

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR SULFAT  
(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) SECARA TURBIDIMETRI DI BALAI PENYELIDIKAN  
DAN PENGEMBANGAN TEKNOLOGI KEBENCANAAN  
GEOLOGI (BPPTKG) YOGYAKARTA**

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



**Disusun oleh:**

**Faridariani Nur Aisyah  
NIM: 17231068**

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

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR SULFAT  
(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) SECARA TURBIDIMETRI DI BALAI PENYELIDIKAN  
DAN PENGEMBANGAN TEKNOLOGI KEBENCANAAN  
GEOLOGI (BPPTKG) YOGYAKARTA**

**VERIFICATION METHOD OF SULFATE (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)  
BY TURBIDIMETRY AT BALAI PENYELIDIKAN DAN  
PENGEMBANGAN TEKNOLOGI KEBENCANAAN  
GEOLOGI (BPPTKG) YOGYAKARTA**



**Disusun oleh:**

**Faridariani Nur Aisyah  
NIM: 17231068**

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

**HALAMAN PENGESAHAN  
LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR SULFAT ( $\text{SO}_4^{2-}$ )  
SECARA TURBIDIMETRI DI BALAI PENYELIDIKAN DAN  
PENGEMBANGAN TEKNOLOGI KEBENCANAAN  
GEOLOGI (BPPTKG) YOGYAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Faridariani Nur Aisyah**

**NIM: 17231068**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Program Studi D III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 25 Juni 2020

**Menyetujui,**

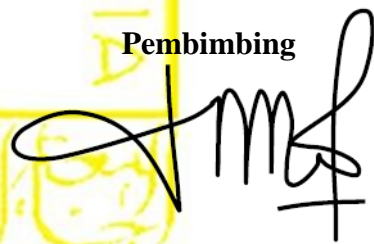
**Ketua Program Studi**



**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.**

**NIK. 132311102**

**Pembimbing**



**Kuntari, S. Si., M. Sc.**

**NIK. 162310401**

**HALAMAN PENGESAHAN**  
**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR SULFAT ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) SECARA  
TURBIDIMETRI DI BALAI PENYELIDIKAN DAN PENGEMBANGAN  
TEKNOLOGI KEBENCANAAN GEOLOGI (BPPTKG) YOGYAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

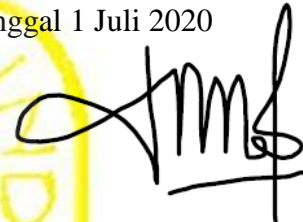
**Faridariani Nur Aisyah**

**NIM: 17231068**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 1 Juli 2020

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/Penguji**



**Kuntari, S. Si., M. Sc.**

**NIK. 162310401**

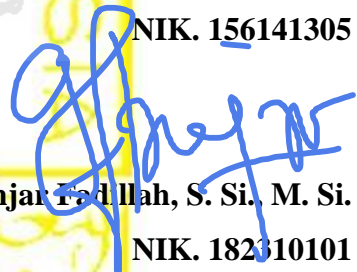
**Penguji I**



**Muhaimin, S. Si., M. Sc.**

**NIK. 156141305**

**Penguji II**



**Ganjar Fadillah, S. Si. M. Si.**

**NIK. 182310101**

**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas MIPA UII**



**Prof. Riyanto, S. Pd., M. Si., Ph.D.**

**NIK. 006120101**

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, Juni 2020



Faridariani Nur Aisyah



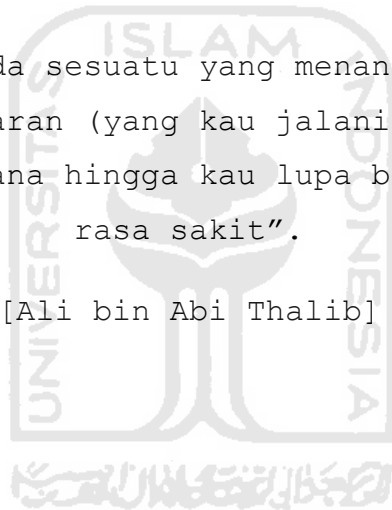
## MOTTO

"Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya ..."

[Q.S Al-Baqarah (2) : 286]

"Yakinlah, ada sesuatu yang menantimu setelah banyak kesabaran (yang kau jalani), yang akan membuatmu terpana hingga kau lupa betapa pedihnya rasa sakit".

[Ali bin Abi Thalib]



## **HALAMAN PERSEMBAHAN**

Tugas Akhir ini saya persembahkan untuk kedua orang tua saya, serta semua pihak yang mendukung dalam pengerjaanya dan tentunya untuk diri saya sendiri. Terimakasih.



## KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kepada Allah Subhanahu wa Ta'ala yang telah melimpahkan rahmat serta karunia-Nya, shalawat serta salam semoga senantiasa tercurah limpah kepada Nabi Muhammad Shalallaahu 'Alayhi Wasallam, sehingga laporan tugas akhir yang berjudul Verifikasi Metode Penentuan Kadar Sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) secara Turbidimetri di Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta dapat diselesaikan.

Laporan tugas akhir ini disusun dalam rangka memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) Analisis Kimia Program D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Penyusunan laporan tugas akhir ini tentu memperoleh bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penyusun mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Riyanto, M. Si., Ph. D. selaku Dekan Fakultas MIPA UII
2. Tri Esti Purbaningtiyas, S. Si., M. Si. selaku Ketua Program Studi D III Analisis Kimia FMIPA UII
3. Kuntari, S. Si., M. Sc. selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan
4. Seluruh dosen dan staff/karyawan program studi D III Analisis Kimia FMIPA UII
5. Hanik Humaida, M.Sc. selaku Kepala Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan (BPPTKG) Yogyakarta
6. Tannisa Aprianti, A.Md. selaku pembimbing lapangan di Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta
7. Seluruh staff/karyawan Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta
8. Teman-teman program studi D III Analisis Kimia FMIPA UII

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan laporan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, segala kritik dan saran yang membangun akan penulis terima sehingga dapat menjadi sebuah pembelajaran. Semoga



laporan tugas akhir yang berjudul Verifikasi Metode Penentuan Kadar Sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) secara Turbidimetri di Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta memberikan manfaat bagi penulis maupun pembaca.

Yogyakarta, Juni 2020

Penulis,



## DAFTAR ISI

LAPORAN TUGAS AKHIR.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN LAPORAN TUGAS AKHIR.....	iii
PERNYATAAN.....	iv
MOTTO .....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vi
KATA PENGANTAR .....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
INTISARI.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta .....	4
2.1.1 Sejarah BPPTKG Yogyakarta .....	4
2.1.2 Tugas dan fungsi BPPTKG Yogyakarta.....	5
2.1.3 Fasilitas BPPTKG Yogyakarta .....	5
2.2 Air Pegunungan.....	7
2.3 Sulfat .....	8
2.4 Turbidimetri .....	10
2.5 Spektrofotometer UV-Vis .....	12
2.6 Verifikasi Metode.....	17
BAB III METODE PENELITIAN.....	24
3.1 Bahan.....	24
3.2 Alat.....	24
3.3 Prosedur Kerja.....	24
3.3.1. Persiapan pengujian .....	24
3.3.2. Verifikasi metode.....	25

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	25
4.1 Pembuat Kurva Kalibrasi .....	28
4.2 Penentuan <i>Limit of Detection (LoD)</i> dan <i>Limit of Quantification (LoQ)</i> ...	30
4.3 Penentuan Akurasi.....	31
4.4 Penentuan Presisi.....	32
BAB V PENUTUP.....	33
5.1. Kesimpulan.....	33
5.2. Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA .....	34
LAMPIRAN.....	38



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Sejarah BPPTKG Yogyakarta.....	4
Gambar 2.2 Diagram Skematik Spektrofotometer UV-Vis .....	13
Gambar 2.3 Diagram Skematik Spektrofotometri UV-Vis Berkas Tunggal dan Berkas Ganda.....	14
Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Standar Sulfat .....	29



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan Bahan-Bahan Terlarut dalam Air Tanah .....	7
Tabel 2.2 Beberapa Jenis Air Tanah dan Kandungan Ion-Ion Utama .....	8
Tabel 2.3 Interpretasi Hubungan Antara Variabel X dan Variabel Y pada Koefisien Korelasi .....	19
Tabel 2.4 Nilai Perolehan Kembali (%R) konsentrasi analit .....	21
Tabel 2.5 Nilai RSD maksimum yang disarankan sebagai fungsi konsentrasi analit .....	23
Tabel 4.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	28
Tabel 4.2 Data Penentuan LoD dan LoQ .....	30
Tabel 4.3 Data Hasil Pengujian Akurasi .....	31
Tabel 4.4 Data Hasil Pengujian Presisi .....	32



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan Larutan Baku Sulfat .....	38
Lampiran 2 Pembuatan Larutan Kerja Sulfat .....	38
Lampiran 3 Penentuan LoD dan LoQ .....	39
Lampiran 4 Penentuan Akurasi .....	41
Lampiran 5 Penentuan Presisi .....	43



# VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR SULFAT ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) SECARA TURBIDIMETRI DI BALAI PENYELIDIKAN DAN PENGEMBANGAN TEKNOLOGI KEBENCANAAN GEOLOGI (BPPTKG) YOGYAKARTA

Faridariani Nur Aisyah  
17231068

Program Studi D III Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
Jl. Kaliurang KM 14,5 Yogyakarta 55584  
Email: [faridariani.aisyah@gmail.com](mailto:faridariani.aisyah@gmail.com)

## INTISARI

Telah dilakukan verifikasi metode penentuan kadar sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) secara turbidimetri. Metode yang digunakan yaitu metode SNI 6898.20: 2019 Air dan Air Limbah-Bagian 20: Cara Uji Sulfat,  $\text{SO}_4^{2-}$  secara turbidimetri. Metode tersebut belum diterapkan di laboratorium BPPTKG sehingga perlu dilakukan verifikasi. Verifikasi metode ini bertujuan untuk memastikan laboratorium BPPTKG dapat melakukan pengujian dengan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan metode acuan yang digunakan, yaitu SNI 6898.20: 2019 Air dan Air Limbah-Bagian 20: Cara Uji Sulfat,  $\text{SO}_4^{2-}$  secara turbidimetri. Parameter uji yang dilakukan meliputi linieritas, batas deteksi atau *Limit of Detection* (LoD), batas kuantifikasi atau *Limit of Quantification* (LoQ), akurasi, dan presisi. Nilai linieritas yang diperoleh sebagai koefisien korelasi ( $r$ ) yaitu 0,9953. Nilai *Limit of Detection* (LoD) yaitu 9,5341 mg/L, dan nilai *Limit of Quantification* (LoQ) yaitu 28,8911 mg/L. Nilai akurasi (%*trueness*) yaitu 93,47%, sedangkan nilai %RSD pada pengujian presisi yang diperoleh yaitu 3,93%. Berdasarkan hasil verifikasi metode tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan dalam pengujian sulfat secara turbidimetri memenuhi syarat keberterimaan SNI 6898.20: 2019 sehingga metode tersebut dapat digunakan dalam pengujian rutin di Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta.

Kata Kunci : Verifikasi, Sulfat, Turbidimetri.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Air hujan dalam perjalanan siklus hidrologinya akan melewati batuan vulkanik dan tersaring menyerap mineral penting seperti natrium, magnesium, kalsium, sodium dan potasium, dan sebagainya. Abu vulkanik gunung api dapat meningkatkan tingkat kalsium (Ca), natrium (Na), magnesium (Mg), kalium (K), florida (F), dan sulfat (SO<sub>4</sub>) pada air permukaan. Danau kawah pada gunung api terbentuk di dalam cekungan adalah akibat letusan eksplosit, diisi oleh air meteorik dan kondensat gas vulkanik yang berada di bawah permukaan. Gas magmatik yang mengandung unsur H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, HCl, HF, H<sub>2</sub>, HBr, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, CH<sub>4</sub>, dan N<sub>2</sub> saat bereaksi dengan air menyebabkan terkandung klorida, sulfat, natrium, kalium, magnesium, boron dan lainnya memiliki kadar yang tinggi. Unsur SO<sub>2</sub> yang merupakan salah satu produk langsung dari magma pada perjalanannya menuju permukaan dan mengalami kontak dengan air akan membentuk SO<sub>3</sub> kemudian menjadi SO<sub>4</sub> (Sriwana dan Kadarsetia, 2010).

