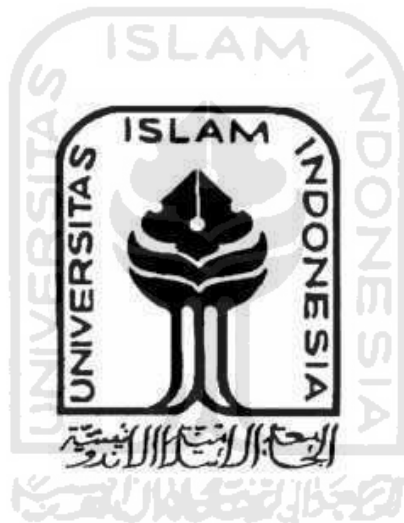


**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**PENGARUH VARIASI PENGAWETAN PADA SAMPEL  
LIMBAH SIMULASI DALAM PENENTUAN LOGAM TIMBAL  
(Pb) SECARA SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM**

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



**Disusun oleh:**

**Bayu Setiadji**

**NIM : 17231014**

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

**LAPORAN TUGAS AKHIR AKHIR**

**PENGARUH VARIASI PENGAWETAN PADA SAMPEL  
LIMBAH SIMULASI DALAM PENENTUAN LOGAM TIMBAL  
(Pb) SECARA SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM**

**EFFECT OF PRESERVATIVE VARIATIONS ON SIMULATED  
WASTE SAMPLE OF LEAD METAL (Pb) BY ATOMIC  
ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER**



**Disusun oleh:**

**Bayu Setiadji  
NIM: 17231014**

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

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**PENGARUH VARIASI PENGAWETAN PADA SAMPEL  
LIMBAH SIMULASI DALAM PENENTUAN LOGAM TIMBAL  
(Pb) SECARA SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Bayu Setiadji  
NIM: 17231014**

**Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir  
Program Studi DIII Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
pada tanggal 17 Agustus 2020**

**Menyetujui,**

**Ketua Program Studi**

**Pembimbing**

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

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

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**PENGARUH VARIASI PENGAWETAN PADA SAMPEL  
LIMBAH SIMULASI DALAM PENENTUAN LOGAM TIMBAL  
(Pb) SECARA SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Bayu Setiadji**

**NIM: 17231014**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 17 Agustus 2020

**Susunan Tim Penguji**

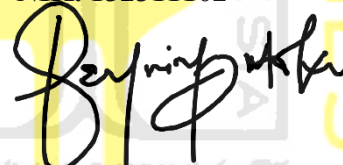
**Pembimbing/ Penguji**



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

**NIK. 132311102**

**Penguji I**



**Bayu Wiyantoko, M.Sc.**

**NIK. 132311101**

**Penguji II**



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

**NIK. 182310101**

**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas MIPA UII**



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

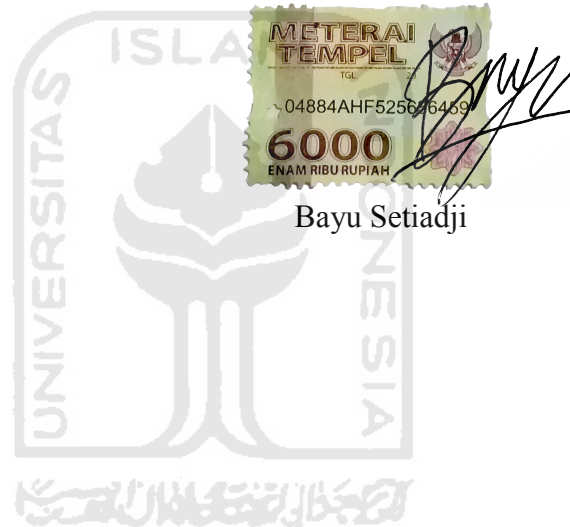
**NIK. 006120101**

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak pernah terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar *Ahli Madya Science* atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka. Saya memperbolehkan sebagian pengutipan karya ini sebagai materi praktikum setelah penerbitan karya ini.

Yogyakarta, 17 Agustus 2020

Penyusun,



Bayu Setiadji

## MOTTO

*Suatu pencapaian akan diraih dengan proses yang telah dilalui, kuncinya berdoa, sabar dan tekun. Setelahnya sepasang mata lah yang akan menilai nya.*

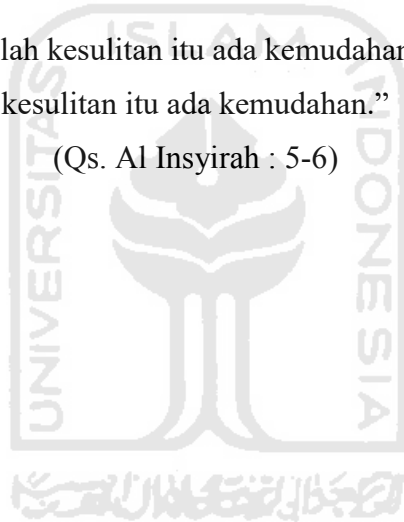
(Penulis)

“Sesungguhnya Allah tidak akan merubah nasib suatu kaum kecuali kaum itu sendiri yang mengubah nasibnya.”

