasi

x_i	y_i	y_c	$(y_i - y_c)^2$	$(x_i - \bar{x})^2$	y sampel
0	0	131,3686	17257,7090	0,0315	11037,9709
0,02	1898,2589	1809,3074	7912,3693	0,0248	11205,7647
0,04	3394,8227	3487,2462	8542,1033	0,0189	
0,06	5100,4508	5165,1850	4190,5166	0,0138	
0,10	8747,6998	8521,0626	51364,4204	0,0060	
0,20	16893,7276	16910,7567	289,9902	0,0005	
0,40	33727,3249	33690,1448	1382,3598	0,0495	
0,60	50422,3196	50469,5329	2229,0956	0,1785	
Rerata	0,1775	15023,0755			11121,8678
Jumlah			93168,5642	0,3235	

$$\text{Slope} = 83896,9405$$

$$\text{Intersep} = 131,3686$$

$$S^{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(y_i - y_c)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{93168,5642}{8-2}} = 124,6117 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} (\mu F) &= \frac{S^{y/x}}{\text{Slope}} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(y \text{ sampel} - y \text{ standar})^2}{(\text{slope})^2 + (x_i - \bar{x})^2}} \\ &= \frac{124,6117 \text{ mg/L}}{83896,9405 \text{ mg/L}} \times \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{8} + \frac{(11121,8678 - 15023,0755)^2 \text{ mg/L}}{(83896,9405)^2 \text{ mg/L} + (0,3235) \text{ mg/L}}} \\ &= 0,0011 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Keterangan :

$S^{y/x}$ = simpangan baku residual

m = jumlah pengulangan sampel

n = jumlah larutan standar

x_i = konsentrasi larutan standar

y_i = absorbansi larutan standar

y_c = absorbansi dari persamaan regresi linear

\bar{x} = rata-rata konsentrasi larutan standar

g. Ketidakpastian Gabungan (UG)

$$\mu \text{ volume sampel} = 0,0970 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ pipet volume 5 mL} = 0,0099 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ labu ukur 100 mL} = 0,0971 \text{ mL}$$

$$\mu F = 0,0011 \text{ mg/L}$$

$$\frac{UG}{C} = \sqrt{\left(\frac{\mu V \text{ spl}}{V \text{ Spl}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ Pipet Vol 5 mL}}{\text{Pipet Vol 5 mL}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ Labu Ukur 100 mL}}{\text{Labu Ukur 100 mL}}\right)^2 + \left(\frac{\mu F}{C}\right)^2}$$

$$UG = C \times \sqrt{\left(\frac{\mu V \text{ spl}}{V \text{ Spl}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ Pipet Vol 5 mL}}{\text{Pipet Vol 5 mL}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ Labu Ukur 100 mL}}{\text{Labu Ukur 100 mL}}\right)^2 + \left(\frac{\mu F}{C}\right)^2}$$

$$= 0,0307 \text{ mg/L} \times \sqrt{\left(\frac{0,0970}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,0099}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,0971}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,0011}{0,0307}\right)^2}$$

$$= 0,0011 \text{ mg/L}$$

h. Ketidakpastian Diperluas (U)

Pada tingkat kepercayaan 95%, $k = 2$

$$U = UG \text{ (mg/L)} \times k$$

$$= 0,0011 \text{ mg/L} \times 2$$

$$= 0,0022 \text{ mg/L}$$

Pelaporan Hasil Uji

Pada tingkat kepercayaan 95%

$$= 0,0307 \pm 0,0022 \text{ mg/L}$$