Kandungan bahan mineral yang larut dalam air tanah terdiri dari kation seperti kalsium, magnesium, mangan, dan besi serta anion sulfat, karbon trioksida dan bikarbonat (Susana, 2003). Salah satu anion yang banyak terkandung dalam air yaitu sulfat (Erviana, dkk, 2018). Sulfat merupakan salah satu zat pencemar yang sangat beracun dan dapat menaikkan keasaman air dalam konsentrasi tinggi. Keberadaan sulfat dapat menyebabkan kesadahan air berupa kesadahan air berupa kesadahan tetap dan menyebabkan turunnya kualitas air sehingga mempengaruhi keberlangsungan ekosistem mahluk hidup didalamnya (Walimah, 2013). Ikan yang hidup dalam perairan dengan kandungan sulfat yang tinggi jika dikonsumsi oleh manusia dapat menyebabkan iritasi pada saluran pencernaan (Achmad, 2001). Selain itu, kandungan sulfat yang tinggi dapat menyebabkan diare, memicu kanker, dan berpengaruh terhadap reproduksi manusia (Rukaesih, 2004).



Menurut Noor (2006), sumber daya air yang berasal dari daratan, baik berasal dari mata air, sungai atau danau tidak dapat langsung diminum dan harus dilakukan analisa terlebih dahulu. Keberadaan sulfat dalam air dapat dianalisis menggunakan metode gravimetri, turbidimetri, tirasi kompleksometri, titrasi potensiometri dan AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometry*). Turbidimetri adalah metode analisis yang didasarkan pada tingkat kekeruhan akibat adanya koloid terdispersi dalam suatu larutan uji. Metode turbidimetri merupakan salah satu metode analisis sulfat yang dapat diaplikasikan dengan sangat sederhana (Golterman dkk, 1978).

Menurut Hadi (2018) metode uji yang digunakan harus sesuai dengan lingkup pengujian yang dilakukan. Metode tersebut termasuk metode pengambilan sampel, penyimpanan sampel, preparasi sampel dan pengujian sampel. Metode yang digunakan dapat berasal dari metode standar yang diterbitkan secara internasional, regional, maupun nasional. Laboratorium harus menjamin bahwa metode yang diterapkan merupakan metode yang baik dan benar sebelum dilakukan pengujian melalui bukti hasil validasi atau verifikasi metode yang memenuhi kesesuaian kriteria batas keberterimaan.

Salah satu pengujian yang rutin dilakukan di laboratorium air Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta yaitu pengujian sulfat secara turbidimetri berdasarkan SNI 6989.20: 2009. Kemudian metode tersebut mengalami pembaharuan menjadi SNI 6989.20: 2019. Menurut Hadi (2018), laboratorium harus memastikan bahwa metode pengujian yang digunakan adalah metode dengan edisi mutakhir. Sebelum diterapkan di laboratorium, metode tersebut harus diverifikasi terlebih dahulu untuk menjamin bahwa laboratorium mampu melakukan pengujian berdasarkan metode yang digunakan.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan, maka dapat dirumuskan susunan permasalahan yaitu bagaimana hasil verifikasi metode penentuan kadar sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) secara turbidimetri di Balai Penyelidikan dan

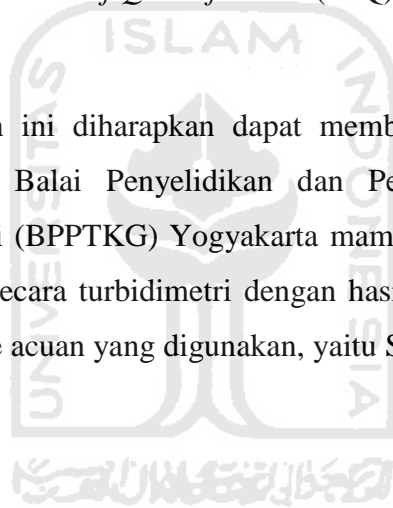
Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta berdasarkan parameter linieritas, batas deteksi atau *Limit of Detection* (LoD), batas kuantifikasi atau *Limit of Quantification* (LoQ), akurasi, dan presisi?

### **1.3 Tujuan**

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah yang telah dipaparkan, maka percobaan bertujuan untuk mengetahui hasil verifikasi metode penentuan sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) secara turbidimetri di Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta berdasarkan parameter linieritas, batas deteksi atau *Limit of Detection* (LoD), batas kuantifikasi atau *Limit of Quantification* (LoQ), akurasi, dan presisi.

### **1.4 Manfaat Penelitian**

Hasil pengujian ini diharapkan dapat memberikan konfirmasi bukti bahwa laboratorium Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta mampu melakukan penentuan kadar sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) secara turbidimetri dengan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan metode acuan yang digunakan, yaitu SNI 6989.20: 2019.



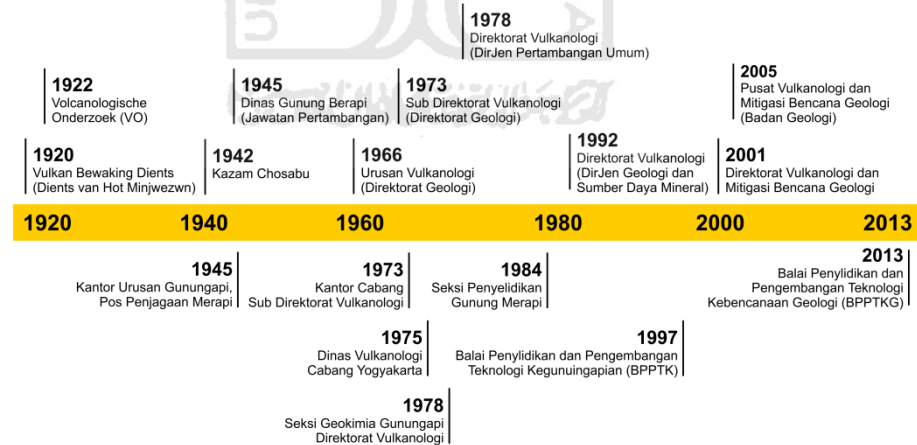
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta

##### 2.1.1 Sejarah BPPTKG Yogyakarta

Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi atau yang disingkat BPPTKG merupakan unit pelaksanaan teknis (UPT) setingkat eselon III di bawah Pusat Vulkanologi dan Mitigasi Bencana Geologi (PVMBG), Badan Geologi, Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral Republik Indonesia melalui keputusan menteri Energi dan Sumber Daya Mineral Nomor 11 Tahun 2013. Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta awal dibentuk pada tanggal 16 September 1920 oleh pemerintah Hindia Belanda sebagai badan khusus penyelidikan gunungapi yang dalam bahasa Belanda disebut *Vulkan Bewakins Dients* (Dinas Penjagaan Gunung Api) di bawah naungan *Dients Van Het Mijnwezen*.



**Gambar 2.1 Sejarah BPPTKG Yogyakarta**

### **2.1.2 Tugas dan fungsi BPPTKG Yogyakarta**

Tugas dari BPPTKG Yogyakarta yaitu melakukan penelitian, penyelidikan, pengembangan metode teknologi dan instrumentasi, pengelolaan sarana dan prasarana laboratorium kebencanaan geologi serta mitigasi dan penyelidikan Gunung Merapi.

Fungsi dari BPPTKG Yogyakarta yaitu:

1. Penyusunan rencana dan program serta pengolahan kerja sama dan informasi.
2. Pelaksanaan mitigasi bencana Gunung Merapi.
3. Pemberian rekomendasi penetapan tingkat aktivitas dan rekomendasi teknis mitigasi Gunung Merapi.
4. Pelaksanaan penelitian, penyelidikan dan pengembangan metode, teknologi dan instrumentasi kebencanaan geologi.
5. Pengolahan laboratorium kebencanaan geologi.
6. Pengolahan sarana dan prasarana.
7. Pelaksanaan ketatausahaan, kepegawaian, keuangan dan rumah tangga.

### **2.1.3 Fasilitas BPPTKG Yogyakarta**

#### **2.1.3.1 Laboratorium gas**

Pengujian yang dilakukan di laboratorium gas meliputi jenis gas tidak terlarut, seperti He, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, Ar, CH<sub>2</sub> dan CO yang berasal dari aktivitas suatu gunungapi. Sampel yang mengandung gas-gas tidak terlarut dianalisis menggunakan *Gas Chromatography*.

#### **2.1.3.2 Laboratorium AAS**

Analisis yang dilakukan di laboratorium AAS meliputi analisis ion positif (katoda) diantaranya Si, Al, Mg, Fe, K, Li, Ca, Na, Mn. Sampel yang digunakan yaitu sampel air dari area gunung api dengan menggunakan instrumen *Atomic Absorption Spectroscopy* pada panjang gelombang tertentu.

### **2.1.3.3 Laboratorium air**

Pengujian yang dilakukan di laboratorium air meliputi analisis sampel air yang berasal dari area gunung api dan sampel gas yang larut dalam NaOH. Sampel yang berupa air dianalisis kandungan ion negatif (anion) seperti  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{F}^-$ . Selain itu juga menganalisis kandungan  $\text{NH}_3$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ , dan B. Analisis yang dilakukan di laboratorium air menggunakan metode volumetri (titrasi) dan spektrofotometri.

### **2.1.3.4 Laboratorium isotop air**

Isotop stabil  $\text{H}_2\text{O}$  dalam vulkanologi dapat digunakan untuk membedakan asal dari fluida  $\text{H}_2\text{O}$ , baik berasal dari air magnetik ataupun air meteorik, beserta kemungkinan proses yang terjadi, seperti pencampuran air air meteorik dengan air magmatik, maupun interaksi antara air dengan batuan. Analisis isotop stabil air, dilakukan dengan menggunakan teknik spektrofotometer massa dan teknik *Cavity Ring-Down Spectroscopy*. Teknik spektroskopi ini didasarkan pada absorpsi dari suatu molekul/atom pada saat terkena gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang tertentu.

### **2.1.3.5 Laboratorium XRF**

Sampel batuan vulkanik dianalisis menggunakan *Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence*. Unsur yang terkandung dalam sampel batuan vulkanik meliputi  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Prinsip analisis ini didasarkan pada sinar X dari instrumen yang mengenai sampel, kemudian atom-atom pada sampel tersebut akan memancarkan sinar X Karakteristik yang memiliki energi atau panjang gelombang yang berbeda.

### **2.1.3.6 Laboratorium SEM**

Kandungan mineral yang terkandung didalam batuan vulkanik dianalisis dengan bantuan mikroskop. Analisis yang

dilakukan yaitu dengan menggunakan instrumen Mikroskop Polarisasi dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) yang dilengkapi dengan sistem analisis kandungan unsur kimia dalam sampel (EDS).

## 2.2 Air Pegunungan

Air pegunungan merupakan jenis air yang ditemukan dipermukaan atau celah bebatuan bawah tanah pegunungan. Air ini memiliki sifat fisik tidak berwarna, tidak berasa dan tidak berbau. Air tanah (*groundwater*) merupakan air yang berada dibawah permukaan tanah yang disebut daerah saturasi (*zone of saturation*) dengan pergerakan yang sangat lambat. Air tanah menempati setiap pori tanah dan batuan pada daerah saturasi tersebut (Effendi, 2003).