(Ar – Rad : 11)

“Maka sesungguhnya setelah kesulitan itu ada kemudahan. Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan.”

(Qs. Al Insyirah : 5-6)



## HALAMAN PERSEMBAHAN

### ***Bismillahirrahmanirrahim***

*Alhamdulillahirobbil' alamin*, sujud syukurku kupersembahkan padamu ya Allah, Tuhan Yang Maha Agung dan Maha Tinggi. Atas takdirmu saya bisa menjadi pribadi yang berpikir, berilmu, beriman dan bersabar. Berkat pertolongan-Nya saya dapat menyelesaikan studi di Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII dan tidak sedetik pun saya berhenti bersyukur karena telah menyelesaikan laporan Tugas Akhir semaksimal mungkin untuk meraih gelar *Ahli Madya Science* (Amd.Si.). Semoga keberhasilan ini menjadi satu langkah awal untuk masa depanku, dalam meraih cita-cita saya.

Dengan Menyebut Nama Allah Yang Maha Pengasih Lagi Maha Penyayang saya persembahkan Karya ini untuk Bapak Suyoto, Ibu Kartinah, dan Adik Rafi Rahmadji. Terima kasih atas kasih sayang yang berlimpah dari mulai saya lahir, hingga saya sudah sebesar sekarang ini.

Terima kasih selanjutnya untuk Pakde Kosidi, Bude Istiyatun, Mas Wahyu, Mba Erni, Bulek Prap, Lek idi, Mbah Kakung dan saudara terdekat yang ada di Sleman, Yogyakarta dalam memberikan dukungan dan doa yang tanpa henti serta sudah merawat saya dan memberikan tempat tinggal yang nyaman selama saya berada di Jogja ini untuk menuntut ilmu di Universitas Islam Indonesia.

Terima kasih juga yang sebesar-besarnya untuk Dosen dan staff Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII karena telah memberikan ilmu yang bermanfaat untuk penulis baik ilmu dunia maupun akhirat.

Teruntuk teman-temanku dari yang pertama kali aku kenal yaitu Alvin, Angga, Aris, Faiz walaupun dia hanya sesaat di Analis lalu akhirnya pindah kuliah, Adit, Zain, Wildan, Dean, Aldi, Bintang, Ibi dan semua teman seperjuangan Analisis Kimia yang walaupun jumlahnya sedikit tetapi tetap solid dan kompak.

Terima kasih untuk fungsionaris HMAK khususnya Krema karena telah memberikan sedikit kenangan dan pengalaman yang sangat berharga untuk

mengharumkan nama Analisis Kimia UII baik di dalam maupun luar kampus. Serta teman-teman kepanitiaan Almamater Biru lain nya yang pernah saya kenal karena sudah memberikan kesan untuk saya dalam mengarungi derasnya kepanitiaan di Kampus Perjuangan ini.

Teruntuk tim ku yang telah menawarkan kekeluargaan terbaik yaitu CAH RIMBA, Andika, Fadli, Luthfir, Windu, Arif, Alfin, Alif, Ayu, Nisa, Rafika, Putri, dan Sani. Mereka telah memberikan saya banyak motivasi dan pengalaman yang berkesan dalam berpetualang. Harapan nya semoga tim ini akan selalu tetap kompak.

Terima kasih kepada teman-teman selama PKL di Balai Laboratorium Lingkungan DLHK Kota Yogyakarta yaitu Anggit, Rivaldi, Talitha, Novita serta dari teman-teman Kampus UNY yaitu Aditia, Bening dan Dominica karena sudah menemani selama PKL dan semoga tali silaturahmi akan tetap terjaga antara kami ini.

Dan tak lupa, saya ucapkan banyak terima kasih kepada Mas Bagus, Mba Tantri, Vika, Hilda, Konaah dan Reny karena telah meluangkan sedikit waktunya untuk membimbing saya dalam menyelesaikan laporan Tugas Akhir ini dan pihak lainnya yang berperan semasa saya menjalankan perkuliahan yang tidak bisa saya sebutkan satu per satu. Terima kasih karena telah memberikan doa dan dukungan untuk penulis selama ini.



## KATA PENGANTAR

*Bismillahirrahmanirrahiim*

*Assalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

*Alhamdulillahirobbil 'alamin*, puji syukur kehadiran Allah *Subhanahu Wa Ta'ala* yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, shalawat dan salam senantiasa tercurah kepada Nabi junjungan Muhammad *Shalallahu A'laihi Wasallam* dan para sahabat yang senantiasa istiqomah menjalankan agama-Nya. Berkat rahmat dan pertolongan Allah *Subhanahu Wa Ta'ala* penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang menguraikan tentang “Pengaruh Variasi Pengawetan Pada Sampel Limbah Simulasi Dalam Penentuan Logam Timbal (Pb) Secara Spektrofotometer Serapan Atom”.

