

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE UJI MANGAN (Mn) DALAM TANAH
SECARA *TOXICITY CHARACTERISTIC LEACHING
PROCEDURE* (TCLP) MENGGUNAKAN ICP-OES
DI PT KARSA BUANA LESTARI JAKARTA**

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



Disusun oleh:

**Alifa Nur Sabrina
NIM: 17231077**

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

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE UJI MANGAN (Mn) DALAM TANAH
SECARA *TOXICITY CHARACTERISTIC LEACHING
PROCEDURE* (TCLP) MENGGUNAKAN ICP-OES
DI PT KARSA BUANA LESTARI JAKARTA**

**VALIDATION METHOD OF MANGANESE (Mn) IN SOIL
TOXICITY CHARACTERISTIC LEACHING PROCEDURE
(TCLP) ANALYSIS USING ICP-OES ANALYSIS
AT PT KARSA BUANA LESTARI JAKARTA**



Disusun oleh:

Alifa Nur Sabrina

NIM: 17231077

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

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE UJI MANGAN (Mn) DALAM TANAH
SECARA *TOXICITY CHARACTERISTIC LEACHING
PROCEDURE (TCLP)* MENGGUNAKAN ICP-OES
DI PT KARSA BUANA LESTARI JAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Alifa Nur Sabrina
NIM: 17231077

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan
Program Studi DIII Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
pada tanggal 30 Juni 2020

Menyetujui,

Ketua Program Studi

Pembimbing



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



Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M.Sc.
NIK. 132311103

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE UJI MANGAN (Mn) DALAM TANAH
SECARA *TOXICITY CHARACTERISTIC LEACHING
PROCEDURE* (TCLP) MENGGUNAKAN ICP-OES
DI PT KARSA BUANA LESTARI JAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Alifa Nur Sabrina

NIM: 17231077

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 30 Juni 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/ Penguji


Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M.Sc.

NIK. 132311103

Penguji I


Thorikul Huda, S.Si., M.Sc

NIK. 052316003

Penguji II


Febi Indah Fajarwati, M.Sc

NIK. 156121311

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia




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

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Praktik Kerja Lapangan ini tidak pernah terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Science 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. Saya memperbolehkan sebagian pengutipan karya ini sebagai materi praktikum setelah penerbitan karya ini.

Yogyakarta, Agustus 2020
Penyusun,



Alifa Nur Sabrina

MOTTO

“Tidak ada balasan kebaikan selain kebaikan (pula).”
(Ar-Rahman [55] : 60)



HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirohmanirrahim

Alhamdulillah saya ucapkan puji syukur atas nikmat yang diberikan Allah SWT yang senantiasa memberikan rahmat hidayah dan inayah-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan laporan tugas akhir ini.

Saya ucapkan banyak terima kasih yang akan saya persembahkan kepada: Orang tua beserta keluarga tercinta yang senantiasa mendukung, mendo'akan saya selalu sehingga saya bisa berada dititik ini.

Dosen dan Staff D III Analisis Kimia serta Almamater UII yang saya sayangi dan saya banggakan. Terima kasih atas ilmu dan pengalaman yang telah bapak ibu dosen berikan selama ini.

Teman-teman Analisis Kimia angkatan 2017. Terima kasih selalu membantu saya saat kesusahan, saat tidak mengerti selama proses pembelajaran, senang susah sudah kita lalui selama tiga tahun terakhir ini.

Seluruh staff, analis dan anak sampling laboratorium P Karsa Buana Lestari.

Terima kasih Opung, Pak Guruh, Mba Widy, Kak Berlin, Kak Widy, Kak Ridwan, Mba Santi, Kak Virda, Mba Afny, Mba Bella, Mba Nana, Mba Rizka, Mba Mira, Mba Refa, Mba Sarah, Kak Ragil yang telah memberikan kesempatan memimba ilmu selama PKL berlangsung.

Teman-teman PKL saya si Deka, Oca, Dinda, Mirna, Syafa, Mita, Vira, Angga, Kak Hani, Kak Ica dan Kak Dannyel yang menemani selama proses PKL berlangsung.

Teman-teman angkatan VI sivalda yang saya cintai sekali terima kasih kepada kalian selalu.

Untuk Roida Syarafina yang menemani saya selama PKL menjadi teman curhat yang setia dan pendengar yang baik, pokoknya terima kasih sebanyak-banyaknya neng serta untuk Muhammad Adi Bahrudin terimakasih dan maaf selalu merepotkan anda.

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim

Assalamualaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, berkat pertolongan dan rahmat Allah SWT penulis dapat menyelesaikan Laporan Praktik Kerja Lapangan yang menguraikan tentang “Verifikasi metode uji mangan (Mn) dalam tanah secara *Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)* menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)* di PT Karsa Buana Lestari”. Shalawat dan salam senantiasa tercurah kepada Nabi agung Muhammad SAW dan para sahabatnya yang senantiasa istiqomah menjalankan agama-Nya.

Laporan Praktik Kerja Lapangan disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan program pendidikan derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) pada Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia (UII) Yogyakarta. Dalam penyusunan laporan ini banyak hambatan serta rintangan yang penulis hadapi, namun pada akhirnya penulis dapat melaluinya berkat adanya bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak baik secara moral maupun spiritual. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Ibu Kuntari, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Akademik.
4. Ibu Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan yang banyak memberi nasihat, bimbingan dan saran.
5. Dosen-dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII atas semua bantuan dan ilmu yang telah diberikan.

6. Bapak Guruh Nurcahyono, S.Hut selaku HRD Manager PT Karsa Buana Lestari yang telah memberi izin kepada penulis untuk melaksanakan Praktik Kerja Lapangan di perusahaan tersebut.
7. Bapak Kurniyawan selaku pembimbing lapangan di PT Karsa Buana Lestari yang memiliki andil besar dalam proses penelitian dan penyelesaian tugas akhir ini.
8. Seluruh analis dan karyawan laboratorium PT Karsa Buana Lestari yang telah membantu penulis dengan memberikan wawasan, arahan, dan nasihat selama melaksanakan Praktik Kerja Lapangan.
9. Kedua orang tua, saudara, teman-teman dan semua pihak yang telah memberikan dukungan baik moral maupun spiritual serta telah membantu dalam proses pelaksanaan dan penyusunan laporan Praktik Kerja Lapangan yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

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

Walaikumusalam Warahmatullahi Wabarakatuh

Yogyakarta, 05 Agustus 2020



Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
INTISARI	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	3
BAB II DASAR TEORI	4
2.1 Profil PT Karsa Buana Lestari	4
2.1.1 Sejarah singkat PT Karsa Buana Lestari	4
2.1.2 Visi dan misi PT Karsa Buana Lestari	5
2.1.3 Struktur organisasi PT Karsa Buana Lestari	5
2.1.4 Sumber Daya Manusia PT Karsa Buana Lestari	5
2.1.5 Sarana Laboratorium PT Karsa Buana Lestari	6
2.2 Tanah	6
2.3 Logam Mangan (Mn)	7
2.4 <i>Toxicity Characteristic Leaching Procedure</i> (TCLP).....	8
2.5 Instrumen ICP-OES	9
2.6 Validasi Metode Uji	11
2.6.1 Linearitas	12

2.6.2 Akurasi	12
2.6.3 Presisi	13
2.6.4 Limit Deteksi	14
2.6.5 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran.....	15
BAB III METODE PENELITIAN	18
3.1 Alat	18
3.2 Bahan	18
3.3 Prosedur Kerja	18
3.3.1 Pembuatan Larutan Ekstraksi I	18
3.3.2 Pembuatan Larutan Ekstraksi II	18
3.3.3 Pembuatan Larutan Pengencer HNO ₃ 5%	18
3.3.4 Penentuan pH Sampel	19
3.3.5 Preparasi Sampel	19
3.3.6 Pembuatan Larutan Kerja Multielemen	19
3.3.7 Penentuan Linearitas	19
3.3.8 Penentuan IDL	19
3.3.9 Penentuan MDL dan LoQ	20
3.3.10 Penentuan Akurasi	20
3.3.11 Penentuan Presisi	20
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1 Validasi Metode Uji	21
4.2 Linearitas	21
4.3 Akurasi	23
4.4 Presisi	24
4.5 Limit Deteksi	25
4.6 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran.....	26
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	30
5.1 Kesimpulan	30
5.2 Saran	30
DAFTAR PUSTAKA	30

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Pengukuran Intensitas Standar Mangan (Mn)	22
Tabel 4.2 Hasil Uji Akurasi	23
Tabel 4.3 Hasil Uji Presisi Repeatabilitas	24
Tabel 4.4 Nilai Keberterimaan %RSD	25
Tabel 4.5 Hasil Uji Presisi Reprodubilitas	25
Tabel 4.6 Hasil Uji Limit Deteksi	26
Tabel 4.7 Penyumbang Ketidakpastian	28
Tabel 4.8 Persentase Kontribusi Ketidakpastian Kadar Mangan (Mn).....	29



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema Instrumen ICP-OES	10
Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Mangan (Mn)	22
Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan Penentuan Mangan (Mn)	27



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Struktur Organisasi PT Karsa Buana Lestari	34
Lampiran 2 Verifikasi Metode Uji Mangan (Mn)	35
Lampiran 3 Estimasi Ketidakpastian Kadar Mangan (Mn)	49



**VALIDASI METODE UJI MANGAN (Mn) DALAM TANAH
SECARA *TOXICITY CHARACTERISTIC LEACHING
PROCEDURE (TCLP)* MENGGUNAKAN ICP-OES DI PT
KARSA BUANA LESTARI JAKARTA**

Alifa Nur Sabrina
NIM:17231077

Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta
Email : alifanursabrina8@gmail.com

INTISARI

Telah dilakukan validasi metode uji mangan (Mn) dalam tanah secara *Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)* menggunakan ICP-OES di PT Karasa Buana Lestari Jakarta. Tujuan dilakukan penelitian ini adalah untuk mengetahui metode penentuan kadar mangan (Mn) dalam tanah secara *Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)* menggunakan ICP-OES memenuhi kriteria validasi metode analisis yaitu linearitas, akurasi, presisi dan limit deteksi. Validasi metode uji merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu. Penentuan uji mangan (Mn) dalam tanah secara *Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)* menggunakan ICP-OES mengacu pada acuan normatif USEPA 1311 dan APHA 3120B. Berdasarkan hasil penelitian diperoleh nilai linearitas sebesar 0,9998. Nilai akurasi (%*trueness*) pada sampel *high range* sebesar 105,83% dan pada sampel *low range* sebesar 108,71%. Nilai presisi untuk repeatabilitas (%RSD) pada sampel *high range* sebesar 0,1649% dan pada sampel *low range* sebesar 1,2059% sedangkan untuk reproduibilitas (*Zscore*) pada sampel *high range* sebesar 1,6533 dan pada sampel *low range* sebesar -1,5049. Nilai IDL sebesar 0,0381 mg/kg. Nilai MDL sebesar 0,1805 mg/L. Nilai LoQ sebesar 0,5744 mg/L. Nilai estimasi ketidakpastian pengukuran sebesar $28,73 \pm 0,1361$ mg/kg. Berdasarkan hasil tersebut maka metode ini telah memenuhi standar validasi dan dinyatakan valid.

Kata kunci: tanah, logam mangan (Mn), TCLP, ICP-OES, validasi

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tanah merupakan campuran yang berasal dari beragam komponen mineral, bahan organik, air dan udara. Komponen mineral dalam tanah mineral membentuk kerangka dasar dan komponen organik menjadi pengisi yang berupa mineral primer, mineral sekunder, batuan induk dan zat amorf. Komponen organik dalam tanah organik membentuk kerangka dasar dan komponen organik menjadi pengisi yang berupa akar tumbuhan, fauna dan flora, sisa tumbuhan utuh serta lapuk. Air dan udara terletak pada pori massa tanah (Notohadiprawiro, 1998). Tanaman dan tanah keduanya memiliki hubungan yang sangat penting. Tanaman menyerap air, unsur hara dan lainnya dari tanah. Unsur hara yang diserap oleh tanaman berupa unsur hara makro dan unsur hara mikro. Unsur hara makro diserap oleh tanaman dalam jumlah banyak sedangkan unsur hara mikro diserap oleh tanaman dalam jumlah sedikit. Mangan (Mn) termasuk unsur hara mikro. Jumlah unsur hara mikro diperlukan sangat sedikit tetapi peranannya dalam metabolisme tanaman sangat besar (Seran, 2017).

Mangan (Mn) merupakan metal berwarna kelabu-kemerahan apabila di lingkungan. Mangan (Mn) biasanya ditemui dalam bentuk senyawa dengan berbagai macam valensi. Kadar Mangan (Mn) dalam tanah sekitar 61–1010 ppm (Sudadi, 2003). Kelarutan Mangan (Mn) dipengaruhi oleh faktor salah satunya oleh pH (Lindsay, 1979). Apabila pH tanah mineral rendah maka sejumlah logam Al, logam Fe dan logam Mn menjadi larut sehingga akan menjadi racun bagi tanaman. Mangan (Mn) memiliki peranan penting dalam proses metabolisme tanaman khususnya untuk membantu kerja enzim (Soepardi, 1983).

Penentuan kadar logam selama ini banyak dilakukan menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS), tetapi metode ini tidak bisa digunakan untuk menganalisis logam berat secara bersamaan. Perkembangan spektroskopi emisi atom menemukan teknik analisis kimia dengan sumber eksitasi baru yaitu menggunakan *Inductively Coupled Plasma* (ICP) (Pirdaus dkk, 2018). *Inductively*

Coupled Plasma (ICP) pada umumnya digunakan untuk pengujian logam berat dalam sampel lingkungan (Kristianingrum, 2009).

Salah satu logam berat yang dapat dianalisis menggunakan instrumen *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrophotometer* (ICP-OES) yaitu logam mangan (Mn). Analisa logam mangan (Mn) menggunakan instrumen *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrophotometer* (ICP-OES) dapat dilakukan menggunakan metode *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP). Uji *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP) diresmikan dalam bentuk PP No. 85 tahun 1999 dengan mengekstraksi sampel yang telah dilarutkan dengan larutan ekstrak. Proses ekstraksi dilakukan dengan menggunakan alat *rotaty agitator*, kemudian larutan hasil ekstaksi disaring dan filtratnya dianalisis menggunakan instrumen *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrophotometer* (ICP-OES).