**Tabel 2.1 Kandungan Bahan-Bahan Terlarut dalam Air Tanah**

Ion utama atau <i>major constituents</i> (1,0-1.000 mg/L)	Ion sekunder atau <i>secondary constituents</i> (0,01-10 mg/L)	Ion minor atau <i>minor constituents</i> (0,0001-0,1 mg/L)	
Natrium	Besi	Arsen	<i>Lead</i> /Timbal
Kalsium	Aluminium	Barium	Litium
Magnesium	Kalium	Bromida	Mangan
Bikarbonat	Karbonat	Kadmium	Nikel
Sulfat	Nitrat	Kromium	Fosfat
Klorida	Fluorida	Kobalt	Strontium
Silika	Boron	<i>Copper</i>	Uranium
	Selenium	Iodida	<i>Zinc</i>

Sumber: (Todd, 1980)

Berdasarkan Tabel 2.1 air tanah memiliki komposisi bahan terlarut yaitu unsur utama dengan kandungan 1,0-1.000 mg/L, unsur sekunder dengan kandungan 0,01-10 mg/L dan unsur minor dengan kandungan 0,0001-0,1 mg/L. Unsur utama yang terkandung dalam air tanah meliputi natrium, kalsium, magnesium, bikarbonat, sulfat, klorida dan silika. Sedangkan ion sekunder

yaitu besi, aluminium, kalium, karbonat, nitrat, florida, boron dan selenium. Unsur minor meliputi arsen, barium, bromida, kadnium, kromium, kobalt, *copper*, iodida, timbal, litium, mangan, nikel, fosfat, stonsium, uranium, dan *zinc*.

**Tabel 2.2 Beberapa Jenis Air Tanah dan Kandungan Ion-Ion Utama**

Parameter (mg/L)	Jenis Air Tanah				
	<i>Magnetic Rock</i>	<i>Sandstone</i>	<i>Carbonate Rock</i>	<i>Gypsum</i>	<i>Rock Salt</i>
Na <sup>+</sup>	5-15	3-30	2-100	10-40	Hingga 1.000
K <sup>+</sup>	0,2-1,5	0,2-5	Hingga 1	5-10	Hingga 100
Ca <sup>2+</sup>	4-30	5-40	40-90	Hingga 100	Hingga 1.000
Mg <sup>2+</sup>	2-6	0-30	10-50	Hingga 70	Hingga 1.000
Fe <sup>2+</sup>	Hingga 3	0,1-5	Hingga 0,1	Hingga 0,1	Hingga 2
Cl <sup>-</sup>	3-30	5-20	5-15	10-15	Hingga 1.000
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0,5-5	0,5-10	1-20	10-40	Hingga 1.000
HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	10-60	2-25	150-300	50-200	Hingga 1.000
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1-20	10-30	5-50	Hingga 100	Hingga 1.000
SiO <sub>3</sub>	Hingga 40	10-20	3-8	10-30	Hingga 30

Sumber: (Krist dan Rump, 1992)

Berdasarkan Tabel 2.2 kandungan ion utama pada beberapa jenis air tanah terdiri atas kation seperti natrium, kalium, kalsium, magnesium, dan besi serta anion yaitu nitrat, bikarbonat, sulfat dan silika oksida yang memiliki tingkatan kadar bervariasi. Kandungan sulfat pada jenis air tanah *magnetic rock*; *sandston*, *carbonate rock*; *gypsum* dan *rock salt* secara berturut-turut yaitu 1-20 mg/L, 10-30 mg/L, 5-50 mg/L, <100 mg/L dan <1000 mg/L.

### 2.3 Sulfat

Sulfat merupakan jenis ion padatan dengan rumus empiris (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) dan memiliki massa molekul 96,06 satuan massa atom. Sulfat terdiri dari atom

pusat sulfur yang dikelilingi oleh empat atom oksigen dalam susunan tetrahedron bermuatan dua negatif (Putri, 2010). Sulfat merupakan basa konjugat dari ion hidrogen sulfat (bisulfat,  $\text{HSO}_4^-$ ) yang merupakan basa konjugat dari asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Ion sulfat bersifat larut dan merupakan bentuk oksidasi utama dari sulfur (Fitryani, Bali, dan Itnawita, 2014). Kebanyakan sulfat sangat larut dalam air kecuali dalam kalsium sulfat, stronsium sulfat dan barium sulfat (Sari, 2008). Penambahan barium klorida pada suatu larutan yang mengandung ion sulfat yang akan membentuk endapan putih yaitu barium sulfat yang menunjukkan adanya anion sulfat.

Sulfur anorganik terutama terdapat dalam bentuk sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) yang merupakan bentuk sulfur utama di perairan dan tanah (Sawyer, 1987). Ion sulfat yang bersifat larut dan merupakan bentuk oksidasi utama sulfur adalah salah satu anion terutama di perairan, menempati urutan kedua setelah bikarbonat. Sulfat yang berkaitan dengan hidrogen akan membentuk asam sulfat. Sulfur yang paling banyak ditemukan di danau dan sungai merupakan sulfur yang berkaitan dengan logam alkali (Effendi, 2003). Sulfur adalah salah satu anion utama diperairan, menempati urutan kedua setelah bikarbonat (Fitryani dkk, 2014).

Bentuk sulfur di perairan dapat berupa sulfida ( $\text{S}^{2-}$ ), hidrogen sulfida ( $\text{H}_2\text{S}$ ), besi sulfida ( $\text{FeS}$ ), sulfur dioksida ( $\text{SO}_2$ ), sulfit ( $\text{SO}_3^{2-}$ ), dan sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ). Perairan yang tidak terdapat oksigen, proses oksidasi dilakukan oleh bakteri aerob. Ion sulfat tersebut direduksi menjadi ion sulfit ( $\text{SO}_3^{2-}$ ) yang membentuk kesetimbangan dengan ion hidrogen menjadi hidrogen sulfida ( $\text{H}_2\text{S}$ ), kemudian membentuk keseimbangan dengan ion sulfida ( $\text{HS}^-$ ) menjadi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  secara berlimpah.

Sulfat merupakan salah satu anion utama yang muncul dalam air secara alami. Secara ilmiah sulfat biasanya berasal dari pelarutan mineral yang mengandung unsur S, misalnya gips ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dan kalsium sulfat anhidrat ( $\text{CaSO}_4$ ). Sulfat adalah salah satu ion penting dalam ketersediaan air karena efek penting dalam ketersediaan jumlah besar bagi manusia. Batas maksimum sulfat dalam air yang dikonsumsi manusia yaitu 250 mg/L



(Sawyer, 1987). Menurut P.P No. 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air, konsentrasi sulfat yang diperbolehkan adalah 400 mg/L. Menurut Permenkes No. 907 Tahun 2002 tentang Syarat-Syarat dan Pengawasan Kualitas Air Minum, konsentrasi sulfat yang diperbolehkan adalah 250 mg/L. Kadar sulfat yang direkomendasikan *World Health Organization* (WHO) pada air minum yaitu sekitar 400 mg/L dan kadar hidrogen sulfida sekitar 0,05 mg/L (Moore, 1991).

Kadar sulfat pada air alam umumnya terdapat dalam konsentrasi yang tinggi (Aprianti, 2008). Kandungan sulfat yang tinggi dalam air dapat menyebabkan iritasi pada saluran pencernaan manusia serta dehidrasi yang berlebih (Achmad, 2001). Selain itu juga dapat menyebabkan diare, memicu kanker, dan berpengaruh terhadap reproduksi manusia (Rukaesih, 2004). Kadar sulfat yang tinggi menyebabkan pH air menurun sehingga air akan bersifat korosif pada benda logam, timbul kerak pada ketel, serta muncul bau yang berasal dari reduksi sulfat menjadi hidrogen sulfida ( $H_2S$ ) (Sutrisno, 2004).

#### **2.4 Turbidimetri**

Turbidimetri adalah analisa kimia berdasarkan pengukuran intensitas sinar yang melemah yang disebabkan oleh absorbansi dan hamburan sinar, ketika berkas sinar dilewatkan pada suatu larutan yang mengandung partikel tersuspensi ( $x$ ). Turbidimetri adalah metode pengukuran konsentrasi partikulat dalam suspensi yang didasarkan pada hamburan elastis cahaya oleh partikel. Metode pengukuran turbiditas didasarkan pada perbandingan intensitas cahaya yang dihamburkan terhadap intensitas cahaya yang datang dan diukur secara langsung (Khopkar, 2003). Pengukuran turbidimetri dapat dilakukan saat terjadi reaksi sempurna antara zat yang akan dianalisis dengan pereaksi serta hasil kelarutan zat yang terbentuk kecil. Turbidimeter menerapkan prinsip spektroskopi absorpsi yaitu absorpsi akibat partikel yang tersuspensi diukur (Skoog dkk, 2004).

Turbidimetri adalah analisis secara kuantitatif kekeruhan atau turbiditas. Turbiditas merupakan sifat optik pada air yang ditentukan berdasarkan banyaknya cahaya yang diserap dan dipancarkan oleh bahan yang terdapat dalam air. Turbiditas bisa terbentuk karena adanya partikel-partikel yang menyebar (melayang) serta terurai secara halus dalam suatu medium pendispersi. Partikel-partikel yang menyebar tersebut dapat berupa zat organik yang terurai secara halus, jasad renik, lumpur, tanah liat, zat koloid, dan benda melayang yang tidak mengendap dengan segera (Moechtar, 1989).

Turbidimetri merupakan analisis kuantitatif yang didasarkan pada pengukuran kekeruhan dari larutan akibat adanya suspensi partikel padat dalam larutan. Hamburan cahaya terjadi akibat keberadaan partikel yang terdapat dalam larutan. Partikel tersebut menghamburkan cahaya ke segala arah yang mengenainya. Analisis kuantitatif secara turbidimetri didasarkan pada intensitas cahaya yang diteruskan setelah melewati larutan yang mengandung partikel-partikel tersuspensi dalam analit. Turbidimetri meliputi pengukuran cahaya yang diteruskan. Semakin banyak partikel koloid yang terdapat dalam suatu larutan maka sinar yang dihamburkan akan semakin banyak, sedangkan semakin sedikit partikel koloid yang terdapat dalam larutan maka sinar yang dihamburkan akan semakin sedikit (Yuniarti, 2007). Turbiditas berbanding lurus terhadap konsentrasi dan ketebalan (Yeni, 2014).

Turbidimetri merupakan analisis kuantitatif yang berdasarkan pada pengukuran kekeruhan atau turbiditas dari suatu larutan akibat adanya partikel padatan dalam larutan setelah sinar dilewatkan yang akan menghamburkan cahaya ke segala arah. Larutan yang digunakan dalam turbidimetri berupa koloid atau larutan yang terdapat suspensi. Hamburan yang terukur pada alat turbidimetri adalah hamburan yang membentuk sudut  $180^\circ$  (Widjajanti, 2004).

Menurut Ansori (2008) proses penghamburan cahaya mengenai partikel dalam larutan dipengaruhi oleh berbagai faktor, diantaranya:

- a. Konsentrasi cuplikan, jika konsentrasi cuplikan terlalu kecil maka partikel yang akan terbentuk juga akan kecil. Hal tersebut mengakibatkan penghamburan cahaya akan sulit terbaca oleh alat;
- b. Konsentrasi emulgator, yaitu perbandingan antara konsentrasi larutan dengan emulgator. Jika perbandingannya terlalu kecil, koloid yang terbentuk akan kecil sehingga sulit terbaca oleh alat;
- c. Waktu pendiaman, yang dipengaruhi oleh reaksi yang berjalan selama waktu optimum;
- d. Kecepatan dan urutan pencampuran reagen;
- e. Suhu pada kondisi optimum reaksi;
- f. Derajat keasaman (pH) yang berhubungan dengan emulgator;
- g. Lain-lain, seperti kekuatan ion dan intensitas sinar.

Metode turbidimetri hampir sama dengan kolorimetri, yaitu pengujian yang didasarkan pada intensitas cahaya transmisi pada suatu medium. Analisis metode turbidimetri selain dapat diukur menggunakan turbidimeter juga dapat diukur menggunakan spektrofotometer. Karena pada dasarnya alat turbidimeter menerapkan prinsip spektroskopi absorpsi akibat partikel yang tersuspensi. Spektrofotometer merupakan instrumen kolorimeter yang menyediakan cahaya monokromatis. Cahaya yang berasal dari spektrofotometer jika melewati larutan yang mengandung koloid akan menyebabkan adanya penghamburan energi radiasi dengan absorpsi, refleksi, refraksi, dan lain-lain. Energi cahaya yang diteruskan akan ditangkap oleh detektor dan dibaca sebagai nilai absorbansi.

