

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN SENG PADA SAMPEL
BUBUR BAYI MENGGUNAKAN *INDUCTIVELY COUPLED
PLASMA-OPTICAL EMISSION SPECTROMETER (ICP-OES)* DI
PT. SUCOFINDO SBU LABORATORIUM**

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



Disusun Oleh:

Restuningsih

NIM: 17231066

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

LAPORAN TUGAS AKHIR
VALIDASI METODE PENENTUAN SENG PADA SAMPEL
BUBUR BAYI MENGGUNAKAN *INDUCTIVELY COUPLED*
***PLASMA-OPTICAL EMISSION SPECTROMETER* (ICP-OES) DI**
PT. SUCOFINDO SBU LABORATORIUM



NIM: 17231066

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

LAPORAN TUGAS AKHIR
VALIDASI METODE PENENTUAN SENG PADA SAMPEL
BUBUR BAYI MENGGUNAKAN *INDUCTIVELY COUPLED*
***PLASMA-OPTICAL EMISSION SPECTROMETER* (ICP-OES) DI**
PT. SUCOFINDO SBU LABORATORIUM

METHOD VALIDATION OF ZINC IN BABY PORRIDGE
SAMPLE USING INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-OPTICAL
EMISSION SPECTROMETER (ICP-OES) IN PT. SUCOFINDO
SBU LABORATORIUM



Disusun Oleh:

Restuningsih

NIM: 17231066

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

2020

**HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VALIDASI METODE PENENTUAN SENG PADA SAMPEL BUBUR
BAYI MENGGUNAKAN *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA OPTICAL
EMISSION SPECTROMETER (ICP-OES)* DI PT. SUCOFINDO SBU
LABORATORIUM**

Dipersiapkan dan Disusun oleh:

Restuningsih

NIM: 17231066

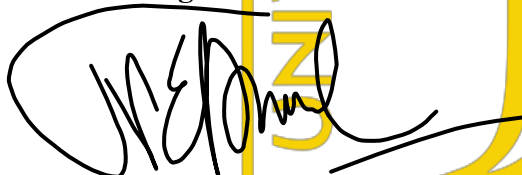
Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi D III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 25 Mei 2020

Menyetujui,

Ketua Program Studi



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

NIK. 132311102

Pembimbing



Ganjar Fadillah, S.Si., M.Si

NIK. 182310101

**HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VALIDASI METODE PENENTUAN SENG PADA SAMPEL BUBUR
BAYI MENGGUNAKAN *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA OPTICAL
EMISSION SPECTROMETER (ICP-OES)* DI PT. SUCOFINDO SBU
LABORATORIUM**

Dipersiapkan dan Disusun oleh:

Restuningsih

NIM: 17231066

Telah dipertahankan di depan tim penguji pada tanggal 15 Juni 2020

Susunan Tim Penguji

Tim Pembimbing/ Penguji



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

NIK. 182310101

Penguji I



Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.

NIK. 052316004

Penguji II



Thorikul Huda, S.Si., M.Sc.

NIK. 052316003

Mengetahui,

Dekan FMIPA UHI



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

NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa laporan tugas akhir ini tidak ada bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 27 Juli 2020



Restuningsih



MOTTO

“...Boleh jadi kamu membenci sesuatu, padahal ia amat baik bagimu, dan boleh jadi (pula) kamu menyukai sesuatu, padahal ia amat buruk bagimu. Allah mengetahui, sedang kamu tidak mengetahui”

(Al Baqarah: 216)

Terkadang kesulitan harus kamu rasakan terlebih dahulu sebelum kebahagiaan yang sempurna datang kepadamu

(Raden Ajeng Kartini)

Hiduplah seakan-akan kau akan mati besok, dan belajarlh seakan-akan kau akan hidup selamanya

(Mahatma Gandhi)

PER(T)EMPU(R)AN

(Fadillah Adkiras S.H)

If life is like chemistry, you dont have to make it colorfull, but make it meaningful with the colors you have

HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirrahmanirrahim

Alhamdulillahil'alamiin

Saya bersyukur kepada Allah SWT yang telah memberikan banyak sekali kelancaran dan keberkahan dalam menyusun dan menyelesaikan tugas akhir ini. Sejatinya kesuksesan hamba bukan karena kehebatannya, namun atas izin rohmat dan ridhoNya. Terimakasih dan *Alhamdulillahil'alamiin* kepada:

Ibu, ayah dan mas nur yang selalu memberikan banyak doa dan dukungan baik moral maupun materil, serta memberikan semangat yang tiada habis untuk mba. Selamat untuk ibu, ayah dan mas anak dan adikmu telah sampai dititik ini. Karya kecil ini mba persembahkan untuk kalian rumah terbaik mba.

Dosen, karyawan serta staf Diploma III Analisis Kimia yang telah memberikan banyak sekali dukungan dan ilmunya hingga saat ini. Terutama kepada Bapak Ganjar Fadillah, M.Si selaku dosen pembimbing PKL yang telah membimbing dan meluangkan waktu serta memberikan ilmunya dan kepada Ibu Tri Esti Purbaningtiyas, M.Si selaku dosen pembimbing akademik yang selalu memberikan semangat dan motivasi.

Keluarga besar PT. Sucofindo SBU Laboratorium terutama kepada Laboratorium General bagian makanan dan minuman Bapak Muhidin, Ibu Mia, Kak Anggun, Kak Dhila, Kak Dinny, Kak Iza, Mas Alvan, Bapak Rudi, yang telah memberikan ilmu, wawasan serta waktunya, kesempatan untuk mencari ilmu, mengajari restu dengan sabar saat belajar di laboratorium, menjadi partner validasi terbaik, serta alumni Diploma III Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia di dalamnya Kak Nurul, Mas Azis, dan Mas Maman yang telah mau berbagi waktunya untuk adek-adeknya selama PKL, serta membagikan sedikit ilmu yang sangat bermanfaat.

Sahabat rere diperkuliah Royan zahara putri A.Md.Si, Desi nur'aeni A.Md.Si, dan Devi dwi rohmawati A.Md.Si. Terimakasih telah datang ke jogja memberikan warna warni suka duka selama rere kuliah di UII, menjadi sahabat terbaik aku selama kuliah semoga persahabatan kita sampai ajal menjemput ya. Serta kepada angkatan 2017 Analisis kimia yang tidak bisa disebutkan satu persatu. Sukses selalu buat kita semua

Sahabat rere dari jaman SMA perempuan hebat *swagbaby*, Iffah nur haniffah S.E, Aulia setia ningrum A.Md.Si, Nekyo meishi sugureta S.T. Rere bersyukur Allah anugerahkan perempuan-perempuan hebat seperti kalian dihidup aku. Semoga persahabatan kita bisa langgeng sampai nanti.

Perempuan hebat Fadillah adkiras S.H terimakasih telah memberikan rere kesempatan belajar banyak di Srikandi UII untuk tidak menjadi perempuan yang lemah. Hidup perempuan!!! Serta keluarga genus UII yang telah menjadi sahabat dunia dan akhirat.

Semoga segala kebaikan-kebaikan diganti dengan yang lebih baik dan lebih barokah dari Allah SWT. Aamiin

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum warohmatullohi wabarokatuh

Puji syukur kita panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan banyak sekalian nikmat dan Hidayah-Nya. Shalawat serta salam senantiasa ditunjukkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW semoga di hari akhir nanti kita mendapatkan syafaatNya. Berkat pertolongan dan rahmat dari Allah SWT penyusun dapat menyusun dan menyelesaikan Laporan Tugas Akhir dengan judul Validasi Metode Uji Penentuan Seng pada Sampel Bubur Bayi Menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer* (ICP-OES) di PT. Sucofindo SBU Laboratorium.

Laporan tugas akhir ini disusun untuk mengetahui hasil validasi penentuan seng di PT. Sucofindo SBU Laboratorium. Validasi dilakukan dengan menggunakan parameter uji akurasi, uji presisi, uji linieritas, *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ). Manfaat dari laporan tugas akhir ini untuk mengetahui kecocokan antara metode dan alat yang digunakan dalam pengujian kimia dan sebagai pengetahuan bagi masyarakat umum mengenai prosedur validasi metode pengujian kimia.

Laporan tugas akhir merupakan salah satu syarat untuk memperoleh derajat Ahli Madya *Science* (A.Md.Si) Diploma III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Selama proses penyusunan laporan tugas akhir ini, penyusun mendapatkan bimbingan serta ilmu dari berbagai pihak. Penyusun mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Muhidin selaku Kepala Sub Bagian Laboratorium *General* PT. Sucofindo SBU Laboratorium.
2. Ibu Tati Kusmiati selaku Kepala Laboratorium Makanan dan Minuman PT. Sucofindo SBU Laboratorium sekaligus Pembimbing Praktik Kerja Lapangan.
3. Bapak Prof. Riyanto, Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

4. Ibu Tri Esti Purbaningtias, M.Si selaku Ketua Program Studi Diploma III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
5. Bapak Ganjar Fadillah, M.Si selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan.
6. Ibu Hevia Anggun Vibriarti, S.Si selaku Pembimbing Harian Praktik Kerja Lapangan.
7. Dosen, karyawan, dan staf Program Studi Diploma III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

Serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu yang telah membimbing dan mendukung dari proses Praktik Kerja Lapangan sampai penyusunan laporan tugas akhir ini.

Penyusun menyadari bahwa Laporan Tugas Akhir ini jauh dari kata sempurna, untuk itu penyusun mengharapkan adanya saran yang membangun demi terciptanya laporan yang lebih baik lagi. Semoga Laporan Tugas Akhir ini dapat bermanfaat bagi penyusun, pembaca, dan bagi pihak yang terkait di dalamnya.

Yogyakarta, 21 Agustus 2020

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
HALAMAN PENGESAHAN.....	v
PERNYATAAN.....	vi
MOTTO	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	viii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
INTISARI	xvi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan	4
1.4 Manfaat	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Profil Perusahaan.....	6
2.2 Mineral Seng	7
2.3 Preparasi Sampel.....	8
2.4 <i>Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry</i>	10
2.5 Validasi Metode	15
2.5.1 Linieritas	15
2.5.2 Akurasi	16
2.5.3 Presisi	18
2.5.4 <i>Limit of detection (LOD)</i> dan <i>limit of quantitation (LOQ)</i>	19
2.5.5 Estimasi Ketidapastian Pengukuran	20
BAB III METODOLOGI.....	22
3.1 Bahan	22

3.2 Alat	22
3.3 Prosedur Kerja.....	22
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
4.1 Metode Destruksi	25
4.2 Validasi Penentuan Seng dengan <i>Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry</i>	26
4.2.1. Uji linieritas.....	26
4.2.2. <i>Limit of detection</i> (LOD) dan <i>limit of quantitation</i> (LOQ).....	27
4.2.3 Uji presisi	28
4.2.4 Penentuan akurasi.....	29
4.2.5 Estimasi ketidakpastian.....	30
BAB V PENUTUP.....	35
5.1 Kesimpulan.....	35
5.2 Saran	35
DAFTAR PUSTAKA	36
LAMPIRAN	39



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hubungan Antara Variabel X dan Variabel Y	16
Tabel 2.2 Nilai Persen <i>Recovery</i> Berdasarkan Konsentrasi Sampel	17
Tabel 2.3 Tingkat Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit	19
Tabel 4.1 Hasil Uji <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantitation</i> (LOQ)	27
Tabel 4.2 Data Hasil Uji Presisi	29
Tabel 4.3 Data Hasil Uji Akurasi	30
Tabel 4.4 Nilai Estimasi Ketidakpastian	31



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1 Proyeksi Jumlah Penduduk Indonesia.....	1
Gambar 2.1 Instrumen <i>Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer</i> (ICP-OES)	13
Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Hubungan antara Konsentrasi dan Intensitas.....	26
Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan	31
Gambar 4.3 Kontribusi Estimasi Ketidakpastian	33



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Optimasi Instrumen <i>Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer</i> (ICP-OES)	39
Lampiran 2.	Pembuatan Larutan	40
Lampiran 3.	Penentuan Kurva Kalibrasi dan Linieritas.....	43
Lampiran 4.	Penentuan Akurasi.....	46
Lampiran 5.	Penentuan Presisi.....	49
Lampiran 6.	<i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantitation</i> (LOQ).....	52
Lampiran 7.	Estimasi Ketidakpastian	54
Lampiran 8.	Sertifikat Alat	60



**VALIDASI METODE PENENTUAN SENG PADA SAMPEL BUBUR BAYI
MENGUNAKAN *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-OPTICAL
EMISSION SPECTROMETER (ICP-OES)* DI PT. SUCOFINDO SBU
LABORATORIUM**

Restuningsih

Program Studi Diploma III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu
Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Jl. Kaliurang KM 14,5

Email: 17231066@students.uii.ac.id

INTISARI

Telah dilaksanakan validasi metode analisis seng dalam sampel bubuk bayi dengan menggunakan metode *inductively coupled plasma optical emission spectrometer* (ICP-OES) di PT. Sucofindo SBU Laboratorium. Mineral seng sangat dibutuhkan di dalam tubuh yang berfungsi untuk pertumbuhan dan perkembangan anak, melawan infeksi, dan penyembuhan luka. PT. Sucofindo SBU Laboratorium mengembangkan metode analisis seng dengan *inductively coupled plasma optical emission spectrometer* sehingga perlu dilaksanakan validasi untuk melihat kinerja suatu alat dari kecocokan metode dan instrumen. Metode yang digunakan yaitu metode destruksi basah menggunakan asam nitrat dan hidrogen peroksida kemudian dianalisis dengan *inductively coupled plasma optical emission spectrometer* dengan panjang gelombang 213, 857 nm. Parameter validasi metode pengujian yang dilakukan meliputi linieritas, batas deteksi, batas kuantisasi, presisi, dan akurasi. Hasil pengujian seng pada sampel bubuk bayi diperoleh kandungan mineral seng sebesar $55,86 \pm 2,20$ mg/kg. Nilai koefisien determinasi (R^2) yang diperoleh 0,9999. Hasil LOD dan LOQ yaitu 0,1128 mg/kg dan 0,3760 mg/kg, hasil dari LOD menunjukkan batas bawah terendah yang dapat dianalisis dengan metode ICP-OES, sedangkan hasil LOQ untuk mengetahui jumlah terendah dari sampel yang masih dapat ditentukan dan memenuhi kriteria akurasi dan presisi yang disepakati. Hasil uji akurasi sebesar 99,94%, metode ini akurat karena masuk dalam rentang 80-110%. Hasil dari %RSD diperoleh sebesar 1,43% dengan nilai CV Horwitz sebesar 8,5868. Hasil presisi telah memenuhi syarat keberterimaan yaitu %RSD < 2% dan %RSD < CV Horwitz. Hasil dari validasi yang telah dilakukan telah memenuhi syarat keberterimaan dan dapat digunakan untuk pengujian di PT. Sucofindo SBU Laboratorium. Validasi penentuan seng supaya dilakukan dengan menggunakan konsentrasi deret standar dengan rentang konsentrasi yang tidak terlalu jauh.