Analisis logam mangan (Mn) dalam tanah secara *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP) menggunakan ICP-OES mengacu pada US EPA 1311 dan APHA 3120B. Metode US EPA (*United States Environmental Protection Agency*) 1311 dan APHA (*American Public Health Association*) 3120B merupakan metode baku internasional yang dijadikan sebagai acuan dalam pengujian di bidang lingkungan. Penggunaan metode tersebut perlu divalidasi untuk membuktikan bahwa metode yang digunakan sesuai dengan kriteria keberterimaan. Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Parameter validasi yang ditetapkan pada pengujian logam mangan dalam tanah secara *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP) menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) yaitu linearitas, akurasi (%*trueness*), presisi dan limit deteksi.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian tersebut, rumusan masalah yang dapat dijabarkan yaitu:

1. Berapa hasil dari validasi metode pengujian logam mangan menggunakan metode TCLP dengan instrumen ICP-OES dari parameter linearitas, akurasi (*%trueness*), presisi dan limit deteksi ?
2. Bagaimana hasil analisis dan kesesuaiannya dengan baku mutu logam mangan menggunakan metode TCLP dengan instrumen ICP-OES ?

1.3 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai melalui Praktik Kerja Lapangan ini yaitu :

1. Mengetahui hasil dari validasi metode pengujian logam mangan menggunakan metode TCLP dengan instrumen ICP-OES dari parameter linearitas, akurasi (*%trueness*), presisi, dan limit deteksi.
2. Mengetahui hasil analisis dan kesesuaiannya dengan baku mutu logam mangan menggunakan metode TCLP dengan instrumen ICP-OES.

1.4 Manfaat

Manfaat yang didapatkan dari verifikasi metode pengujian logam mangan menggunakan metode TCLP dengan instrumen ICP-OES yaitu:

1. Bagi mahasiswa (peneliti)
Peneliti mendapatkan ilmu dan wawasan mengenai verifikasi metode uji dan mengetahui prosedur verifikasi metode uji dengan tepat.
2. Bagi instansi
Sebagai bahan evaluasi dalam melakukan verifikasi metode uji.

BAB II

DASAR TEORI

2.1 Profil PT Karsa Buana Lestari

2.1.1 Sejarah Singkat PT Karsa Buana Lestari

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 dengan 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 Kav III/8 RT/RW 001/006, Kelurahan Bintaro, Kecamatan Pesanggrahan, Jakarta Selatan 12330.

PT Karsa Buana Lestari ini telah berpengalaman dalam menangani masalah lingkungan diantaranya ialah Analisis Mengenai Dampak Lingkungan (AMDAL), Upaya Pemantauan Lingkungan Hidup (UPL), Upaya Pengelolaan Lingkungan Hidup (UKL), pendidikan lingkungan, 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 telah mendapatkan akreditasi dari Komite Akreditasi Nasional (KAN) No.LP-372-IDN tanggal 5 Oktober 2007. Selain laboratorium lingkungan, PT Karsa Buana Lestari telah mendapat rekomendasi dari Pesarpedal KLH No.B-276/PS.VII/LH/10/2007 sebagai Laboratorium Lingkungan.

2.1.2 Visi dan Misi PT Karsa Buana Lestari

PT Karsa Buana Lestari memiliki visi dan mengemban misi 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.

2.1.3 Struktur Organisasi PT Karsa Buana Lestari

PT Karsa Buana Lestari adalah sebuah perusahaan swasta hasil penanaman modal tunggal yaitu Bapak Ir. Zaherunaja, M.Si untuk mempermudah seluruh kegiatan yang berlangsung di Perusahaan dipimpin oleh Dewan Komisaris yang membawahi langsung seluruh bagian. Struktur organisasi secara keseluruhan dapat dilihat pada lampiran I.

2.1.4 Sumber Daya Manusia PT Karsa Buana Lestari

PT Karsa Buana Lestari merupakan perusahaan yang bergerak dibidang jasa konsultasi multidisiplin dan laboratorium lingkungan yang telah berpengalaman dengan didukung oleh sumber daya manusia yang profesional dan berpengalaman dibidangnya. Sejak didirikan hingga saat ini, PT Karsa Buana Lestari telah mendapat kepercayaan dari berbagai pihak (*customer*) baik instansi pemerintah maupun swasta (nasional dan internasional). Setiap layanan jasa yang

dipercayakan, senantiasa dilaksanakan dengan baik dan penuh tanggungjawab sesuai prinsip tata kelola perusahaan yang baik (*good corporate governance*), sehingga produk jasa yang dihasilkan dapat memuaskan pelanggan.

2.1.5 Sarana Laboratorium PT Karsa Buana Lestari

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 air, kekeruhan air, warna, sulfat, fenol, krom, 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 Emmiton Spectroscopy*), serta neraca ohaus dan neraca santorius.

2.2 Tanah

Tanah dalam bahasa *yunani* yaitu *pedon* dan dalam bahasa latin yaitu *solum*, merupakan bagian dari kerak bumi yang tersusun atas mineral dan bahan organik. Peranan tanah dalam kehidupan di bumi sangat penting karenan tanah memberi kehidupan untuk tanaman dengan menyediakan air dan unsur hara sebagai penopang akar. Tanah berdasarkan asal-usulnya merupakan hasil *transformation*

dan *translocation* dari zat mineral dan bahan organik yang berlangsung pada permukaan daratan dalam pengaruh faktor lingkungan yang bekerja dalam waktu yang sangat panjang. Proses pembentukan tanah ini biasa disebut dengan pedogenesis (Notohadiprawito, 1998).

Komponen tanah mengandung air, udara, mineral dan bahan organik. Keempat komponen tersebut sangat berpengaruh pada sifat tanah dan produktivitas tanah, di dalamnya tercampur pola yang rumit pada bagian volumetrik tertentu. Tanah tidak seluruhnya terdiri dari bahan padat, namun sekitar setengah volume tanah merupakan bahan padatan yang terdiri dari mineral dan bahan organik sedangkan setengahnya lagi berisi air dan udara.

Tanah yang subur akan terus menerus menyediakan unsur hara terlarut dalam bagian dan jumlah yang relatif sesuai untuk pertumbuhan. Unsur hara tersebut terdiri dari unsur hara metalik dan unsur hara non metalik. Unsur hara metalik terdiri dari Mn, K, Ca, Fe dan Cu sedangkan unsur hara nonmetalik terdiri dari S, P, N dan B. Tanaman mengambil unsur hara dari dalam tanah dan sebagian besar unsur hara dijadikan ribuan senyawa organik yang membentuk jaringan tanaman (Utomo, 2016).

2.3 Logam Mangan (Mn)

Logam berat (*heavy metals*) merupakan sekelompok elemen logam yang tergolong berbahaya apabila masuk ke tubuh makhluk hidup (Nugroho, 2006). Tanah yang mengandung logam berat yang berlebih dapat mengakibatkan pencemaran. Logam berat yang dapat menimbulkan pencemaran pada lingkungan diantaranya yaitu mangan (Mn) (Saeni, 2002).

Mangan (Mn) merupakan metal abu-abu keperakan. Mangan (Mn) unsur logam yang menyerupai unsur logam besi (Fe). Sangat rapuh dan sulit untuk dipadukan tetapi mudah teroksidasi. Umumnya bersifat paramagnetik. Mangan (Mn) ditemukan di alam sebagai unsur bebas. Pada tabel periodik berada pada golongan 7 dengan nomor atom 25. Titik lebur berada pada suhu 1519 K atau 1246°C. Titik didihnya pada suhu 2334 K atau 2061°C (Holleman, 1985).

Mangan pada umumnya berasal dari batuan primer. Mangan yang berasal dari batuan primer kemudian dibebaskan melalui proses pelapukan mineral primer dan akan bergabung dengan O_2 , CO_2 dan SiO_2 untuk membentuk mineral sekunder. Mineral sekunder tersebut yaitu pirolusit (MnO_2), manganit ($MnO(OH)_2$), hausmanit (Mn_3O_4), rhodokrosit ($MnCO_3$) dan rhodonit ($MnSiO_3$) (Mangel dan Kirkby, 1982). Keberadaan mangan di bumi kandungannya sekitar 1060 ppm dan apabila di tanah sekitar 61-1010 ppm (Sudadi, 2003). Mangan di dalam tanah biasanya sekitar 20-3000 ppm, dengan rata-rata sekitar 600 ppm. Tanah yang kekurangan mangan memiliki konsentrasi dibawah 20 ppm dan apabila keracunan konsentrasi mangan sampai lebih dari 3000 ppm (Lindsay, 1979). Tanah yang bersifat asam mengandung mangan mencapai tingkat toksik dibawah pH 6,5. Tanah asam yang melepas mangan umumnya akan dideposit oleh lapisan tanah basa (Suhariyono dkk, 2005).

2.4 Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)

Toxicity Characteristic Leaching Prosedur (TCLP) merupakan metode analisis yang dirancang untuk menentukan mobilitas analit organik maupun nonorganik dalam sampel. Metode *Toxicity Characteristic Leaching Prosedur* (TCLP) mengacu pada acuan normatif USEPA 1311. Metode ini diresmikan dalam bentuk PP No.85 tahun 1999 dengan kriteria penentuan limbah untuk digolongkan sebagai limbah bahan berbahaya dan beracun (B3). Prinsip dari metode *Toxicity Characteristic Leaching Prosedur* (TCLP) yaitu mengelarutkan kandungan logam dalam tanah kemudian dilakukan proses ekstraksi. Preparasi sampel dengan metode *Toxicity Characteristic Leaching Prosedur* (TCLP) dilakukan dengan menentukan persen padatan sampel dan penentuan pH sampel.

Sampel yang dapat dianalisis menggunakan metode *Toxicity Characteristic Leaching Prosedur* (TCLP) berupa sampel padatan dan sampel multifasa. Sampel multifasa yaitu sampel yang berupa padatan dan cairan. Preparasi sampel dengan penentuan persen padatan dilakukan pada sampel berbentuk multifasa sedangkan sampel padatan tidak perlu dilakukan penentuan persen padatan. Persen padatan sampel dilakukan untuk mengetahui jumlah larutan ekstrak yang ditambahkan pada

sampel untuk proses ekstraksi. Penentuan pH sampel dilakukan untuk mengetahui larutan ekstrak 1 atau larutan ekstrak 2 yang digunakan pada saat proses ekstraksi.

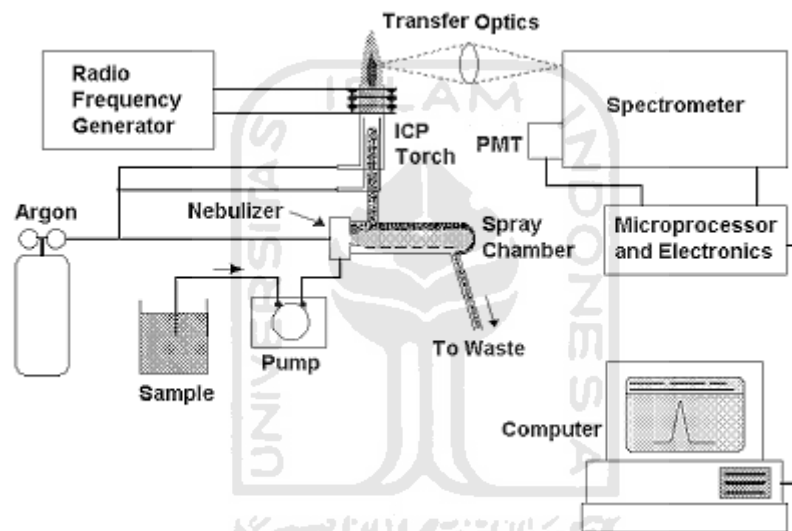
Proses ekstraksi dilakukan menggunakan alat *rotary agitator* dengan memutar sampel dalam wadah. Proses ekstraksi dilakukan dalam waktu 18 jam dengan kecepatan 30 ± 2 rpm. Proses ekstraksi yang memakan waktu lama ini diharapkan supaya partikel didalam sampel dapat larut dan bercampur dengan larutan ekstraksi. Larutan ekstraksi yang dinyatakan dalam acuan normatif USEPA 1311 yaitu larutan asam asetat glasial (Dani, 2012).

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

Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrophotometer (ICP-OES) merupakan instrumen canggih yang digunakan untuk menganalisa logam dalam berbagai matriks yang berbeda. Prinsip utama dari ICP-OES yaitu elemen mengalami proses atomisasi sehingga dapat memancarkan cahaya pada panjang gelombang tertentu. Bahan yang diakan dianalisis berbentuk larutan yang sudah dihomogenkan (Yodha dan Masriyanti, 2011). Instrumen ICP dapat menganalisis hampir seluruh unsur logam, kecuali argon karena sulit untuk membentuk ion, sebab itu Argon digunakan untuk gas pembawa (Noor, 2014).

Ada dua jenis instrumen *Inductively Coupled Plasma (ICP)* yaitu *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrophotometer (ICP-OES)* atau *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrophotometer (ICP-AES)* dan *Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrophotometer (ICP-MS)* (Yodha dan Masriyanti, 2011). Perbedaan dari kedua ICP tersebut terletak pada pembacaan ukuran satuan yang diperoleh. *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrophotometer (ICP-OES)* atau *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrophotometer (ICP-AES)* digunakan untuk analisis unsur secara bersamaan pada tingkat serendah 1-10 *part per billion* atau ppb sedangkan pada *Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrophotometer (ICP-MS)* digunakan untuk analisis unsur secara bersamaan pada tingkat satuan *part per trilioun* atau ppt (Kristianingrum, 2009).

Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrophotometer (ICP-OES) memiliki kemampuan mengidentifikasi dan mengukur semua elemen secara bersamaan dalam waktu singkat dan hanya membutuhkan ± 5 mL larutan sampel. Instrumen ini cocok untuk mengukur semua jenis konsentrasi elemen dari *ultratrace* sampai pada tingkat komponen utama (Hou dan Jones, 2000). Secara teori semua unsur kecuali argon dapat dianalisis menggunakan instrumen ICP-OES, tetapi ada beberapa unsur tidak stabil memerlukan fasilitas khusus untuk menanganinya (Ghosh dkk, 2013).