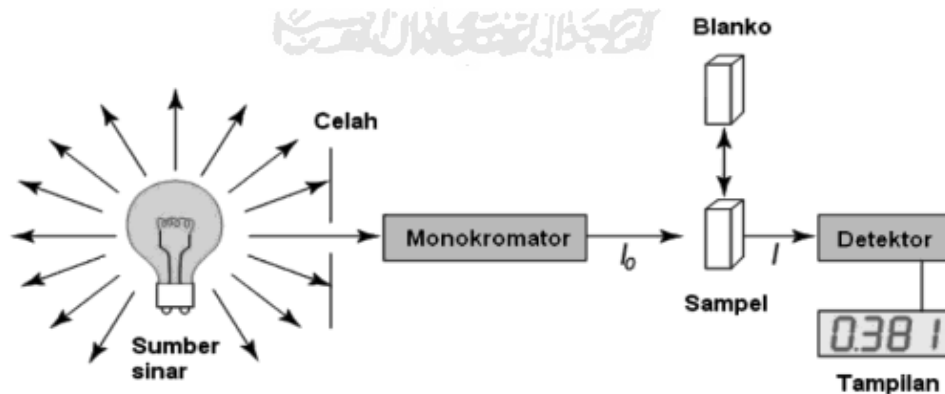
## **2.5 Spektrofotometer UV-Vis**

Spektrofotometer merupakan alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu, fotometer berfungsi sebagai pengukur (Nazar dan Hasan, 2018). Spektrofotometri merupakan salah satu metode dalam kimia analisis yang digunakan untuk menentukan komposisi suatu sampel baik secara kuantitatif dan kualitatif. Analisis ini didasarkan pada interaksi antara materi

dengan cahaya. Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmittan atau absorban suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Alat ini merupakan gabungan dari alat optik dan elektronika serta sifat-sifat kimia fisiknya. Intensitas cahaya yang dipancarkan secara tidak langsung diukur oleh detektor (Sembiring, dkk, 2019).

Salah satu jenis teknik spektrofotometri yang sering digunakan untuk analisis yaitu spektrofotometri UV-Vis. Spektrofotometri UV-Vis merupakan gabungan antara spektrofotometer UV dan spektrofotometer Visibel. Spektrofotometer ini menggunakan dua sumber cahaya yang berbeda, yaitu sumber cahaya UV dan sumber cahaya visible. Saat ini sudah terdapat alat yang menggunakan satu sumber sinar sebagai sumber UV dan sumber visible, yaitu photodiode yang dilengkapi dengan monokromator (Nazar dan Hasan, 2018).

Spektrofotometer yang sesuai untuk pengukuran daerah spektrum UV dan daerah spektrum visibel terdiri atas suatu sistem optik dengan kemampuan menghasilkan sinar monokromatis pada panjang gelombang 200-800 nm. Terdapat dua jenis spektrofotometer UV-Vis, yaitu spektrofotometer UV-Vis berkas tunggal (*single beam*) dan berkas ganda (*double beam*).

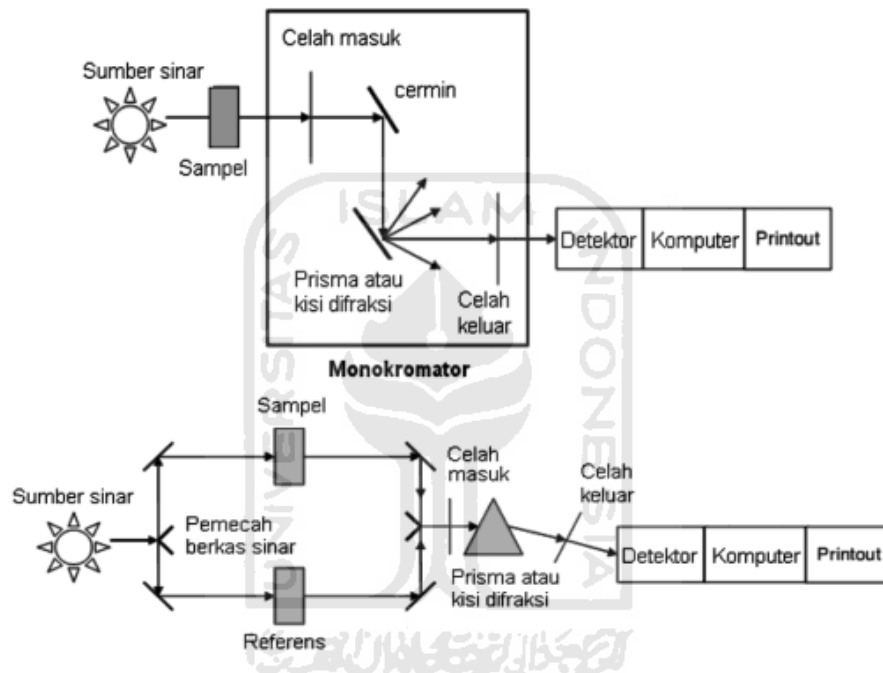


**Gambar 2.2 Diagram Skematik Spektrofotometer UV-Vis**  
(Sumber : (Chairns, 2008))

Berdasarkan Gambar 2.2 sinar yang beraal dari sumber kan melewati celah dan mengenai monokromator. Sinar tersebut akan diubah dari polikromatis menjadi sinar monokromatis. Perbandingan sinar yang diberikan pada contoh uji dengan sinar yang diteruskan kemudian akan dibaca oleh

detektor dan dihitung sebagai nilai absorbansi.

Spektrofotometer UV-Vis berkas ganda menghasilkan suatu berkas sinar radiasi UV-vis, yang mana dengan adanya cermin, berkas sinar ini akan terbagi menjadi dua berkas sinar yang parallel dengan intensitas radiasi yang setara. Salah satu berkas sinar digunakan untuk sampel, sedangkan sinar yang lainnya digunakan untuk referensi seperti blanko berupa pelarut atau yang lainnya.



**Gambar 2.3 Diagram Skematik Spektrofotometri UV-Vis Berkas Tunggal dan Berkas Ganda**  
(Sumber : (Gandjar, 2018))

Berdasarkan Gambar 2.3 perbedaan spektrofotometri UV-Vis berkas tunggal dengan berkas ganda yaitu terletak pada berkas sinar yang digunakan. Spektrofotometer UV-Vis berkas tunggal menghasilkan satu berkas sinar. Sedangkan spektrofotometer UV-Vis berkas ganda menghasilkan sinar yang terbagi dua berkas sinar secara paralel dengan intensitas radiasi yang setara. Salah satu berkas sinar digunakan untuk contoh uji dan berkas sinar lainnya digunakan untuk referensi atau blanko.

Menurut Gandjar dan Rohman (2018) berkas sinar yang mengenai sampel kemudian dilewatkan ke dalam monokromator yang terdiri atas

bagian yang berputar secara cepat dan melewatkan dua berkas sinar secara bergantian ke prisma atau kisi difraksi (*grating*). Kisi difraksi atau prisma yang bergerak secara lambat akan melakukan variasi panjang gelombang radiasi yang sampai ke detektor. Detektor selanjutnya akan merekam perbedaan antara berkas sinar dari sampel dan dari referensi.

a. Sumber cahaya

Sumber cahaya yang digunakan pada spektrofotometer harus memiliki intensitas cahaya yang tinggi dan radiasi yang stabil.

b. Monokromator

Monokromator adalah alat yang akan memecah cahaya polikromatis menjadi cahaya tunggal (monokromatis) dengan komponen panjang gelombang tertentu. Monokromator terdiri dari beberapa bagian, yaitu:

- 1) Prisma, akan mendispersikan radiasi elektromagnetik sebesar mungkin supaya di dapatkan resolusi yang baik dari radiasi polikromatis.
- 2) Grating (kisi difraksi), dispersi sinar akan disebarkan merata, dengan pendispersi yang sama, sehingga hasil dispersi akan lebih baik. Selain itu kisi difraksi dapat digunakan dalam seluruh jangkauan spectrum.
- 3) Celah optis, digunakan untuk mengarahkan sinar monokromatis yang diharapkan dari sumber radiasi. Apabila celah berada pada posisi yang tepat, maka radiasi akan dirotasikan melalui prisma sehingga diperoleh panjang gelombang yang diharapkan.
- 4) Filter, berfungsi untuk menyerap warna komplementer sehingga cahaya yang diteruskan merupakan cahaya berwarna yang sesuai dengan panjang gelombang yang diinginkan.

c. Kompartemen sampel

Kompartemen sampel digunakan untuk menyimpan/meletakkan kuvet sebagai wadah yang digunakan untuk menaruh sampel yang akan dianalisis. Kuvet yang baik harus memenuhi beberapa syarat, diantaranya:

- 1) Permukaan harus sejajar secara optis,
- 2) Tidak berwarna, sehingga semua cahaya dapat ditransmisikan,
- 3) Tidak ikut bereaksi terhadap bahan kimia,

- 4) Tidak rapuh,
- 5) Bentuknya sederhana.

d. Detektor

Detektor akan menangkap sinar yang diteruskan oleh larutan. Sinar kemudian diubah menjadi sinyal listrik oleh amplifer pada rekorder. Syarat ideal sebuah detektor diantaranya:

- 1) Mempunyai kepekaan tinggi,
- 2) Respon konstan pada berbagai panjang gelombang,
- 3) Waktu respon cepat dan sinyal minimum tanpa radiasi,
- 4) Sinyal listrik yang dihasilkan harus sebanding dengan tenaga radiasi (Sembiring dkk, 2019).

e. Rekorder

Rekorder mengubah panjang gelombang hasil deteksi dari detektor yang diperkuat oleh amplifer kemudian diubah menjadi sinyal listrik dalam bentuk spektrum. Spektrum tersebut kemudian diteruskan ke monitor dan ditampilkan dalam bentuk transmisi atau absorbansi (Day dan Underwood, 1993).

Prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis diawali dengan pemisahan berkas cahaya oleh *diffraction grating*. Berkas cahaya tersebut akan diseleksi oleh kisi dan diserap oleh kuvet kemudian di deteksi oleh detektor dengan intensitas cahaya tertentu. Pengukuran terhadap contoh uji dilakukan terlebih dahulu terhadap blanko, sehingga didapatkan  $I_0$ . Kemudian dilakukan pengujian terhadap contoh uji sebagai  $I$ , dan kedua hasil tersebut dibandingkan (Khopkar, 2007). Prinsip spektroskopi absorpsi dapat digunakan pada turbidimeter, yaitu dengan mengukur absorpsi akibat partikel yang tersuspensi. Setiap instrumen spektroskopi absorpsi dapat digunakan untuk turbidimeter (Siallagan, 2011).

Spektrofotometri UV-Vis mengacu pada hukum Lambert-Beer. Cahaya monokromatik melalui suatu media (larutan), maka sebagian cahaya tersebut akan diserap, sebagian dipantulkan dan sebagian lagi akan dipancarkan. Sinar dari sumber cahaya akan dibagi menjadi dua berkas oleh cermin yang

berputar pada bagian dalam spektrofotometer. Berkas pertama akan melewati kuvet berisi blanko yang berfungsi untuk menstabilkan absorbansi akibat perubahan voltase dari sumber cahaya, sementara berkas kedua akan melewati kuvet berisi sampel yang diperiksa secara bersamaan (Sembiring, dkk, 2019).

Metode spektrofotometer UV-Vis dapat memberikan informasi secara kualitatif dan kuantitatif (Gandjar, 2007). Data yang dihasilkan berupa panjang gelombang maksimal, intensitas, efek pH, dan pelarut, sedangkan analisis kuantitatif yaitu berupa besarnya suatu berkas radiasi yang dikenakan pada cuplikan (larutan sampel) dan intensitas sinar radiasi yang diteruskan (Sirait, 2009). Larutan yang dianalisis diukur serapan sinar ultra violet atau sinar tampaknya. Konsentrasi larutan yang dianalisis akan sebanding dengan jumlah sinar yang diserap oleh zat dalam larutan tersebut (Sembiring dkk, 2019). Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak digunakan untuk analisis kuantitatif daripada analisis kualitatif .