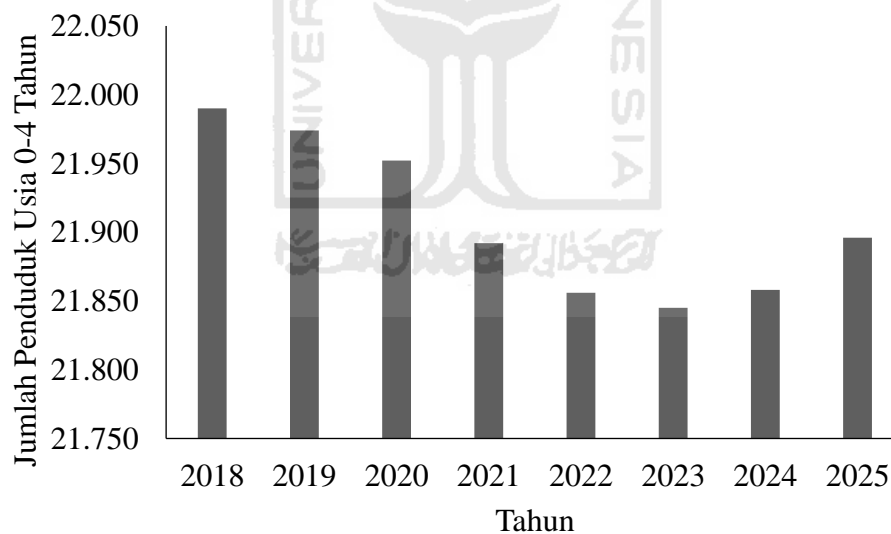
Kata kunci: seng, ICP-OES, validasi metode

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara dengan jumlah penduduk terbanyak keempat di dunia. Jumlah penduduk Indonesia mencapai 264,2 juta jiwa pada tahun 2018. Menurut Survei Penduduk Antar Sensus (SUPAS) pada tahun 2015 memperkirakan jumlah penduduk Indonesia pada tahun 2025 sebanyak 282,5 juta jiwa, sedangkan pada tahun 2020 jumlah penduduk Indonesia diproyeksikan sebesar 21.952 jiwa untuk kelompok usia 0-4 tahun (Windiarto dkk, 2019). Tingginya jumlah penduduk Indonesia usia di bawah lima tahun atau balita menyebabkan tingkat pemenuhan gizi meningkat. Hal ini mengacu pada Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 36 Tahun 2009 Pasal 131 ayat 2 Tentang Kesehatan yang menyebutkan bahwa, upaya pemeliharaan kesehatan anak dilakukan sejak anak masih dalam kandungan, dilahirkan, setelah dilahirkan, dan sampai berusia delapan belas tahun.



Gambar 1.1 Proyeksi Jumlah Penduduk Indonesia (SUPAS BPS, 2015)

Faktor gizi menjadi salah satu aspek penting dalam mendukung pertumbuhan dan perkembangan anak. Masalah utama pada usia anak yaitu kekurangan gizi seperti protein, vitamin A, zat besi, iodium, dan seng (Agustian dkk, 2009). Seng diperlukan untuk pertumbuhan serta perkembangan anak, melawan infeksi, dan penyembuhan luka (Agustian dkk, 2009). Defisiensi mineral seng di negara

berkembang banyak dijumpai pada usia balita yang dapat menyebabkan perlambatan pertumbuhan, diare, malaria, dan pneumonia (Agustian dkk, 2009).

Pemberian air susu ibu (ASI) pada bayi yang memasuki usia enam bulan tidak mencukupi kebutuhan gizi bayi yang semakin hari semakin meningkat. Perkembangan koordinasi motorik saluran pencernaan memungkinkan bayi untuk menerima makanan dari luar. Hal ini menunjukkan bahwa bayi membutuhkan asupan makanan dari luar yang sering disebut sebagai makanan pendamping air susu ibu (MP-ASI). Salah satu gizi yang terdapat di dalam bubur bayi adalah mineral seng (Grueger, 2013). Kandungan seng dalam makanan pendamping asi yang telah ditetapkan SNI yaitu sebesar 2,5 mg/100 g.

Penyebab penyakit diare bersifat multifaktorial, yaitu disamping karena unsur kerentanan dan perilaku pejamu, penyebab penyakit diare juga sangat dipengaruhi oleh faktor lingkungan. Salah satu cara untuk meningkatkan daya tahan tubuh agar terhindar dari penyakit diare adalah dengan mengkonsumsi makanan bergizi yang mengandung seng. Peran seng dalam mengatasi penyakit diare yaitu seng memiliki efek terhadap beberapa enterosit dan sel imun yang berinteraksi dengan agen infeksius pada diare. Seng utamanya bekerja pada jaringan dengan kecepatan *turnover* seperti pada saluran cerna dan sistem imun dimana seng dibutuhkan untuk sintesa DNA dan sintesis protein (Maria dkk, 2012).

Manfaat lain dari mineral seng di dalam tubuh yaitu memperbaiki penyerapan air dan elektrolit serta mempercepat regenerasi epitel usus. Seng juga berfungsi untuk sistem ketahanan usus terhadap kuman patogen (Meivita dan Devy, 2019). Berdasarkan data yang dikeluarkan oleh WHO penyakit diare menyebabkan 70% kematian pada anak balita di dunia. Sebanyak 1,8 milyar meninggal setiap tahun akibat penyakit diare (Kemenkes, 2012). Jumlah kasus diare berdasarkan data profil kesehatan Indonesia tahun 2015 adalah sebanyak 5.405.235 dan kasus yang ditangani sebanyak 74% dari total kasus yang ada.

Pengujian kandungan seng dalam sampel bubur bayi yang dilakukan dalam penelitian ini mengacu pada SNI 01-2896-1998 tentang cara uji cemaran logam dalam makanan. PT. Sucofindo SBU Laboratorium mengembangkan metode uji penentuan seng dalam bahan pangan menggunakan metode *inductively coupled*

plasma optical emission spectrometer (ICP-OES) selain itu pengujian seng juga membutuhkan pengujian secara cepat dan rutin, sehingga perlu dilakukan validasi metode untuk memenuhi syarat keberterimaan yang telah ditetapkan.

Metode yang umum digunakan untuk mengetahui kandungan seng dalam bahan pangan adalah spektrofotometri serapan atom nyala (*flame atomic absorption spectrometry*). Kekurangan dalam metode spektrofotometri serapan atom nyala yaitu membutuhkan sumber cahaya yang spesifik untuk mineral yang dianalisa. Instrumen *inductively coupled plasma* memiliki limit deteksi yang lebih rendah dibandingkan instrumen AAS. Instrumen ICP OES memiliki batas deteksi yang rendah daripada metode AAS untuk seluruh elemen yaitu 0,1-10. Selain itu, selektifitas yang dimiliki ICP OES sangat tinggi, serta memiliki akurasi dan presisi yang baik (Archer dkk, 2003).

Salah satu metode yang dapat digunakan selain metode spektrofotometri serapan atom nyala yaitu metode *inductively coupled plasma* (ICP). Metode ini merupakan metode analisis spektroskopi emisi atom yang mengukur intensitas cahaya yang diemisikan atom, sehingga tidak memerlukan sumber cahaya seperti metode spektroskopi serapan atom (SSA) (Tamayo, 2014). Metode ICP dipilih untuk menentukan kandungan seng karena metode ini dapat mendeteksi multielemen dalam satu kali injeksi sampel sehingga waktu yang diperlukan untuk menganalisa sebuah mineral lebih cepat. Metode ICP memiliki plasma yang dapat menghasilkan suhu hingga 10.000 K, sehingga menyebabkan proses atomisasi lebih baik terutama pada unsur yang memiliki sifat refaktori, yaitu atomisasi tidak sempurna pada metode SSA (Dunnivant, 2009). Sumber eksitasi pada instrumen ICP OES dihasilkan dari gelombang elektromagnetik pembangkit frekuensi radio melalui kumparan induksi. Sumber eksitasi menghasilkan nyala api dengan suhu tinggi dibandingkan dengan metode AAS, sehingga meminimalkan kemungkinan adanya gangguan kimia serta meningkatkan sensitivitas metode (Archer dkk, 2003)

Metode lain yang dapat digunakan untuk menentukan mineral seng yaitu dengan metode titrasi kompleksometri. Metode titrasi kompleksometri yaitu metode yang berdasarkan atas pembentukan senyawa kompleks antara logam dengan ligan (zat pembentuk kompleks). Zat pembentuk kompleks yang digunakan

yaitu etilen diamin tetra asetat (EDTA) sedangkan indikator yang digunakan yaitu indikator eriokrom *black t* (EBT). Penggunaan metode titrasi dalam penentuan seng kurang optimal jika konsentrasi analit di dalam sampel mengandung konsentrasi yang rendah atau lebih kecil dari ppm. Hal ini dikarenakan akan sulit menentukan titik ekuivalen maupun titik akhir saat titrasi dilakukan (Bakhtra dkk, 2015).

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana hasil validasi metode pengujian seng dalam bubuk bayi menggunakan metode *inductively coupled plasma-optical emission spectrometry* (ICP-OES) dengan parameter linieritas, presisi, akurasi, *limit of detection* (LOD), dan *limit of quantitation* (LOQ)?
2. Bagaimana nilai estimasi ketidakpastian pengukuran yang dilakukan dalam validasi metode pengujian seng dalam bubuk bayi menggunakan metode *inductively coupled plasma-optical emission spectrometry* (ICP-OES)?

1.3 Tujuan

1. Menentukan hasil validasi metode pengujian seng dalam bubuk bayi menggunakan metode *inductively coupled plasma-optical emission spectrometry* (ICP-OES) dengan parameter linieritas, presisi, akurasi, *limit of detection* (LOD), dan *limit of quantitation* (LOQ).
2. Menentukan nilai dari estimasi ketidakpastian pengukuran dalam validasi metode pengujian seng dalam bubuk bayi menggunakan metode *inductively coupled plasma-optical emission spectrometry* (ICP-OES).

1.4 Manfaat

1. Bagi peneliti
 - 1) Menambah ilmu dan pengetahuan terhadap analisis produk pangan.
 - 2) Menambah pengetahuan dan wawasan tentang pengujian kimia di PT. Sucofindo SBU Laboratorium.
 - 3) Mengetahui prosedur validasi pengujian kimia dalam produk pangan menggunakan metode *inductively coupled plasma-optical emission spectrometry*.

2. Bagi program studi
Menjadi bahan referensi pembelajaran tentang validasi mineral menggunakan metode *inductively coupled plasma optical emission spectrometry*.
3. Bagi instansi
 - 1) Meningkatkan mutu hasil pengujian kimia.
 - 2) Bahan evaluasi dalam peningkatan mutu hasil pengujian kimia metode *inductively coupled plasma-optical emission spectrometry*.
4. Bagi masyarakat
Menjadi referensi tentang pengujian kimia menggunakan metode *inductively coupled plasma optical emission spectrometry*.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Profil Perusahaan

PT *Superintending Company of Indonesia* atau disebut PT. Sucofindo adalah Badan Usaha Milik Negara yang berdiri pada tanggal 22 Oktober 1956 berdasarkan Akta Notaris Johan Arifin Lumban Tobing Sutan Arifin Nomor 42. Awal berdiri PT. Sucofindo yaitu dibangun antara pemerintah Republik Indonesia dengan *Societe Generale de Surveillance Holding SA* (SGS) yaitu perusahaan inspeksi terbesar di dunia yang berpusat di Jenewa, Swiss. Kepemilikan saham antara SGS dan PT. Sucofindo beberapa kali terjadi perubahan, pada tahun 1961 yaitu 20 % SGS dan 80% Pemerintah Indonesia. Kepemilikan saham antara SGS dan PT. Sucofindo telah berganti menjadi 5% SGS dan 95% Pemerintah Indonesia.

Awal berdiri PT. Sucofindo, perusahaan ini sebatas mengutamakan layanan jasa pemeriksaan dan pengawasan pada perdagangan, terutama komoditas pertanian, selain itu juga membantu pemerintah dalam menjamin kelancaran arus barang dan pengamanan devisa negara dalam perdagangan ekspor impor. PT. Sucofindo saat ini menawarkan layanan baru seperti *warehousing* dan *forwarding*, *analytical laboratories*, *industrial and marine engineering*, dan *fumigation and industrial hygiene*.

PT. Sucofindo memiliki visi dan misi, visinya yaitu menjadi perusahaan yang kompetitif, andal dan dapat dipercaya di bidang inspeksi, sertifikasi, pengujian, pelatihan, dan konsultasi. Misi PT. Sucofindo yaitu menciptakan nilai ekonomi kepada para pemangku kepentingan terutama pelanggan, pemegang saham, dan karyawan melalui jasa inspeksi, pengujian, sertifikasi, konsultasi serta jasa terkait lainnya untuk menjamin kepastian berusaha.

PT. Sucofindo hadir dengan layanan jasa yaitu pada bidang usaha inspeksi dan audit, pengujian dan analisis, sertifikasi, konsultasi, dan pelatihan dalam bidang pertanian, kehutanan, pertambangan (migas dan non migas), konstruksi, industri pengolahan, kelautan, perikanan, pemerintah, transportasi, sistem informatika dan energi terbarukan. Seiring berjalannya waktu PT. Sucofindo mengembangkan sayapnya dengan hadir di berbagai penjuru Indonesia, salah satunya beralokasikan

di Jalan Arteri Tol Cibitung No. 1, Kecamatan Cibitung, Kabupaten Bekasi, Provinsi Jawa Barat, atau sering disebut dengan laboratorium sentral PT. Sucofindo.

Laboratorium Sentral PT. Sucofindo adalah salah satu laboratorium terbesar di Indonesia yang didukung dengan fasilitas terlengkap, sumber daya manusia yang kompeten, dan peralatan yang mutakhir, serta akreditasi yang sudah diraih dengan selalu menerapkan sistem mutu ISO/IEC 17025 dan Sistem Manajemen Keselamatan dan Kesehatan Kerja (SMK3). Laboratorium sentral dilengkapi dengan laboratorium lingkungan, laboratorium kimia umum, laboratorium minyak dan gas, laboratorium bahan tambang, laboratorium teknik, dan laboratorium kalibrasi.

2.2 Mineral Seng

Unsur mineral adalah salah satu unsur yang sangat dibutuhkan oleh tubuh. Berdasarkan fungsinya, mineral digolongkan menjadi dua, yaitu mineral esensial dan mineral non esensial. Mineral esensial adalah mineral yang sangat dibutuhkan untuk proses fisiologis makhluk hidup untuk membantu kerja enzim pada proses pembentukan organ dan metabolisme tubuh. Mineral esensial dibagi lagi menjadi dua yaitu, mineral makro dan mikro. Mineral makro yaitu mineral yang diperlukan tubuh dalam jumlah yang relatif besar, contohnya mineral kalsium, natrium, sulfur, dan magnesium. Mineral mikro yaitu mineral yang dibutuhkan tubuh dalam jumlah yang relatif kecil, seperti mineral besi, seng, tembaga, dan selenium. Mineral non esensial yaitu golongan mineral yang belum diketahui manfaatnya dalam tubuh, sehingga jika mineral tersebut berada lebih dari kondisi normal dapat menyebabkan keracunan (Septianingrum, 2015).

Mineral seng adalah zat mikromineral esensial yang berperan dalam reaksi metabolisme tubuh (Agustian dkk, 2009). Seng banyak dijumpai hampir di seluruh organ jaringan tubuh manusia. Seng mengandung sebanyak 95% di dalam sel, diantaranya terdapat di dalam sitosol sebanyak 65%-80%, dan sisanya terdapat di berbagai organel sel. Seng juga terdapat di otot yaitu sebesar 57%, di tulang sebesar 29%. Jaringan integumentum yaitu jaringan kulit, kuku, dan rambut mengandung seng dengan konsentrasi kurang lebih 150 µg/mL. Konsentrasi seng yang terdapat

dalam darah mengandung 10 kali lebih tinggi daripada plasma, hal ini dikarenakan adanya enzim karbonik anhidrase dalam sel darah yang mengikat seng (Winaktu, 2011). Menurut Agustian dkk (2009) beberapa peran seng sebagai mikroesensial yaitu:

1. Seng berperan sebagai produksi hormon pertumbuhan (*growth hormon*) yang dibutuhkan untuk mengaktifkan memulai sintesis hormon pertumbuhan.
2. Seng berperan juga sebagai imunitas untuk fungsi sel T yaitu limfosit yang berperan pada imunitas humoral, dan pembentukan antibodi oleh sel B yaitu limfosit yang berperan pada imunitas seluler.
3. Seng menjadi bagian dari enzim kolagenase, yaitu berperan dalam sintesis dan degradasi kolagen, yang berhubungan dalam pembentukan kulit, metabolisme jaringan ikat, dan penyembuhan luka.
4. Seng berfungsi sebagai antioksidan, yang berguna menghancurkan radikal bebas. Seng adalah unsur intrinsik yang sangat penting dari enzim *superoksida dismutase* yaitu penghancur utama radikal bebas.

Defisiensi mineral seng dapat mengganggu fungsi kekebalan tubuh pada anak, sehingga anak mudah terkena infeksi. Infeksi ini menyebabkan nafsu makan pada anak mengalami penurunan. Hal ini memberikan efek pada sistem pertumbuhan dan perkembangan anak. Selain itu kekurangan mineral seng juga dapat menyebabkan gangguan kematangan seksual, gangguan penyembuhan luka, bahkan dapat mengganggu sistem saraf pusat dan fungsi otak dalam keadaan kekurangan mineral seng yang kronis (Maya dkk, 2019).