Gambar 2.1 Skema Instrumen ICP-OES (Yodha, 2011)

Prinsip kerja ICP-OES dapat dilihat pada gambar 2.1 yang didasarkan pada emisi spontan foton dari atom dan ion yang telah tereksitasi. Sampel cair dan gas dapat langsung dianalisis ke instrumen, sedangkan sampel padat memerlukan ekstraksi atau digesti asam sehingga analit akan didapatkan dalam bentuk larutan. Sampel dimasukkan melalui pipa kapiler dengan bantuan pompa. Sampel masuk ke dalam *nebulizer* untuk mengubah larutan sampel menjadi aerosol dan diarahkan ke saluran pusat plasma. Pada bagian inti ICP suhunya bisa mencapai sekitar 10.000 K sehingga aerosol cepat diuapkan. Kemudian masuk ke dalam *Spray Chamber*. *Spray Chamber* berfungsi untuk menghilangkan tetesan dari aerosol, di dalam *spray chamber* partikel-partikel terpisah. Pelarut akan masuk ke dalam *drain* dan analit

menuju *torch* dengan bantuan gas argon. *Torch* terdapat tabung untuk aliran argon dan tabung injeksi aerosol. Atom akan tereksitasi dari *ground state* menuju *excited state*. Kemudian kembali ke *ground state* dengan memancarkan sinar radiasi berupa energi cahaya. Cahaya kemudian masuk menuju detektor dan cahaya dipisahkan oleh prisma berdasarkan perbedaan panjang gelombang, kemudian masing-masing cahaya menjadi sinyal listrik dan masuk ke *recorder* kemudian dibaca sebagai intensitas.

Instrumen ICP-OES memiliki kelebihan dan kekurangan. Kelebihan dari instrumen ICP-OES yaitu instrumen ICP-OES memiliki suhu atomisasi yang tinggi yaitu 7000-8000 K, derajat ionisasi yang besar untuk banyak unsur, kemampuan untuk menganalisa unsur secara bersama, emisi background rendah dan gangguan yang rendah, memiliki stabilitas yang tinggi yang membuat akurasi dan presisi yang diperoleh sangat baik (Hou dan Bradley, 2000). Kekurangan instrumen ICP-OES yaitu instrumen ini tidak menggunakan elektroda sehingga tidak dapat mendeteksi pengotor yang berasal dari bahan elektroda (Octarianita, 2017).

2.6 Validasi Metode Uji

Laboatorium yang melakukan pengujian parameter uji dan memiliki persyaratan dalam standar uji, maka laboratorium tersebut harus mempunyai standar mutu yang berkualitas dan personil yang handal. Dalam sistem manajemen mutu yang terdapat dalam SNI ISO/IEC 17025:2008 tentang persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi, menyatakan bahwa laboratorium diharuskan melakukan validasi metode. Proses validasi terhadap laboratorium wajib dilakukan terhadap metode uji yang dikembangkan oleh laboratorium, metode uji yang tidak baku, metode uji yang dimodifikasi, metode baku yang digunakan diluar lingkup yang dimaksud, dan metode uji yang perlu mengkonfirmasi apakah metode uji yang digunakan sesuai (Sukaryono, 2017).

Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004). Nilai parameter suatu parameter validasi dapat memberikan informasi yang

berguna mengenai akurasi, presisi, linearitas dan karakteristik lainnya dari kinerja suatu metode yang sehari-hari digunakan pada sampel yang tidak diketahui. Validasi juga dapat digunakan untuk mengidentifikasi sumber variabilitas yang tidak diinginkan. Validasi ulang perlu dilakukan meskipun validasi sebelumnya menghasilkan data yang sesuai dengan kriteria penerimaan, karena metode yang dinyatakan valid pada kondisi tertentu belum tentu valid pada kondisi lain karena peralatan dan pereaksi yang digunakan, analisis yang mengerjakan dan sebagainya (Torbeck, 2007).

2.6.1 Linearitas

Linearitas merupakan suatu metode uji analisis yang memastikan bahwa hubungan antara konsentrasi analit dengan respon detektor tersebut linear. Hubungan antara konsentrasi analit dengan respon detektor ditunjukkan dengan grafik (Sasongko, 2017). Hubungan linear ditunjukkan dengan koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R^2) pada regresi linear $y=ax+b$. Y adalah respon alat, a adalah slope, x adalah konsentrasi analit dan b adalah intersep. Tujuan dari dibuatnya regresi ini adalah untuk menentukan estimasi terbaik untuk slope dan intersep y sehingga akan mengurangi *residual error*, yaitu perbedaan nilai hasil percobaan dengan nilai yang diprediksi melalui persamaan regresi linear (Harvey, 2000).

Koefisien determinasi merupakan variasi keseluruhan dari rasio variasi yang yang dijelaskan sedangkan koefisien korelasi merupakan nilai yang menunjukkan hubungan linear antara dua variabel. Hubungan linear $r= +1$ dengan $r= -1$ tergantung pada arah garis. Koefisien korelasi (r)= $+1$ ditandai dengan arah garis miring ke kanan dan koefisien korelasi (r)= -1 ditandai dengan arah garis miring ke kiri.

Uji linearitas ditentukan dengan cara membuat kurva kalibrasi dari larutan standar yang sudah diketahui konsentrasinya (Miller dan Miller, 1991). Konsentrasi larutan standar yang dibutuhkan minimal lima konsentrasi larutan standar yang berbeda (Sasongko, 2017). Data hasil penentuan kemudian diproses untuk ditentukan nilai slope, intersep dan koefisien korelasi (r) (Riyanto, 2012).

2.6.2 Akurasi

Akurasi atau kecermatan merupakan parameter yang menunjukkan kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai *trueness*, yaitu nilai akurasi yang diperoleh dari rata-rata hasil analisis dengan nilai benar dan dinyatakan dalam persentase. Penentuan nilai *trueness* dilakukan dengan pengulangan sebanyak 7-10 kali dari analit dalam CRM yang diperlakukan seperti contoh uji sesuai tahapan metode analisis dengan nilai target. Penggunaan CRM bisa digantikan menggunakan larutan standar apabila laboratorium tidak memiliki. Penggunaan larutan standar dilakukan dengan menggunakan larutan standar yang sudah diketahui nilai sebenarnya pada rentang linearitas yaitu pada kadar rendah dan kadar tinggi, selisih yang diberikan menunjukkan nilai penyimpangan dari metode yang digunakan. Perhitungan nilai *trueness* dirumuskan sebagai berikut:

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

Dimana:

\bar{x} = Rata-rata hasil pengulangan

μ = Nilai target

Hasil akurasi atau kecermatan yang kurang baik bisa menjadi indikator kesalahan sistematis dalam metode, misalnya pada tahap preparasi atau tahap analisis (Purwadi, 2017). Untuk mendapatkan akurasi atau kecermatan yang tinggi bisa mengurangi kesalahan sistematis seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan bahan yang bersertifikat dan menganalisa dengan cermat sesuai prosedur. Kriteria akurasi atau kecermatan tergantung pada konsentrasi analit dalam matriks sampel dan pada metode presisi (RSD) (Harmita, 2014).

2.6.3 Presisi

Presisi atau keseksamaan merupakan parameter verifikasi metode yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji yang satu dengan yang lainnya pada serangkaian analisis. Presisi atau keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif. Kriteria presisi diberikan jika RSD atau CV kurang

dari 2%. Presisi dapat dinyatakan sebagai repeatabilitas (keterulangan) atau reprodubilitas (ketertiruan).

Repeatabilitas (keterulangan) merupakan keseksamaan metode yang dilakukan apabila dianalisa berulang kali oleh seorang analis yang sama, kondisi yang sama, dan interval waktu yang pendek sedangkan reprodubilitas (ketertiruan) merupakan keseksamaan metode yang dilakukan pada kondisi yang berbeda. Reprodubilitas dilakukan dalam laboratorium dengan analis, peralatan, pelarut dan peraksi yang berbeda. Uji presisi dapat dianalisis minimal 6 kali pengulangan, kemudian menghitung nilai simpangan baku yang dilanjutkan untuk menghitung nilai simpangan baku relatif (KV).

Suatu nilai presisi dapat dinyatakan dalam *Relative Standar Deviation* (%RSD). Ketelitian seorang analis mempengaruhi besarnya %RSD, semakin kecil %RSD yang diperoleh maka semakin tinggi tingkat ketelitian analis. Nilai %RSD dapat dirumuskan sebagai berikut:

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

Keterangan:

SD = Standar deviasi

\bar{x} = Nilai rata-rata

Standar deviasi didapatkan dari rumus:

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

Presisi dapat dinyatakan sebagai %CV *Horwitz* apabila data yang didapat dalam bentuk konsentrasi melalui persamaan:

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

Dimana C merupakan rata-rata konsentrasi larutan standar yang dikali 10^{-6} . 10^{-6} merupakan konversi dari satuan ppm ke persen. Presisi dapat dikatakan baik apabila nilai % RSD lebih kecil dari $2/3$ % CV *Horwitz*.

2.6.4 Limit Deteksi

Limit deteksi merupakan konsentrasi terendah dari analit dalam sampel yang dapat terdeteksi tetapi tidak perlu terkuantifikasi di bawah kondisi pengujian yang disepakati. Limit kuantitasi merupakan konsentrasi terendah dari analit dalam sampel yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima dibawah kondisi pengujian yang disepakati (Ibrahim, 2007). Batas deteksi merupakan parameter uji batas (Riyanto, 2014).

Instrumen Detection Limit (IDL) merupakan signal terkecil di atas noise yang mampu dideteksi oleh alat. *Method Detection Limit* (MDL) merupakan konsentrasi terkecil yang dapat terbaca oleh metode tertentu. Pengujian IDL dan MDL dilakukan dengan minimum 7 kali pengulangan. IDL dilakukan terhadap larutan blanko sedangkan MDL dilakukan terhadap larutan sampel yang dispike. Pentuan nilai MDL dilakukan menggunakan metode *spike* dari nilai IDL. Nilai IDL digunakan sebagai estimasi konsentrasi untuk menentukan nilai MDL (Napitupulu dkk, 2019).

Nilai IDL dapat diperoleh dari rumus:

$$IDL = 3 \times SD$$

Nilai MDL dapat diperoleh dari rumus:

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

Keterangan:

$T_{students}$ = Pengulangan 7 kali, maka 3,143

Pengulangan 10 kali, maka 2,896

SD = Standar Deviasi

Hasil MDL yang telah memenuhi batas keberterimaan kemudian nilai MDL tersebut dibandingkan dengan nilai baku mutu lingkungan hidup. Nilai MDL yang diperoleh lebih kecil dari baku mutu lingkungan hidup maka metode tersebut dapat digunakan untuk pengujian di laboratorium. Nilai MDL yang diperoleh lebih besar dari baku mutu lingkungan hidup maka laboratorium harus mencari metode pengujian lainnya yang nilai MDL dihasilkan dibawah nilai baku mutu lingkungan hidup (Hadi, 2010).

2.6.5 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian merupakan suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang di dalamnya diperkirakan nilai benar yang diukur berada. Menghitung rentang tersebut dikenal sebagai pengukuran ketidakpastian. Konsep ketidakpastian sangat penting untuk hasil pengukuran karena nilai ketidakpastian menyatakan mutu hasil pengukuran atau pengujian. Pengukuran dan pengujian belum dinyatakan lengkap tanpa nilai ketidakpastian. Semakin kecil nilai ketidakpastian maka semakin akurat dan presisi hasil penelitian atau pengujian yang dilakukan.

Ketidakpastian pengukuran terdiri dari banyak komponen. Beberapa komponen dapat dievaluasi dari distribusi statistik hasil seri pengukuran dan dapat ditandai dengan standar deviasi. Komponen lain dapat dicirikan oleh standar penyimpangan, dievaluasi dengan cara diasumsikan mengikuti probabilitas distribusi berdasarkan pengalaman atau informasi lainnya. Panduan ISO menggolongkan dalam kasus sebagai Tipe A dan Tipe B. Tipe A yaitu ketidakpastian yang dievaluasi dengan analisis dari serangkaian pengamatan, sedangkan tipe B yaitu ketidakpastian berdasarkan informasi yang dapat dipercaya, seperti sertifikat (Islam dan Sukardan, 2016).

Penerapan ketidakpastian pengukuran dapat berasal dari berbagai macam sumber yang menurut Eurachem Guide CG 4 (2000) termasuk cara sampling, efek peralatan atau instrumen, kemurnian pereaksi, kondisi lingkungan, ketidakpastian massa dan volume, nilai bahan acuan, perkiraan dan asumsi yang berkaitan dengan metode serta parameter pengukuran. Beberapa sumber ketidakpastian diantaranya yaitu:

1. Sampling

Sampling merupakan bagian dari prosedur kerja, baik sampling di lapangan maupun sampling didalam ruangan, beberapa efek dari variasi acak antara sampel yang berbeda dan potensi bias lain dalam prosedur sampling dari komponen-komponen ketidakpastian yang berhubungan dengan hasil akhir.

2. Efek peralatan atau instrumen

Peralatan dapat menjadi salah satu sumber ketidakpastian, misalnya batas akurasi sebuah timbangan atau sebuah pengukur temperatur yang dapat

mempertahankan temperatur rata-rata yang mungkin bisa menunjukkan nilai yang berbeda dari nilai yang ditunjukkan pada titik pengukuran.

3. Kemurnian pereaksi

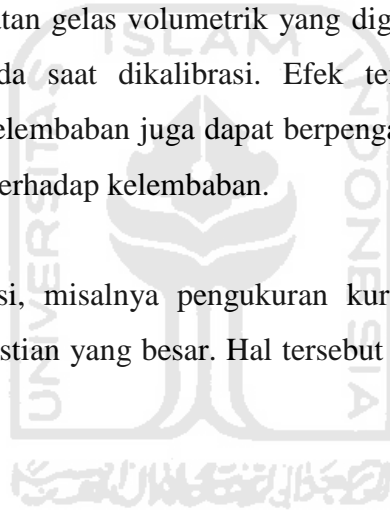
Konsentrasi suatu larutan tidak akan diketahui secara pasti bahkan jika material induknya telah diuji, karena beberapa ketidakpastian berkaitan dengan prosedur pengujian. Sebagai contoh, banyak bahan kimia yang dipakai sebagai bahan pewarna, tidak 100% murni dan dapat mengandung isomer serta bahan garam anorganik. Kemurnian beberapa bahan ini biasanya dinyatakan oleh produsen atau pembuat.