Laporan Tugas Akhir disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan program pendidikan derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) pada Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia (UII) Yogyakarta. Selama proses penyusunan laporan ini penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan Laporan Tugas Akhir ini sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikannya. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Tri Esti Purbaningtiyas, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia dan dosen Pembimbing Tugas Akhir yang banyak membantu dalam pengerjaan laporan tugas akhir.
3. Thorikul Huda, S.Si., M.Sc. selaku dosen pembimbing akademik.

4. Dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII atas semua nasihat dan ilmu yang telah diberikan.
5. Dra.,Rr.Sutrawati.S, selaku kepala Balai Laboratorium Lingkungan DLHK Kota Yogyakarta yang mengizinkan saya untuk melakukan PKL dan memberikan ilmu-ilmu baru yang belum pernah saya ketahui sebelumnya.
6. Afif, Mba Eka, Risti, Lita, Nita, Ika, Afy, Suri, dan Linda di instansi DLHK Kota Yogyakarta yang membimbing dan memberikan ilmu baru di instansi DLHK Kota Yogyakarta.
7. Rekan PKL saya yaitu Anggit, Rivaldi, Talitha, Novita dari Kampus UII dan Aditia, Bening, Dominica dari Kampus UNY yang menemani saya melakukan PKL, dan saling tetap menjaga silaturahmi di tempat PKL maupun diluar tempat PKL.
8. Kedua orang tua dan saudara terdekat yang memberikan doa, semangat, dan nasihat untuk saya hingga saat ini.
9. Teman-teman Analisis Kimia 2017 kelas A dan B dan semua pihak yang telah memberikan dukungan dan sudah saya anggap seperti keluarga baru di lingkungan yang baru ini selama menjalankan kuliah.

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	iii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iv
MOTTO .....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vi
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
INTISARI .....	xv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan .....	2
1.4 Manfaat .....	2
BAB II DASAR TEORI .....	3
2.1 Air dan Pengawetan Sampel .....	3
2.2 Timbal (Pb) .....	3
2.3 Penentuan Kadar Timbal (Pb) .....	4
2.4 Uji Statistika Data .....	10
2.4.1 Uji Anova 2 Arah .....	10
2.4.2 Uji Homogenitas .....	10
2.4.3 Uji Stabilitas ( <i>Control Chart</i> ) .....	11
BAB III METODE PENELITIAN .....	14
3.1 Alat.....	14
3.2 Bahan .....	14

3.3	Skema Kerja.....	14
3.3.1	Pembuatan Sampel Simulasi.....	14
3.3.2	Pengawetan Sampel .....	14
3.3.3	Pembuatan Larutan Induk Logam Timbal 100 mg/L .....	15
3.3.4	Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 mg/L.....	15
3.3.5	Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	15
3.3.6	Penentuan Konsentrasi Timbal dalam Sampel.....	15
3.3.7	Uji Homogenitas .....	16
3.3.8	Uji Stabilitas.....	16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....		17
4.1	Homogenitas .....	17
4.3	Stabilitas .....	18
4.2	Uji Perbandingan .....	20
4.1.1	Kurva Kalibrasi.....	20
4.1.2	Linieritas .....	21
4.1.3	LOD dan LOQ .....	22
4.1.4	Penentuan Logam Timbal (Pb) .....	23
4.1.4	Uji Statistik dan Uji Anova.....	25
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....		26
5.1	Kesimpulan .....	26
5.2	Saran .....	26
DAFTAR PUSTAKA .....		27
LAMPIRAN.....		29

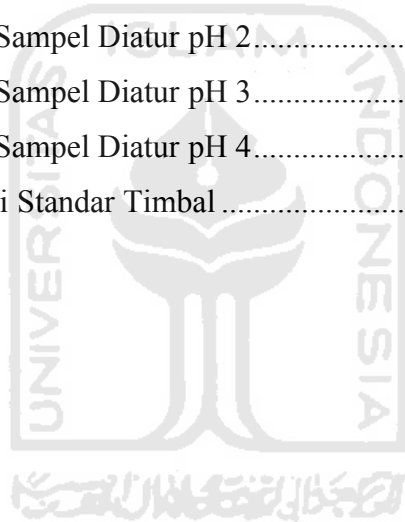
## DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Pengawetan Sampel .....	14
Tabel 4.1 Uji Homogenitas Variasi Pengawetan .....	17
Tabel 4.2 Data Penentuan Kadar Timbal Dalam Limbah Simulasi .....	18
Tabel 4.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	20
Tabel 4.4 Penentuan LOD dan LOQ.....	22
Tabel 4.5 Penentuan Kadar Timbal Dalam Limbah Simulasi Secara SSA.....	24
Tabel 4.6 Uji Anova Terhadap Pengaruh Pengawetan Sampel.....	25