2.3 Preparasi Sampel

Destruksi adalah suatu tindakan perombakan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis, dari betuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik. Berdasarkan jenisnya terdapat dua jenis metode destruksi, yaitu destruksi basah (oksida basah) dan destruksi kering (oksida kering). Teknik destruksi basah maupun destruksi kering keduanya memiliki teknik pengerjaan dan lama pemanasan atau pendestruksian yang berbeda (Manurung, 2016).

Metode destruksi basah atau oksida basah ialah pemecahan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal atau ganda, kemudian dioksidasi dengan

menggunakan zat oksidator. Asam kuat yang digunakan untuk melakukan proses destruksi antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, dan asam klorida. Proses destruksi dinyatakan berhasil apabila terdapat larutan jernih dari hasil destruksi, yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau pemecahan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan sempurna. Senyawa-senyawa garam yang telah terbentuk setelah proses destruksi ini merupakan senyawa garam yang stabil dan dapat disimpan selama beberapa hari (Manurung, 2016)

Metode destruksi kering atau oksida kering adalah pemecahan senyawa organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan proses pengabuan sampel di dalam *furnace*. Proses ini membutuhkan temperatur sekitar 400°C – 800°C, namun suhu ini menyesuaikan dengan jenis sampel yang akan dianalisis. Jenis mineral yang akan dideteksi, dapat mempengaruhi suhu pengabuan yang akan digunakan. Mineral yang akan dideteksi memiliki sifat kurang stabil, maka perlakuan ini tidak akan memberikan hasil yang maksimal, contohnya pada logam Fe, Cu, dan Zn oksidanya yang terbentuk yaitu Fe₂O₃, FeO, CuO, dan ZnO. Semua oksida logam ini akan cukup stabil pada suhu pengabuan yang digunakan. Oksida-oksida ini selanjutnya dilarutkan dengan pelarut asam encer baik tunggal maupun campuran, kemudian akan dianalisis menurut metode yang digunakan (Manurung, 2016).

Metode destruksi kering maupun destruksi basah memiliki kelemahan dan kelebihan. Kelebihan dari metode destruksi kering yaitu lebih aman, sederhana, tidak membutuhkan pereaksi, dapat terhindar dari pengotor seperti yang ada pada metode destruksi basah. Kekurangan dari metode destruksi kering yaitu membutuhkan waktu yang lama, memakan biaya yang banyak karena *furnace* harus dinyalakan terus menerus, memungkinkan terjadinya reaksi antara unsur dengan wadah yang terbuat dari silikat. Unsur-unsur yang ada di dalam sampel dapat teradsorpsi pada permukaan wadah dengan membentuk senyawa silika. Metode destruksi kering sering terjadi kehilangan unsur-unsur mikro tertentu yang disebabkan oleh suhu pemanasan yang tinggi (Diana, 2012). Suhu pada destruksi basah yang digunakan relatif rendah dibandingkan dengan destruksi kering

sehingga tidak banyak unsur-unsur kecil yang hilang, selain itu peralatan yang digunakan lebih sederhana, proses oksidasi lebih cepat sehingga waktu yang dibutuhkan lebih cepat. Penerapan di dalam laboratorium jika tidak dilakukan dengan tepat dan hati-hati akan menimbulkan risiko karena menggunakan asam pengoksidasi yang pekat dan panas (Manurung, 2012). Faktor-faktor yang perlu diketahui sebelum menentukan metode destruksi yang tepat, antara lain:

1. Jenis logam yang akan dianalisis.
2. Sifat matriks dan konstituen yang terkandung di dalam sampel.
3. Metode yang akan digunakan untuk menentukan kadar suatu sampel.
4. Waktu yang dibutuhkan untuk analisis.
5. Ketersediaan bahan kimia.
6. Sensitivitas metode yang dipakai.
7. Biaya yang dibutuhkan.

2.4 Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry

Inductively coupled plasma spectrometry optical emission spectrometer (ICP OES) merupakan instrumen yang memanfaatkan plasma sebagai sumber atomisasi dan eksitasi. Plasma yaitu suatu gas terionisasi tinggi yang terdiri atas campuran ion, atom, dan elektron (Perkin elmer, 2008).

Sampel yang akan dianalisis menggunakan ICP OES harus dalam bentuk larutan atau gas. Sampel padatan membutuhkan ekstraksi atau pelarutan asam sehingga analit berbentuk larutan. Sampel diinjeksikan ke dalam radio *frequency*. Larutan sampel diubah menjadi aerosol dan bergerak ke saluran plasma. Plasma pada ICP OES memiliki temperatur mencapai 10.000 K, sehingga aerosol mudah menguap (Hou dan Jones, 2000). Unsur analit dibebaskan sebagai atom-atom bebas dalam keadaan gas. Tumbukan eksitasi dalam plasma memberikan energi tambahan pada atom. Atom-atom dalam keadaan tereksitasi dengan lambat menuju keadaan dasar melalui emisi foton. Foton memiliki energi yang karakteristiknya ditentukan oleh struktur tingkat energi terkuantisasi. Hal ini menyebabkan panjang gelombang dari foton dapat digunakan untuk mengidentifikasi unsur-unsur dari keadaan awal. Jumlah foton berbanding lurus dengan konsentrasi unsur yang ada pada sampel (Hou dan Jones, 2000).

Inductively coupled plasma optical emission spectrometry memiliki beberapa tahapan dan bagian dalam proses injeksi sampel yaitu sebagai berikut:

1. Pemasukan sampel

1) Pompa

Pompa ialah media yang digunakan untuk membawa sampel menuju *nebulizer*. Pompa memiliki fungsi untuk mengatur laju aliran agar tetap (Boss dan Fredeen, 1997).

2) *Nebulizer*

Nebulizer yaitu media yang berfungsi sebagai konversi larutan menjadi aerosol kemudian dialirkan menuju plasma (Boss dan Fredeen, 1997).

3) *Spray chamber* (tempat penyemprot)

Spray chamber memiliki fungsi untuk menghilangkan tetesan besar dari aerosol. Aerosol yang berada di *nebulizer* selanjutnya dilewatkan ke *torch* sehingga dapat diinjeksikan ke dalam plasma. *Spray chamber* berada diantara *nebulizer* dan *torch* (Boss dan Fredeen, 1997).

4) *Drains*

Drains memiliki fungsi untuk membawa kelebihan sampel dari *spray chamber* menuju ke tempat pembuangan. Jika sampel tidak terbuang habis oleh *drains*, maka akan menyebabkan timbulnya gelembung, kemudian injeksi sampel yang terjadi di dalam plasma dapat terganggu dan menyebabkan gangguan pada sinyal emisi (Boss dan Fredeen, 1997).

2. Penghasil Emisi

1) *Tourches* (tungku)

Aerosol yang berasal dari *spray chamber* diinjeksikan melalui *torch* masuk ke dalam plasma yang terdesolvasi, menguap, teratomisasi, tereksitasi, dan terionisasi. Bagian dari *torch* ada tiga yaitu tabung konsentrik yang berfungsi sebagai aliran argon dan injeksi aerosol. Tabung itu adalah *plasma flow*, *auxiliary flow*, dan *nebulizer flow* (Boss dan Fredeen, 1997).

2) *Radio frequency generator*

Radio frequency generator merupakan peralatan yang menyiapkan daya untuk pembangkit dan pemeliharaan debit plasma yang disalurkan ke gas plasma

melewati kumparan yang berada pada sekitar bagian atas *torch*. Kumparan tersebut berfungsi sebagai antena untuk menyalurkan daya ke *radio frequency* menuju plama, yang terbuat dari pipa tembaga dan didinginkan oleh air atau gas selama beroperasi (Boss dan Fredeen, 1997).

3. Pengumpulan dan pendeteksian emisi

1) Optik

Optik berfungsi untuk mengakumulasikan sinar, kemudian sinar tersebut dipusatkan menuju celah pada monokromator atau polikromator (Boss dan Fredeen, 1997).

2) Monokromator

Monokromator berfungsi untuk memisahkan garis emisi sesuai dengan panjang gelombang. Monokromator digunakan untuk analisa lebih dari satu unsur dengan cara memindai cepat dari satu garis emisi ke garis emisi lainnya. Polikromator berfungsi untuk menganalisa secara simultan sebuah multi unsur (Boss dan Fredeen, 1997).

3) Detektor

Detektor berfungsi untuk mengukur intensitas garis emisi setelah garis emisi yang telah dipisahkan oleh monokromator atau polikromator. Detektor yang digunakan dalam ICP OES ini yaitu detektor *charge coupled device* (CCD). Detektor CCD ialah detektor yang menggabungkan beberapa kisi dengan prisma yang berfungsi untuk menganalisis beberapa unsur dengan menggunakan lebih dari satu panjang gelombang pada setiap unurnya. Kelebihan dari detektor ini adalah mempunyai resolusi tinggi yang dapat memantau difraksi yang lebih besar sehingga cocok digunakan untuk sampel dengan konsentrasi tinggi. Detektor CCD memiliki sensitivitas yang tinggi dan karakteristik *noise* yang kecil (Boss dan Fredeen, 1997).

4. Pemrosesan sinyal dan instrumen kontrol

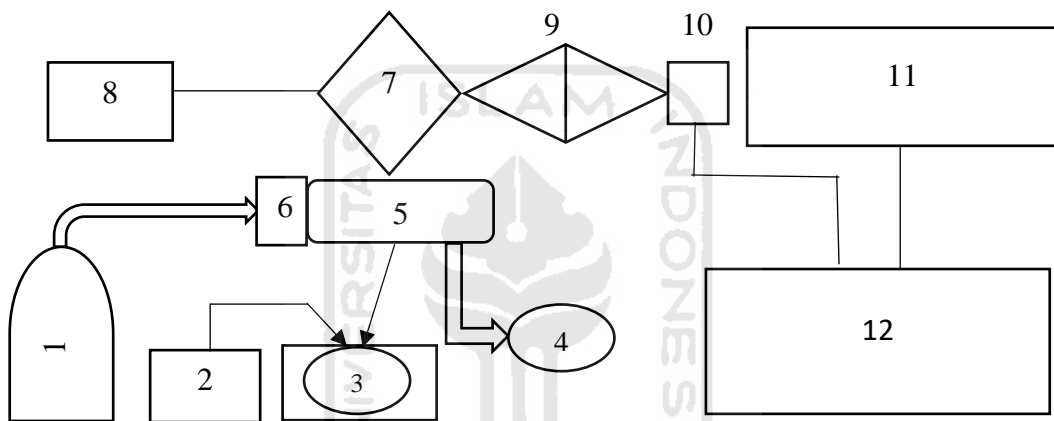
1) Pemrosesan sinyal

Proses berikutnya setelah emisi dideteksi, diukur, dan diubah oleh detektor menjadi sebuah informasi yaitu diteruskan oleh komputer. Proses pertama yaitu mengubah arus anoda yaitu intensitas emisi diubah menjadi sinyal tegangan,

lalu diubah lagi menjadi informasi digital melewati analog ke digital. Informasi digital ini kemudian digunakan oleh komputer untuk langkah lebih lanjut. Intensitas digital yang terdeteksi dapat mewakili konsentrasi suatu sampel atau intensitas emisi relatif (Boss dan Fredeen, 1997).

2) Komputer dan *processor*

Komputer berfungsi sebagai instrument untuk mengontrol, memanipulasi, dan mengumpulkan data analisis. Menu pada komputer ini terdapat pemilihan parameter seperti panjang gelombang, koreksi *background*, dan konsentrasi larutan standar (Boss dan Fredeen, 1997).



Gambar 2.1 Instrumen *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES)* (Boss dan Fredeen, 1997)

Keterangan:

1. Gas argon
2. Sampel
3. Pompa
4. Limbah
5. *Spray chamber*
6. *Nebulizer*
7. Tungku
8. Generator frekuensi radio
9. Transfer optik
10. PMT

11. Spektrometer

12. Komputer

Inductively coupled plasma optical emission spectrometer merupakan teknik analisis yang baik dan bersifat fleksibel sehingga baik digunakan untuk berbagai macam aplikasi. Menurut Boss dan Freeden (1997) ICP OES dikelompokkan dalam beberapa kategori umum yaitu:

1. Pertanian dan makanan

Sampel dalam bidang pertanian dan makanan yaitu pupuk, bahan tanaman, bahan pakan, dan makanan. Contoh analisis logamnya yaitu seperti analisis formula makanan bayi dengan logam kalsium, tembaga, besi, magnesium, mangan, fosfor, kalium, natrium dan seng.

2. Biologi dan klinis

Sampel biologi dan klinis memiliki kandungan konsentrasi logam yang sangat sedikit. Contoh analisis dalam sampel biologi dan klinis yaitu penentuan kromium, nikel, tembaga dalam urin. Penentuan aluminium dalam darah, penentuan tembaga dalam jaringan otak, dan penentuan selenium dalam hati.

3. Geologi

Penggunaan ICP OES pada sampel geologi digunakan untuk menentukan komposisi mayor, minor, dan *trace element* pada sampel batuan, tanah, dan sedimen. Contoh pengujian dalam sampel geologi yaitu seperti penentuan unsur tanah dalam batuan.

4. Lingkungan dan perairan

Instrumen ICP OES dapat digunakan untuk menganalisis limbah dalam bentuk lumpur, abu batu bara, debu, dan partikulat lainnya. Contoh analisis di bidang lingkungan yaitu penentuan besi, kadmium, tembaga, nikel, vanadium dan seng dalam air laut

5. Organik

Analisis bahan organik membutuhkan persiapan sampel terlebih dahulu seperti ekstraksi. Contoh analisis dalam bidang organik yaitu penentuan timbal dalam bensin, penentuan besi, nikel, fosfor dan silikon dalam minyak goreng.

2.5 Validasi Metode

Validasi ialah konfirmasi melalui pengujian dan pengadaan bukti yang objektif bahwa persyaratan tertentu untuk suatu maksud khusus harus dipenuhi (Riyanto, 2014). Metode-metode yang harus divalidasi yaitu sebagai berikut:

1. Metode yang tidak baku
2. Metode yang dikembangkan oleh laboratorium
3. Metode baku yang digunakan diluar lingkup yang dimaksud
4. Metode baku yang dimodifikasi
5. Metode baku untuk menegaskan dan mengkonfirmasi bahwa metode itu sesuai untuk penggunaan yang dimaksudkan.

Metode yang digunakan di dalam laboratorium kimia analitik harus dievaluasi dan diuji untuk memastikan bahwa metode tersebut mampu menghasilkan data yang valid dan sesuai dengan tujuan. Validasi metode sangat perlu dilakukan karena validasi adalah elemen penting dari sebuah pengawasan kualitas dan membantu memberikan jaminan bahwa pengujian dapat diandalkan (Riyanto, 2014). Tujuan dari validasi metode yaitu:

1. Menerima sampel individu sebagai anggota dari populasi yang dianalisa
2. Mengakui sampel pada proses pengukuran
3. Meminimalkan pertanyaan tentang keaslian sampel
4. Memberikan kesempatan bagi resampling jika dibutuhkan

Metode uji divalidasi apabila metode baru yang digunakan dalam pengujian rutin terjadi perubahan kondisi, contohnya instrumen yang berbeda dengan karakteristik yang berbeda, metode yang sewaktu-waktu mengalami perubahan di luar lingkup asli dari metode. Metode kuantitatif untuk pengujian validasi mengandung beberapa parameter yaitu linieritas, akurasi, presisi, batas deteksi, dan estimasi ketidakpastian (Riyanto, 2014).

2.5.1 Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode analisis untuk mendapatkan hasil yang sebanding terhadap konsentrasi analit dalam sampel pada rentang yang ada. Linieritas dihitung dengan persamaan matematik yang diperoleh dari hasil

pengukuran analit di dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit (Riyanto, 2014).

Uji linieritas dikerjakan dengan membuat suatu larutan standar yang terdiri dari paling sedikit empat konsentrasi yang berbeda. Konsentrasi tersebut dibuat dengan rentang 50-150% dari kadar analit dalam sampel. Hubungan kelinieran dinyatakan dengan koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R). Linieritas menunjukkan adanya ketelitian pengerjaan analisis suatu metode yang ditandai dengan nilai koefisien determinasi sebesar $> 0,997$ dari sebuah persamaan regresi linier $y = bx + a$. Persamaan tersebut dapat diketahui bahwa b merupakan slope, a adalah intersep, x adalah konsentrasi analit, dan y adalah respon dari instrumen (Riyanto, 2014).