4. Kondisi lingkungan

Sebagai contoh, peralatan gelas volumetrik yang digunakan pada suhu kamar yang mungkin berbeda saat dikalibrasi. Efek temperatur tersebut harus dikoreksi. Selain itu kelembaban juga dapat berpengaruh karena ada beberapa material yang sensitif terhadap kelembaban.

5. Efek perhitungan

Dalam model kalibrasi, misalnya pengukuran kurva kalibrasi linear akan memberikan ketidakpastian yang besar. Hal tersebut akan mengurangi akurasi pada hasil akhir.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat

Alat yang digunakan yaitu instrumen *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES) (Agilent Technologies 5100), neraca analitik (Sartorius Quintix), *rotary agitator* kecepatan putaran 30 ± 2 rpm, pH meter (Eutech Instrument PC 2700), *magnetic stirrer* (Thermo Scientific Cimarec), peralatan gelas, kaca arloji, corong kaca, labu semprot, tabung jirigen.

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan yaitu sampel tanah, air suling, kertas saring, larutan asam nitrat (HNO_3) 1,0 N, larutan asam klorida (HCl) 1,0 N, larutan natrium hidroksida (NaOH) 1,0 N, asam asetat glasial (CH_3COOH), standar multielemen 100 mg/L, gas argon (Ar) *high purity* 99,999%, larutan pengencer HNO_3 5%.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Larutan Ekstraksi I

Air suling sebanyak 500 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 1 L, kemudian ditambahkan asam asetat glasial sebanyak 5,7 mL dan NaOH 1,0 N sebanyak 64,3 mL, lalu ditera dengan air suling hingga tanda batas. Larutan digojog hingga homogen.

3.3.2 Larutan Ekstraksi II

Air suling sebanyak 500 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 1 L, kemudian ditambahkan asam asetat glasial sebanyak 5,7 mL, lalu ditera dengan air suling hingga tanda batas. Larutan digojog hingga homogen.

3.3.3 Larutan Pengencer HNO_3 5%

Air suling sebanyak 800 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 1 L, kemudian ditambahkan 50 mL asam nitrat, lalu ditera dengan air suling hingga tanda batas. Larutan digojog hingga homogen.

3.3.4 Penentuan pH Sampel

Sampel tanah ditimbang sebanyak 5 gram, dipindahkan ke dalam gelas piala 300 mL, ditambahkan 96,5 mL air suling, kemudian diaduk selama 5 menit, lalu diukur pH. Jika pH yang diukur >5,0 maka ditambahkan HCl 1,0 N sebanyak 3,5 mL, kemudian ditutup lalu dipanaskan hingga suhu 50°C selama 50 menit dan digunakan larutan ekstrak 2. Jika pH yang diukur <5,0 gunakan larutan ekstrak 1.

3.3.5 Preparasi Sampel

Sampel tanah ditimbang sebanyak 100 gram kemudian dipindahkan dalam labu ukur 2 L dan dilarutkan dengan larutan ekstrak II, lalu larutan ditempatkan pada alat ekstraktor. Larutan diekstrak menggunakan alat *rotary agitator* dengan kecepatan 30 rpm \pm 2 selama 18 jam. Sampel hasil ekstraksi dipipet sebanyak 100 ml ke dalam gelas beker 300 ml, kemudian ditambahkan HNO₃ pekat sebanyak 0,5 mL, lalu dipanaskan perlahan sampai volume larutan 10-20 mL. Saring larutan kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu ditera dengan air suling sampai tanda batas.

3.3.6 Pembuatan Larutan Kerja Logam Mangan 0,00; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00 5,00 dan 6,00 mg/L

Larutan induk multielemen 100 mg/L dipipet sebanyak 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 dan 3 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Larutan ditera dengan larutan HNO₃ 5% hingga tanda batas dan digojog hingga homogen.

3.3.7 Penentuan Linearitas

Larutan kerja logam mangan 0,00; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 dan 6,00 mg/L diukur intensitasnya dengan instrumen ICP-OES pada panjang gelombang 257,61 nm.

3.3.8 Penentuan IDL

Larutan HNO₃ 5% dimasukkan ke dalam tube analisis, kemudian dilakukan pengujian sebanyak 10 kali pengulangan dan diukur dengan instrumen ICP-OES pada panjang gelombang 257,61 nm.

3.3.9 Penentuan MDL dan LoQ

Penentuan MDL dan LoQ dilakukan dengan menambahkan larutan standar 2 mg/L sebanyak 0,5 mL lalu ditera dengan larutan sampel tanah dalam labu ukur 100 mL, kemudian dilakukan pengujian sebanyak 10 kali pengulangan dan diukur dengan instrumen ICP-OES pada panjang gelombang 257,61 nm.

3.3.10 Penentuan Akurasi

Penentuan akurasi dilakukan dengan konsentrasi larutan standar rendah dan konsentrasi larutan standar tinggi dari konsentrasi larutan standar kerja. Larutan standar rendah yang digunakan yaitu 1 mg/L dengan memipet sebanyak 0,25 mL kedalam labu ukur 25 mL kemudian ditera dengan larutan HNO₃ 5% lalu dihomogenkan dan larutan standar tinggi yang digunakan yaitu 6 mg/L dengan memipet sebanyak 1,5 mL kedalam labu ukur 25 mL kemudian ditera dengan larutan HNO₃ 5% lalu dihomogenkan. Konsentrasi larutan standar rendah dan konsentrasi larutan standar tinggi masing-masing dilakukan pengulangan sebanyak 10 kali dan diukur dengan instrumen ICP-OES pada panjang gelombang 257,61 nm.

3.3.11 Penentuan Presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan konsentrasi sampel rendah dan sampel tinggi. Uji repeatabilitas dilakukan dengan mengukur larutan sampel rendah dan larutan sampel tinggi dengan pengulangan 10 kali. Uji reproduibilitas dilakukan pada analis dan kondisi yang berbeda dengan laboratorium yang sama, dilakukan 10 kali pengulangan terhadap larutan sampel rendah dan larutan sampel tinggi. Kemudian diukur dengan instrumen ICP-OES pada panjang gelombang 257,61 nm.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Validasi Metode Uji

Validasi metode uji adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Validasi metode analisis bertujuan untuk mengkonfirmasi bahwa metode analisis tersebut dapat sesuai untuk peruntukannya (Gandjar, 2007). Parameter yang digunakan pada verifikasi metode pengujian logam mangan dalam tanah secara *Toxicity Characteristic Leaching Procedure* (TCLP) menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) yaitu lineaitas, akurasi (% *trueness*), presisi dan limit deteksi.

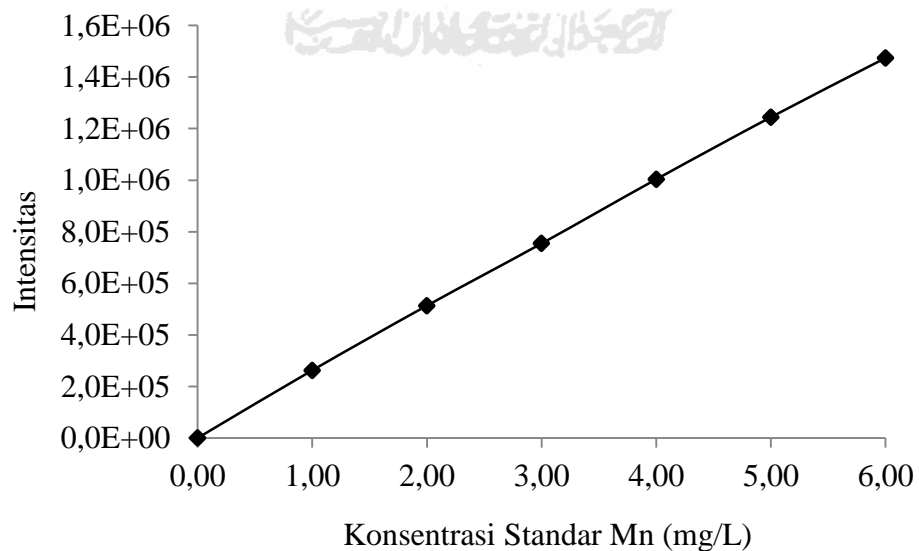
4.2 Linearitas

Linearitas yaitu kemampuan suatu metode analisis yang memberikan respon sebanding terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Uji Linearitas ditentukan dengan cara membuat kurva kalibrasi dari larutan standar yang sudah diketahui konsentrasinya. Konsentrasi larutan standar yang digunakan pada percobaan ini yaitu 0,00; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 dan 6,00 mg/L. Masing-masing dipipet 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 dan 3,0 mL dari larutan multielemen 100 mg/L, diencerkan dalam 50 mL labu ukur menggunakan larutan HNO₃ 5%. Hasil dari penentuan larutan standar mangan (Mn) menggunakan instrumen ICP-OES dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Pengukuran Intensitas Standar Mangan (Mn)

Konsentrasi Standar Mn (mg/L)	Intensitas
0,00	492,5062
1,00	263003,9194
2,00	513765,8760
3,00	754817,6182
4,00	1003872,9301
5,00	1244599,6492
6,00	1474143,1742

Berdasarkan Tabel 4.1 menunjukkan semakin tinggi konsentrasi maka nilai intensitasnya semakin tinggi pula, hal ini membuktikan bahwa terdapat korelasi antara konsentrasi standar mangan (Mn) dengan intensitas larutan standar mangan (Mn). Nilai korelasi dapat dilihat dengan jelas ketika diwujudkan dalam bentuk grafik antara intensitas dengan konsentrasi standar mangan (Mn). Intensitas berada pada sumbu y dan konsentrasi berada pada sumbu x. Grafik antara intensitas dengan konsentrasi standar mangan (Mn) dapat ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Mangan (Mn)

Berdasarkan Gambar 4.1 diperoleh nilai persamaan regresi linear yaitu $y = 245509x + 14144$ dengan koefisien determinasi (R^2) yaitu 0,9997 dan koefisien korelasi (r) yaitu 0,9998. Kurva kalibrasi memenuhi syarat keberterimaan jika nilai koefisien determinasi (R^2) yang diperoleh yaitu $\geq 0,997$ dan koefisien korelasi (r) yang diperoleh yaitu $\geq 0,995$ (Puspita, 2018). Hasil yang diperoleh menunjukkan terdapat korelasi antara konsentrasi standar mangan (Mn) dengan intensitas dan setiap titik korelasi antara konsentrasi standar mangan (Mn) dengan intensitas yang dihasilkan mendekati garis lurus sehingga dapat dikatakan menunjukkan hubungan linear.

Nilai slope dan intersep yang didapat yaitu sebesar 245509 dan 14144. Nilai slope yang diperoleh menunjukkan sensitifitas metode analisis, semakin tinggi nilai slope maka semakin tinggi juga sensitifitas metode analisis yang digunakan, sedangkan nilai intersep yang diperoleh menunjukkan sinyal blanko. Nilai intersep idealnya adalah nol atau mendekati nol dan lebih kecil dari nilai slope. Hal ini disebabkan, ketika blanko diukur diharapkan tidak ada respon instrumen yang terjadi. Hasil yang diperoleh menunjukkan nilai intersep yang diperoleh lebih kecil dari nilai slope tetapi nilainya tidak mendekati nol. Nilai intersep yang besar disebabkan karena beberapa faktor seperti adanya interaksi, interferensi, noise, kontaminasi atau sumber-sumber bias lainnya.

4.3 Akurasi

Tujuan uji akurasi atau kecermatan yaitu untuk mengetahui kedekatan hasil analisis dengan nilai benarnya. *Trueness* dinyatakan sebagai akurasi atau kecermatan merupakan perbandingan dari nilai rata-rata hasil pengulangan dengan nilai benar atau nilai acuan dalam CRM. Jika laboratorium tidak memiliki CRM, maka penentuan nilai *trueness* dapat menggunakan larutan standar yang telah diketahui nilai sebenarnya pada rentang linearitas. Hasil uji akurasi dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil Uji Akurasi

Keterangan	% <i>Trueness</i>
Konsentrasi <i>low range</i>	108,71%
Konsentrasi <i>high range</i>	105,83%

Berdasarkan Tabel 4.2 menunjukkan bahwa %*trueness* yang didapatkan berada pada rentang $(100\pm 10)\%$. Nilai *Trueness* ditentukan dalam akurasi merupakan analisa murni hanya menggunakan standar logam tanpa penambahan sampel karena untuk melihat keakuratan metode dalam mengukur kadar logam yang akan dianalisa. Hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa uji akurasi dari metode yang digunakan baik dan akurat karena berada pada rentang.

4.4 Presisi

Presisi merupakan kedekatan hasil yang diperoleh dari hasil pengukuran. Uji presisi dapat dinyatakan dalam repeatabilitas (keterulangan) dan reproduibilitas (ketertiruan). Pengujian presisi dilakukan dengan 10 kali pegulangan terhadap sampel *low range* dan sampel *high range*. Sampel *low range* merupakan sampel dengan konsentrasi rendah atau konsentrasi mendekati konsentrasi terendah dari larutan deret standar yang digunakan sedangkan sampel *high range* merupakan sampel dengan konsentrasi tinggi atau konsentrasi mendekati konsentrasi tertinggi dari larutan deret standar yang digunakan, perlakuan tersebut bertujuan agar mengetahui kinerja instrumen dalam membaca hasil pada keadaan rentang standar rendah dan tinggi.

Uji repeatabilitas (keterulangan) dilakukan bertujuan untuk mengukur keragaman nilai hasil pengujian terhadap sampel yang sama dari seorang analis yang sama pula dengan menggunakan metode pengujian dan peralatan yang sama dalam interval waktu yang sesingkat mungkin. Semakin kecil nilai repeatabilitas (keterulangan) maka semakin presisi hasil pengulangan pengujian yang dilakukan oleh seorang analis. Sedangkan uji reproduibilitas (ketertiruan) dilakukan untuk mengetahui sumber variasi kesalahan, dimana ketertiruan dari analisis tidak akan lebih baik hasilnya dari nilai repeatabilitas (keterulangan). Hasil uji presisi repeatabilitas (keterulangan) dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil Uji Presisi Repeatabilitas

Keterangan	%RSD	%CV Horwitz
Sampel <i>low range</i>	1,2059	15,1655
Sampel <i>high range</i>	0,1649	12,6005

Berdasarkan Tabel 4.3 dapat dilihat bahwa nilai simpangan baku relatif (%RSD) yang diperoleh dari hasil uji presisi repeatabilitas pada sampel *low range* $1\% < \text{RSD} < 2\%$ dapat dikatakan bahwa hasil uji presisi teliti dan hasil uji presisi repeatabilitas pada sampel *high range* $< 1\%$ dapat dikatakan bahwa hasil uji presisi sangat teliti (AOAC, 2002).