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema Alat Spektrofotometer Serapan Atom (Beaty, 1993).....	5
Gambar 2.2 <i>Hollow Cathode Lamp</i> (Beaty, 1993) .....	7
Gambar 2.3 Proses Lampu Katoda Berongga (Beaty, 1993).....	7
Gambar 2.4 Lampu Pelepasan Listrik Tanpa Kabel (Beaty, 1993).....	9
Gambar 2.5 Contoh <i>Control Chart</i> .....	12
Gambar 4.1 <i>Control Chart</i> Sampel Tidak Diatur pH dan Tidak Didinginkan....	19
Gambar 4.2 <i>Control Chart</i> Sampel Tidak Diatur pH dan Didinginkan.....	19
Gambar 4.3 <i>Control Chart</i> Sampel Diatur pH 1.....	19
Gambar 4.4 <i>Control Chart</i> Sampel Diatur pH 2.....	19
Gambar 4.5 <i>Control Chart</i> Sampel Diatur pH 3.....	19
Gambar 4.6 <i>Control Chart</i> Sampel Diatur pH 4.....	19
Gambar 4.6 Kurva Kalibrasi Standar Timbal.....	21



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Uji Homogenitas Dilihat Dari Absorbansi .....	29
Lampiran 2 Hasil Penentuan Pengujian Per Hari/Hari Ke 1 .....	36
Lampiran 3 Uji Anova Terhadap Pengaruh Pengawetan Sampel .....	37
Lampiran 4 Penentuan <i>Control Chart</i> Rata-rata Setiap Sampel Hari Ke 1 .....	39
Lampiran 5 Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Timbal .....	43
Lampiran 6 Penentuan LOD dan LOQ .....	47



# **PENGARUH VARIASI PENGAWETAN PADA SAMPEL LIMBAH SIMULASI DALAM PENENTUAN LOGAM TIMBAL (Pb) SECARA SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM**

Bayu Setiadji

Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia

Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta

Email : [bayusetiadji18@gmail.com](mailto:bayusetiadji18@gmail.com)

## **INTISARI**

Telah dilakukan penelitian di Laboratorium FMIPA UII Yogyakarta untuk menentukan pengaruh variasi pengawetan dalam penentuan timbal pada sampel limbah simulasi menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Tujuan dilakukannya pengujian ini adalah untuk mengetahui pengaruh jenis pengawetan menggunakan Asam Sulfat ( $H_2SO_4$ ) yang diatur pH nya menjadi 1, 2, 3, 4 dan tanpa pengawet serta menentukan nilai LOD dan LOQ dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. Larutan standar timbal dibuat dengan konsentrasi 0 ; 0,2 ; 0,5 ; 1 ; 3 ; 5 ; 7 mg/L dan menghasilkan persamaan  $y = 0,0165x + 0,0003$  dengan nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) senilai 0,9997. Stabilitas penentuan kadar timbal dilakukan uji ANOVA dua arah dengan nilai F hitung sebesar  $2,1347 < F$  tabel sebesar 3,87 yang dapat disimpulkan bahwa adanya interaksi jenis pengawetan terhadap lama penyimpanan selama beberapa hari dengan tingkat signifikan sebesar 95% atau 0,05. Nilai LOD dan LOQ secara berturut-turut pada kurva kalibrasi timbal (Pb) sebesar 0,1968 mg/L dan 0,6561 mg/L, dan *control chart* atau bagan kendali setiap jenis pengawetan menghasilkan bahwa pengujian kadar timbal dilakukan selama beberapa hari bisa dikatakan stabil.

Kata Kunci : Limbah Simulasi, Timbal (Pb), Spektrofotometer Serapan Atom.



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Air merupakan unsur yang memiliki peran sangat penting dalam kehidupan setiap makhluk hidup di muka bumi ini. Menurut Permenkes,(1990) air dibagi menjadi 5 jenis yaitu air minum, air bersih, air limbah, air permukaan atau air sungai dan air laut. Setiap jenis air memiliki baku mutu nya tersendiri dan persyaratan tentang kandungan zat-zat lain dalam air tersebut. Air limbah didefinisikan sebagai suatu bahan domestik maupun non-domestik yang sudah tidak dapat dimanfaatkan lagi untuk kegiatan tertentu (Effendi, 2003).

Air limbah yang dihasilkan dari kegiatan pengujian dengan menggunakan bahan-bahan kimia yang cukup berbahaya karena mengandung beberapa komponen berbahaya. Salah satu komponen tersebut adalah logam timbal (Pb) atau biasa dikenal dengan nama timah hitam merupakan salah satu jenis logam lunak berwarna coklat kehitaman dan mudah untuk dimurnikan. Logam Pb lebih tersebar luas dibanding kebanyakan logam toksik lainnya dan memiliki sifat larut dalam air dan tingkat kelarutannya rendah dengan beberapa anion (Darmono, 2001).