Tabel 2.1 menjelaskan hubungan antara variabel x dan variabel y . Hubungan linier yang baik yaitu apabila nilai $a = 0$ dan $r = +1$ atau -1 . Tanda positif (+) pada koefisien korelasi menunjukkan korelasi positif yang ditunjukkan dengan arah garis yang miring ke kanan, sedangkan tanda negatif (-) menunjukkan korelasi negatif yang ditandai dengan arah garis yang miring ke kiri (Riyanto, 2014).

Tabel 2.1 Hubungan Antara Variabel X dan Variabel Y

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

(Sumber: Sarwono, 2006)

2.5.2 Akurasi

Akurasi dinyatakan sebagai ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi yaitu kemampuan metode analisis untuk mendapatkan nilai benar setelah dilakukan secara berulang. Nilai replika analisis semakin dekat dengan sampel yang sebenarnya maka semakin

akurat metode yang digunakan (Riyanto, 2014). Tabel 2.2 menunjukkan nilai persen *recovery* berdasarkan konsentrasi sampel dengan rentang kesalahan yang diijinkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks.

Tabel 2.2 Nilai Persen *Recovery* berdasarkan Konsentrasi Sampel
Analit pada matriks sampel *Recovery* yang diterima (%)

100 %	98 – 102
10 %	98-102
1%	97-103
0,1 %	95-105
100 ppm	90-107
10 ppm	80-110
1 ppm	80-110
100 ppb	80-110
10 ppb	60-115
1 ppb	40 – 120

Sumber: (AOAC, 2002)

Akurasi ialah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (% *recovery*). Penentuan akurasi dapat ditentukan dengan metode penambahan bahan baku (*standard addition method*). Metode ini dilakukan dengan menganalisis sejumlah tertentu analit yang diperiksa kemudian ditambahkan ke dalam sampel, dicampur, dan dianalisis lagi. Selisih dari kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (Harmita, 2004). Metode yang kedua yaitu membandingkan dengan *certified reference material* (CRM). Metode ini dilakukan dengan cara membandingkan nilai standar yang ada pada CRM dengan nilai hasil analisis yang dilaksanakan dengan preparasi dan pengujian yang sama dengan sampel (Kato dkk, 2015). Persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan 2.1 (Riyanto, 2014).

$$\% \text{ perolehan kembali (recovery)} = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \times 100\% \dots\dots\dots(2.1)$$

C_1 = Konsentrasi dari analit dalam campuran contoh + sejumlah tertentu analit

C_2 = Konsentrasi dari analit dalam contoh

C_3 = Konsentrasi dari analit yang ditambahkan ke dalam contoh

2.5.3 Presisi

Presisi yaitu ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, yang diukur melalui penyebaran hasil individual rata-rata apabila prosedur yang diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi) (Harmita, 2004). Presisi dapat ditentukan dengan *repeatability* (keterulangan) atau *reproducibility* (ketertiruan).

Repeatability atau keterulangan ialah keseksamaan metode apabila dikerjakan berulang kali oleh analis yang sama, kondisi sama, dan interval waktu yang singkat. *Reproducibility* atau ketertiruan ialah keseksamaan metode apabila dilakukan pada kondisi yang berbeda. Analisis dilakukan di laboratorium tetapi dapat juga dilakukan di laboratorium yang sama namun peralatan, bahan, dan analis yang berbeda (Riyanto, 2014).

Presisi kuantitatif dapat ditentukan dengan menguji contoh secara berulang-ulang. Pengulangan dilakukan sebanyak minimal enam kali pengulangan, setelah melakukan pengulangan kemudian dapat ditentukan simpangan bakunya (Riyanto, 2014). Simpangan baku ditentukan dari nilai koefisien variasi dengan menggunakan Persamaan 2.2 dan 2.3.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (2.2)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (2.3)$$

Keterangan:

SD = Standar deviasi

X = Konsentrasi sampel

\bar{x} = Konsentrasi rata-rata sampel

n = Jumlah pengulangan

Apabila nilai RSD melebihi maka perlu dibandingkan dengan CV Horwitz dengan menggunakan persamaan 2.4.

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log C} \dots\dots\dots (2.4)$$

Keterangan:

CV Horwitz = Koefisien variasi horwitz

C = Fraksi konsentrasi

Syarat keberterimaan dari presisi yaitu jika metode menunjukkan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang (Harmita, 2004). Tabel 2.3 menjelaskan kriteria ini sangat tergantung pada konsentrasi analit yang diuji, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium.

Tabel 2.3 Tingkat Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit

Konsentrasi analit	% RSD
100 %	1,3
10 %	1,9
1 %	2,7
0,01 %	3,7
100 ppm	5,3
10 ppm	7,3
1 ppm	11
100 ppb	15
10 ppb	21
1 ppb	30

(sumber: AOAC, 2002)

2.5.4 *Limit of detection (LOD)* dan *limit of quantitation (LOQ)*

Limit of deteksi atau LOD yaitu konsentrasi terkecil dari analit yang masih dapat terdeteksi, tetapi tidak perlu kuantisasi di bawah keadaan pengujian yang sudah disepakati. Limit kuantisasi atau LOQ yaitu konsentrasi terkecil dari analit di dalam contoh yang tingkat presisi dan akurasinya dapat diterima, di bawah keadaan pengujian yang disepakati (Riyanto, 2014). Penentuan LOD dan LOQ yaitu dengan cara statistik menggunakan garis regresi linier kurva kalibrasi. Persamaan garis linier yaitu ditunjukkan dengan persamaan $y = ax + b$. Simpangan baku blanko dapat dinyatakan dengan simpangan baku residual ($s_{y/x}$) (Riyanto, 2014). Cara untuk mengetahui nilai simpangan baku, batas deteksi, dan batas kuantisasi dengan menggunakan persamaan 2.5, 2.6, dan 2.7.

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{(y-y_i)^2}{n-2}} \dots\dots\dots (2.5)$$

$$\text{Batas deteksi} = \frac{3 \times (s_{y/x})}{\text{slope}} \dots\dots\dots (2.6)$$

$$\text{Batas kuantisasi} = \frac{10 \times (s_{y/x})}{\text{slope}} \dots\dots\dots (2.7)$$

Cara kedua untuk menentukan batas deteksi dan batas kuantisasi yaitu dengan cara membuat preparat blanko sampel sebanyak sepuluh kali dan diukur sebanyak sepuluh kali, cara ini digunakan jika blanko sampel yang memberi respon analisis tidak sama dengan nol (Sukaryono dkk, 2017). Penentuan batas deteksi dan batas kuantisasi dengan cara ini dapat menggunakan persamaan 2.8 dan 2.9

$$\text{LOD} = \bar{X} + 3 \text{ SD} \dots\dots\dots (2.8)$$

$$\text{LOQ} = \bar{X} + 10 \text{ SD} \dots\dots\dots (2.9)$$

Cara ketiga yaitu membuat preparat blanko sampel yang ditambahkan analit pada konsentrasi terendah mendekati batas deteksi. Cara ini digunakan jika blanko sampel memberikan respon analisis nol atau negatif (Sukaryono dkk, 2017).

$$\text{LOD} = 3 \text{ SD} \dots\dots\dots (2.10)$$

$$\text{LOQ} = 10 \text{ SD} \dots\dots\dots (2.11)$$

2.5.5 Estimasi ketidapastian pengukuran

Laboratorium wajib memiliki dan menerapkan prosedur untuk mengestimasi ketidapastian pengukuran. Hal ini mengacu pada dokumen standar persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi ISO/IEC 17025:2005 yang mengatur mengenai persyaratan ketidapastian dalam butir 5.4.6 (Riyanto, 2014). Ketidapastian merupakan parameter yang terkait dengan hasil pengukuran, yang mencirikan penyebaran nilai-nilai yang cukup dan dapat dikaikan dengan pengukuran. Estimasi ketidapastian harus wajar (*reasonable*) dan berdasarkan pada pengetahuan atas unjuk kerja metode serta menggunakan data-data yang diperoleh dari pengalaman sebelumnya dan data validasi metode (Riyanto, 2014).

Proses validasi suatu metode dilaksanakan dengan melakukan estimasi keandalan (*reliability*) pengujian secara kuantitatif. Aspek penting di dalamnya yaitu dari keandalan pengujian ialah hasil pengujian yang telah dilakukan dapat

dibandingkan (*comparable*) (Haouet, 2006). Hasil pengujian dapat dibandingkan jika hasil tersebut harus dilaporkan bersama dengan ketidakpastian pengujiannya. Beberapa kasus ketidakpastian pengujian hanya mencakup pengulangan pengujian, namun pada beberapa kasus lain ada yang mencakup keseluruhan sumber ketidakpastian pengujian (Haouet, 2006).

Ketidakpastian terdiri dari banyak komponen. Beberapa komponen dapat dievaluasi dari distribusi statistik hasil 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. Ketidakpastian pengukuran digolongkan menjadi dua yaitu Tipe A dan Tipe B (Riyanto, 2014). Tipe A yaitu ketidakpastian berdasarkan pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian berulang sedangkan Tipe B yaitu ketidakpastian berdasarkan informasi/data yang dapat dipercaya, sebagai contoh yaitu sertifikat (Riyanto, 2014).

Menurut Eurachem (2000) tahapan untuk menentukan ketidakpastian yaitu sebagai berikut:

1. Skema kerja
2. Menentukan formula atau rumus.
3. Menentukan diagram tulang ikan.
4. Menentukan ketidakpastian baku.
5. Menentukan ketidakpastian gabungan.
6. Menentukan ketidakpastian diperluas.
7. Menentukan sumber-sumber ketidakpastian terbesar atau kontribusi ketidakpastian.

BAB III

METODOLOGI

3.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah standar mineral seng merk merck, sampel bubuk bayi, asam nitrat pekat (HNO_3 p.a 65 %) merk merck, asam nitrat 20% v/v, hidrogen peroksida (H_2O_2 p.a 35 %) merk merck, air bebas mineral, kertas seka, kertas saring *whatman* 41 dengan diameter 110 nm , dan *tissue*.

3.2 Alat

Alat yang digunakan adalah instrumen *inductively coupled plasma optical emission spectrometer* tipe *agilent tecnologiest* 5100, neraca analitik merk *precisa* dengan ketelitian 0,01 g, *hot plate* merk *torrey pines sciencetific*, pipet volume 1 mL merk duran dengan ketelitian $\pm 0,070$, pipet volume 2 mL merk duran dengan ketelitian $\pm 0,069$, pipet volume 5 mL merk duran dengan ketelitian $\pm 0,069$, pipet volume 10 mL merk duran dengan ketelitian $\pm 0,070$, gelas *beaker* 400 mL merk duran, labu ukur 100 mL merk duran dengan ketelitian $\pm 0,15$, mikro pipet merk duran, pipet tetes, spatula, pro pipet, corong gelas, batang pengaduk, dan botol semprot.

3.3 Prosedur kerja

1. Pembuatan larutan kerja asam nitrat 20 % v/v

Sejumlah air suling dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Asam nitrat pekat 65% ditambahkan sebanyak 200 mL menggunakan dispenser kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Air suling ditambahkan sampai tanda batas dan ditera. Dinding labu ukur diseka menggunakan kertas seka. Larutan asam nitrat 20% v/v dihomogenkan. Proses ini dilakukan di ruang asam.

2. Pembuatan larutan induk mineral seng 100 mg/L

Larutan standar seng 1000 mg/L dipipet sebanyak 10 mL menggunakan pipet volume 10 mL, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan ditambahkan dengan larutan HNO_3 20% v/v sampai tanda batas. Larutan induk seng ditera, diseka menggunakan kertas seka, dan dihomogenkan.

3. Pembuatan larutan deret standar mineral seng

Larutan deret standar mineral seng dibuat dengan konsentrasi 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 ; dan 10 mg/L. Larutan induk mineral seng 100 mg/L dipipet sebanyak 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 ; dan 10 mL menggunakan mikropipet, pipet volume 1;2;5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan deret standar ditambahkan HNO₃ 20% v/v sampai tanda batas. Larutan deret standar ditara, diseka menggunakan kertas seka, dan dihomogenkan.

4. Penentuan kandungan seng pada sampel

Sampel bubuk bayi ditimbang menggunakan gelas *beaker* 400 mL sebanyak 5 gram menggunakan neraca analitik. Sampel bubuk bayi ditambahkan HNO₃ pekat 65% sebanyak 25 mL menggunakan dispenser. Sampel dipanaskan di ruang asam menggunakan *hot plate* dengan suhu ± 100 °C sampai volume berkurang hingga kurang lebih 5 mL. Sampel ditambahkan tetes demi tetes H₂O₂ pekat 35% menggunakan pipet tetes sampai uap nitrat berwarna kuning yang dihasilkan hilang. Sampel yang sudah didestruksi dibilas dengan air suling kemudian didinginkan selama kurang lebih 20 menit. Larutan destruksi yang telah dingin dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan disaring menggunakan kertas saring *whatman* 41 dan corong gelas. Larutan ditepatkan dengan air suling sampai tanda batas, kemudian, ditara, diseka menggunakan kertas seka dan dihomogenkan. Larutan hasil destruksi diukur dalam sistem ICP OES pada panjang gelombang 213,857 nm.

5. Penentuan linieritas

Larutan deret standar mineral seng dengan konsentrasi 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5; dan 10 mg/L yang telah dibuat, dianalisis dengan ICP OES pada panjang gelombang 213,857 nm. Data yang akan diperoleh yaitu berupa intensitas. Intensitas yang diperoleh kemudian dibuat kurva kalibrasi standar, dengan sumbu x adalah konsentrasi standar (mg/L) dan sumbu y adalah intensitas.

6. Penentuan presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan delapan kali pengulangan sampel. Pengulangan sampel dilakukan sama seperti prosedur penentuan kandungan

seng. Sampel yang sudah dipreparasi diukur dengan ICP OES dengan panjang gelombang 213,857 nm.

7. Penentuan akurasi

Penentuan akurasi dilakukan dengan menggunakan metode *spike*. Teknik *spike* dilakukan dengan penambahan larutan standar ke dalam sampel bubuk bayi. Konsentrasi yang ditambahkan yaitu konsentrasi 100 mg/L. Sampel bubuk bayi ditimbang sebanyak 5 gram menggunakan neraca analitik, dimasukkan ke dalam gelas *beaker* 400 mL. Sampel bubuk bayi ditambahkan larutan standar mineral seng dengan konsentrasi 100 mg/L sebanyak 5 mL menggunakan pipet volume 5 mL. Sampel yang sudah *dispike* ditambahkan HNO₃ pekat 65% sebanyak 25 mL. Sampel didestruksi menggunakan *hot plate* dengan suhu sebesar ± 100 °C sampai volume berkurang hingga kurang lebih 5 mL. Sampel ditambahkan tetes demi tetes H₂O₂ pekat 35% sampai uap nitrat yang berwarna kuning hilang. Sampel yang sudah didestruksi dibilas dengan akuades dan didinginkan selama kurang lebih 20 menit. Hasil destruksi dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan disaring dengan kertas saring *whatman* 41. Larutan ditepatkan dengan air suling sampai tanda batas, kemudian diseka menggunakan kertas seka, ditera, dan dihomogenkan. Preparasi dilakukan sebanyak delapan kali pengulangan. Larutan hasil destruksi diukur dalam sistem ICP OES dengan panjang gelombang 213,857 nm.

8. Penentuan *limit of detection* dan *limit of quantitation*

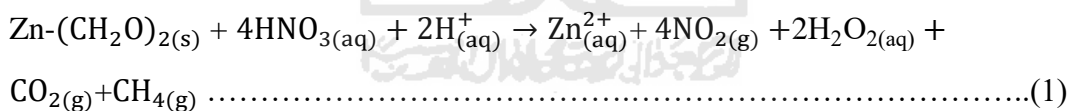
Penentuan limit deteksi dilakukan dengan menggunakan larutan deret standar yang telah dibuat. Larutan deret standar dengan rentang 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5; dan 10 mg/L yang diukur menggunakan ICP-OES dengan panjang gelombang 213,857 nm. Intensitas dari standar yang telah diukur kemudian dibaca. Data yang diperoleh dibuat kurva kalibrasi standar dengan sumbu x sebagai konsentrasi (mg/L) dan sumbu y sebagai intensitas. Hasil yang diperoleh kemudian dihitung untuk memperoleh nilai rata-rata dan standar deviasi.