## **2.6 Verifikasi Metode**

Verifikasi merupakan konfirmasi melalui penyediaan bukti yang objektif, bahwa persyaratan-persyaratan tertentu telah terpenuhi (Eurachem, 2014). Menurut Sukaryono, dkk (2017) verifikasi metode bertujuan untuk memastikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode uji dengan hasil yang valid dan untuk mengetahui kesesuaian penggunaannya. Mulhaquddin (2014) menerangkan bahwa verifikasi metode uji dapat juga digunakan untuk membuktikan suatu laboratorium memiliki data kinerja karena setiap laboratorium memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda. Verifikasi metode dilakukan terhadap suatu metode standar sebelum diterapkan di laboratorium. Verifikasi tersebut bertujuan untuk membuktikan bahwa suatu laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid. Selain itu juga bertujuan



untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja. Laboratorium yang berbeda memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda. Hal tersebut dapat mengakibatkan kinerja antar satu laboratorium dengan laboratorium lainnya akan berbeda (Utami, 2017).

Kinerja yang diuji dalam verifikasi metode adalah selektifitas, diantaranya uji akurasi (ketepatan), dan presisi (kecermatan) (Utami, 2017) . Parameter verifikasi metode antara lain presisi, akurasi (ketepatan), linearitas dan rentang, batas deteksi (*Limit of Detection/LoD*), batas kuantifikasi (*Limit of Quantification/LoQ*), ketangguhan dan ketahanan. Parameter minimal yang harus dipenuhi dalam verifikasi metode yaitu presisi dan akurasi (Sa'adah dan Winata, 2010).

### 2.6.1. Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode analisis dalam memberikan respon terhadap konsentrasi analit. Linieritas merupakan kemampuan cara kerja analisis yang menghasilkan tanggapan analisis yang langsung dan proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel uji (Maryati, 2012). Menurut Wenclawiak dan Hadjicostas (2010), linieritas (*linearity*) adalah kemampuan untuk memberikan hasil yang proposional terhadap konsentrasi analit pada rentang tertentu. Linieritas dapat ditentukan dengan membuat kurva kalibrasi dari variasi konsentrasi standar (Harmita, 2004). Kemudian diperoleh persamaan berikut:

$$y = ax + b \dots\dots\dots 1)$$

Nilai *y* dari persamaan merupakan respon alat (sebagai absorbansi), sedangkan nilai *x* digunakan untuk menentukan besar konsentrasi. Nilai *a* dari persamaan merupakan kemiringan atau *slope* pada kurva yang menunjukkan nilai sensitivitas suatu metode analisis dan nilai *b* merupakan *intersept* yang menunjukkan nilai blanko (Rohman, 2014). Selain itu, diperoleh nilai koefisien korelasi (*r*), serta nilai koefisien determinasi (*r*<sup>2</sup>). Koefisien korelasi (*r*) merupakan kemampuan dari metode analisis untuk memberikan hasil analisis

yang proposional terhadap konsentrasi analit pada interval konsentrasi tertentu (Kusnoputranto, 1986). Determinasi korelasi ( $r^2$ ) adalah variasi total dari nilai perubahan absorbansi yang dapat dijelaskan oleh nilai perubahan konsentrasi melalui hubungan linier (Walpole, 1995). Konsentrasi standar yang digunakan harus memiliki konsentrasi yang berbeda untuk memperoleh kurva kalibrasi. Uji linieritas suatu larutan memenuhi syarat jika koefisien relasi mendekati nilai 1 (Suprianto dan Lelifajri, 2009). Berdasarkan SNI 6989.20:2019, nilai koefisien relasi uji sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) secara turbidimetri lebih besar atau sama dengan 0,995. Hubungan variabel x dan y pada nilai koefisien korelasi disajikan dalam Tabel 2.3.

**Tabel 2.3 Interpretasi Hubungan Antara Variabel X dan Variabel Y pada Koefisien Korelasi**

Nilai	Keterangan
0	Tidak ada korelasi antara dua variabel
0-0,25	Korelasi sangat lemah
0,25-0,5	Korelasi cukup
0,5-0,57	Korelasi kuat
0,75-0,99	Korelasi sangat kuat
1	Korelasi sempurna

Sumber: (Jonathan, 2006)

Berdasarkan Tabel 2.3 hubungan antara variabel X dan variabel Y dapat dilihat dari nilai koefisien korelasi ( $r$ ). Nilai koefisien korelasi ditunjukkan dalam rentang antara 0-1. Rentang tersebut menunjukkan bahwa nilai koefisien korelasi yang semakin mendekati nilai 1 maka hubungan antara variabel yang digunakan akan semakin kuat.

#### 2.6.2. *Limit of Detection (LoD)* dan *Limit of Quantification (LoQ)*

Batas deteksi atau *Limit of Detection (LoD)* adalah konsentrasi terendah suatu analit yang dapat dideteksi dan diidentifikasi. Menurut Rohman (2014), batas deteksi merupakan konsentrasi terendah analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi meskipun tidak selalu dapat

dikuantifikasi. Sedangkan menurut Kantasubrata (2008), batas deteksi yaitu konsentrasi terendah dari analit yang dapat ditentukan dengan akurasi dan presisi yang baik. LoD dipengaruhi oleh suhu, kemurnian reagen, efek matriks, dan sebagainya. Batas kuantifikasi atau *Limit of Quantitation* (LoQ) merupakan batas pengujian kuantitatif untuk konsentrasi analit rendah yang masih memenuhi kriteria kecermatan dan keseksamaan (Riyanto, 2014). Penentuan batas LoD dan LoQ diperoleh dari simpangan baku residual ( $S_{y/x}$ ) garis regresi linier kurva kalibrasi, dengan ketentuan sebagai berikut:

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

$$LoD = \frac{3 \times S_{y/x}}{slope} \dots\dots\dots 3)$$

$$LoQ = \frac{10 \times S_{y/x}}{slope} \dots\dots\dots 4)$$

### 2.6.3. Akurasi

Akurasi adalah ukuran perbandingan antara nilai terukur dengan nilai sebenarnya, biasanya dinyatakan dalam persen (%). Menurut Kazusaki, dkk (2012), akurasi atau *accuracy* menunjukkan kedekatan nilai hasil analisis dengan nilai sebenarnya. Akurasi merupakan ketepatan antara nilai yang dapat diukur dengan nilai yang sebenarnya yang dapat diterima (Christian, 1994). Semakin dekat nilai benar yang diperoleh secara berulang pada kemampuan metode analisis maka akurasi nya semakin kuat (Khan dan Mark, 1996). Akurasi dapat ditentukan dengan menggunakan Bahan Referensi Bersertifikat atau *Certified Reference Material* (CRM) maupun tanpa menggunakan CRM. Akurasi menggunakan CRM, ditentukan dengan cara menghitung nilai *%trueness*, nilai bias dan uji perolehan kembali (*%recovery*). Sedangkan penentuan akurasi tanpa CRM dapat menggunakan bahan yang mirip dengan contoh uji yang diperkaya dengan analit dengan kemurnian yang tinggi, ditentukan dengan

melakukan perbandingan metode dan/atau menggunakan standar adisi dengan 5-6 variasi konsentrasi. Penentuan nilai akurasi dengan menghitung nilai *%trueness*, menggunakan ketentuan sebagai berikut:

$$\% \text{Trueness} = \frac{X}{A} \times 100\% \dots\dots\dots 5)$$

Keterangan:

X = nilai hasil pengukuran

A = nilai sebenarnya

*Trueness* merupakan nilai akurasi yang diperoleh dengan membandingkan nilai hasil pengukuran dengan nilai benar yang terdapat dalam CRM yang digunakan sebagai acuan dan dinyatakan dalam persen. Nilai *%trueness* yang baik yaitu nilai yang mendekati 100%. Berdasarkan SNI 6989.20:2019, keberterimaan nilai akurasi dalam *%trueness* yaitu dalam rentang 80-110%.

**Tabel 2.4 Nilai Perolehan Kembali (%R) konsentrasi analit**

Analit (%)	Rasio Analit	Unit	%R
100	1	100%	98-102
10	10 <sup>-1</sup>	10%	98-102
1	10 <sup>-2</sup>	1%	97-103
0,1	10 <sup>-3</sup>	0,1%	95-105
0,01	10 <sup>-4</sup>	100 ppm	90-107
0,001	10 <sup>-5</sup>	10 ppm	80-110
0,0001	10 <sup>-6</sup>	1 ppm	80-110
0,00001	10 <sup>-7</sup>	100 ppb	80-110
0,000001	10 <sup>-8</sup>	10 ppb	60-115
0,0000001	10 <sup>-9</sup>	1 ppb	40-120

Sumber: *AOAC Peer-Verified Methods Program, Manual on policies and procedures, Arlington, Va., USA (1998)*

Berdasarkan Tabel 2.4 nilai perolehan kembali (%R) konsentrasi analit yang diukur dengan menggunakan CRM menunjukan target rata-rata untuk konsentrasi analit 100% hingga 1 ppb. %R diartikan sebagai rasio antara hasil pengujian rata-rata dengan nilai konsentrasi

acuan yang digunakan. Semakin kecil konsentrasi analit yang digunakan, maka rentang keberterimaan nilai perolehan kembali semakin luas.

#### 2.6.4. Presisi

Presisi merupakan ukuran kedekatan hasil analisis yang diperoleh dari serangkaian keterulangan pengukuran yang sama. Presisi didefinisikan sebagai tingkat keseksamaan nilai beberapa hasil pengujian yang dilakukan secara berulang-ulang (Arifin dkk, 2006). *Repeatabilitas* dalam presisi dilakukan pada analisis sampel dengan analisis yang sama, pada hari yang sama dengan menggunakan instrumen yang sama dilaboratorium yang sama. *Repeatability* merupakan konsistensi hasil analisis yang dilakukan berulang kali dalam interval waktu yang relatif pendek (Harmita, 2004). Sedangkan *reproducibility* merupakan variasi kondisi baik analisis, hari, instrumen atau laboratorium yang berbeda. Penentuan nilai presisi dapat dihitung dengan menghitung nilai %RSD (*Relative Standard Deviation*) menggunakan nilai standar deviasi (SD). Berdasarkan SNI 6989.20:2019, nilai %RSD yang dapat diterima yaitu apabila %RSD < % CV Horwitz.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \dots\dots\dots 6)$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots 7)$$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log C} \dots\dots\dots 8)$$

Keterangan :

$x_i$  = pengukuran hasil uji

$\bar{x}$  = rata-rata pengukuran hasil uji

$n$  = jumlah pengukuran

SD = Standar Deviasi

C = konsentrasi standar

**Tabel 2.5 Nilai RSD maksimum yang disarankan sebagai fungsi konsentrasi analit**

Analit (%)	Rasio Analit	Unit	RSD (%)
100	1	100%	1,34
10	$10^{-1}$	10%	1,89
1	$10^{-2}$	1%	2,68
0,1	$10^{-3}$	0,1%	3,79
0,01	$10^{-4}$	100 ppm	5,36
0,001	$10^{-5}$	10 ppm	7,58
0,0001	$10^{-6}$	1 ppm	10,72
0,00001	$10^{-7}$	100 ppb	15,16
0,000001	$10^{-8}$	10 ppb	21,44
0,0000001	$10^{-9}$	1 ppb	30,32

Sumber: *Guidelines for Validation of analytical methods for non-agricultural pesticide active and product.*

Berdasarkan Tabel 2.4 nilai %RSD maksimum yang disarankan yaitu antara 1,34-30,32% dengan didasarkan pada konsentrasi analit yang digunakan. Semakin kecil konsentrasi analit yang digunakan maka nilai %RSD yang digunakan semakin besar.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Bahan**

Bahan yang digunakan adalah air suling bebas sulfat, kertas saring bebas sulfat, barium klorida ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), larutan induk sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 1000 mg/L, magnesium klorida heksahidrat ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), natrium asetat trihidrat ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), kalium nitrat ( $\text{KNO}_3$ ), dan asam asetat pekat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  99%).