Logam timbal mudah melarut dalam asam nitrat yang kepekatannya 8M dan asam lainnya seperti  $H_2SO_4$  dan  $H_2O_2$ . Asam digunakan sebagai katalis untuk mempercepat terputusnya timbal dari senyawa organik yang ada didalam sampel. Larutan yang digunakan dalam pengawetan kadar logam timbal pada sampel limbah simulasi adalah campuran antara  $HNO_3$  p.a +  $H_2SO_4$  p.a +  $H_2O_2$  p.a (6:2:1) v/v, karena pada campuran ini  $HNO_3$  p.a dan  $H_2O_2$  p.a bertindak sebagai oksidator, sedangkan  $H_2SO_4$  p.a dan  $H_2O_2$  p.a bertindak sebagai katalis. Bila dibandingkan dengan variasi lainnya ( $HNO_3$  p.a,  $HNO_3$  p.a (3:1) v/v, dan  $HNO_3$  p.a +  $H_2SO_4$  p.a +  $H_2O_2$  p.a (6:2:1) v/v, campuran diatas akan lebih efektif digunakan karena mempunyai komposisi larutan pendestruksi yang berbeda. Penelitian tentang pengaruh variasi pengawetan

menggunakan berbagai jenis asam, diantaranya  $\text{HNO}_3$  p.a dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Kadar logam Pb tertinggi berturut-turut berasal dari  $\text{HNO}_3$  p.a kemudian  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (Nuraini, 2011).

Analisis kandungan logam berat Timbal (Pb) terhadap sampel limbah simulasi yaitu dengan menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom. Umumnya analisis logam menggunakan Spektrofotometer serapan atom adalah karena teknik persiapan sampel yang lebih sederhana. Pengujian ini dilakukan untuk melihat pengaruh variasi pengawetan pada sampel limbah secara spektrofotometer serapan atom, yaitu melihat dari kestabilan dalam pengawetan (pH1, pH2, pH3, pH4 , dan tanpa pengawet) dengan cara diuji selama 7 hari. Variasi sampel untuk mengetahui stabilitas logam timbal (Pb) dalam sampel limbah simulasi. Stabilitas sampel adalah kemampuannya suatu sampel untuk mempertahankan kualitas kandungan dalam sampel dengan pengukuran konsentrasi pada penyimpanan.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, rumusan masalah yang dapat dianalisa yaitu:

1. Bagaimana pengaruh pengawetan terhadap penentuan homogenitas sampel?
2. Bagaimana pengaruh pengawetan terhadap stabilitas sampel?
3. Apakah terdapat perbedaan pengawetan variasi terhadap hasil pengujian?

## **1.3 Tujuan**

Tujuan dari dilakukan penelitian ini adalah untuk:

1. Mengetahui pengaruh pengawetan sampel terhadap penentuan homogenitas sampel.
2. Mengetahui pengaruh pengawetan (pH1, pH2, pH3, pH4 , tanpa pengawet yang didinginkan dan tidak didinginkan) pada stabilitas sampel.
3. Mengetahui adanya perbedaan pengawetan variasi terhadap hasil pengujian.

## **1.4 Manfaat**

Penelitian yang telah dilakukan ini diharapkan dapat bermanfaat untuk pengembangan dalam penelitian pengujian stabilitas sampel air limbah dan dapat mengetahui kadar timbal total menggunakan spektrofotometer serapan atom.

## **BAB II**

### **DASAR TEORI**

#### **2.1 Air dan Pengawetan Sampel**

Air merupakan suatu pelarut yang penting, yang memiliki kemampuan untuk melarutkan banyak zat kimia, seperti garam-garam, gula, asam, beberapa jenis gas dan banyak macam molekul organik sehingga air disebut sebagai pelarut universal. Air berada dalam kesetimbangan dinamis antara fase cair dan padat di bawah tekanan dan temperatur standar. Dalam bentuk ion, air dapat dideskripsikan sebagai sebagai ion hydrogen ( $H^+$ ) yang berasosiasi (berikatan) dengan sebuah ion hidroksida ( $OH^-$ ). (Hanafiah, 2012).

Pengawetan adalah memperlambat proses perubahan kimia dan biologis yang tidak terelakan. Pengawetan sangat sukar karena hampir semua pengawet mengganggu untuk beberapa pengujian dan penyimpanan sampel pada suhu rendah ( $4^{\circ}C$ ). Pengawetan secara kimia dilakukan tergantung pada jenis parameter yang diawetkan. Beberapa cara pengawetan adalah sebagai berikut: Sampel yang diperoleh dilakukan pengukuran pH terlebih dahulu dan kemudian untuk langkah selanjutnya langsung melakukan penambahan pengawetan pada sampel yang telah diukur pH nya. (BSN, 1991).