Penentuan LOD dapat ditentukan dengan $\frac{3 \times SD}{\text{slope}}$ dan LOQ dapat dihitung $\frac{10 \times SD}{\text{slope}}$.

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Metode Destruksi

Sampel bubuk bayi yang akan dianalisis kandungan mineral seng didestruksi menggunakan 25 mL HNO₃ pekat 65% dan H₂O₂ pekat 35%. Destruksi dilakukan dengan pemanasan suhu ± 100 °C. Asam nitrat akan melarutkan semua mineral dan juga mengoksidasi zat organik. Senyawa organik (CH₂O)₂ yang terdapat di dalam sampel yang mengandung mineral seng kemudian didekomposisi oleh asam nitrat yang akan menghasilkan gas CO₂ dan NO. Gas NO₂ muncul akibat reaksi dari gas NO sebagai hasil samping destruksi dengan O₂ bebas di udara. Gas tersebut menunjukkan bahwa asam nitrat telah mengoksidasi bahan organik secara sempurna (Rahayu, 2015). Mineral seng yang akan dianalisis mengalami kenaikan bilangan oksidasi. Hal ini menyebabkan terbentuknya kation Zn²⁺. Kation Zn²⁺ memiliki tingkat kelarutan yang tinggi sehingga mineral seng dapat dianalisis dengan ICP OES. Menurut Twyman (2005) reaksi yang terjadi saat proses destruksi ditunjukkan pada persamaan reaksi 1.



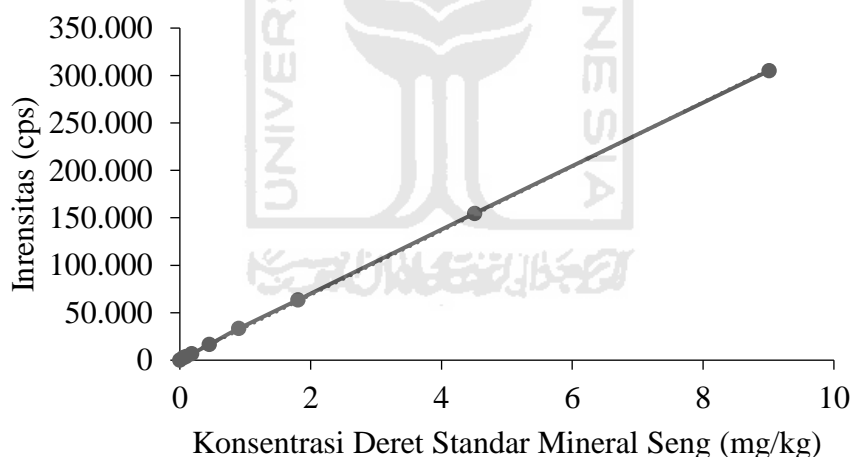
Proses destruksi dapat menggunakan satu macam asam kuat atau campuran asam kuat. Contoh campuran asam kuat yaitu HNO₃ dan HCl. Asam nitrat merupakan pelarut logam terbaik. Mineral yang akan dianalisis akan teroksidasi oleh HNO₃. Fungsi penambahan HCl yaitu sebagai oksidator yang akan mengubah senyawa mineral menjadi senyawa klorida (Luciana dkk, 2014). Metode destruksi juga dapat dilakukan dengan menggunakan metode destruksi tertutup untuk mencegah penguapan dan pemuaiian (Namik, 2006).

4.2 Validasi Penentuan Seng dengan *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*

Validasi metode dilakukan untuk membuktikan keandalan suatu metode dari suatu prosedur yang digunakan. Validasi untuk penentuan seng dengan metode *inductively coupled plasma optical emission spectrometry* melibatkan parameter-parameter tertentu seperti uji linieritas, uji akurasi (ketepatan), uji presisi (sensitivitas), limit deteksi dan estimasi ketidakpastian.

4.2.1. Uji linieritas

Uji linieritas ditentukan dengan membuat larutan deret standar seng dengan konsentrasi 0; 0,0450; 0,0901; 0,1802; 0,4505; 0,9009; 1,8018; 4,5045 dan 9,0090 mg/kg. Uji linieritas digunakan untuk mengetahui kemampuan standar dalam mendeteksi analit dalam contoh (Brotosudarmo dkk, 2018). Gambar 4.1 menunjukkan hubungan antara konsentrasi dengan intensitas yang dihasilkan.



Gambar 4. 1 Kurva Kalibrasi Hubungan antara Konsentrasi dan Intensitas

Berdasarkan Gambar 4.1 diperoleh persamaan $y = 33813,30x + 1306,54$ dengan koefisien determinasi 0,9999. Nilai 33813,30 menunjukkan nilai slope, nilai 1306,54 menunjukkan nilai intersep, y merupakan respon instrumen dan, x merupakan konsentrasi analit. Nilai koefisien determinasi yang diperoleh yaitu sebesar 0,9999. Hasil dari koefisien determinasi dapat dikatakan baik karena memenuhi kriteria yaitu $> 0,997$ (Brotosudarmo dkk, 2018). Nilai koefisien korelasi yang diperoleh sebesar 0,9999. Nilai koefisien korelasi menunjukkan adanya

hubungan yang positif ditandai dengan arah garis miring ke kanan, selain itu juga menunjukkan bahwa terdapat hubungan yang kuat antara konsentrasi dengan intensitas (Sarwono, 2006).

Uji linieritas dapat ditentukan menggunakan *certified reference material*. Menurut Luciana dkk (2014) konsentrasi yang digunakan yaitu 0; 0,9091; 0,1818; 0,2727; 3,6364; 4,5455; 5,4545; 7,2727; 9,0909; 6,6225 mg/kg. Koefisien determinasi dan koefisien korelasi yang diperoleh yaitu 0,9994 dan 0,9997. Koefisien korelasi yang diperoleh menunjukkan adanya hubungan yang sangat kuat antara intensitas dan konsentrasi. Hasil dari koefisien determinasi dan koefisien korelasi yang diperoleh lebih rendah jika dibandingkan dengan hasil yang diperoleh pada penelitian ini yaitu 0,9999.

4.2.2. *Limit of detection (LOD)* dan *limit of quantitation (LOQ)*

Limit of detection dan *limit of quantitation* ditentukan dengan menggunakan larutan deret standar seng dengan delapan konsentrasi. Data hasil yang diperoleh berasal dari kurva kalibrasi. *Limit of detection* bertujuan untuk mengetahui konsentrasi terendah dari analit yang dapat terdeteksi, sedangkan *limit of quantitation* bertujuan untuk mengetahui konsentrasi terendah dari analit dalam contoh yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima (Kantasubrata, 2008). Hasil uji *limit of detection* dan *limit of quantitation* dijelaskan pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Hasil Uji *Limit of Detection (LOD)* dan *Limit of Quantitation (LOQ)*

Konsentrasi (mg/kg)	Intensitas (Y)	Yi	(Y – Yi) ²
0	0	1.306,5418	1.708.268,9910
0,0450	1.731,92	2.828,1401	1.204.783,1330
0,0901	3.032,33	4.353,1198	1.741.752,2650
0,1802	5.952,61	7.399,6977	2.100.039,8180
0,4505	15.598,07	16.539,4317	881.575,1603
0,9009	32.529,43	31.768,9402	581.334,5281
1,8018	62.605,44	62.231,3387	139.796,5505
4,5045	153.886,16	153.618,5339	70.493,4290
9,0090	304.230,15	305.930,5261	2.888.472,1220

Berdasarkan Tabel 4.1 untuk nilai Sy/x yang didapatkan sebesar 1271,3693 sehingga mendapatkan nilai *limit of detection* sebesar 0,1128 mg/kg dan nilai *limit*

of quantitation sebesar 0,3760 mg/kg. Hasil dari nilai LOD dapat diketahui bahwa jumlah terkecil analit yang dapat dideteksi dengan metode *inductively coupled plasma optical emission spectrometer* yaitu sebesar 0,1128 mg/kg. Hasil LOD yang diperoleh masih diatas standar yang paling kecil dari larutan deret standar dengan konsentrasi 0,0450 mg/kg. Cara penentuan LOD yang digunakan kurang tepat, karena pada konsentrasi 0 mg/kg atau blanko masih menghasilkan intensitas. Jika blanko masih menghasilkan intensitas maka menggunakan persamaan 2.8 yaitu dengan cara membuat preparat blanko sampel sebanyak sepuluh kali dan diukur sebanyak sepuluh kali kemudian dihitung nilai standar deviasinya. Hasil dari nilai LOQ yang didapatkan menunjukkan bahwa konsentrasi 0,3760 mg/kg merupakan jumlah terendah dari suatu sampel yang masih dapat ditentukan dan memenuhi syarat akurasi dan presisi yang disepakati (Riyanto, 2014). Hasil dari nilai LOD dan LOQ yang diperoleh lebih kecil daripada konsentrasi seng.

Limit of detection juga dapat dilakukan dengan pengenceran matriks menggunakan beberapa varian pengenceran sampai mendapatkan konsentrasi terendah yang masih dapat dibaca oleh instrumen. Menurut Luciana dkk (2014) pengenceran dilakukan dengan perbandingan 1:1, 1:2, 1:4, 1:10, 1:20, dan 1:40. Pengenceran dilakukan sampai dengan perbandingan 1:40 sehingga mendapatkan nilai *limit of detection* sebesar 0,0662 mg/kg. Hasil yang diperoleh dari penentuan *limit of detection* menunjukkan hasil yang lebih kecil jika dibandingkan dengan hasil yang diperoleh pada penelitian ini yaitu sebesar 0,1128 mg/kg.

4.2.3 Uji presisi

Uji presisi dilakukan sebanyak delapan kali pengulangan kemudian dianalisis dengan instrumen *inductively coupled plasma optical emission spectrometry*. Tabel 4.2 menjelaskan hasil yang diperoleh dari uji presisi yaitu nilai standar deviasi sebesar 0,8016 dengan nilai %RSD sebesar 1,44%. Suatu metode dikatakan presisi apabila nilai dari %RSD menunjukkan $\leq 2\%$ (Harmita, 2014). Nilai dari %CV horwitz yang diperoleh sebesar 8,7328. Syarat keberterimaan dari uji presisi adalah nilai %RSD lebih kecil dari %CV Horwitz (Riyanto, 2014). Hasil dari 2/3 CV Horwitz yaitu sebesar 5,8219. Menurut AOAC (2002) uji presisi

dikatakan baik jika nilai %RSD kurang dari 2/3 CV Horwitz. Hasil pengujian presisi dijelaskan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data Hasil Uji Presisi

Kandungan seng (mg/kg)	(Xi- \bar{X})	(Xi - \bar{X}) ²
56,5503	0,6909	0,4773
55,7062	-0,1531	0,0235
55,5653	-0,2940	0,0865
55,8422	-0,0172	0,0003
55,7824	-0,0770	0,0059
56,2663	0,4070	0,1656
56,9198	1,0604	1,1245
54,2425	-1,6169	2,6143
	Jumlah	4,4979

Penentuan uji presisi juga dapat dilakukan dengan menggunakan metode presisi antara. Menurut Luciana dkk (2014) resisi antara dilakukan dengan analisis yang berbeda dan hari pengujian yang berbeda, kemudian dilakukan uji statistik untuk membandingkan hasil dari kedua analisis. Hasil RSD yang diperoleh yaitu sebesar 0,84 % yang menunjukkan bahwa nilai % RSD lebih kecil dibandingkan dengan hasil pada penelitian ini yaitu sebesar 1,44 %. Uji presisi juga dilakukan untuk alat atau instrumen yang digunakan yaitu dengan melakukan pembacaan pada mineral seng yang sudah diketahui konsentrasinya. Hasil uji presisi yang diperoleh yaitu sebesar 1,00 % (Veeramachaneni & Jayavarapu, 2013). Uji presisi yang dilakukan pada penelitian ini hanya digunakan untuk menentukan kandungan seng di sampel bubuk bayi.

4.2.4 Penentuan akurasi

Akurasi yaitu derajat kedekatan antara hasil analisis dan kadar analit yang sebenarnya, yang dinyatakan sebagai persen perolehan kembali atau % *recovery* (Dina, 2013). Hasil uji akurasi dengan persen perolehan kembali (*recovery*) dapat diterima jika kriteria penerimaan hasil *recovery* memiliki nilai 100 % \pm 20% (Harmita, 2004). Uji akurasi dibuat dengan menambahkan larutan standar ke dalam sampel dengan menggunakan konsentrasi 4,5045 mg/kg kemudian dimasukkan ke labu ukur 100 mL. Hasil dari uji akurasi ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Uji akurasi dilakukan dengan menggunakan teknik *spike* dengan delapan kali pengulangan. Konsentrasi rata-rata *spike* yang diperoleh yaitu sebesar 7,3170 mg/kg. Sampel yang diuji dilakukan dengan delapan kali pengulangan. Konsentrasi rata-rata sampel yang diperoleh yaitu sebesar 2,8153 mg/kg. Data yang diperoleh digunakan untuk mengetahui % *recovery*. Berdasarkan Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa rata-rata % *recovery* yang diperoleh yaitu sebesar 99,94 %. Menurut AOAC (2002) hasil % *recovery* dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan menunjukkan hasil yang akurat karena masuk dalam rentang 80-110%.

Tabel 4.3 Hasil Uji Akurasi

Konsentrasi contoh (mg/kg)	Konsentrasi <i>spike</i> (mg/kg)	% <i>recovery</i>
2,8505	7,3387	99,64
2,8081	7,3369	100,54
2,8009	7,3144	100,20
2,8144	7,3279	100,20
2,8108	7,2730	99,06
2,8360	7,3189	99,52
2,8676	7,3063	98,54
2,7342	7,3198	101,80
2,8153	7,3170	99,94

Menurut Mamatha dan Javarapu (2013) uji akurasi dapat dilakukan dengan menggunakan *certified reference material*. Metode ini digunakan untuk memastikan keterlacakan hasil. Hasil pembacaan yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan nilai yang terdapat pada *certified reference material*. Hasil yang diperoleh juga tidak terlampaui jauh dengan metode *spike* yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu berkisar antara 86,8-117,3%.

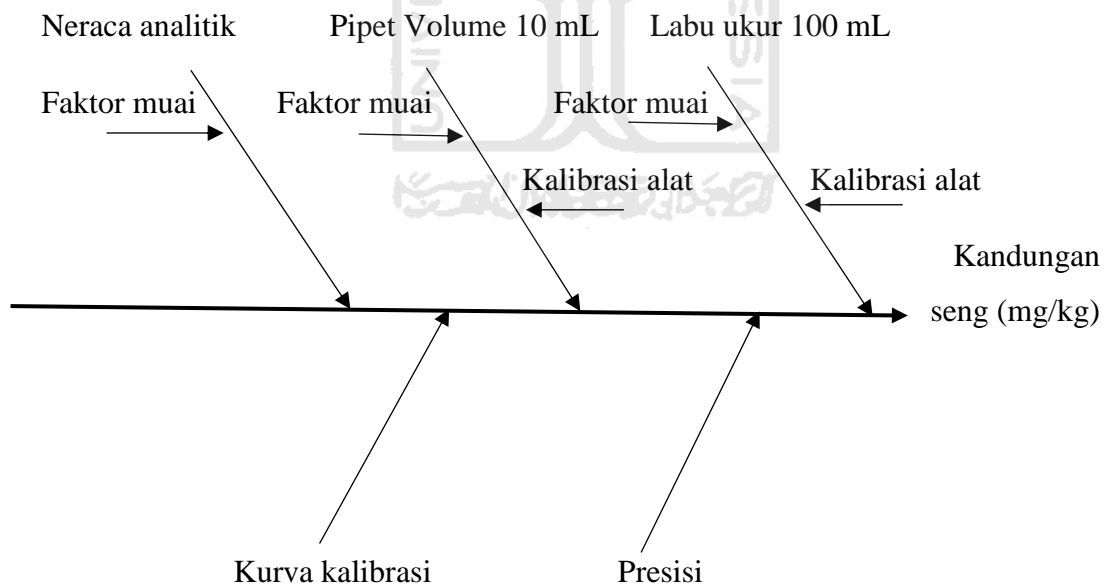
4.2.5 Estimasi ketidakpastian

Estimasi ketidakpastian merupakan proses penting dalam pengujian, karena dapat menunjukkan perbandingan hasil analisis, dan salah satu persyaratan dalam ISO 17025 untuk akreditasi metode (Riyanto, 2014). Estimasi ketidakpastian pada validasi pengujian kandungan seng dalam sampel bubuk bayi dengan menggunakan metode *inductively coupled plasma optical emission spectrometry* dengan menentukan bentuk pengujian, mengetahui semua sumber ketidakpastian, membuat

diagram tulang ikan, memperkirakan ketidakpastian baku setiap komponen, menghitung ketidakpastian gabungan, menghitung ketidakpastian diperluas sampai dengan pelaporan (Eurachem, 2000).