#### **3.2 Alat**

Alat yang digunakan yaitu spektrofotometer *Shimadzu 1900*, labu ukur 100 mL, labu ukur 1000 mL, labu ukur 2000 mL, pipet volume 5 mL, pipet volume 10 mL, pipet volume 25 mL, pipet volume 50 mL, pipet ukur 20 mL, erlenmeyer 250 mL, timbangan analitik, spatula, gelas piala 100 mL, pengaduk magnet dan pro pipet.

#### **3.3 Prosedur Kerja**

##### **3.3.1. Persiapan pengujian**

###### **3.3.1.1 Pembuatan larutan baku sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 100 mg/L**

Larutan induk sulfat 1000 mg/L dipipet sebanyak 100 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

###### **3.3.1.2 Pembuatan larutan kerja sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ )**

Larutan baku sulfat 100 mg/L diencerkan menjadi 0,0; 5,0; 10,0; 25,0; 50,0 dan 70,0 mg/L dalam labu ukur 100 mL dengan ditambahkan akuades hingga tanda batas sebagai larutan pengencer dan dihomogenkan.

###### **3.3.1.3 Pembuatan larutan *buffer* A**

Sebanyak 60 g Magnesium klorida heksahidrat ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), 10 g natrium asetat trihidrat ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), 2 g kalium nitrat ( $\text{KNO}_3$ ) dilarutkan menggunakan air suling bebas sulfat sebanyak 100 mL dalam

gelas beaker 250 mL, kemudian ditambahkan 40 mL asam asetat pekat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  99%). Setelah itu dipindahkan dalam labu ukur 2000 mL dan ditambahkan air suling bebas sulfat kemudian ditepatkan sampai 2000 mL dan digojog hingga homogen.

### 3.3.2. Verifikasi metode

#### 3.3.2.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Spektrometer dioperasikan dan dioptimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat. Masing-masing larutan kerja dipindahkan kedalam erlenmeyer 250 mL. Kemudian ditambahkan 20 mL larutan *buffer* A dan aduk pada kecepatan konstan. Selama pengadukan ditambahkan 1 sendok takar kristal  $\text{BaCl}_2$ , pengadukan diteruskan selama  $60 \pm 2$  detik terhitung dari penambahan  $\text{BaCl}_2$ . Serapan diukur menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm pada waktu  $5 \pm 0,5$  menit setelah pengadukan. Kemudian dibuat kurva kalibrasi dan ditentukan persamaan garis liniernya.

#### 3.3.2.2 Penentuan *Limit of Detection (LoD)* dan *Limit of Quantification (LoQ)*

*Limit of Detection (LoD)* dan *Limit of Quantification (LoQ)* ditentukan dengan menggunakan metode kurva kalibrasi. Batas deteksi dapat dihitung berdasarkan nilai simpangan baku (SD) respon dengan kemiringan (*slope*, S). Kurva baku pada level yang mendekati batas deteksi ditentukan berdasarkan rumus pada persamaan 3) dan persamaan 4).

#### 3.3.2.3 Penentuan akurasi

Akurasi ditentukan dengan mengukur larutan standar sulfat pada konsentrasi 25 mg/L sebanyak 7 kali pengulangan, masing-masing sebanyak 100 mL. Kemudian dipindahkan kedalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 20 mL larutan



*buffer* A dan aduk pada kecepatan konstan. Selama pengadukan ditambahkan 1 sendok takar kristal BaCl<sub>2</sub>, pengadukan diteruskan selama  $60 \pm 2$  detik terhitung dari penambahan BaCl<sub>2</sub>. Serapan diukur menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm pada waktu  $5 \pm 0,5$  menit setelah pengadukan. Hasil pengukuran dicatat dan dihitung nilai %*Trueness* menggunakan persamaan 5).

#### 3.3.2.4 Penentuan presisi

Presisi ditentukan dengan mengukur larutan standar sulfat pada konsentrasi 25 mg/L sebanyak 7 kali pengulangan, masing-masing sebanyak 100 mL. Kemudian dipindahkan kedalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 20 mL larutan *buffer* A dan aduk pada kecepatan konstan. Selama pengadukan ditambahkan 1 sendok takar kristal BaCl<sub>2</sub>, pengadukan diteruskan selama  $60 \pm 2$  detik terhitung dari penambahan BaCl<sub>2</sub>. Serapan diukur menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm pada waktu  $5 \pm 0,5$  menit setelah pengadukan. Hasil pengukuran dicatat dan dihitung nilai %RSD menggunakan persamaan 7).

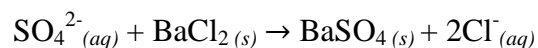
## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Verifikasi metode uji sulfat secara turbidimetri yang dilakukan di Balai Penyelidikan dan Pengembangan Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta yaitu meliputi pengujian linieritas, batas deteksi, batas kuantifikasi, akurasi (%*trueness*), dan presisi (%RSD). Pengujian ini mengacu pada SNI 6989.20: 2019 Air dan Air Limbah-Bagian 20: Cara Uji Sulfat,  $\text{SO}_4^{2-}$  secara turbidimetri. Verifikasi metode uji dilakukan guna mengkonfirmasi metode pengujian sulfat secara turbidimetri yang dilakukan secara rutin.

Prinsip pengujian sulfat secara turbidimetri didasarkan pada kekeruhan yang terjadi akibat reaksi antara ion sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) dengan barium ( $\text{Ba}^{2+}$ ) dalam suasana asam. Larutan *buffer* yang digunakan terdiri dari magnesium klorida heksahidrat ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), natrium asetat trihidrat ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), kalium nitrat ( $\text{KNO}_3$ ), asam asetat pekat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  99%). Larutan ini berfungsi untuk menjaga pH pada larutan uji agar tetap konstan. Selain itu, penambahan larutan *buffer* juga berfungsi untuk menstabilkan suspensi koloid  $\text{BaSO}_4$  yang terbentuk.

Garam  $\text{BaSO}_4$  yang terbentuk berupa koloid yang memiliki kelarutan sangat kecil karena bersifat *tyndall*, yaitu apabila diberi cahaya maka cahaya tersebut akan terpantulkan ke segala arah. Ion barium ( $\text{Ba}^{2+}$ ) yang digunakan berasal dari barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ), berfungsi untuk mengikat sulfat agar membentuk suatu kekeruhan yang dapat diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Reaksi yang terjadi antara sulfat dengan barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ) yang ditambahkan yaitu:



Larutan yang terbentuk perlu didiamkan terlebih dahulu selama  $5 \pm 0,5$  menit agar reaksi yang terbentuk sempurna. Penentuan konsentrasi sulfat secara turbidimetri diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 420 nm. Metode turbidimetri merupakan metode yang didasarkan pada kekeruhan larutan atau pembentukan koloid dalam larutan. Cahaya yang berasal dari spektrofotometer jika melewati larutan yang mengandung suspensi

koloid didalamnya akan menyebabkan penghamburan energi radiasi absorpsi, refleksi, refraksi, dan lain-lain. Energi radiasi yang tidak dihamburkan akan diteruskan dan ditangkap oleh detektor.

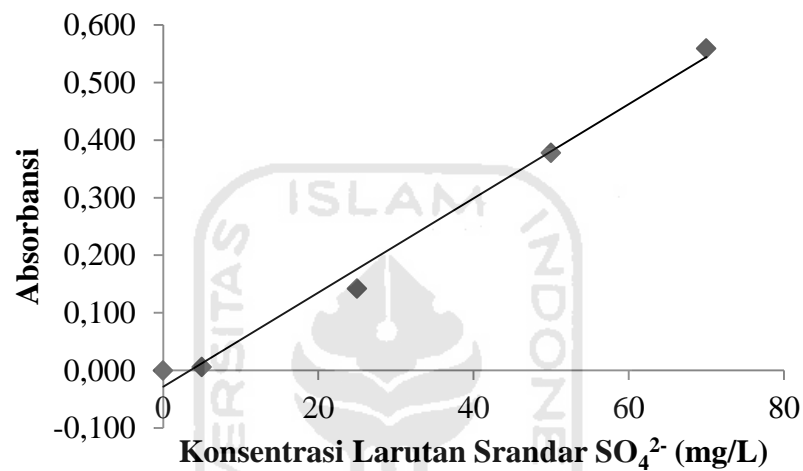
#### 4.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi digunakan untuk menentukan linieritas pada verifikasi metode uji sulfat secara turbidimetri. Linieritas digunakan untuk menunjukkan hubungan antara konsentrasi analit dengan respon dalam jangkauan kerja (Ermer dan Miller, 2005). Menurut Hadi dan Asiah (2018) jumlah deret larutan kerja yang digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi harus disesuaikan dengan persyaratan metode pengujian. Berdasarkan SNI 6989.20: 2019, penentuan sulfat dalam air dan air limbah secara turbidimetri kurva kalibrasi dibuat dalam rentang 1 mg/L sampai 70 mg/L. Kurva kalibrasi ditentukan dengan menggunakan lima larutan standar yang telah dibuat dengan konsentrasi yang berbeda. Konsentrasi larutan kerja yang digunakan yaitu 0; 5; 25; 50; dan 70 mg/L dan diukur menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 420 nm. Pelarut yang digunakan pada pembuatan larutan kerja yaitu akuades. Hal tersebut dikarenakan akuades merupakan pelarut yang bersifat universal dan lebih murni, serta tidak mengandung logam lain yang bersifat sebagai interferensi. Koefisien korelasi ditentukan berdasarkan linieritas pada kurva kalibrasi, yaitu hubungan antara konsentrasi larutan standar yang digunakan dengan absorpsi yang diperoleh.

**Tabel 4.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi**

<b>Konsentrasi Larutan Standar (mg/L)</b>	<b>Absorpsi</b>
0	0,000
5	0,006
25	0,142
50	0,378
70	0,559

Berdasarkan Tabel 4.1 seiring bertambahnya konsentrasi larutan standar, nilai absorbansi yang diperoleh semakin meningkat. Hal tersebut sesuai dengan hukum Lambert-Beer yang mengatakan bahwa absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasinya. Data yang diperoleh kemudian disajikan dalam kurva kalibrasi standar. Sumbu x yang digunakan merupakan nilai konsentrasi yang digunakan, sedangkan sumbu y merupakan absorbansi yang diperoleh dari pengujian masing-masing standar.



**Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Standar Sulfat**

Kurva kalibrasi merupakan metode statistik yang digunakan untuk mengetahui perbandingan pengaruh kadar analit dengan respon alat atau instrumen (Ulfiati, dkk, 2017). Berdasarkan Gambar 4.1 diperoleh persamaan regresi linier yaitu,  $y = 0,0082 x - 0,0286$  dengan nilai determinasi korelasi ( $r^2$ ) = 0,9907 dan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) = 0,9953. Linieritas merupakan nilai tanggapan respon analisis dalam rentang konsentrasi tertentu. Nilai slope yang diperoleh yaitu sebesar 0,0082. Nilai slope menunjukkan tingkat sensitivitas metode yang digunakan sangat tinggi. Semakin besar nilai kemiringan, maka sensitivitas dari metode pengujian yang digunakan memberikan sensitivitas atau respon instrument cukup kuat terhadap perubahan kadar analit (Hadi dan Asiah, 2018). Sedangkan nilai intersep yang diperoleh menunjukkan nilai yang cukup kecil yaitu 0,0286. Nilai intersep dalam kurva kalibrasi diartikan sebagai sinyal dari blanko yang merupakan sumber kesalahan (Hadi dan

Asiah, 2018). Berdasarkan nilai intersep yang diperoleh tersebut berarti ada pengaruh matriks yang berasal dari larutan yang digunakan. Menurut SNI 6989.20: 2019, cara uji sulfat secara tubidimetri keberterimaan regresi linier ditentukan berdasarkan nilai koefisien korelasi yaitu lebih besar atau sama dengan 0,995. Sehingga dapat dikatakan bahwa pengujian yang telah dilakukan memiliki koefisien yang linier dan memiliki keberterimaan data berdasarkan acuan yang digunakan.