#### **2.2 Timbal (Pb)**

Timbal (Pb) merupakan salah satu jenis logam berat yang sering juga disebut dengan istilah timbal hitam. Timbal (Pb) termasuk dalam kelompok logam berat golongan IV A, mempunyai nomor atom 82 dengan berat atom 207,2, berbentuk pada suhu kamar, dan bertitik lebur  $327,4^{\circ}C$ . Timbal (Pb) dapat menjadi salah satu bahan pencemaran lingkungan karena sumber utama pencemaran timbal adalah dari emisi gas buang kendaraan dan juga dapat dalam limbah cair industri yang pada prosesnya menggunakan timbal.

Timbal (Pb) juga merupakan salah satu logam berat yang memiliki daya toksitas yang tinggi, walaupun bersifat lunak dan lentur, timbal sangat rapuh dan

mengerut pada pendinginan, sulit larut dalam air dingin, air panas dan air asam. Timbal dapat larut dalam asam nitrit, asam asetat dan asam sulfat pekat. Sebagai salah satu logam berat, ternyata timbal merupakan unsur yang potensial menyebabkan pencemaran lingkungan (Palar, 2004).

### **2.3 Penentuan Kadar Timbal (Pb)**

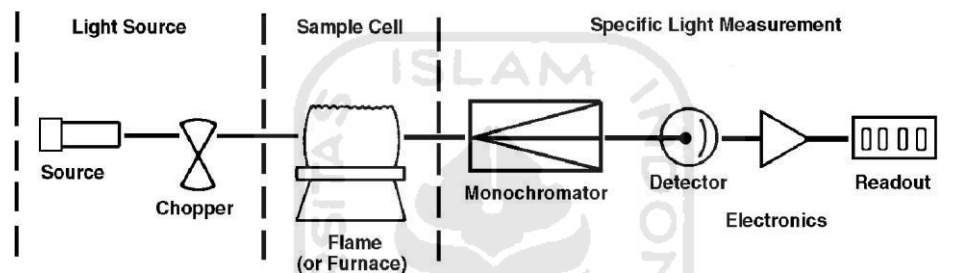
Metode untuk menentukan kadar timbal yaitu Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Spektrofotometer Serapan Atom merupakan salah satu instrumentasi di bidang analisis pengujian kimia yang digunakan untuk menganalisis kandungan logam total pada suatu analit. Metode analisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom adalah metode analisis kimia yang digunakan berdasarkan pengukuran sifat fisika suatu analit yang berubah sebab adanya interaksi materi berupa bentuk energi, contohnya seperti energi radiasi energi kimia, energi listrik dan energi panas (Riyanto, 2017).

Kelebihan alat ini adalah sangat selektif dan dapat digunakan untuk mengukur beberapa unsur. Prinsip umum pada pengukuran ini adalah mengukur intensitas energi/cahaya yang mengalami perubahan tingkat. Penentuan timbal secara Spektrofotometer Serapan Atom merupakan metode yang sering digunakan untuk menentukan kadar logam, karena metode ini memiliki keakuratan, dan limit deteksi yang cukup rendah dengan teknik preparasi yang cukup sederhana energi (Nugroho., dkk. 2007).

Prinsip dari metode Spektrofotometer Serapan Atom berfokus kepada adsorpsi yang dilakukan oleh atom terhadap sumber cahaya. Cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda diserap oleh atom-atom dengan serapan pada frekuensi tertentu yang dimiliki dari masing-masing setiap unsur yang akan dianalisis. Cahaya yang diserap oleh atom pada  $\lambda$  tertentu mempunyai tingkat energi yang cukup meningkatkan elektronik tersebut.

Adsorpsi yang dilakukan oleh atom dapat meningkatkan energi hingga meningkatkan tingkat eksitasi yang bermacam-macam tergantung unsur yang akan dianalisis. Setiap unsur memiliki spektrum atom yang bermacam-macam dan terdiri

dari garis-garis resonansi yang merupakan proses transisi dari keadaan awal menuju keadaan tereksitasi pertamanya. Selain garis resonansi, garis-garis tersebut akan berubah menjadi spektrum dengan bentuk berupa pita maupun garis yang disebabkan oleh proses atomisasi yang dilakukan oleh Spektrofotometer Serapan Atom (Haswell, 1991). Absorbansi yang dihasilkan berdasarkan pada hukum Lambert-Beer yang dimana absorbansi yang dihasilkan oleh suatu analit berbanding lurus terhadap nyala lampu dengan panjang gelombang tertentu terhadap sinar lampu yang dipancarkan, sehingga konsentrasi analit yang terukur berbanding lurus dengan absorbansi analit.