Penentuan estimasi ketidakpastian dalam validasi ini menggunakan tipe B yang didasarkan pada sertifikat hasil kalibrasi dan spesifikasi dari pabrik. Langkah pertama yaitu menghitung nilai ketidakpastian baku. Tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu sebesar 95% dengan menggunakan rumus $\mu(x) = \frac{s}{2}$ atau $\mu(x) = \frac{s}{1,97}$. Langkah kedua yaitu menghitung ketidakpastian gabungan dengan cara menjumlahkan hasil perhitungan ketidakpastian baku. Rumus yang digunakan

yaitu $\mu \text{ gabungan} = \sqrt{\left(\frac{\mu_1}{x_1}\right)^2 + \left(\frac{\mu_2}{x_2}\right)^2 + \left(\frac{\mu_3}{x_3}\right)^2 + \dots}$ kemudian dikalikan dengan konsentrasi analit. Langkah terakhir yaitu dengan mengalikan dua μ gabungan yang diperoleh dengan tingkat kepercayaan 95% (Riyanto, 2014). Berdasarkan model penentuan estimasi ketidakpastian di atas, sumber-sumber ketidakpastian pada pengujian seng seperti yang dijelaskan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan Penentuan Kandungan Seng

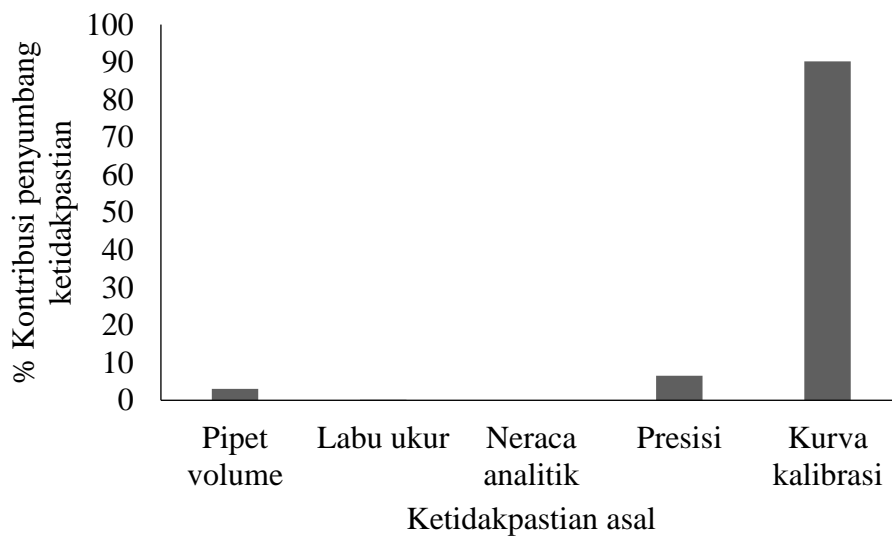
Gambar 4.2 menunjukkan bahwa asal muasal ketidakpastian pengujian seng berasal dari massa sampel, presisi (*repeatability*), kurva kalibrasi, pipet volume 10 mL, dan labu ukur 100 mL. Tabel 4.4 menjelaskan hasil yang diperoleh dari setiap

masing-masing sumber ketidakpastian. Hasil yang diperoleh dari ketidakpastian gabungan yaitu sebesar 1,0996. Menurut Riyanto (2014) hasil dari ketidakpastian gabungan yang diperoleh kemudian digunakan untuk mencari ketidakpastian gabungan diperluas dengan tingkat kepercayaan 95% dengan faktor cakupan sebesar 2 menghasilkan ketidakpastian gabungan diperluas sebesar 2,1993. Berdasarkan Tabel 4.4 dapat diketahui penyumbang terbesar dalam kontribusi estimasi ketidakpastian. Presentase penyumbang ketidakpastian ditunjukkan pada Gambar 4.3.

Tabel 4.4 Nilai Estimasi Ketidakpastian

No	Ketidakpastian asal	Nilai (x)	$\mu(x)$	$(\mu(x)/x)^2$
1	Pipet volume	10	0,0345	$1,19 \times 10^{-5}$
2	Labu ukur	100	0,0747	$5,58 \times 10^{-7}$
3	Neraca analitik	5	$1,00 \times 10^{-5}$	$4,00 \times 10^{-12}$
4	Presisi	1	0,0050	$2,54 \times 10^{-5}$
5	Kurva kalibrasi	1	0,0187	0,0003
Jumlah				0,0004
Estimasi ketidakpastian gabungan				1,0996
Estimasi ketidakpastian gabungan diperluas				2,1993

Gambar 4.3 menjelaskan kontribusi terbesar dalam penyumbang estimasi ketidakpastian yaitu ketidakpastian kurva kalibrasi sebesar 90,24 %. Ketidakpastian kurva kalibrasi berasal dari pembuatan larutan deret standar yang digunakan. Faktor penyebabnya yaitu ketidaktepatan saat memipet larutan deret standar yang dibuat. Kontribusi terkecil dalam penyumbang estimasi ketidakpastian yaitu pada neraca analitik yaitu sebesar $1,03 \times 10^{-6}$ %. Hal ini disebabkan saat menimbang sampel sudah dilakukan dengan cermat dan teliti.



Gambar 4.3 Kontribusi Estimasi Ketidakpastian

Hasil estimasi ketidakpastian yang dilakukan oleh peneliti sebelumnya mendapatkan hasil sebesar $59,8 \pm 6,6$ mg/kg. Kontribusi terbesar dalam penyumbang ketidakpastian yaitu terletak pada presisi atau pengulangan. Faktor ini disebabkan oleh prosedur yang digunakan memiliki tahapan yang berulang sehingga menyebabkan faktor kesalahan dalam pengujian (Nugraha dkk, 2014).

Hasil validasi metode penentuan mineral seng yang telah diperoleh, penggunaan metode *inductively coupled plasma optical emission spectrometer* dapat digunakan secara rutin untuk menganalisis unsur mineral seng di PT. Sucofindo SBU Laboratorium. Parameter yang digunakan dalam validasi telah memenuhi syarat keberterimaan. Penentuan *limit of detection* sebaiknya menggunakan rentang konsentrasi yang tidak terlalu jauh, untuk mengetahui konsentrasi terkecil yang dapat dibaca oleh instrumen *inductively coupled plasma optical emission spectrometer*. Metode penentuan konsentrasi mineral seng dapat dikembangkan dengan menggunakan metode destruksi asam tertutup atau yang disebut *microwave digestion* untuk mengurangi kesalahan dalam analisis dan kontaminasi saat dilakukan proses destruksi, karena unsur-unsur yang mudah menguap dapat hilang.

Berdasarkan hasil validasi yang telah dilakukan pengujian kandungan seng dalam bahan pangan supaya menggunakan pengujian blanko dengan perlakuan

yang sama seperti sampel. Hal ini dilakukan untuk koreksi dalam pengujian. Selain itu dapat menggunakan referensi CRM seperti yang dilakukan oleh peneliti sebelumnya untuk mendapatkan hasil presisi atau % RSD yang jauh lebih kecil, dan hasil akurasi yang lebih baik. Penentuan *limit of detection* supaya dilakukan dengan penentuan *method detection limit* (MDL) dan *instrument detection limit* (IDL) (Veeramachaneni, 2013).



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil validasi pengujian seng pada sampel bubuk bayi dengan menggunakan metode *inductively coupled plasma-optical emission spectrometer* yang telah dilaksanakan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil validasi metode penentuan seng pada sampel bubuk bayi menggunakan *inductively coupled plasma optical emission spectrometer* dengan parameter uji linieritas, uji presisi (*repeatability*), uji akurasi, *limit of detection*, *limit of quantitation* didapatkan hasil masing-masing yaitu sebesar 0,9999; 1,44%; 99,94%; 0,1128 mg/kg; 0,3760 mg/kg. Hasil dari parameter validasi yang telah dilakukan telah memenuhi syarat keberterimaan dan dapat digunakan dalam pengujian di PT. Sucofindo SBU Laboratorium. Validasi penentuan seng supaya dilakukan dengan menggunakan konsentrasi deret standar dengan rentang konsentrasi yang tidak terlalu jauh.
2. Nilai dari estimasi ketidakpastian diperoleh hasil sebesar $55,86 \pm 2,20$ mg/kg.

5.2 Saran

1. Perlu adanya kajian ulang mengenai penentuan *limit of detection* untuk mengetahui nilai dari *method detection limit* (MDL) dan *instrument detection limit* (IDL).
2. Perlu dilakukan pengujian blanko untuk sampel dengan perlakuan yang sama seperti sampel sebagai koreksi.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustian, L., Sembiring, T., dan Ariani, A. 2009. *Peran Zink terhadap Pertumbuhan Anak*. Sari Pediatri, 244-247.
- AOAC. 2002. *Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals*. Washington DC: Gaithersburg.
- Archer, M., Robert, I., Egemont, M. R. R., 2003. *Analysis of Cobalt, Tantalum, Titanium, Vanadium, Chromium and Zinc in Tungstencarbida by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer*.
- Badan Standarisasi Nasional. 2005. SNI: 01-7111.1-2005. *Makanan Pendamping Air Susu Ibu (MP-ASI)*. Jakarta: Dewan Standarisasi Nasional Indonesia.
- Bakhtra, D., Zulharmita., dan Valeria, P. 2015. *Penetapan Kadar Zink pada Sediaan Farmasi dengan Metode Kompleksometri*. Jurnal Farmasi Higea. 181-187.
- Boss, C. B., dan Freedon, K. J. 1997. *Concepts, Instrumentation and Techniques in Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*. USA: The Perkin-Elmer Corporation. 1-33.
- BPOM. 2007. *Batas Keamanan Pangan*. Buletin Keamanan Pangan. Indonesia: Badan POM RI.
- Brotosudarmo, T.H.P., Limantara, L. dan Heriyanto. 2018. *Kimia Analitik Instrumentasi*. Jakarta: Salemba Teknika.
- Chan, C. C., Lam, H., Lee, Y., dan Zhang, X. M. 2004. *Analytical Method Validation and Instrumental Performance Verification*. Hoboken: Wiley interscience.
- Diana, C. J., 2012, *Determinasi Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Makanan Kaleng Menggunakan Destruksi Basah dan Destruksi Kering*. Malang: UIN Maliki Malang.
- Dina, M., Nuri, A., dan Hanifah, N., L. 2013. *Validasi Metode Analisis Kandungan Spesifik Residu Total Monomer Stiren pada Kemasan Polistiren*. 113-122.
- Dunnivant, F. M., dan Ginsbach, J. W. 2009. *Flame Atomic Absorbance and Emission Spectroscopy and Inductively Coupled Spectrometry - Mass Spectrometry*. USA: Whitman College.
- Eurachem/Citac Guide CG4. 2000. *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (Ellson S. L.R., Rosslein, M & William, A Editor) (Second edition)*, UK: Departemen of Trade and Industry as Part of National Measurement System Valid Analytical Measurement (VAM) Programme.
- Grueger, B. 2013. *Weaning from the Breast*. Paediatr Child health, 210.

- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Pelaksanaannya*. Pharmaceutical Sciences and Research (PSR), 117-135.
- Hou, X., dan Jones, B. T. 2000. *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*. USA: John Wiley & Sons Ltd. 1-3.
- Kantasubrata, J. 2008. *Validasi Metode*. Bandung: Pusat Penelitian LIPI.
- Kato, M., Kinumi, T., Yoshioka, M., Goto, M., Fujii, S. I., dan Takatsu, A. 2015. *Development of Creative Protein Certified Reference Material NMIJ CRM*. 3137- 3146.
- Kementerian Kesehatan RI. 2012. *Profil Data Kesehatan Indonesia*. Jakarta: Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.
- Kementerian Kesehatan RI. 2015. *Kesehatan dalam Kerangka Sustainable Development Goals (SDGs)*. Jakarta : Kementerian Kesehatan Republik Indonesia.
- Luciana, M. B., Ventura., Beatriz. S., Amaral., Kristine, B. 2014. *Validation Method to Determine Metals in Atmospheric Particulate Matter by Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*. J Braz Chem Soc. 1571-1582.
- Manurung, M., Suaniti, N. M., & Capayanti, W. A. 2016. *Analisis Logam Seng (Zn), Besi (Fe), dan Tembaga (Cu) pada Susu Formula dengan Metode Destruksi Kering dan Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Jurnal Kimia. 169-174.
- Maria, U. Yeni, R. Dessie, W. 2012. *Zink Efektif Mengatasi Diare Akut pada Balita*. 137-142
- Maya, N. H., Roro, R. W., dan Nisa, K., 2019. *Peran Zink Terhadap Pertumbuhan Anak*. Lampung: Fakultas Kedokteran Universitas Lampung.
- Meivita, D. P., dan Devy O, A. 2019. *Efektifitas Pemberian Suplementasi Zinc Dalam Mengatasi Diare pada Anak*. Journal of bionursing. 1 (2)
- Metcalf, E. 1987. *Atomic Absorption and Emission Spectroscopy*. London: John Willey & Sons. 14-16.
- M.n. Haouet, G. Chessa, L. Fioroni, R. Galarini. 2006. *Estimation of Uncertainty for the Determination of Mercury in Food by CVAAS*. *Accreditation Quality Assurance*, 11:17-20.
- Namik, K. A., dan Ataman, Y. 2006. *Trace Element Analysis of Food and Diet*. *The Royal Society of Chemistry Cambridge*. 66-77.
- Perkin-Elmer Corporation. 2008. *World Leader in AA, ICP-OES, and ICP-MS*. USA. Perkin-Elmer

- Rahayu, D., A., 2015. *Penentuan Kadar Mineral Seng (Zn) dan Fospor (P) dalam Nugget Ikan Gabus dan Rumput Laut Merah*. Jurnal Sains dan Seni ITS. 83.
- Riyanto. 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Riyanto. 2017. *Kimia Analisis Instrumental Modern*. Yogyakarta: UII.
- Sarwono. 2006. *Metode Penelitian Kuantitatif dan Kualitatif*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Septianingrum, L. E., dan Kusbiantoro, B. 2015 . *Kandungan Unsur Mineral Seng (Zn), Bioavailabilitas dan Biofortifikasinya dalam Beras*. Balai Besar Penelitian Tanaman Padi. 65-73.
- Sukaryono, I. D., Sugeng, H., dan Lalu, R. F., (2017). *Verifikasi Metode Pengujian Cemar Logam pada Air Minum dalam Kemasan (AMDK) dengan Metode AAS GFA*. Kementerian perindustrian. 8-16.
- Tamayo, A. B., Guas, A. E., Vidal, J. P. L., dan Maccini, M. 2014. *Analytical method for heavy metal determination in algae and turtle eggs from Guanahacabibes Protected Sea Park*. Journal Electrochem Sci Eng. 10.1: 2.
- Twyman, R. M., 2005. *Sampel Dissolution for Elemental Analysis/ Wet Digestion*. Elsevier Science. 146-153.
- Undang-Undang Republik Indonesia Nomor 36 Tahun 2009 Pasal 131 ayat 2 Tentang Kesehatan.
- Winaktu, G. J., 2011. *Peran Zinc pada Proses Imun*. Fakultas Kedokteran Universitas Kristen Krida Wacana. 23-24.
- Windiarto, T. dan Yusuf, A. 2019. *Profil Anak Indonesia 2019*. Jakarta: Kementerian Pemberdayaan Perempuan dan Perlindungan Anak (KPPPA).
- Veeramachaneni, M., & Jayavarapu, K. R. (2013). *Development and validation of new ICP-OES Analytical Technique To Quantify The Contents of Copper, Magnesium & Zinc In Escitalopram Oxalate*. Journal of Advanced Pharmacy Education & Research. 516-521.