#### 4.2 Penentuan *Limit of Detection (LoD)* dan *Limit of Quantification (LoQ)*

Penentuan *limit of detection (LoD)* dan *limit of quantification (LoQ)* pada pengujian ini ditentukan dengan menggunakan metode kurva kalibrasi. Larutan standar yang dibuat lima deret diukur dan dibuat kurva kalibrasi yang linier. Pengujian batas deteksi dilakukan untuk mengetahui banyaknya jumlah analit terkecil yang terdapat dalam contoh uji yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan blanko. Sedangkan batas kuantifikasi bertujuan untuk mengetahui jumlah analit terkecil yang terdapat dalam sampel dan memenuhi syarat dengan respon 10 kali lebih besar daripada blanko.

**Tabel 4.2 Data Penentuan LoD dan LoQ**

Konsentrasi Larutan Standar (mg/L)	Absorbansi (y)	y'	y-y'	(y-y') <sup>2</sup>
0	0,000	-0,0286	0,0286	0,000817
5	0,006	0,0124	-0,0064	0,000040
25	0,142	0,1761	-0,0341	0,001161
50	0,378	0,3807	-0,0027	0,000007
70	0,559	0,5444	0,0146	0,000212
Jumlah				0,002237
$S_{y/x}$				0,0237
LoD (mg/L)				8,6673
LoQ (mg/L)				33,3606

Berdasarkan data yang tertera pada Tabel 4.2 nilai LoD yang diperoleh pada pengujian yang telah dilakukan yaitu 9,5341 mg/L. Nilai tersebut menunjukkan konsentrasi terkecil yang mampu dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan terhadap alat spektrofotometri UV-Vis dibandingkan dengan blanko. Nilai LoQ yang diperoleh yaitu 28,8911 mg/L, nilai tersebut merupakan nilai terkecil yang masih memenuhi kriteria secara cermat dan seksama dalam pengujian.

### 4.3 Penentuan Akurasi

Akurasi menunjukkan tingkat kedekatan hasil analisis dengan nilai acuan sebenarnya. Akurasi ditentukan dengan perhitungan nilai *%trueness* pada pengukuran standar sulfat 25 mg/L. Penentuan nilai akurasi dilakukan sebanyak 7 kali pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 420 nm. Data yang diperoleh disajikan pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3 Data Hasil Pengujian Akurasi**

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Akurasi ( <i>%trueness</i> )
1	0,162	23,2811	93,12
2	0,164	23,5255	94,10
3	0,163	23,4033	93,61
4	0,174	24,7471	98,99
5	0,169	24,1363	96,55
6	0,154	22,3039	89,22
7	0,153	22,1817	88,73
Rata-rata Akurasi			93,47

Berdasarkan Tabel 4.3 nilai akurasi dengan menggunakan metode *%trueness* diperoleh nilai sebesar 93,47%. Hasil tersebut termasuk ke dalam syarat keberterimaan hasil berdasarkan SNI 6989.20: 2019, bahwa nilai *%trueness* yang dapat diterima yaitu 80-110%.

#### 4.4 Penentuan Presisi

Presisi merupakan ukuran kedekatan hasil pengujian pada contoh uji yang digunakan secara berurutan dalam waktu yang relatif singkat. Presisi pengujian sulfat secara turbidimetri dilakukan dengan menggunakan larutan standar sulfat dengan konsentrasi 25 mg/L. Pengukuran presisi dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan dalam waktu yang berdekatan.

**Tabel 4.4 Data Hasil Pengujian Presisi**

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
1	0,162	23,2811
2	0,164	23,5255
3	0,163	23,4033
4	0,174	24,7471
5	0,169	24,1363
6	0,154	22,3039
7	0,153	22,1817
Rata-rata		23,3684
Standar Deviasi		0,9188
%RSD		3,93
%CV Horwitz		9,86

Penentuan presisi ditentukan dengan menghitung %RSD. Berdasarkan Tabel 4.4 nilai %RSD yang diperoleh yaitu sebesar 3,93%. Sedangkan nilai %CV Horwitz yang diperoleh yaitu sebesar 9,86. Berdasarkan SNI 6989.20: 2019, syarat keberterimaan presisi yaitu  $\%RSD < \%CV$  Horwitz.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1. Kesimpulan**

Berdasarkan verifikasi metode yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa hasil verifikasi metode penentuan kadar sulfat secara turbidimetri menunjukkan nilai korelasi ( $r$ ) yaitu 0,9953, dengan nilai batas deteksi atau *Limit of Detection* (LoD) sebesar 9,5341 mg/L dan batas kuantifikasi atau *Limit of Quantification* (LoQ) 28,8911 mg/L, nilai akurasi (%*trueness*) 93,47% serta presisi (%RSD) 3,93%. Hal tersebut menunjukkan bahwa verifikasi metode penentuan kadar sulfat secara turbidimetri berdasarkan SNI 6989.20: 2019 dapat digunakan untuk pengujian rutin di Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta.

#### **5.2. Saran**

Saran yang direkomendasikan berdasarkan verifikasi metode yang telah dilakukan yaitu sebaiknya parameter verifikasi metode dilakukan lebih banyak lagi, diantaranya uji ketangguhan dan ketahanan, dan dilakukan pengujian terhadap contoh uji air yang berasal dari gunung api. Selain itu penentuan kurva kalibrasi disarankan menggunakan lebih banyak variasi konsentrasi standar dengan rentang/kelipatan yang kecil serta penentuan batas deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ) dilakukan dengan menguji standar sulfat pada konsentrasi rendah atau mendekati 0 mg/L.



## DAFTAR PUSTAKA

- Achmad, U. F. 2001. *Peran Air dalam Peningkatan Derajat Kesehatan Masyarakat*. Jakarta: Dept Kimpraswil.
- Ansori. 2008. Penentuan Kekeruhan pada Air Reservoir di PDAM Instalasi Pengolahan Air Sungai Metode Turbidimetri. *Jurnal Kimia dan Lingkungan* . 1. 1. 1-48.
- AOAC, I. 1998. *Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements*. USA: AOAC Official Method of Analysis.
- AOAC, I. 2016. *Peer-Verified Methods Program: Manual on Policies and Procedures*. USA: AOAC Official Method of Analysis.
- Aprianti, M. 2008. *Analisis Kandungan Boron, Seng, Mangan, dan Sulfat dalam Air Sungai Mesjid sebagai Air Baku PDAM Dumai*. Pekanbaru: FMIPA-Universitas Riau.
- Arifin, Z., Darmono, Safuan, A., dan Pratama, R. 2006. Validasi Metode Analisis Logam Copper (Cu) dan Plumbum (Pb) dalam Jagung dengan cara Spektrofotometer Serapan Atom. *Prosiding Seminar Nasional Peternakan dan Veteriner*. 5-6 September 2006. Bogor: Fakultas Farmasi Universitas Pancasila Jakarta. 1003-1007.
- Chairns, D. 2008. *Essential of Pharmaceutical Chemistry* (3rd ed.). London: Pharmaceutical Press.
- Christian, G. D. 1994. *Analytical Chemistry* (5th ed.). New York: Jhon Wiley Sins Inc.
- Day, R. A., dan Underwood, A. L. 1993. *Analisa Ilmu Kuantitatif* (4th ed.). Jakarta: Erlangga.
- Effendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air: Bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Kanisius.
- Ermer, J., dan Miller, M. 2005. *Method Validation in Parmaceutical Analysis*. Weinheim: Wiley-Vch Verlag GmbH & cO.
- Erviana, Desti., Budaya, Annisa Widya., Hariani, Silvi., Winda, Arriya dan Sari, Luffiyya Yulia. 2018. Analisis Kualitatif Kandungan Sulfat dalam Air dan Air Danau di Kawasan Jakabaring Sport City Palembang. *Alkimia: Jurnal Ilmu Kimia dan Terapan*. 2. 2. 1-4.
- Eurachem. 2014. *The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topic. Second Edition*. ISBN 978-91-87461-59-0.
- Fitryani, R., Bali, S., dan Itnawita. 2014. Kemampuan Serapan Abu Tulang Kambing terhadap Variasi Konsentrasi Ion Sulfat. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*, 1, 1-4.
- Gandjar, Ibnu Gholib. dan Rohman, Abdul. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gandjar, Ibnu Gholib. dan Rohman, Abdul. 2018. *Spektroskopi Molekuler Untuk Analisis Farmasi*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Golterman, L. H., Clymo, R. S., dan Ohnstad, M. A. 1978. *Method for Physical and Chemistry Analysis of Fresh Water* (2nd ed.). Oxford Edinburg London Melbourne: Blackwell Scientific Publications.
- Guidelines for Validation of Analytical Methods for non-Agricultural Pesticide

- Active Ingredients and Produces.  
<http://www.hse.gov.uk/biocides/copr/pdfs/validation.pdf> diakses pada 5 Juni 2020
- Hadi, Anwar. 2018. *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi ISO/IEC 17925: 2017*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.
- Hadi, Anwar dan Asiah. 2017. *Statistika Pengendalian Mutu Internal Mendukung Penerapan ISO/IEC 17025: 2017*. Bogor: IPB Press
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1.3. 117-135.
- Islam, S., dan Sukardan, M. D. 2016. Permodelan dan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Uji Kekuatan Sobek Kain Metoda Pendulum (Elmendorf). *Arena Tekstil*. 31 .1. 23-34.
- Jonathan, S. 2006. *Metode Penelitian Kuantitatif dan Kualitatif*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Kantasubrata, J. 2008. *Validasi Metode*. Bandung: Pusat Penelitian LIPI
- Kazusaki, M., Ueda, S., Takeuchi, N., dan Oghami, Y. 2012. Validation of Analytical procedures by high-performance liquid chromatography for pharmaceutical analysis. *Chromatography*. 33. 2. 65-73.
- Kementerian Kesehatan Reoublik Indonesia. 2002. *Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 907/Menkes/SK/VII/2002 tentang Syarat-Syarat dan Pengawasan Kualitas Air Minum*. Jakarta: Kemenkes RI
- Khan, S., dan Mark, A.J. 1996. *Laboratory Statistics* (3rd ed.). Missouri: Mosby Year Book.
- Khopkar. 2003. *Dasar-Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Khopkar. 2007. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Kodoatie, R. J., dan Sjarief, R. 2010. *Tata Ruang Air*. Yogyakarta: ANDI.
- Krist, H., dan Rump, H. H. 1992. *Laboratory Manual for The Examination of Water, Waste Water, and Soil* (2nd ed.). Weinheim, Germany: VCH Verslagsgesellschaft mbH.
- Kusnoputranto, H. 1986. *Kesehatan Lingkungan*. Jakarta: Depdikbud, Fakultas Kesehatan Masyarakat, UI.
- Kususumaningtyas, D. I., Sumarno, D., dan Purnama, P. 2016. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran dalam Metode Penentuan Fosfat (P-PO4) secara Spektrofotometri. *Buletin Teknik Litkayasa*. 14. 1. 1-8.
- Mahida, U. N. 1986. *Pencemaran Air dan Pemanfaatan Limbah Industri*. Jakarta: UGM-Press.
- Maryati, S. 2012. Verifikasi dan Evaluasi Penerapan Metode Uji Cemar Arsen dalam Makanan secara Spektrofotometri. *Jurnal Standardisasi*. 14. 3. 22-236.
- Moechtar. 1989. *Farmasi Fisika Bagian Larutan dan Sistem Dispersi*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Mongan, R., Suplati, dan Mangiri, S. 2017. Gambaran Sedimen Urine pada Masyarakat yang Mengonsumsi Air Pegunungan di Kecamatan Kendari Barat Kota Kendari. *Jurnal Teknologi Laboratorium*. 6. 1. 18-24.
- Moore, J.W. 1991. *Inorganic Contaminants of Surface Water*. New York:

- Springer-Verlag.
- Mulhaquddin. 2014. *Validation Method*. Diklat Validasi Metode. Ambon.
- Nazar, M., dan Hasan, M. 2018. *Spektroskopi Molekul*. Banda Aceh: Syiah Kuala University Press.
- Noor, D. 2006. *Geologi Lingkungan*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Pramono, U. 2014. *Estimasi Ketidapastian Pengukuran*. Tangerang: BMD Street Consulting.
- Putri, N. 2010. *Sulfat*. Padang: Universitas Andalas.
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Yogyakarta: Deepublish Publisher.
- Rohman, Abdul. 2014. *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press
- Rukaesih, A. 2004. *Kimia Lingkungan*. Yogyakarta: Andi.
- Sa'adah, E., dan Winata, A. S. 2010. Validasi Metode Pengujian Logam Tembaga pada Produk Air Minum Dalam Kemasan Secara Spektrofotometri Serapan Atom Nyala. *Biopropal Industri* .1. 2. 31-37.
- Santosan, L. W., dan Nugroho, T. 2014. *Karakteristik Akuifer dan Potensi Airtanah Graben Bantul*. Yogyakarta: UGM Press.
- Sari, E. 2008. *Penentuan Kadar Sulfat dalam Air Bersih sevara Spektrofotometri UV-Visibel di Perumahan PT. Inalum Tanjung Gading*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Sawyer, M. C. 1987. *Chemistry for Environmental Engineering* . New York: Mc. Graw Hill.
- Sembiring, T., Dayana, I., dan Rianna, M. 2019. *Alat Penguji Material*. Bogor: Guepedia.
- Siallagan, Frisca Yanti. 2011. Penentuan Kadar Ion Sulfat dengan Metode Turbidimetri. *Jurnal Kimia*. FMIPA. Universitas Sriwijaya.
- Sirait, R. 2009. Pentapan Metode Spektrofotometri Ultraviolet pana Penetapan Kadar Nifedipin dalam Sediaan Obat. *Skripsi*. Universitas Sumatera Utara.
- Skoog, Douglas A., West, Donald M., Holler, F. J., dan Crouch, Stanley R. 2004. *Fundamentals of Analytical Chemistry 8th Edition*. Belmont: Brooks/Cole.
- Sriwana, Terry dan Eka Kadarsetia. 2010. Kimia Air Danau Kawah Gunung Ijen dan Sekitarnya-Jawa Timur, Menjelang Letusan Tahun 1999. *Buletin Vulkanologi dan Bencana Geologi*.5 1.
- Sukaryono, I. D., Hadinoto, S., dan Fasa, L. R. 2017. Verifikasi Metode Pengujian Cemar Logam Pada Air Minum dalam Kemasan (AMDK) dengan Metode AAS-GFA. *Jurnal Kementerian Perindustrian*. 13.1. 8-16.
- Sunardi, dan Prihatin, S. 2010. Validasi dan Estimasi Ketidapastian pada Metode Analisis Aktivasi Neutron Cepat Unsur Cu, Fe, Al, Si dalam cuplikan sedimen. *Prosiding Seminar Nasional AAN*.Serpong: Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan (PTAPB)-BATAN. 85-94.
- Suprianto, dan Lelifajri. 2009. Analisis Logam Berat Pb dan Cd dalam sampel Ikan dan Kerang secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan* .7. 1. 5-8.
- Sutrisno, T. 2004. *Teknologi Penyediaan Air Bersih*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Todd, D. K. 1980. *Groundwater Hydrology*. New York: John Wiley and Sons.

- Utami, A. R. 2017. Verifikasi Metode Pengujian Sulfat dalam Air dan Limbah Sesuai SNI 6989.20: 2009. *Jurnal Teknologi Proses dan Inovasi Industri* 19-25.
- Utami, A. R. 2017. Verifikasi Metode Pengujian Sulfat dalam Air dan Limbah Sesuai SNI 6989.20: 2009. *Jurnal Teknologi Proses Dan Inovasi Industri*. 2. 1. 19-25.
- Walimah, Anik. 2013. Turbidimetri untuk Analisis Ion Sulfat dengan Menggunakan Flow Injection Analysis. *Skripsi*, FMIPA. Jember: Universitas Jember.
- Walpole, R. 1995. *Pengantar Statistika* (3rd ed.). Jakarta: Gramedia.
- Wenclawiak, B., dan Hadjicostas, E. 2010. Validation of Analytical Methods-to be Fit for the Purpose. In Wenclawiak, Bernd W., Koch, M., dan Evsevios, H. (Eds.). *Quality Assurance in Analytical Chemistry* (pp. 215-245). Berlin Heidelberg: Springer.
- Widjajanti. 2004. Penentuan Konsentrasi Misel Kritis Lesitin secara Turbidimetri. *Jurnal Kimia*. 2. 3. 105-115.
- Yeni. 2014. Analisis Kadar Deterjen Anionik Nals dengan Metode Turbidimetri Menggunakan Reagen CPC (Cetylpyridium Chloride). *Jurnal Sains dan Teknologi*. 5. 1. 1-2.
- Yuniarti, B. 2007. Pengukuran Tingkat Kekeruhan Air dengan Turbidimeter berdasarkan Prinsip Hamburan Cahaya. *Skripsi*. Yogyakarta: Universitas Sanata Dharma.



## LAMPIRAN

### Lampiran 1 Pembuatan Larutan Baku Sulfat

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

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

$$V_1 = 100 \text{ mL}$$

Keterangan :

$C_1$  = konsentrasi larutan induk sulfat

$C_2$  = konsentrasi larutan baku sulfat

$V_1$  = volume larutan induk sulfat yang digunakan

$V_2$  = volume larutan baku sulfat total

### Lampiran 2 Pembuatan Larutan Kerja Sulfat

a) Larutan standar sulfat 0 mg/L

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 0 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

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

b) Larutan standar sulfat 5 mg/L

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 5 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

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

c) Larutan standar sulfat 25 mg/L

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 25 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 25 \text{ mL}$$

d) Larutan standar sulfat 50 mg/L

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 50 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 50 \text{ mL}$$

e) Larutan standar sulfat 70 mg/L

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 70 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 70 \text{ mL}$$

### Lampiran 3 Penentuan LoD dan LoQ

C standar (x)	Abs (y)	y'	y-y'	(y-y') <sup>2</sup>
0	0	-0,0286	0,0286	0,0008
5	0,006	0,0124	-0,0064	0,0000
25	0,142	0,1761	-0,0341	0,0012
50	0,378	0,3807	-0,0027	0,0000
70	0,559	0,5444	0,0146	0,0002
Jumlah				0,0022

Penentuan y'

$$y = 0,0082x - 0,0286$$

a) 0 mg/L

$$\begin{aligned} y &= 0,0082x - 0,0286 \\ &= 0,0082 (0 \text{ mg/L}) - 0,0286 \\ &= -0,0286 \end{aligned}$$

b) 5 mg/L

$$\begin{aligned} y &= 0,0082x - 0,0286 \\ &= 0,0082 (5 \text{ mg/L}) - 0,0286 \\ &= 0,0124 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

c) 25 mg/L

$$\begin{aligned} y &= 0,0082x - 0,0286 \\ &= 0,0082 (25 \text{ mg/L}) - 0,0286 \\ &= 0,1761 \end{aligned}$$

d) 50 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0082x - 0,0286 \\ &= 0,0082 (50 \text{ mg/L}) - 0,0286 \\ &= 0,3807\end{aligned}$$

e) 70 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0082x - 0,0286 \\ &= 0,0082 (70 \text{ mg/L}) - 0,0286 \\ &= 0,5444\end{aligned}$$

Penentuan standar deviasi (SD)

$$\begin{aligned}S_{y/x} &= \sqrt{\frac{(y-y')^2}{n-2}} \\ &= \sqrt{\frac{0,0022}{5-2}} \\ &= 0,0273\end{aligned}$$

Penentuan LOD

$$\begin{aligned}\text{LOD} &= \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{slope}} \\ &= \frac{3 \times 0,0273}{0,0082} \\ &= 9,5341\end{aligned}$$

Penentuan LOQ

$$\begin{aligned}\text{LOQ} &= \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{slope}} \\ &= \frac{10 \times 0,0273}{0,0082} \\ &= 33,3606\end{aligned}$$

#### Lampiran 4 Penentuan Akurasi

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	(Akurasi %Trueness)
1	0,162	23,2811	93,12
2	0,164	23,5255	94,10
3	0,163	23,4033	93,61
4	0,174	24,7471	98,99
5	0,169	24,1363	96,55
6	0,154	22,3039	89,22
7	0,153	22,1817	88,73

$$\text{Konsentrasi standar (mg/L)} = \frac{y-b}{a}$$

a) Konsentrasi pengulangan 1

$$C = \frac{0,162+0,0286}{0,0082} = 23,2811 \text{ mg/L}$$

b) Konsentrasi pengulangan 2

$$C = \frac{0,164+0,0286}{0,0082} = 23,5255 \text{ mg/L}$$

c) Konsentrasi pengulangan 3

$$C = \frac{0,163+0,0286}{0,0082} = 23,4033 \text{ mg/L}$$

d) Konsentrasi pengulangan 4

$$C = \frac{0,174+0,0286}{0,0082} = 24,7471 \text{ mg/L}$$

e) Konsentrasi pengulangan 5

$$C = \frac{0,169+0,0286}{0,0082} = 24,5255 \text{ mg/L}$$

f) Konsentrasi pengulangan 6

$$C = \frac{0,154+0,0286}{0,0082} = 22,3039 \text{ mg/L}$$

g) Konsentrasi pengulangan 7

$$C = \frac{0,153+0,0286}{0,0082} = 22,1817 \text{ mg/L}$$



$$\text{Akurasi (\%Trueness)} = \frac{\text{nilai hasil pengukuran}}{\text{nilai sebenarnya}} \times 100$$

a) Pengulangan 1

$$\begin{aligned}\%Trueness &= \frac{23,28211 \text{ mg/L}}{25 \text{ mg/L}} \times 100 \\ &= 93,12\%\end{aligned}$$

b) Pengulangan 2

$$\begin{aligned}\%Trueness &= \frac{23,5255 \text{ mg/L}}{25 \text{ mg/L}} \times 100 \\ &= 94,10\%\end{aligned}$$

c) Pengulangan 3

$$\begin{aligned}\%Trueness &= \frac{23,4033 \text{ mg/L}}{25 \text{ mg/L}} \times 100 \\ &= 93,61\%\end{aligned}$$

d) Pengulangan 4

$$\begin{aligned}\%Trueness &= \frac{24,7471 \text{ mg/L}}{25 \text{ mg/L}} \times 100 \\ &= 98,99\%\end{aligned}$$

e) Pengulangan 5

$$\begin{aligned}\%Trueness &= \frac{24,1363 \text{ mg/L}}{25 \text{ mg/L}} \times 100 \\ &= 96,55\%\end{aligned}$$

f) Pengulangan 6

$$\begin{aligned}\%Trueness &= \frac{22,3039 \text{ mg/L}}{25 \text{ mg/L}} \times 100 \\ &= 89,22\%\end{aligned}$$

g) Pengulangan 7

$$\begin{aligned}\%Trueness &= \frac{22,1817 \text{ mg/L}}{25 \text{ mg/L}} \times 100 \\ &= 88,73\%\end{aligned}$$

### Lampiran 5 Penentuan Presisi

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
1	0,162	23,2811
2	0,164	23,5255
3	0,163	23,4033
4	0,174	24,7471
5	0,169	24,1363
6	0,154	22,3039
7	0,153	22,1817

$x_i$	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
23,2811	-0,0873	0,0076
23,5255	0,1571	0,0247
23,4033	0,0349	0,0012
24,7471	1,3787	1,9007
24,1363	0,7679	0,5896
22,3039	-1,0645	1,1333
22,1817	-1,1867	1,4083
$\bar{x}_i = 23,3684$		$\sum(x_i - \bar{x})^2 = 5,0654$

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

$$= \sqrt{\frac{5,0654}{7-1}}$$

$$= 0,9188$$

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

$$= \frac{0,9188}{23,3684} \times 100$$

$$= 3,93 \%$$

$$\begin{aligned}\text{CV Horwitz} &= 2^{1-0,5 \log C} \\ &= 2^{1-0,5 \log 25 \times 10^{-6}} \\ &= 9,86\end{aligned}$$