**Gambar 2.1 Skema Alat Spektrofotometer Serapan Atom (Beaty, 1993)**

Gambar 2.1 menunjukkan komponen-komponen dari Spektrofotometer Serapan Atom pada saat dilakukan suatu analisis. Setiap bagan tersebut dapat dijabarkan sebagai berikut:

1. Sumber

Sumber yang digunakan untuk analisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom sangat berlainan, yang dimana pita absorpsi umumnya cukup lebar sehingga penggunaan sumbernya dapat berkesinambungan terhadap monokromator. Atom menyerap cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda terhadap panjang gelombang distrit. Mengukur penyerapan cahaya yang teradsorpsi dengan sensitivitas maksimum digunakan sumber garis yang mampu memancarkan panjang gelombang yang spesifik dan mampu diserap oleh atom.

Sumber garis yang tergolong sempit tidak hanya memberikan sensitivitas yang tinggi, namun juga mampu mengoptimalkan penyerapan atom a untuk analisis secara

spesifik dengan sedikit gangguan spektral. Sumber garis umum yang digunakan untuk penyerapan atom yaitu lampu katoda berongga dan lampu pelepasan tanpa menggunakan listrik (Beaty, 1993).

## 2. Tanur dan Pembakar

Sistem pada pembakar maupun tanur dalam Spektrofotometer Serapan Atom menggunakan pembakaran, campuran (*premix nebulizer-burner*).

Oksidan mengalir menuju ujung yang terdapat diatas tabung kapiler, kemudian sampel ditarik dan dikumpulkan dalam suatu wadah. Setelah terkumpul kemudian dipecah menjadi tetes-tetes halus. Nilai absorbansi yang nantinya akan diperoleh dari konsentrasi suatu analit tertentu bergantung pada efektifitas dari pengabuan pada campuran dan temperatur yang bergantung pada laju alir nyalanya. Hal ini nantinya akan bergantung tingkat populasi atom yang dihasilkan yang kemudian akan dianalisis (Underwood, 2002).

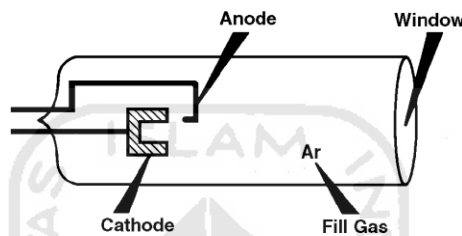
## 3. *Hollow Cathode Lamp*

*Hollow Cathode Lamp* adalah salah satu bagian dari instrumentasi Spektrofotometer Serapan Atom yang bisa dikatakan harganya cukup mahal dibandingkan dengan bagian lainnya. Biaya yang digunakan cukup mahal untuk penggunaan HCL karena tidak tersedianya lampu untuk beberapa unsur yang nantinya akan diperiksa, akan tetapi HCL mempunyai jangka waktu menyala yang cukup terbatas. HCL mempunyai tiga faktor yang membatasi jangka waktu penggunaannya, antara lain:

- a. Metal yang digunakan hilang pada katoda karena unsur tersebut dapat terpelekat keluar dan menempel pada dinding lampu yang berupa bercak noda hitam;
- b. Terdapat kebocoran pada bagian tersebut, sehingga menimbulkan udara masuk kedalam lampu yang akan menimbulkan sinar berwarna ungu akibat pelepasan listrik yang terurai ke udara;
- c. *Clean-up gas* yang sering terjadi ketika lampu yang digunakan saat keadaan normal, memiliki batas waktunya sekitar 5000 miliampere/jam. Sehingga dapat

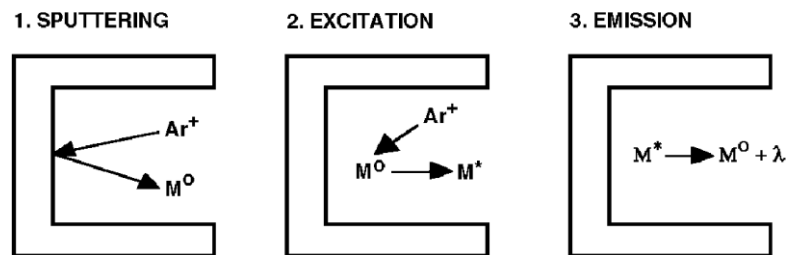
disimpulkan bahwa lampu yang digunakan selalu dipakai dengan penggunaan arus listrik sebesar 10 miliampere maka lampu tersebut akan habis waktu kerjanya selama 500 jam (Riyanto, 2017).

Lampu katoda berongga merupakan sumber garis yang sangat baik dan terang yang digunakan sebagian besar elemen analisis yang ditentukan berdasarkan penyerapan atom. Gambar Lampu Katoda Berongga ditunjukkan pada gambar 2.2 sebagai berikut:



**Gambar 2.2 Hollow Cathode Lamp (Beaty, 1993)**

Gambar 2.2 menunjukkan bagaimana lampu katoda berongga disusun. Lampu katoda yang sering digunakan adalah silinder berlubang keluar. Logam yang berasal dari spektrum kemudian diproduksi. Anoda dan katoda yang terdapat pada lampu katoda berongga disegel dalam tabung gelas yang terisi oleh neon atau argon untuk tekanan rendah. Silinder kaca yang terdapat pada ujung silinder merupakan jendela transparan untuk mengatur radiasi yang dipancarkan.