Tabel 4.4 Nilai keberterimaan %RSD (AOAC, 2002)

Nilai %RSD	Keterangan
RSD < 1%	Sangat teliti
1% < RSD < 2%	Teliti
2% < RSD < 5%	Ketelitian sedang
RSD > 5%	Tidak teliti

Nilai %RSD yang telah didapatkan kemudian dibandingkan dengan %CV Horwitz. Uji presisi dapat diterima apabila $\text{\%RSD} < \frac{2}{3} \text{\% CV Horwitz}$. Berdasarkan Tabel 4.3 menyatakan bahwa metode yang digunakan memiliki presisi yang baik.

Tabel 4.5 Hasil Uji Presisi Reprodubilitas

Keterangan	Nilai Zscore
Sampel <i>low range</i>	-1,5049
Sampel <i>high range</i>	1,6533

Berdasarkan Tabel 4.5 menunjukkan hasil uji presisi reprodubilitas sampel *low range* dan sampel *high range*. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa uji reprodubilitas berada pada rentang batas keberterimaan. Batas keberterimaan reprodubilitas digunakan nilai Zscore yang berada pada rentang -1,96 sampai 1,96. Rentang -1,96 sampai 1,96 merupakan tingkat kepercayaan 95%.

4.5 Limit Deteksi

Limit deteksi adalah konsentrasi terendah dari analit dalam sampel yang dapat terdeteksi. Penentuan limit deteksi bertujuan untuk menghindari penulisan

laporan hasil pengujian tidak terdeteksi yang merupakan informasi tidak informatif. Limit deteksi diperoleh dari tiga kali simpangan baku (SD) sedangkan limit kuantitasi diperoleh dari sepuluh kali simpangan baku (SD).

Limit deteksi dapat dinyatakan dalam *Instrumen Detection Limited* (IDL) dan *Method Detection Limited* (MDL). Hasil pengujian IDL harus lebih kecil dari MDL. Pengujian IDL dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan terhadap blanko. Blanko yang digunakan yaitu larutan HNO₃ 5%. Hasil pengujian kemudian dihitung menjadi standar deviasi dan dikali 3 sehingga diperoleh konsentrasi IDL. Konsentrasi IDL dapat dilihat pada Tabel 4.6 hasil uji limit deteksi. Pengujian MDL dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan terhadap sampel yang dispiked. Nilai IDL yang didapat digunakan untuk menentukan estimasi konsentrasi untuk penentuan MDL. Hasil MDL dapat dilihat pada Tabel 4.6 hasil uji limit deteksi.

Tabel 4.6 Hasil Uji Limit Deteksi

Limit Deteksi	Hasil (mg/kg)
IDL	0,0381
MDL	0,1805
LoQ	0,5744

Berdasarkan Tabel 4.6 menunjukkan bahwa konsentrasi IDL yang diperoleh lebih kecil dari konsentrasi MDL. Konsentrasi MDL tidak melebihi baku mutu. Batas keberterimaan MDL menyatakan bahwa tidak melebihi batas mutu. LoQ merupakan konsentrasi terendah dari analit dari sampel dan LoQ yang diperoleh merupakan batas keberterimaan data yang masih dapat diterima. Dapat disimpulkan bahwa metode dan instrumen yang digunakan dapat dikatakan baik karena konsentrasi IDL, MDL dan LoQ menunjukkan dibawah batas keberterimaan.

4.6 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian merupakan suatu rentang nilai hasil suatu pengukuran yang dihasilkan dari gabungan semua sumber kesalahan pada metode analisis. Ketidakpastian dihitung untuk menjumlahkan semua kesalahan menjadi suatu rentang tunggal dengan mencari standar deviasi dari semua faktor, mulai dari

pengambilan contoh sampai dengan pengukuran (Rohman, 2014). Nilai perkiraan (estimasi) dapat dilakukan dengan membuat langkah kerja, menentukan rumus, membuat diagram tulang ikan, menentukan ketidakpastian baku, menentukan ketidakpastian gabungan dan menentukan ketidakpastian diperluas.

Nilai estimasi ketidakpastian dibutuhkan persamaan untuk mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian, karena komponen yang terdapat dalam persamaan tersebut dibuat untuk membuat cabang utama pada diagram sebab akibat, persamaan yang digunakan untuk menentukan kadar mangan yaitu sebagai berikut:

$$\text{Kadar Mangan (Mn)} = C \times F_p$$

Konversi hasil pengujian (mg/L) menjadi (mg/kg)

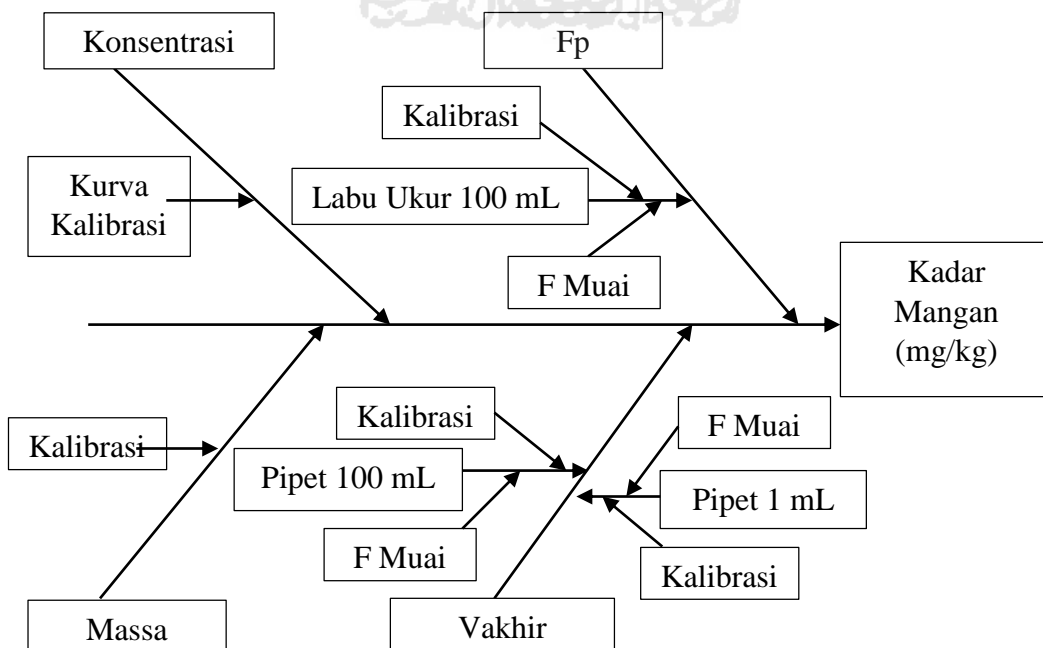
$$\text{Kadar (mg/kg)} = \frac{\text{Kadar} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) \times V \text{ akhir (L)}}{\text{Berat sampel yang diekstak (kg)}}$$

Keterangan:

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

F_p = Faktor pengenceran

Berdasarkan persamaan tersebut, maka sumber-sumber kesalahan dalam pengukuran dapat dilihat dalam diagram tulang ikan pada gambar 4.2.



Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan Penentuan Mangan (Mn)

Berdasarkan Gambar 4.2 dapat dilihat bahwa empat sumber yang disumbangkan diantaranya ketidakpastian massa, volume akhir, faktor pengenceran dan kurva kalibrasi. Ketidakpastian dari masing-masing sumber kemudian dikonversi terlebih dahulu menjadi ketidakpastian baku yang kemudian akan digunakan dalam perhitungan ketidakpastian akhir. Tabel 4.7 merupakan tabel penyumbang nilai ketidakpastian hingga diperoleh ketidakpastian diperluas yang dapat dilihat sebagai berikut:

Tabel 4.7 Penyumbang Ketidakpastian

Sumber	Nilai (x)	Ketidakpastian Baku (μx)	Ketidakpastian Baku Relatif ($\mu x/x$)	Kuadrat ($\mu x/x$) ²
Massa	100	$7,0711 \times 10^{-5}$	$7,0711 \times 10^{-7}$	5×10^{-13}
Va Pipet Volume	100	0,1213	0,0012	$1,47 \times 10^{-6}$
Va Pipet Ukur	1	0,0001	0,0001	10^{-8}
Labu Ukur	100	0,1213	0,0012	$1,47 \times 10^{-6}$
Konsentrasi	28,73	0,0469	0,0016	$2,66 \times 10^{-6}$
			μ gabungan	0,0691
			μ diperluas	0,1361

Nilai ketidakpastian diperluas menunjukkan besarnya tingkat kesalahan yang terjadi dalam penentuan kadar mangan (Mn) dalam sampel tanah. Berdasarkan Tabel 4.7, hasil dari ketidakpastian kadar mangan (Mn) dalam sampel tanah yaitu $28,73 \pm 0,1361$ mg/kg menunjukkan bahwa nilai ketidakpastian rendah dan sudah memenuhi syarat baku menurut Peraturan Menteri Lingkungan hidup dan kehutanan No. 63 Tahun 2006. Hal ini dapat dikatakan bahwa nilai ketidakpastian memberikan hasil yang teliti sehingga tingkat kesalahan yang terjadi saat analisis kecil.

Hasil dari nilai ketidakpastian kemudian perlu diketahui penyumbang ketidakpastian terbesar dengan menghitung kontribusi ketidakpastian pengukuran dalam satuan persen (%). Hasil kontribusi ketidakpastian dapat dilihat pada tabel 4.8.

Tabel 4.8 Persentase Kontribusi Ketidakpastian Kadar Mangan (Mn)

Sumber	Nilai (x)	Ketidakpastian Baku (μx)	($\mu x/x$) ²	Kontribusi (%)
Massa	100	$7,0711 \times 10^{-5}$	5×10^{-13}	$8,9007 \times 10^{-6}$
Va Pipet Volume	100	0,1213	$1,47 \times 10^{-6}$	26,1921
Va Pipet Ukur	1	0,0001	10^{-8}	0,1780
Labu Ukur	100	0,1213	$1,47 \times 10^{-6}$	26,1921
Konsentrasi	28,73	0,0469	$2,66 \times 10^{-6}$	47,4377
		Jumlah	$5,62 \times 10^{-6}$	100

Berdasarkan Tabel 4.8 kontribusi terbesar penyumbang estimasi ketidakpastian terbesar yaitu pada konsentrasi yang berasal dari kurva kalibrasi. Persentase penyumbang nilai ketidakpastian menandakan tingkat kesalahan yang terjadi pada saat pengujian. Faktor penyumbang terbesar pada konsentrasi dapat berasal dari pembuatan larutan standar yang digunakan.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan di laboratorium PT Karsa Buana Lestari dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil penelitian logam mangan dalam tanah secara *Toxicity Characteristic Leaching Prosedur* (TCLP) menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) telah tervalidasi karena hasil uji validasi metode telah memenuhi syarat keberterimaan, dimana hasil yang diperoleh yaitu:
 - 1) Nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,9998.
 - 2) Nilai akurasi (%*trueness*) untuk sampel *low range* dan sampel *high range* berturut-turut sebesar 108,71 % dan 105,83%.
 - 3) Nilai presisi untuk repeatabilitas (%RSD) terhadap sampel *low range* dan sampel *high range* berturut-turut sebesar 1,2059% dan 0,1649%. Uji reproduktibilitas (*Zscore*) terhadap sampel *low range* dan sampel *high range* berturut-turut sebesar -1,5049 dan 1,6533.
 - 4) Nilai limit deteksi untuk IDL sebesar 0,0019 mg/L; MDL sebesar 0,0090 mg/L; dan LoQ sebesar 0,0287 mg/L.
 - 5) Nilai estimasi ketidakpastian diperoleh sebesar $28,73 \pm 0,1361$ mg/kg.
2. Kadar logam mangan (Mn) dalam sampel tanah diperoleh hasil sebesar $28,73 \pm 0,1361$ mg/kg. Hasil ini telah memenuhi syarat baku menurut Peraturan Menteri Lingkungan hidup dan kehutanan No. 63 Tahun 2006, dimana syarat keberterimaan logam mangan (Mn) sebesar 40 mg/kg.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil praktik kerja lapangan yang telah dilaksanakan di Laboratorium PT Karsa Buana Lestari, penulis menyarankan agar:

1. Validitas metode analisis perlu dilakukan secara berkala guna untuk menjamin validitas metode analisis yang digunakan.