Lampiran 1.

Optimasi instrumen *inductively coupled plasma optical emission spectrometer* (ICP OES)

No	Parameter	Nilai
1	Gas plasma	Argon
2	RF Power (kW)	1,2
3	Detektor	CCD
4	Waktu pembacaan (s)	3
5	Penundaan stabilitas instrumen (s)	15
6	Kecepatan pompa (rpm)	12
7	Waktu pembilasan (s)	20
8	Ketinggian tungku (mm)	12
9	Kecepatan nebulizer (L/menit)	0,55
10	Kecepatan aliran gas plasma (L/menit)	12
11	Waktu pembacaan replikasi (s)	3
12	Kecepatan gas pendukung (L/menit)	1

Lampiran 2.

Pembuatan larutan

1. Pembuatan larutan kerja HNO_3 20 % v/v

Diketahui : Volume labu ukur yang digunakan 1000 mL

: Konsentrasi yang dibuat 20% v/v

Jawab:

$$= \frac{20}{100} \times 1000 \text{ mL}$$

$$= 200 \text{ mL}$$

Jadi, untuk membuat larutan kerja HNO_3 20% v/v dibutuhkan sebanyak 200 mL HNO_3 pekat, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, ditambahkan dengan akuades sampai tanda *miniskus*, diseka, dan dihomogenkan.

2. Perhitungan pembuatan larutan seng 100 mg/L dari larutan induk seng 1000 mg/L

Diketahui : Larutan induk seng 1000 mg/L

Ditanya : Berapa volume larutan induk seng 1000 mg/L yang harus diambil untuk membuat larutan induk seng 100 mg/L sebanyak 100 mL?

Jawab :

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

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

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Jadi, untuk membuat larutan induk seng dengan konsentrasi 100 mg/L dipipet sebanyak 10 mL larutan induk seng 1000 mg/L kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan akuades sampai tanda *miniskus*, diseka, ditera, dan dihomogenkan.

3. Perhitungan pembuatan larutan deret standar seng

- a. Larutan standar seng dengan konsentrasi 0 mg/L

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

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

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

- b. Larutan standar seng dengan konsentrasi 0,05 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 0,05 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 0,05 \text{ mL}$$

- c. Larutan standar seng dengan konsentrasi 0,1 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mg/L}$$

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

- d. Larutan standar seng dengan konsentrasi 0,2 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 0,2 \text{ mg/L}$$

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

- e. Larutan standar seng dengan konsentrasi 0,5 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 0,5 \text{ mg/L}$$

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

- f. Larutan standar seng dengan konsentrasi 1 mg/L

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

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

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

- g. Larutan standar seng dengan konsentrasi 2 mg/L

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

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

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

- h. Larutan standar seng dengan konsentrasi 5 mg/L

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

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

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

- i. Larutan standar seng dengan konsentrasi 10 mg/L

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

$$V_1 \times 100 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Jadi, untuk membuat larutan deret standar seng dengan konsentrasi 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 ; dan 10 mg/L dibutuhkan sebanyak 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1; 2; 5 ; dan 10 mL dari larutan induk 100 mg/L, kemudian dimasukkan ke labu ukur 100 mL ditambahkan dengan larutan HNO_3 20% v/v sampai tanda *miniskus*, diseka, ditera, dan dihomogenkan.



Lampiran 3.

Penentuan kurva kalibrasi dan linieritas

Tabel Data Hasil Deret Standar Seng

Konsentrasi standar (mg/L)	Intensitas	Intensitas terkoreksi
0	801,27	0
0,05	2.533,19	1.731,92
0,1	3.833,6	3.032,33
0,2	6.753,88	5.952,61
0,5	16.399,34	15.598,07
1	33.330,7	32.529,43
2	63.406,71	62.605,44
5	154.687,43	153.886,16
10	305.031,42	304.230,15

Perhitungan konversi satuan deret standar dari mg/L ke mg/kg

1. Diketahui : $\rho \text{ HNO}_3 \text{ 20\% v/v} = 1,11 \text{ g/cm}^3 = 1,11 \text{ g/mL}$

Jawab:

$$\begin{aligned} m &= : \rho \times v \\ &= 1,11 \text{ g/mL} \times 1000 \text{ mL} \\ &= 1110 \text{ g} \\ &= 1,110 \text{ kg} \end{aligned}$$

2. Konversi satuan dari mg/L ke mg/kg

- 1) Konsentrasi 0 mg/L

$$\frac{0 \text{ mg}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1,110 \text{ kg}} = 0 \text{ mg/kg}$$

- 2) Konsentrasi 0,05 mg/L

$$\frac{0,05 \text{ mg}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1,110 \text{ kg}} = 0,0450 \text{ mg/kg}$$

- 3) Konsentrasi 0,1 mg/L

$$\frac{0,1 \text{ mg}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1,110 \text{ kg}} = 0,0901 \text{ mg/kg}$$

4) Konsentrasi 0,2 mg/L

$$\frac{0,2 \text{ mg}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1,110 \text{ kg}} = 0,1802 \text{ mg/kg}$$

5) Konsentrasi 0,5 mg/L

$$\frac{0,5 \text{ mg}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1,110 \text{ kg}} = 0,4505 \text{ mg/kg}$$

6) Konsentrasi 1 mg/L

$$\frac{1 \text{ mg}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1,110 \text{ kg}} = 0,9009 \text{ mg/kg}$$

7) Konsentrasi 2 mg/L

$$\frac{2 \text{ mg}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1,110 \text{ kg}} = 1,8018 \text{ mg/kg}$$

8) Konsentrasi 5 mg/L

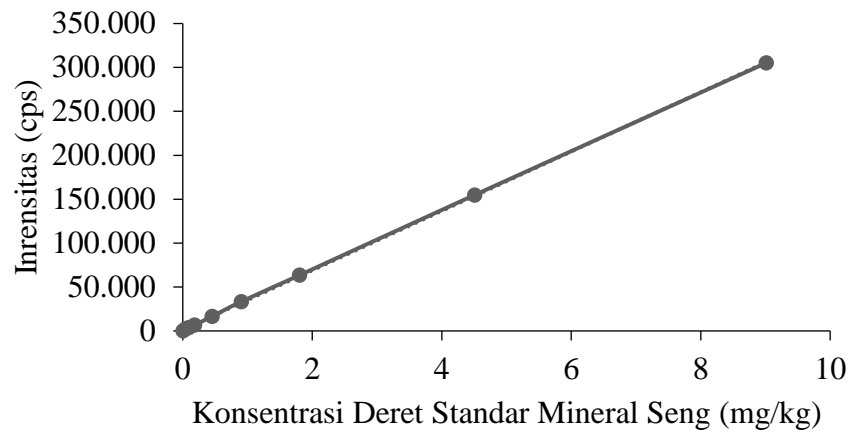
$$\frac{5 \text{ mg}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1,110 \text{ kg}} = 4,5045 \text{ mg/kg}$$

9) Konsentrasi 10 mg/L

$$\frac{10 \text{ mg}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1,110 \text{ kg}} = 9,0090 \text{ mg/kg}$$

Tabel Data Hasil Deret Standar

Konsentrasi standar (mg/kg)	Intensitas	Intensitas terkoreksi
0	801,27	0
0,0450	2.533,19	1.731,92
0,0901	3.833,6	3.032,33
0,1802	6.753,88	5.952,61
0,4505	16.399,34	15.598,07
0,9009	33.330,7	32.529,43
1,8018	63.406,71	62.605,44
4,5045	154.687,43	153.886,16
9,0090	305.031,42	304.230,15



Gambar Grafik Kurva Kalibrasi Hubungan antara Konsentrasi dengan Intensitas

Keterangan:

Persamaan regresi

$$= 33813,30x + 1306,54$$

Slope

$$= 33813,30$$

Intersep

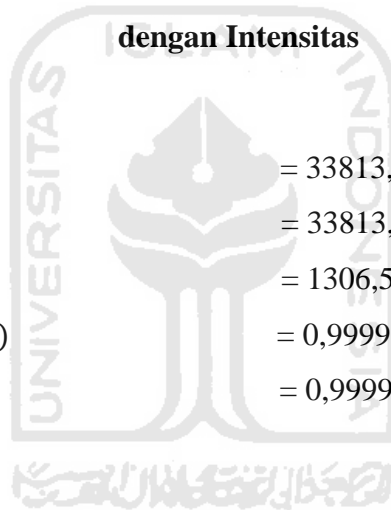
$$= 1306,54$$

Koefisien determinasi (R^2)

$$= 0,9999$$

Koefisien korelasi (r)

$$= 0,9999$$



Lampiran 4.

Penentuan akurasi

Tabel Data Hasil Uji Akurasi

Pengulangan	Konsentrasi contoh (mg/kg)	Konsentrasi spike (mg/kg)	Konsentrasi target (mg/kg)	% recovery
1	2,8505	7,3387	4,5045	99,64
2	2,8081	7,3369	4,5045	100,54
3	2,8009	7,3144	4,5045	100,2
4	2,8144	7,3279	4,5045	100,2
5	2,8108	7,2730	4,5045	99,06
6	2,8360	7,3189	4,5045	99,52
7	2,8676	7,3063	4,5045	98,54
8	2,7342	7,3198	4,5045	101,8
Rata-rata	2,8153	7,3170	4,5045	99,94

1. Menghitung konsentrasi target

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi target} &= \frac{5 \text{ mL} \times 100 \text{ mg/L}}{100 \text{ mL}} \\ &= 5 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

2. Konversi satuan mg/kg

Konsentrasi target 5 mg/L

$$\frac{5 \text{ mg}}{\text{L}} \times \frac{1 \text{ L}}{1,110 \text{ kg}} = 4,5045 \text{ mg/kg}$$

3. Menghitung % *Recovery*

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{konsentrasi yang di spike} - \text{Konsentrasi sampel}}{\text{Konsentrasi target}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{7,3387 \text{ mg/kg} - 2,8505 \text{ mg/kg}}{4,5045 \text{ mg/kg}} \times 100\%$$

$$= 99,64 \%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{7,3369 \text{ mg/kg} - 2,8081 \text{ mg/kg}}{4,5045 \text{ mg/kg}} \times 100\%$$

$$= 100,54\%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{7,3144 \text{ mg/kg} - 2,80090 \text{ mg/kg}}{4,5045 \text{ mg/kg}} \times 100\%$$

$$= 100,20 \%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{7,3279 \text{ mg/kg} - 2,80144 \text{ mg/kg}}{4,5045 \text{ mg/kg}} \times 100\%$$

$$= 100,20 \%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{7,2730 \text{ mg/kg} - 2,8108 \text{ mg/kg}}{4,5045 \text{ mg/kg}} \times 100\%$$

$$= 99,06 \%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{7,3189 \text{ mg/kg} - 2,8360 \text{ mg/kg}}{4,5045 \text{ mg/kg}} \times 100\%$$

$$= 99,52\%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{7,3063 \text{ mg/kg} - 2,8676 \text{ mg/kg}}{4,5045 \text{ mg/kg}} \times 100\%$$

$$= 98,54 \%$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{7,3198 \text{ mg/kg} - 2,7342 \text{ mg/kg}}{4,5045 \text{ mg/kg}} \times 100\%$$

$$= 101,80 \%$$



Lampiran 5.

Penentuan presisi

Tabel Data Hasil Presisi

Pengulangan	Intensitas	Massa sampel (g)	Volume labu ukur (L)	Kandungan seng (mg/kg)
1	96952,32	5,0020	0,1	56,5503
2	95524,80	5,0020	0,1	55,7062
3	95286,49	5,0020	0,1	55,5653
4	95735,84	5,0010	0,1	55,8422
5	95621,55	5,0003	0,1	55,7824
6	96472,12	5,0020	0,1	56,2663
7	97544,65	5,0003	0,1	56,9198
8	93017,95	5,0003	0,1	54,2425
Rata-Rata				55,8594
SD				0,8016
RSD				1,4350

Analisis Data:

1. Menghitung konsentrasi sebenarnya

$$\text{Konsentrasi} = \frac{\text{Intensitas terkoreksi-Intersep}}{\text{Slope}}$$

Contoh perhitungan konsentrasi sebenarnya

$$\text{Konsentrasi} = \frac{96952,32-1306,54}{33813,30}$$

$$= 2,8286 \text{ mg/L}$$

2. Menghitung kandungan seng

$$\text{Kandungan seng (mg/kg)} = \frac{\frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ seng dari kurva standar} \times \text{volume labu (L)}}{\frac{\text{massa sampel (g)}}{1000}}$$

$$= \frac{2,8286 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,1 \text{ L}}{\frac{5,0020}{1000}}$$

$$= 56,5503 \text{ mg/kg}$$

3. Menghitung Standar Deviasi (SD)

Kandungan Seng (mg/kg)	(Xi- \bar{X})	(Xi - \bar{X}) ²
56,5503	0,6909	0,4773
55,7062	-0,1531	0,0235
55,5653	-0,2940	0,0865
55,8422	-0,0172	0,0003
55,7824	-0,0770	0,0059
56,2663	0,4070	0,1656
56,9198	1,0604	1,1245
54,2425	-1,6169	2,6143
Jumlah		4,4979
SD		0,8016
%RSD		1,4350
% CV Horwitz		8,7328
2/3 CV Horwitz		5,8219

$$\begin{aligned}SD &= \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \\&= \sqrt{\frac{41,0621}{8-1}} \\&= 0,5893\end{aligned}$$

4. Menghitung RSD

$$\begin{aligned}\%RSD &= \frac{SD}{\bar{X}} \times 100 \% \\&= \frac{0,8016}{55,8594} \times 100 \% \\&= 1,4350 \%\end{aligned}$$



Lampiran 6.

Penentuan *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ)

Konsentrasi (mg/kg)	Intensitas (Y)	Yi	Y-Yi	(Y - Yi) ²
0	0	1.306,5418	-1.306,5418	1.708.268,9910
0,0450	1.731,92	2.828,1401	-1.096,2201	1.204.783,1330
0,0901	3.032,33	4.353,1198	-1.320,7898	1.741.752,2650
0,1802	5.952,61	7.399,6977	-1.447,0877	2.100.039,8180
0,4505	15.598,07	16.539,4317	-941,3617	881.575,1603
0,9009	32.529,43	31.768,9402	760,4898	581.334,5281
1,8018	62.605,44	62.231,3387	374,1013	139.796,5505
4,5045	153.886,16	153.618,5339	267,6261	70.493,42903
9,0090	304.230,15	305.930,5261	-1.700,3761	2.888.472,1220
			Jumlah	11.314.659,42
			Sy/x	1.271,3693
			LOD	0,1128
			LOQ	0,3760

Perhitungan LOD dan LOQ

1. Menghitung nilai Yi

Diketahui :

$$\text{Slope} = 33813,30$$

$$\text{Intersep} = 1306,54$$

Contoh perhitungan Yi untuk konsentrasi 0,0450 mg/L

$$Y_i = (\text{slope} \times \text{konsentrasi}) + \text{intersep}$$

$$= (33813,30 \times 0,0450) + 1306,54$$

$$= 1306,54$$

2. Mencari nilai LOD dan LOQ

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y_i - \bar{y})^2}{n-2}}$$
$$= \sqrt{\frac{11314659,42}{9-2}}$$
$$= 1271,3693$$

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S(y/x)}{\text{slope}}$$
$$= \frac{3 \times 1271,3693}{33813,30}$$
$$= 0,1128 \text{ mg/kg}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S(y/x)}{\text{slope}}$$
$$= \frac{10 \times 1271,3693}{33813,30}$$
$$= 0,3760 \text{ mg/kg}$$

Lampiran 7.