2. Uji banding antar laboratorium perlu dilakukan guna mengetahui kinerja laboratorium.



DAFTAR PUSTAKA

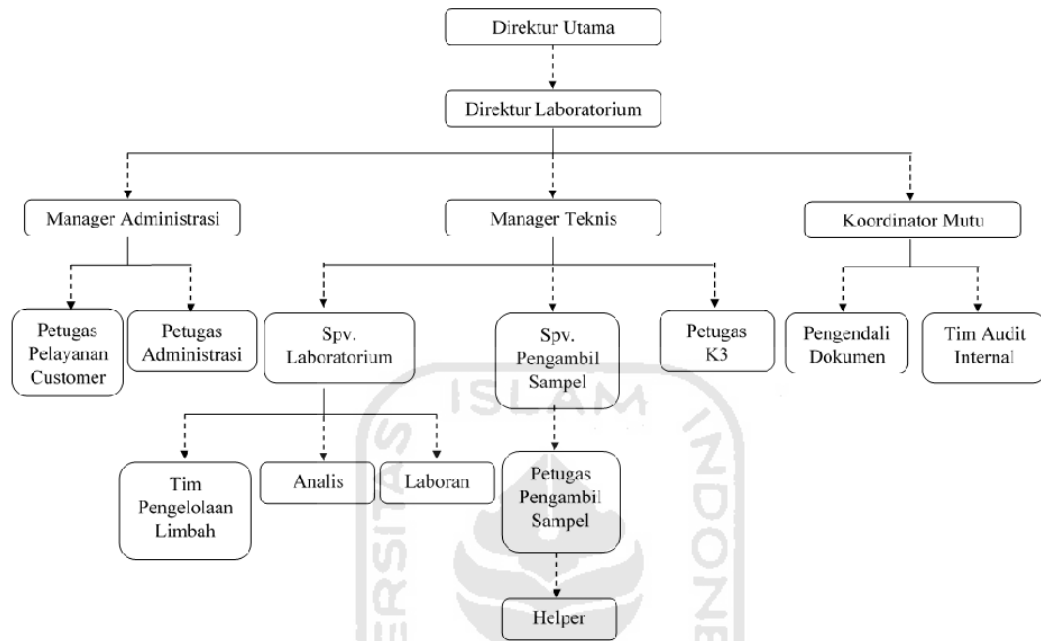
- Afifah, Z., 2019, Verifikasi Metode dan Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Total pada Sampel Air Limbah dan Pb pada Udara Ambien Menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)* di PT. Karsa Buana Lestari, *Laporan Praktek Kerja Lapangan*, Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia.
- AOAC, 2002, *Guidelines for Single laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals*., Association of Official Analytical Chemists (AOAC).
- Asmariansi, A., Amriani, A., & Haslianti, H., 2017, Verifikasi Metode Uji Lemak Pakan Buatan, *Jurnal Fishtech*, 6(1), 92-96.
- Boss, C. B dan Kenneth J. F., 1997. *Concept, Instrumentation and techniques in inductively Coupled Plasma Emission Spectrometry. Second Edition*, USA: Perkin Elmer.
- Dani, I. C., 2012, Studi Pelepasan Kadmium (Cd) dan Nikel (Ni) pada Sedimen Secara Metode Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP) dan Uji Sifat Bioakumulasinya Melalui Simulasi pada *Cyprinus carpio*, *Skripsi*, Program Studi Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia, Depok.
- Ghosh, S., Prasanna, V. L., Sowjanya, B., Srivani, P., Alagaraja, M., & David, D., 2013, Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy: A Review. *Asian J. Pharm*, 3(1), 24–33.
- 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, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya, *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol. I. No. 3, Hal 117- 135.
- Harvey, David., 2000, *Modern Analytical Chemistry*, The McGraw-Hill Companies, USA.
- Holleman, Arnold F., Wiberg Egon, Wiberg Nils, 1985, "Mangan", *Lehrbuch der Anorganischen Chemie (dalam bahasa Jerman) (91-100 ed.)*, *Walter de Gruyter*, Hlm, 1110–1117, ISBN 978-3-11-007511-3 .
- Hou, Xiandeng dan Bradley T. Jones, 2000, *Inductively Coupled Plasma/Optical Emission Spectrometry*, Chichester: John Wiley & Sons Ltd.

- Ibrahim, 2007, Pengembangan dan Validasi Metode Analisis, *Jurnal Sekolah Farmasi*, Institut Teknologi Bandung, 1-15.
- Islam, S., & Sukardan, M. D. (2016). Pemodelan Dan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Uji Kekuatan Sobek Kain Metoda Pendulum (Elmendorf). *Arena Tekstil*, 31(1).
- Lindsay, W.L., 1979, *Chemical Equilibria in Soil*, New York: John Wiley and Sons.
- Mengel, K. dan Kirkby, E.A., 1982, Principles of Plant Nutrition, *International Potash Institute*, Switzerland :491-498
- Miller, J.C. & J.N Miller, 1991, *Statistika untuk Kimia Analitik Edisi Kedua*, Translated by Suroso, Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Napitupulu, R. M., Julia, D., & Panggabean, A. S., 2019, Validasi Metode Penentuan Mn Dalam Oli Lubrikan Dengan Metode Pengenceran Langsung Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom, *Indo. J. Chem. Res.*, 6(2), 94-100.
- Noor, A., 2014, *Kimia Analis Unsur Runtut*, Makassar: Dua Satu Press.
- Notohadiprawiro, T., 1998, *Tanah dan lingkungan*, Jakarta: Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Departemen Pendidikan dan Kebudayaan.
- Nugroho, A., 2006, *Bioindikator Kualitas Air*, Cetakan Pertama, Jakarta: Penerbit Universitas Trisakti.
- Octarianita, E., 2017, Analisis Kandungan Logam Berat Pada Kerang di Pasar Gudang Lelang dan PPI Dengan Metode ICP-OES.
- Pirdaus, P., Rahman, M., Juliasih, N. L. G. R., Pratama, D., & Kiswandono, A. A., 2018, Verifikasi Metode Analisis Logam Pb, Cd, Cr, Cu, Ni, Co, Fe, Mn dan Ba pada Air Menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)*, *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*, 3(1).
- Purwadi, P., 2017, Penentuan Natrium Dalam Sediaan Ringer Laktat Secara *Microwave Plasma Atomic-Emmision Spectroscopy (MP-AES)*, *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*, 2(2).
- 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, *Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun*, Ed.1, Cet.2, Yogyakarta: Deepublish.

- Riyanto, 2014, *Validasi & Verifikasi Metode Uji, Edisi 1*, Yogyakarta: Deepublish.
- Rohman, M., 2014, Validasi Metode Dan Estimasi Ketidakpastian Penetapan Kadar Aflatoksin B1, B2, G1, G2 Pada Jagung Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi, *Tugas Akhir*, AKA Bogor.
- Saeni, M. S., 2002, *Bahan Kuliah Kimia Logam Berat*, Program Pascasarjana IPB: Bogor.
- Seran, R., 2017, Pengaruh Mangan Sebagai Unsur Hara Mikro Esensial Terhadap Kesuburan Tanah dan Tanaman, *BIO-EDU*, 2(1), 13-14.
- Soepardi, G., 1983, *Sifat dan Ciri Tanah*, Bogor: Fakultas Pertanian Institut Pertanian Bogor.
- Sudadi, P., 2003, *Penentuan Kualitas Air Tanah Melalui Analisis Kimia Terpilih*, Bandung: Sub Direktorat Pendayagunaan Air Tanah, DTLGKP.
- Suhariyono, G., Menry, Y., 2005, *Analisis Karakteristik Unsur-unsur dalam Tanah di Berbagai Lokasi dengan Menggunakan XRF dalam Prosiding PPI – PDIPTN 2005 Puslitbang Teknologi Maju*, BATAN Yogyakarta: ISSN 0216 – 3128.
- Sukaryono, I. D., Hadinoto, S., & Fasa, L. R., 2017, Verifikasi Metode Pengujian Cemar Logam Pada Air Mineral Dalam Kemasan (AMDK) Dengan Metode AAS-GFA, *Majalah BIAM*, 13(1), 8-16.
- Torbeck L.D., 2007, Pharmaceutical And Medical Decice Validasion By Eksperimental Design, *Informa healthcare*, P.4.
- Utomo, I. M., 2016, *Ilmu Tanah Dasar-Dasar dan Pengelolaan*, Jakarta: Kencana.
- Yodha, A.W.M., dan Masriyanti, 2011, Inductively Coupled Plasma (ICP), *Chemistry Article and Design Graphics*, 3: 934.

LAMPIRAN 1

Struktur Organisasi PT Karsa Buana Lestari



LAMPIRAN 2

Verifikasi Metode Uji Mangan (Mn)

1. Pembuatan Larutan Standar Mangan (Mn)

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

Dimana:

C_1 = Konsentrasi awal larutan (mg/L)

V_2 = Volume larutan yang akan diambil (mg/L)

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

V_2 = Volume larutan yang akan dibuat (mg/L)

a. Larutan Standar 1,00 mg/L dalam 50 mL

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,00 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

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

b. Larutan Standar 2,00 mg/L dalam 50 mL

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 2,00 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

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

c. Larutan Standar 3,00 mg/L dalam 50 mL

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 3,00 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1,5 \text{ mL}$$

d. Larutan Standar 4,00 mg/L dalam 50 mL

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 4,00 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

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

e. Larutan Standar 5,00 mg/L dalam 50 mL

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 5,00 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

f. Larutan Standar 6,00 mg/L dalam 50 mL

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

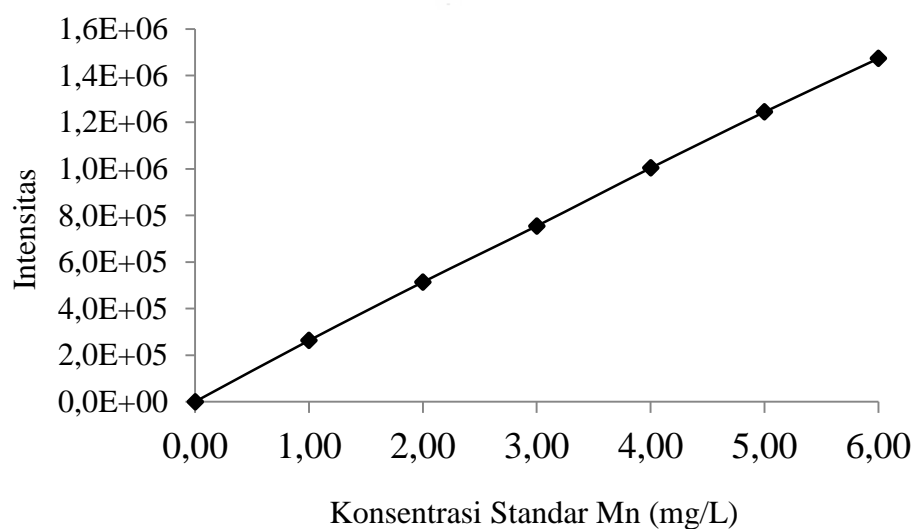
$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 6,00 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = 3,0 \text{ mL}$$

2. Linearitas Larutan Standar Mangan (Mn)

Pengukuran Intensitas Larutan Standar Mangan (Mn)

Konsentrasi Standar Mn (mg/L)	Intensitas
0,00	492,5062
1,00	263003,9194
2,00	513765,8760
3,00	754817,6182
4,00	1003872,9301
5,00	1244599,6492
6,00	1474143,1742
Intersep (b)	14143,9693
Slope (a)	245508,9471
Koefisien regresi linear (r)	0,9998
Koefisien determinasi (R2)	0,9997



Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Mangan (Mn)

3. Penentuan Nilai IDL

Pengulangan	Intensitas	Kadar (mg/L)	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	14684,08897	0,0022	0,0017	$2,76 \times 10^{-6}$
2	14242,17287	0,0004	-0,0001	$1,96 \times 10^{-8}$
3	14291,27466	0,0006	0,0001	$3,60 \times 10^{-9}$
4	14291,27466	0,0006	0,0001	$3,60 \times 10^{-9}$
5	14143,96929	0,0000	-0,0005	$2,92 \times 10^{-7}$
6	14168,52018	0,0001	-0,0004	$1,94 \times 10^{-7}$
7	14143,96929	0,0000	-0,0005	$2,92 \times 10^{-7}$
8	14242,17287	0,0004	-0,0001	$1,96 \times 10^{-8}$
9	14242,17287	0,0004	-0,0001	$1,96 \times 10^{-8}$
10	14315,82555	0,0007	0,0002	$2,56 \times 10^{-8}$
Rata-rata		0,0005		
Jumlah				$3,62 \times 10^{-6}$
SD		0,0006		
IDL		0,0019		

Contoh perhitungan:

$$\begin{aligned}
 \text{SD} &= \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} & \text{IDL} &= 3 \times \text{SD} \\
 &= \sqrt{\frac{3,62 \times 10^{-6}}{10-1}} = 0,0006 & &= 3 \times 0,0006 \\
 & & &= 0,0019 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

Konversi nilai IDL (mg/L) menjadi (mg/kg)

$$\begin{aligned}
 \text{Kadar (mg/kg)} &= \frac{\text{Kadar IDL } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times V \text{ akhir setelah diekstraksi(L)}}{\text{Berat sampel yang diekstrak (kg)}} \\
 &= \frac{0,0019 \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \text{ L}}{0,1 \text{ kg}} \\
 &= 0,0381 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

4. Penentuan Nilai MDL dan LoQ

Pengulangan	Intensitas	Kadar (mg/L)	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	15445,16671	0,0053	-0,0004	$1,52 \times 10^{-7}$
2	15322,41224	0,0048	-0,0009	$7,92 \times 10^{-7}$
3	14905,04703	0,0031	-0,0026	$6,71 \times 10^{-6}$
4	15396,06492	0,0051	-0,0006	$3,48 \times 10^{-7}$
5	15297,86134	0,0047	-0,0010	$9,80 \times 10^{-7}$
6	16255,34623	0,0086	0,0029	$8,47 \times 10^{-6}$
7	14978,69971	0,0034	-0,0023	$5,24 \times 10^{-6}$
8	15297,86134	0,0047	-0,0010	$9,80 \times 10^{-7}$
9	15248,75955	0,0045	-0,0012	$1,42 \times 10^{-6}$
10	17261,93292	0,0127	0,0070	$4,91 \times 10^{-5}$
Rata-Rata		0,0057		
Jumlah				$7,42 \times 10^{-5}$
SD		0,0029		
MDL		0,0090		
LoQ		0,0287		

Contoh perhitungan:

$$\begin{aligned}
 SD &= \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{7,42 \times 10^{-5}}{10-1}} \\
 &= 0,0029
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 MDL &= 3,143 \times SD \\
 &= 3,143 \times 0,0029 \\
 &= 0,0090 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

Konversi nilai MDL (mg/L) menjadi (mg/kg)

$$\text{Kadar (mg/kg)} = \frac{\text{kadar MDL} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times V \text{ akhir setelah diekstraksi(L)}}{\text{Berat sampel yang diekstrak (kg)}}$$

$$= \frac{0,0090 \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \text{ L}}{0,1 \text{ kg}}$$

$$= 0,1805 \text{ mg/kg}$$

$$\text{LoQ} = 10 \times \text{SD}$$

$$= 10 \times 0,0029$$

$$= 0,0287 \text{ mg/L}$$

Konversi nilai LoQ (mg/L) menjadi (mg/kg)

$$\text{Kadar (mg/kg)} = \frac{\text{Kadar LoQ} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times V \text{ akhir setelah diekstraksi(L)}}{\text{Berat sampel yang diekstak (kg)}}$$

$$= \frac{0,0287 \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \text{ L}}{0,1 \text{ kg}}$$

$$= 0,5744 \text{ mg/kg}$$

5. Penentuan Nilai Akurasi

Nilai akurasi *Low Range*

Pengulangan	Intensitas	Konsentrasi		%Trueness
		Standar (mg/L)	Hasil (mg/L)	
1	281036,7456	1,00	1,0871	108,7100
2	281994,2305	1,00	1,0910	109,1000
3	291618,1813	1,00	1,1302	113,0200
4	280177,4643	1,00	1,0836	108,3600
5	287469,0801	1,00	1,1133	111,3300
6	291274,4687	1,00	1,1288	112,8800
7	283516,386	1,00	1,0972	109,7200
8	283933,7512	1,00	1,0989	109,8900
9	288181,056	1,00	1,1162	111,6200
10	284621,1763	1,00	1,1017	110,1700
Rata-rata			1,1048	110,4800