Estimasi Ketidakpastian

1. Estimasi Ketidakpastian Baku

1.1 Ketidakpastian baku akibat konsentrasi dari kurva

No	X_i	Y_i	Y_c	$Y_i - Y_c$	$(Y_i - Y_c)^2$	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$
1	0	0	1.306,5418	-1.306,5418	1.707.051,4650	-1,8869	3,5603
2	0,0450	1.731,92	2.828,1401	-1.096,2201	1.201.698,5500	-1,8419	3,3926
3	0,0901	3.032,33	4.353,1198	-1.320,7898	1.744.485,6210	-1,7968	3,2285
4	0,1802	5.952,61	7.399,6977	-1.447,0877	2.094.062,9490	-1,7067	2,9128
5	0,4505	15.598,07	16.539,4317	-941,3617	886.161,8031	-1,4364	2,0632
6	0,9009	32.529,43	31.768,9402	760,4898	578.344,6991	-0,9860	0,9722
7	1,8018	62.605,44	62.231,3387	374,1013	139.951,8183	-0,0851	0,0072
8	4,5045	153.886,16	153.618,5339	267,6261	71.623,70979	2,6176	6,8519
9	9,0090	304.230,15	305.930,5261	-1.700,3761	289.1278,8040	7,1221	50,7245
Rata-rata	1,8869	64.396,2344		Jumlah	11.314.659,42	Jumlah	73,7131

$$\begin{aligned}
 S(y/x) &= \sqrt{\frac{\sum(y_i - \bar{y})}{n-2}} \\
 &= \sqrt{\frac{11314659,42}{9-2}} \\
 &= 1271,3693
 \end{aligned}$$

Slope	= 33813,30
Jumlah pengukuran standar (n)	= 9
Jumlah pengukuran sampel (m)	= 8
Intensitas rata-rata standar	= 64396,2344
Intensitas rata-rata sampel	= 95769,47
$\sum (X_i - \bar{X})^2$	= 73,7131

$$\begin{aligned}
 \mu \text{ kurva} &= \frac{s(\frac{y}{x})}{\text{slope}} \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(y \text{ sampel} - y \text{ standar})^2}{B^2 \times \sum (X_i - \bar{X})^2}} \\
 &= \frac{1271,3693}{33813,30} \sqrt{\frac{1}{8} + \frac{1}{9} + \frac{(95769,47 - 64396,2344)^2}{(33813,30)^2 \times 73,7131}} \\
 &= 0,0187 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

1.1.1 Ketidakpastian pengenceran

a. Pipet volume 10 mL

Ketidakpastian kalibrasi

$$\begin{aligned}
 \mu(V) &= \frac{V}{K} \\
 &= \frac{0,070 \text{ mL}}{2,04}
 \end{aligned}$$

$$= 0,0343 \text{ mL}$$

Ketidakpastian faktor muai

$$\begin{aligned}
 \mu(T) &= \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{3}} \\
 &= \frac{10 \text{ mL} \times 0,00021 \times (25 - 22)^\circ\text{C}}{\sqrt{3}}
 \end{aligned}$$

$$= 3,6373 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

Ketidakpastian volume contoh

$$\begin{aligned}
 \mu(V_c) &= \sqrt{\mu(V)^2 + \mu(T)^2} \\
 &= \sqrt{(0,0343)^2 + (3,6373 \times 10^{-3})^2}
 \end{aligned}$$

$$= 0,0345 \text{ mL}$$

b. Labu ukur 100 mL

Ketidakpastian kalibrasi

$$\mu(V) = \frac{V}{K}$$

$$= \frac{0,15 \text{ mL}}{2,01}$$

$$= 0,0746 \text{ mL}$$

Ketidakpastian faktor muai

$$\mu(T) = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{3}}$$

$$= \frac{100 \text{ mL} \times 0,00021 \times (25 - 24,8)^\circ\text{C}}{\sqrt{3}}$$

$$= 4,2 \times 10^{-3} \text{ mL}$$

Ketidakpastian volume contoh

$$\mu(V_c) = \sqrt{\mu(V)^2 + \mu(T)^2}$$

$$= \sqrt{(0,0746)^2 + (4,2 \times 10^{-3})^2}$$

$$= 0,0747 \text{ mL}$$

1.1.2 Ketidakpastian massa sampel

a. Faktor kalibrasi neraca

$$\mu_{\text{kal}} = \frac{S}{K}$$

$$= \frac{0,0001}{1,97}$$

$$= 0,00005$$

$$\mu_c = \frac{\mu_{\text{kal}}}{\text{massa sampel}}$$

$$= \frac{0,00005}{5,0012 \text{ gram}}$$

$$= 9,9976 \times 10^{-6}$$

1.1.3 Ketidakpastian pengulangan

$$\mu_p = \frac{\text{RSD}\%}{\sqrt{n}}$$

$$= \frac{1,4350\%}{\sqrt{8}}$$

$$= 0,5073\%$$

$$\begin{aligned}\mu R &= \frac{\mu p}{100\%} \\ &= \frac{0,5073\%}{100\%} \\ &= 5,0735 \times 10^{-3}\end{aligned}$$



2. Estimasi Ketidakpastian Gabungan dari Faktor Penyumbang Ketidakpastian

No	Ketidakpastian asal	Nilai (x)	Satuan	$\mu(x)$	$\mu(x)/x$	$(\mu(x)/x)^2$	%
1	Pipet Volume	10	mL	0,0345	0,0035	$1,19 \times 10^{-5}$	3,0714
2	Labu Ukur	100	mL	0,0747	0,0007	$5,58 \times 10^{-7}$	0,1440
3	Neraca Analitik	5	g	$1,00 \times 10^{-5}$	$2,00 \times 10^{-6}$	$4,00 \times 10^{-12}$	$1,03 \times 10^{-6}$
4	Presisi	1	-	0,0050	0,0050	$2,54 \times 10^{-5}$	6,5495
5	Kurva kalibrasi	1	-	0,0187	0,0187	0,0003	90,2351
Jumlah						0,0002	100
Estimasi ketidakpastian gabungan						1,0996	
Estimasi ketidakpastian gabungan diperluas						2,1993	

Keterangan:

$\mu(x)$: Ketidakpastian baku

$\mu(x)/x$: Ketidakpastian standar relatif

Perhitungan Estimasi Ketidakpastian Gabungan:

$\mu_G = \text{Kandungan seng} \times$

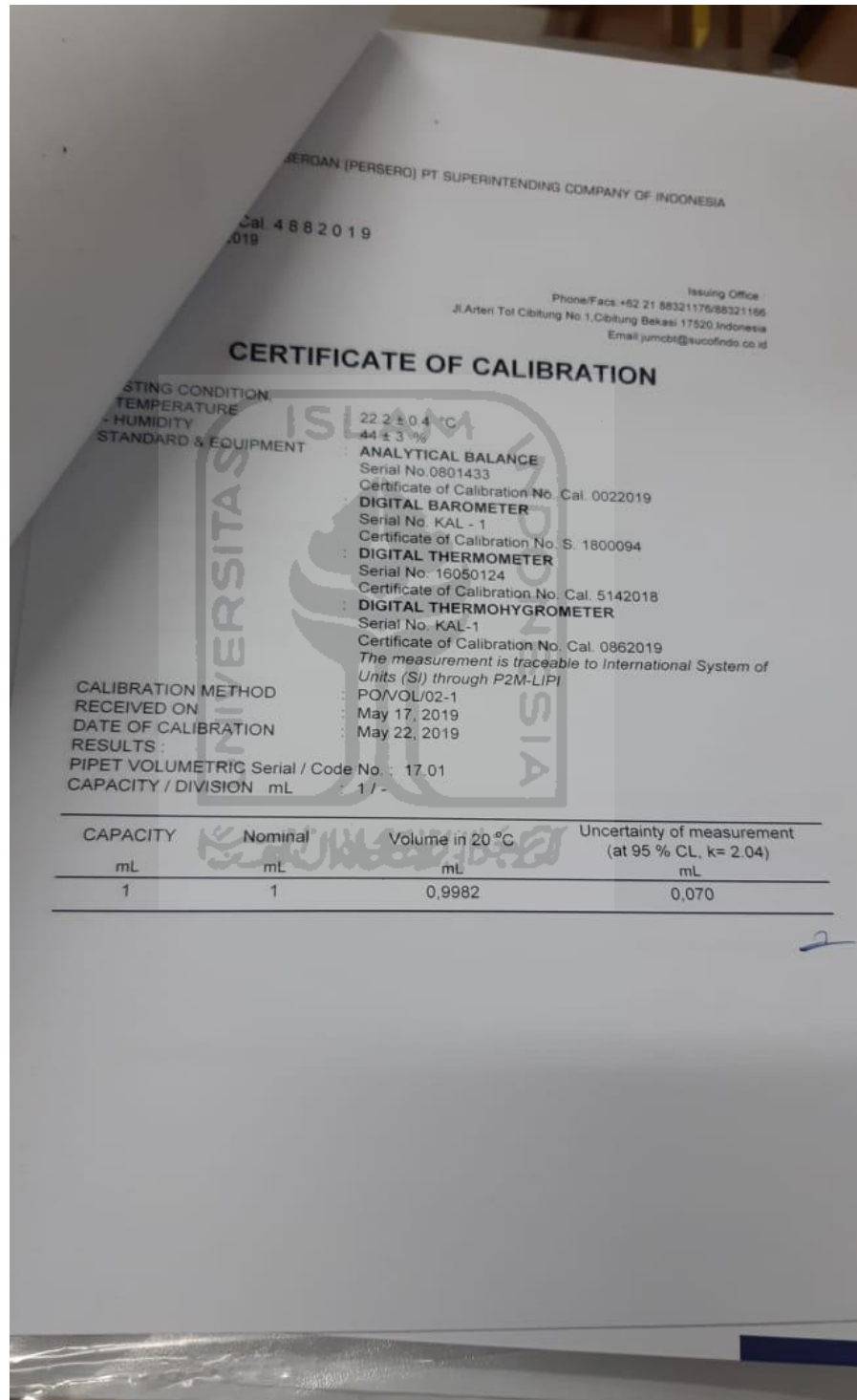
$$\sqrt{\left(\frac{\mu \text{ pipet volume } 10 \text{ mL}}{10}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ labu ukur } 100 \text{ mL}}{100}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ neraca analitik}}{5}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ presisi}}{1}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ kurva kalibrasi}}{1}\right)^2}$$
$$= \sqrt{\left(\frac{0,0345}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,0747}{100}\right)^2 + \left(\frac{2 \times 10^{-6}}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,0050}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,0187}{1}\right)^2}$$
$$= 55,8594 \text{ mg/kg} \times 0,0197$$
$$= 1,0996 \text{ mg/kg}$$

3. Estimasi Ketidakpastian Diperluas

$$\begin{aligned}\mu_U &= \mu_G \times 2 \\ &= 1,0996 \text{ mg/kg} \times 2 \\ &= 2,1993 \text{ mg/kg}\end{aligned}$$

Lampiran 8.

Sertifikat alat



Certificate No. : Cal. 4 9 3 2 0 1 9
Date : Mei 24, 2019

Issuing Office :
Phone/Fax: +62 21 88321176/88321166
Jl.Arteri Tol Cibitung No.1,Cibitung Bekasi 17520,Indonesia
Email:jumcbt@sucofindo.co.id

CERTIFICATE OF CALIBRATION

NT
RESS

E OF E/
AL NO.
S/MOI
CITY
IFAC

tachr

brat
nd
fic
uc

TESTING CONDITION,

- TEMPERATURE : 22 ± 0.4 °C
- HUMIDITY : 43 ± 3 %

STANDARD & EQUIPMENT

- : **ANALYTICAL BALANCE**
Serial No.0801433
Certificate of Calibration No. Cal. 0022019
- : **DIGITAL BAROMETER**
Serial No. KAL - 1
Certificate of Calibration No. S. 1800094
- : **DIGITAL THERMOMETER**
Serial No. 16050124
Certificate of Calibration No. Cal. 5142018
- : **DIGITAL THERMOHYGROMETER**
Serial No. KAL-1
Certificate of Calibration No. Cal. 0862019

The measurement is traceable to International System of Units (SI) through P2M-LIP

CALIBRATION METHOD

RECEIVED ON : PO/VOL/02-1
DATE OF CALIBRATION : May 17, 2019
RESULTS : May 22, 2019

PIPET VOLUMETRIC Serial / Code No. : 17.02
CAPACITY / DIVISION mL : 10 / -

CAPACITY	Nominal	Volume in 20 °C	Uncertainty of measurement (at 95 % CL, k= 2.04)
mL	mL	mL	mL
10	10	10,0294	0,070

2

PERUSAHAAN PERSEROAN (PERSERO) PT SUPERINTENDING COMPANY OF INDONESIA

To Certificate No : 7 6 1 2 0 1 9
 Date : November 15, 2019

Issuing Off :
 JL. ARTERI TOL CIBITUNG, BEKASI 175
 Phone / Fax : +62 21 88321175 / 88321116
 Email : sum.rdt@scuofindo.co.id

CERTIFICATE OF CALIBRATION

TESTING CONDITION
 - TEMPERATURE : 27 ± 0.3 °C
 - HUMIDITY : 55 ± 2 %
 STANDARD & EQUIPMENT
 CALIBRATED MASSES CLASS E1
 Serial No. 15935-1
 Certificate of Calibration S. 048841
 THERMOHYGROMETER
 Serial No. IMS-2
 Certificate of Calibration No. Cal. 3292019

The measurement is traceable to International System of Units (SI) through P2M-LIPI

CALIBRATION METHOD : PO / MS / 03
 RECEIVED ON : October 14, 2019
 DATE OF CALIBRATION : October 16, 2019

RESULTS:
 ANALYTICAL BALANCE Serial No / Code : U33500/MM-01
 RANGE / RESOLUTION : (0 - 220 / 0.0001) g
 REPEATABILITY OF READING :

READING	STANDARD DEVIATION OF READING	MAX. DIFFERENCE BETWEEN SUCCESSIVE READING
g	g	g
2.0000	0.0006	0.0003
99.9997	0.0010	0.0003
199.9999	0.0017	0.0005

DEPARTURE FROM NOMINAL VALUE :

EQUIPMENT READING	CORRECTION	UNCERTAINTY OF MEASUREMENT (at 95 % CL, k= 1.97)
g	g	g
0.5001	-0.00010	0.00012
1.0000	-0.00001	0.00012
2.0001	-0.00007	0.00012
5.0000	-0.00001	0.00012
9.9999	0.00002	0.00012
20.0000	-0.00008	0.00012
40.0002	-0.00030	0.00013
60.0003	-0.00047	0.00014
80.0002	-0.00046	0.00015
99.9999	-0.00026	0.00017
120.0001	-0.00050	0.00018
139.9999	-0.00041	0.00020
159.9999	-0.00048	0.00022
180.0000	-0.00067	0.00024
200.0002	-0.00063	0.00026

Off-Centre Loading :
 A mass of approximately 100 g was moved to various positions on the pan.
 The maximum difference between reading was 0.0052 g
 Limit of Performance for the Balance = 0.0013 g

PT SUPERINTENDING COMPANY OF INDONESIA

Certificate No. : Cal. 0492017
Date : January 27, 2017

Issuing Office :
Phone/Facs: +62 21 88321176/88321166
Jl. Arteri Tol Cibitung No.1, Cibitung Bekasi 17520, Indonesia
Email: jumcibt@sucofindo.co.id

CERTIFICATE OF CALIBRATION

TESTING CONDITION

- TEMPERATURE
- HUMIDITY

$24,8 \pm 0,3$ °C
 56 ± 1 %

STANDARD & EQUIPMENT

: ANALYTICAL BALANCE
Serial No. 1116492982
Certificate of Calibration No. Cal. 0422017
: DIGITAL BAROMETER
Serial No. 26082-152
Certificate of Calibration S. 15 00 250
: DIGITAL THERMOHYGROMETER
Serial No. 017/LAB-IV/KAL/2016
Certificate of Calibration Cal. 16 00 163

The measurement is traceable to International System of Units (SI) through P2M-LIPI

CALIBRATION METHOD

: PO/VOL/04

RECEIVED ON

: January 18, 2017

DATE OF CALIBRATION

: January 18, 2017

RESULTS :

LABU UKUR Serial / Code No. : 00087-2

CAPACITY / DIVISION mL : 0 ~ 100 / 1

Capacity	Nominal	Volume in 20 °C	Uncertainty of measurement (at 95 % CL, k= 2,01)
mL	mL	mL	± mL
0 ~ 100	100	99,8762	0,15

4