Contoh Perhitungan:

$$\begin{aligned} \%Trueness &= \frac{\text{Konsentrasi Hasil}}{\text{Konsentrasi Standar}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,0871}{1,00} \times 100 \% \\ &= 108,7100 \% \end{aligned}$$

Nilai akurasi *High Range*

Pengulangan	Intensitas	Konsentrasi	Konsentrasi	%Trueness
		Standar (mg/L)	Hasil (mg/L)	
1	1573052,13	6,00	6,3497	105,8283
2	1524097,646	6,00	6,1503	102,5050
3	1529646,149	6,00	6,1729	102,8817
4	1615328,771	6,00	6,5219	108,6983
5	1640493,438	6,00	6,6244	110,4067
6	1520881,479	6,00	6,1372	102,2867
7	1520243,156	6,00	6,1346	102,2433
8	1529474,292	6,00	6,1722	102,8700
9	1523213,814	6,00	6,1467	102,4450
10	1526184,472	6,00	6,1588	102,6467
Rata-rata			6,2569	104,2812

Contoh Perhitungan:

$$\begin{aligned} \%Trueness &= \frac{\text{Konsentrasi Hasil}}{\text{Konsentrasi Standar}} \times 100 \% \\ &= \frac{6,3497}{6,00} \times 100 \% \\ &= 105,8283 \% \end{aligned}$$

6. Penentuan Nilai Presisi

Repitabilitas *Low Range*

Pengulangan	Intensitas	Kadar (mg/L)	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	357119,9683	1,3970	-0,0304	0,0009
2	366817,5717	1,4365	0,0091	0,0001
3	367750,5057	1,4403	0,0129	0,0002
4	356678,0522	1,3952	-0,0322	0,0010
5	366964,8771	1,4371	0,0097	0,0001
6	364239,7278	1,4260	-0,0014	0,0000
7	367234,937	1,4382	0,0108	0,0001
8	365614,5779	1,4316	0,0042	0,0000
9	365246,3145	1,4301	0,0027	0,0000
10	368216,9727	1,4422	0,0148	0,0002
Rata-Rata		1,4274		
Jumlah				0,0027
SD		0,0172		
RSD		1,2059		
C		$1,42742 \times 10^{-6}$		
CV Horwitz (%)		15,1655		

Contoh Perhitungan:

$$\begin{aligned}
 SD &= \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{0,0027}{10-1}} \\
 &= 0,0172
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 RSD &= \frac{SD}{\bar{x}} \\
 &= \frac{0,0172}{1,4274} \times 100 \% \\
 &= 1,2059\%
 \end{aligned}$$

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

$$C \text{ dalam mg/L } (10^{-6}) = 1,4274 \times 10^{-6}$$

$$CV \text{ Horwitz } (\%) = 2^{1-0,5(\log 1,4274 \times 10^{-6})}$$

$$= 15,1655 \%$$

$$\frac{2}{3} CV \text{ Horwitz } (\%) = \frac{2}{3} \times 15,1655 \%$$

$$= 10,1104 \%$$

Repitabilitas *High Range*

Pengulangan	Intensitas	Kadar (mg/L)	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	1216474,936	4,8973	0,0088	$7,83 \times 10^{-5}$
2	1215983,918	4,8953	0,0068	$4,69 \times 10^{-5}$
3	1215959,367	4,8952	0,0067	$4,56 \times 10^{-5}$
4	1215419,247	4,8930	0,0045	$2,07 \times 10^{-5}$
5	1214265,355	4,8883	-0,0002	$2,25 \times 10^{-8}$
6	1215664,756	4,8940	0,0055	$3,08 \times 10^{-5}$
7	1212448,589	4,8809	-0,0076	$5,70 \times 10^{-5}$
8	1211221,044	4,8759	-0,0126	$1,58 \times 10^{-4}$
9	1211319,248	4,8763	-0,0122	$1,48 \times 10^{-4}$
10	1214265,355	4,8883	-0,0002	$2,25 \times 10^{-8}$
Rata-rata		4,8885		
Jumlah				0,0006
SD		0,0081		
RSD		0,1649		
C		$4,8885 \times 10^{-6}$		
CV Horwitz (%)		12,6005		

Contoh Perhitungan:

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

$$= \sqrt{\frac{0,0006}{10-1}}$$

$$= 0,0081$$

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

$$= \frac{0,0081}{4,8885} \times 100 \%$$

$$= 0,1649\%$$

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

$$C \text{ dalam mg/L } (10^{-6}) = 4,8885 \times 10^{-6}$$

$$CV \text{ Horwitz } (\%) = 2^{1-0,5(\log 4,8885 \times 10^{-6})}$$

$$= 12,6005 \%$$

$$\frac{2}{3} CV \text{ Horwitz } (\%) = \frac{2}{3} \times 12,6005 \%$$

$$= 8,4004 \%$$

Reprodubilitas *Low Range*

Analisis 1

Pengulangan	Intensitas	Kadar (mg/L)	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	357119,9683	1,3970	-0,0304	0,0009
2	366817,5717	1,4365	0,0091	0,0001
3	367750,5057	1,4403	0,0129	0,0002
4	356678,0522	1,3952	-0,0322	0,0010
5	366964,8771	1,4371	0,0097	0,0001
6	364239,7278	1,4260	-0,0014	0,0000
7	367234,937	1,4382	0,0108	0,0001
8	365614,5779	1,4316	0,0042	0,0000
9	365246,3145	1,4301	0,0027	0,0000
10	368216,9727	1,4422	0,0148	0,0002
Rata-rata		1,4274		
Jumlah				0,0027
SD		0,0172		
RSD		1,2059		
C		$1,4274 \times 10^{-6}$		
CV Horwitz (%)		15,1655		

Contoh Perhitungan:

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

$$= \sqrt{\frac{0,0027}{10-1}}$$

$$= 0,0172$$

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

$$= \frac{0,0172}{1,4274} \times 100 \%$$

$$= 1,2059 \%$$

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

$$C \text{ dalam mg/L } (10^{-6}) = 1,4274 \times 10^{-6}$$

$$CV \text{ Horwitz } (\%) = 2^{1-0,5(\log 1,4274 \times 10^{-6})}$$

$$= 15,1655 \%$$

$$\frac{2}{3} CV \text{ Horwitz } (\%) = \frac{2}{3} \times 15,1655 \%$$

$$= 10,1104 \%$$

Analisis 2

Pengulangan	Intensitas	Kadar (mg/L)	xi- \bar{x}	(xi- \bar{x}) ²
1	370868,4694	1,4530	0,0229	0,0005
2	366964,8771	1,4371	0,0070	0,0000
3	380615,1746	1,4927	0,0626	0,0039
4	363257,692	1,4220	-0,0081	0,0001
5	360802,6025	1,4120	-0,0181	0,0003
6	360066,0757	1,4090	-0,0211	0,0004
7	355401,4057	1,3900	-0,0401	0,0016
8	350736,7357	1,3710	-0,0591	0,0035
9	371113,9783	1,4540	0,0239	0,0006
10	372587,032	1,4600	0,0299	0,0009
Rata-Rata		1,4301		
Jumlah				0,0119
SD		0,0364		
RSD		2,5423		
C		1,4301 $\times 10^{-6}$		
CV Horwitz		15,1613		

Contoh Perhitungan:

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

$$= \sqrt{\frac{0,0119}{10-1}}$$

$$= 0,0364$$

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

$$= \frac{0,0364}{1,4301} \times 100 \%$$

$$= 2,5423 \%$$

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

$$C \text{ dalam mg/L } (10^{-6}) = 1,4301 \times 10^{-6}$$

$$CV \text{ Horwitz } (\%) = 2^{1-0,5(\log 1,4301 \times 10^{-6})}$$

$$= 15,1613 \%$$

$$\frac{2}{3} CV \text{ Horwitz } (\%) = \frac{2}{3} \times 15,1613 \%$$

$$= 10,1075 \%$$

$$Zscore = \frac{SD1 - SD2}{\sqrt{\frac{SD1^2}{n1} + \frac{SD2^2}{n2}}} = \frac{0,0172 - 0,0364}{\sqrt{\frac{0,0172^2}{10} + \frac{0,0364^2}{10}}} = -1,5049$$

Reprodubilitas *High Range*

Analisis 1

Pengulangan	Intensitas	Kadar (mg/L)	xi - \bar{x}	(xi - \bar{x}) ²
1	1216474,936	4,8973	0,0088	7,83 × 10 ⁻⁵
2	1215983,918	4,8953	0,0068	4,69 × 10 ⁻⁵
3	1215959,367	4,8952	0,0067	4,56 × 10 ⁻⁵
4	1215419,247	4,8930	0,0045	2,07 × 10 ⁻⁵
5	1214265,355	4,8883	-0,0002	2,25 × 10 ⁻⁸
6	1215664,756	4,8940	0,0055	3,08 × 10 ⁻⁵
7	1212448,589	4,8809	-0,0076	5,70 × 10 ⁻⁵
8	1211221,044	4,8759	-0,0126	1,58 × 10 ⁻⁴
9	1211319,248	4,8763	-0,0122	1,48 × 10 ⁻⁴
10	1214265,355	4,8883	-0,0002	2,25 × 10 ⁻⁸
Rata-rata		4,8885		

Jumlah	0,0006
SD	0,0081
RSD	0,1649
C	$4,8885 \times 10^{-6}$
CV Horwitz (%)	12,6005

Contoh Perhitungan:

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

$$= \sqrt{\frac{0,0006}{10-1}}$$

$$= 0,0081$$

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

$$= \frac{0,0081}{4,8885} \times 100 \%$$

$$= 0,1649\%$$

CV Horwitz (%)

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

C dalam mg/L (10^{-6})

$$= 4,8885 \times 10^{-6}$$

CV Horwitz (%)

$$= 2^{1-0,5(\log 4,8885 \times 10^{-6})}$$

$$= 12,6005 \%$$

$$\frac{2}{3} CV Horwitz (\%) = \frac{2}{3} \times 12,6005 \%$$

$$= 8,4004 \%$$

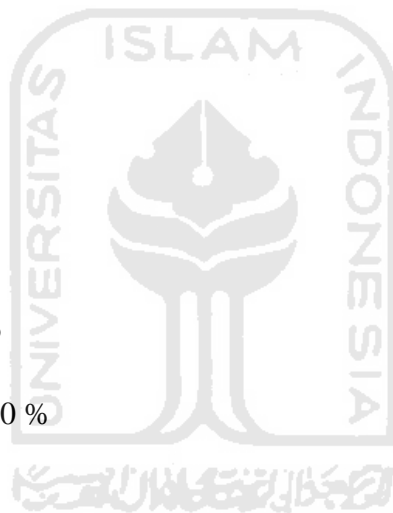
Analisis 2

Pengulangan	Intensitas	Kadar (mg/L)	$xi - \bar{x}$	$(xi - \bar{x})^2$
1	1211761,1639	4,8781	-0,0040	$1,59 \times 10^{-5}$
2	1212006,6729	4,8791	-0,0030	$8,94 \times 10^{-6}$
3	1212252,1818	4,8801	-0,0020	$3,96 \times 10^{-6}$
4	1212816,8524	4,8824	0,0003	$9,61 \times 10^{-8}$
5	1213062,3614	4,8834	0,0013	$1,72 \times 10^{-6}$
6	1212031,2238	4,8792	-0,0029	$8,35 \times 10^{-6}$
7	1212129,4274	4,8796	-0,0025	$6,20 \times 10^{-6}$
8	1213258,7685	4,8842	0,0021	$4,45 \times 10^{-6}$

9	1213774,3373	4,8863	0,0042	$1,77 \times 10^{-5}$
10	1214314,4570	4,8885	0,0064	$4,11 \times 10^{-5}$
Rata-rata		4,8821		
Jumlah				0,0001
SD		0,0035		
RSD		0,0711		
C		$4,8821 \times 10^{-6}$		
CV Horwitz (%)		12,6030		

Contoh Perhitungan:

$$\begin{aligned}
 SD &= \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{0,0001}{10-1}} \\
 &= 0,0035 \\
 \% \text{ RSD} &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \% \\
 &= \frac{0,0035}{4,8821} \times 100 \% \\
 &= 0,0711\%
 \end{aligned}$$



$$\begin{aligned}
 CV \text{ Horwitz } (\%) &= 2^{1-0,5(\log C)} \\
 C \text{ dalam mg/L } (10^{-6}) &= 4,8821 \times 10^{-6} \\
 CV \text{ Horwitz } (\%) &= 2^{1-0,5(\log 4,8821 \times 10^{-6})} \\
 &= 12,6030 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \frac{2}{3} CV \text{ Horwitz } (\%) &= \frac{2}{3} \times 12,6030 \% \\
 &= 8,4020 \%
 \end{aligned}$$

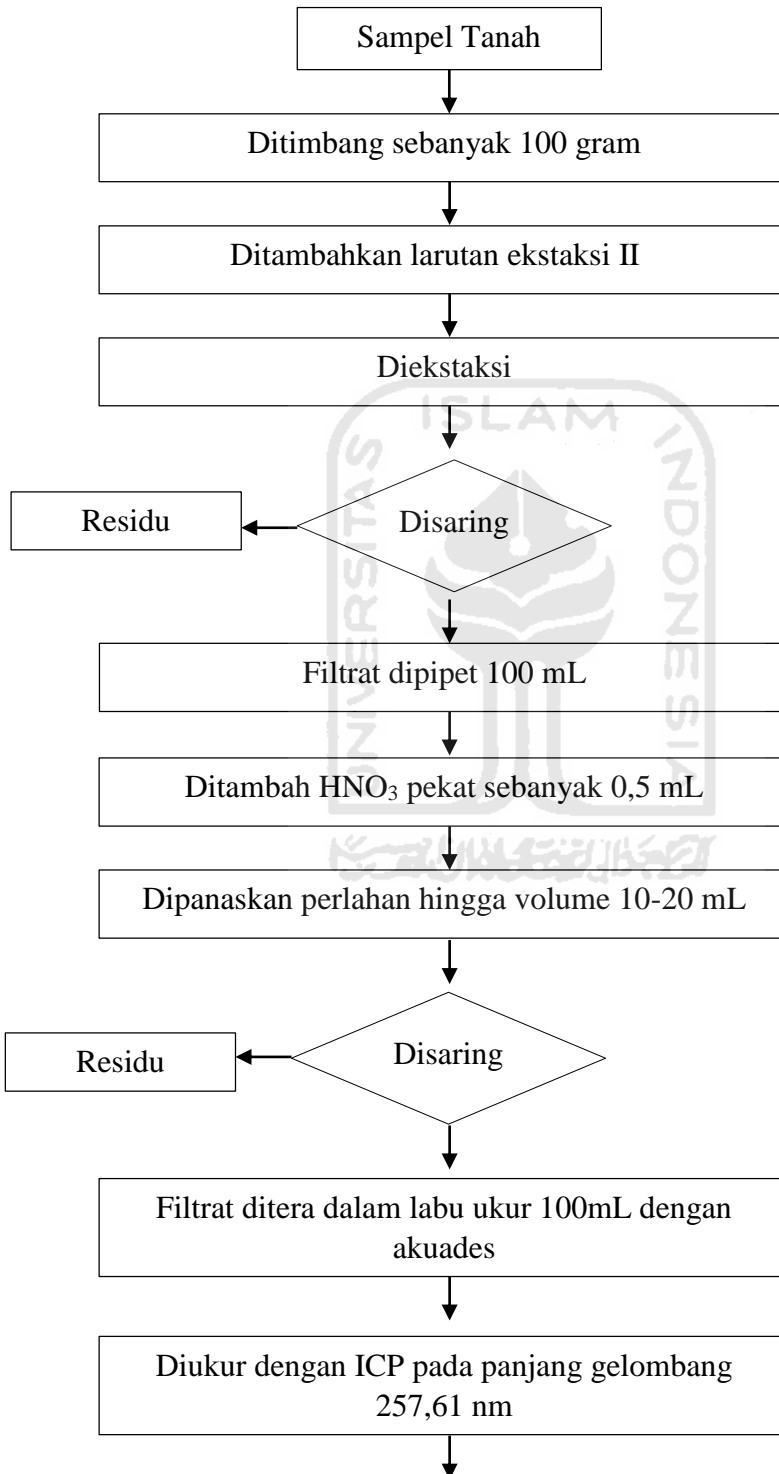
$$Z_{score} = \frac{SD_1 - SD_2}{\sqrt{\frac{SD_1^2}{n_1} + \frac{SD_2^2}{n_2}}} = \frac{0,0081 - 0,0035}{\sqrt{\frac{0,0081^2}{10} + \frac{0,0035^2}{10}}} = 1,6533$$



Lampiran 3

Estimasi Ketidakpastian Kadar Mangan (Mn)

1. Prosedur Penentuan Kadar Mangan (Mn)



Kadar

2. Rumus Penentuan Kadar Mangan (Mn)

$$\text{Kadar Mangan (Mn)} = C \times F_p$$

Keterangan:

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

F_p = Faktor pengenceran

Konversi hasil pengujian (mg/L) menjadi (mg/kg)

$$\text{Kadar (mg/kg)} = \frac{\text{Kadar} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times V \text{ akhir setelah diekstraksi (L)}}{\text{Berat sampel yang diekstrak (kg)}}$$

Dimasukkan intensitas sampel dalam persamaan garis $y = 245509x + 14144$

$$y = ax + b$$

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

Keterangan:

y = Intensitas yang dihasilkan

x = Konsentrasi sampel

b = Intersep

a = Slope

$$\text{Intensitas sampel} = 366817,5717$$

$$y = 245509x + 14144$$

$$366817,5717 = 245509x + 14144$$

$$x = \frac{366817,5717 - 14144}{245509}$$

$$= 1,4365 \text{ mg/L}$$

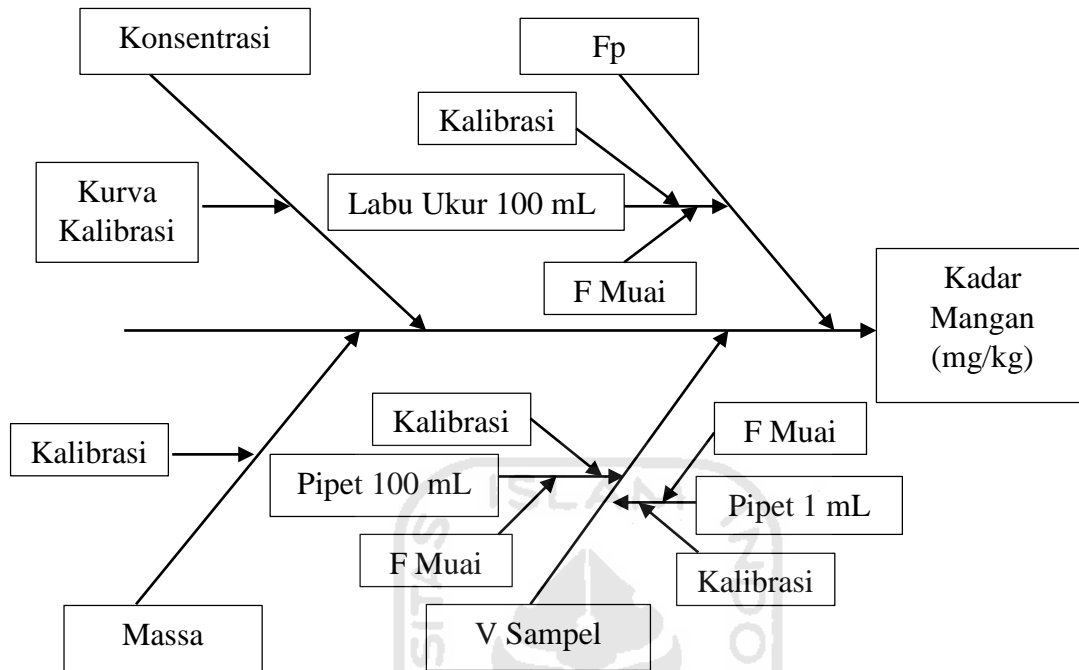
Konversi kadar (mg/L) menjadi (mg/kg)

$$\text{Kadar (mg/kg)} = \frac{\text{Kadar} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times V \text{ akhir setelah diekstraksi (L)}}{\text{Berat sampel yang diekstrak (kg)}}$$

$$= \frac{1,4365 \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \text{ L}}{0,1 \text{ kg}}$$

$$= 28,73 \text{ mg/kg}$$

3. Diagram Tulang Ikan



4. Penentuan Estimasi Ketidakpastian

a. Ketidakpastian dari Massa Sampel

Ketidakpastian Baku Neraca Analitik

Sertifikasi Kalibrasi $\pm 0,0001$ g pada tingkat kepercayaan 95%

$$\mu_{\text{kal}} = \frac{Qu}{k} = \frac{0,0001 \text{ g}}{2} = 0,00005 \text{ g}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari neraca analitik

$$\begin{aligned} \mu(\text{massa sampel}) &= \sqrt{2 \times (\mu_{\text{kal}})^2} \\ &= \sqrt{2 \times (0,00005)^2} \\ &= 7,0711 \times 10^{-5} \text{ g} \end{aligned}$$

b. Ketidakpastian dari Volume Akhir

Ketidakpastian Baku Pipet Volume 100 mL

Sertifikasi Kalibrasi $\pm 0,00778$ mL pada tingkat kepercayaan 95%

$$\mu_{\text{kal}} = \frac{Qu}{k} = \frac{0,00778 \text{ mL}}{2} = 3,89 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

Efek temperatur Evaluasi tipe B, $k = \sqrt{3}$ (Rectangular)

$$\text{Variasi suhu} = 30^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C} = 10^{\circ}\text{C}$$

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

$$\mu \text{ kal} = \frac{100 \text{ mL} \times 10^{\circ}\text{C} \times 0,00021/^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,1212 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari pipet 100 mL

$$\begin{aligned} \mu (\text{Pipet } 100 \text{ mL}) &= \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 \times (\mu \text{ muai})^2} \\ &= \sqrt{(3,89 \times 10^{-3} \text{ mL})^2 \times (0,1212 \text{ mL})^2} \\ &= 0,1213 \text{ mL} \end{aligned}$$

Ketidakpastian Baku Pipet Ukur 1 mL

Sertifikasi Kalibrasi $\pm 0,006 \text{ mL}$ pada tingkat kepercayaan 95%

$$\mu \text{ kal} = \frac{Q_u}{k} = \frac{0,006 \text{ mL}}{2} = 0,003 \text{ mL}$$

Efek temperatur Evaluasi tipe B, $k = \sqrt{3}$ (Rectangular)

$$\text{Variasi suhu} = 30^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C} = 10^{\circ}\text{C}$$

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

$$\mu \text{ kal} = \frac{1 \text{ mL} \times 10^{\circ}\text{C} \times 0,00021/^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}} = 1,21 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari pipet 100 mL

$$\begin{aligned} \mu (\text{Pipet } 100 \text{ mL}) &= \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 \times (\mu \text{ muai})^2} \\ &= \sqrt{(0,003 \text{ mL})^2 \times (1,21 \times 10^{-3} \text{ mL})^2} \\ &= 0,0001 \text{ mL} \end{aligned}$$

c. Ketidakpastian dari Fp

Ketidakpastian Baku Labu Ukur 100 mL

Sertifikasi Kalibrasi $\pm 0,01 \text{ mL}$ pada tingkat kepercayaan 95%

$$\mu \text{ kal} = \frac{Q_u}{k} = \frac{0,01 \text{ mL}}{2} = 5,0 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

Efek temperatur Evaluasi tipe B, $k = \sqrt{3}$ (Rectangular)

$$\text{Variasi suhu} = 30^{\circ}\text{C} - 20^{\circ}\text{C} = 10^{\circ}\text{C}$$

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

$$\mu \text{ kal} = \frac{100 \text{ mL} \times 10^{\circ}\text{C} \times 0,00021/^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,1212 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari pipet 100 mL

$$\begin{aligned} \mu (\text{Pipet } 100 \text{ mL}) &= \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 \times (\mu \text{ muai})^2} \\ &= \sqrt{(4,67 \times 10^{-3})^2 \times (0,1212 \text{ mL})^2} \\ &= 0,1213 \text{ mL} \end{aligned}$$

d. Ketidakpastian dari Kurva Kalibrasi

Ketidakpastian Baku Residual Kurva Kalibrasi (μF)

Data hasil ketidakpastian baku residual kurva kalibrasi

xi	yi	yc	(yi-yc) ²	(xi- \bar{x}) ²
0	492,5062	14144	186363283	9
1	263003,9194	259653	11228660,83	1
2	513765,876	505162	74026682,22	4
3	754817,6182	750671	17194442,5	9
4	1003872,93	996180	59181173,52	16
5	1244599,649	1241689	8471878,765	25
6	1474143,174	1487198	170428476,7	36

$$\bar{x} = 3$$

$$\Sigma = 5254695,673 \quad \Sigma = 526894597,5 \quad \Sigma = 100$$

$$y \text{ sampel} = 5169808,449$$

$$\text{Slope} = 245509$$

$$\text{Intersep} = 14144$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\Sigma(yi-yc)}{n-2}} = \sqrt{\frac{526894597,5}{7-2}} = 10265,4235 \text{ mg/L}$$

μF (Sampel *Low Range*)

$$= \frac{S_{y/x}}{\text{Slope}} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(y_{\text{sampel}} - y_{\text{standar}})^2}{(\text{Slope})^2 + \Sigma(xi - \bar{x})^2}}$$

$$= \frac{10265,4235}{245509} \times \sqrt{\frac{1}{1} + \frac{1}{7} + \frac{(5169808,449 - 5254695,673)^2}{(245509)^2 + 100}}$$

$$= 0,0469 \text{ mg/kg}$$

Keterangan :

$S_{y/x}$ = simpangan baku residual

m = jumlah pengulangan sampel

n = jumlah larutan standar

xi = konsentrasi larutan standar

yi = intensitas larutan standar

yc = intensitas dari persamaan regresi linear

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

e. Ketidakpastian Baku Relatif (UG)

$$\mu \text{ massa} = 7,0711 \times 10^{-5} \text{ g}$$

$$\mu V \text{ akhir (pipet 100 mL)} = 0,1213 \text{ mL}$$

$$\mu V \text{ akhir (pipet 1 mL)} = 0,0001 \text{ mL}$$

$$\mu Fp = 0,1213 \text{ mL}$$

$$\mu F = 0,0469 \text{ mg/kg}$$

$$\frac{UG}{C} = \sqrt{\left(\frac{\mu \text{ massa}}{\text{massa}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V a 100}{\text{pipet 100}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V a 1}{\text{pipet 1}}\right)^2 + \left(\frac{\mu Fp}{\text{labu 100}}\right)^2 + \left(\frac{\mu F}{C}\right)^2}$$

$$UG = C \times \sqrt{\left(\frac{\mu \text{ massa}}{\text{massa}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V a 100}{\text{pipet 100}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V a 1}{\text{pipet 1}}\right)^2 + \left(\frac{\mu Fp}{\text{labu 100}}\right)^2 + \left(\frac{\mu F}{C}\right)^2}$$

$$UG = 28,73 \text{ mg/kg} \times \sqrt{\left(\frac{7,0711 \times 10^{-5}}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,1213}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,0001}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,1213}{100}\right)^2 + \left(\frac{0,0469}{28,73}\right)^2}$$

$$UG = 0,0691 \text{ mg/kg}$$

f. Ketidakpastian diperluas (U)

Tingkat kepercayaan 95%, $k=2$

$$U = UG \times k$$

$$= 0,0691 \text{ mg/kg} \times 2$$

$$= 0,1361 \text{ mg/kg}$$

Pelaporan Hasil Uji

Pada tingkat kepercayaan 95% = $28,73 \pm 0,1361 \text{ mg/kg}$