**Gambar 2.3 Proses Lampu Katoda Berongga (Beaty, 1993)**

Lampu katoda berongga memiliki masa pakai yang terbatas. Adsorpsi yang dilakukan oleh atom yang terjadi pada permukaan lampu adalah penyebab utama lampu

mengalami kegagalan dalam memberikan cahaya. Mengisi tekanan gas saat berkurang, efisiensi dari tereksitasinya atom logam semakin berkurang sehingga menyebabkan intensitas emisi lampu berkurang juga. Untuk memperpanjang cekungan umur lampu katoda berongga, beberapa produsen memproduksi lampu dengan volume internal yang lebih besar, sehingga tersedianya pasokan gas yang lebih besar untuk tersedianya tekanan optimal.

Proses sputtering dapat digunakan untuk menghilangkan beberapa atom dari sekitar katoda yang nantinya akan disimpan ditempat yang lain. Lampu untuk logam yang mudah menguap contoh seperti arsenik, selenium, dan kadmium lebih rentan terhadap cepatnya penguapan selama lampu tersebut masih digunakan. Kehilangan logam dari katoda saat arus operasi normal (biasanya 5-25 miliampere) tidak mempengaruhi kinerja dari lampu, isi dari atom gas dapat terperangkap selama proses pengendapan logam yang dapat mempengaruhi massa pakai lampu. Lampu yang dioperasikan pada arus yang sangat tinggi dapat mengalami penurunan sinar yang disebabkan oleh kurangnya kinerja lampu, hal ini disebabkan karena menipisnya elemen dari analit yang berada di katoda.

Katoda yang terdapat pada lampu katoda berongga biasanya dibuat dari logam yang sangat murni sehingga menghasilkan spektrum emisi yang murni dari katoda itu sendiri. Lampu multi elemen yang dihasilkan dapat menghasilkan kinerja yang unggul untuk elemen tunggal ataupun dikombinasikan yang digunakan sebagai sumber dari beberapa unsur yang terkandung pada katoda. Akan tetapi, tidak semua logam dapat digunakan untuk dikombinasikan dengan yang lain yang disebabkan oleh keterbatasan spektral.

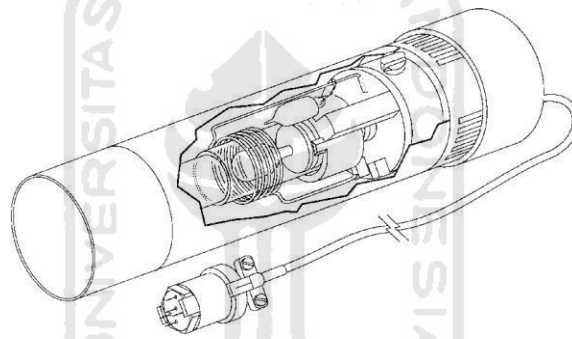
Pertimbangan yang harus diberikan sebelum menggunakan lampu multi elemen sebagai komplikasi litik yang mungkin dapat terjadi. Intensitas emisi untuk setiap elemen dalam lampu tersebut tidak sebesar yang dapat diamati untuk elemen tunggal. Intensitas yang hilang berdampak tidak baik pada aplikasi kation, dimana nilai presisi yang dihasilkan tinggi atau nilai batas deteksi rendah yang diperlukan. Meningkatnya komplektasi spektral lampu multi elemen membutuhkan gelombang alternatif atau



celah sempit yang digunakan, sehingga dapat mempengaruhi sensitivitas atau kebisingan dasar.

### 3. Lampu Pelepasan Listrik Tanpa Kabel

Sebagian besar elemen, lampu katoda berongga adalah sumber yang sangat maksimal untuk penyerapan atom. Beberapa kasus yang pernah ditemui, kualitas analisis dengan lampu tersebut perlu ditingkatkan, dan harus dipasangkan untuk lampu katoda berongga yang memiliki keterbatasan tertentu. Kasus yang utama melibatkan elemen yang mudah menguap, dimana intensitas yang rendah dan jangka umur lampu yang cukup pendek. Penyerapan unsur atom dapat ditingkatkan, dibuktikan dengan penggunaan sumber yang lebih terang dan lebih stabil untuk mengisi daya lampu.



**Gambar 2.4 Lampu Pelepasan Listrik Tanpa Kabel (Beaty, 1993)**

Gambar 2.4 menunjukkan desain lampu pelepasan tanpa listrik jenis Perkin-Elmer System 2 lampi (EDL). Sejumlah kecil logam atau garam dari elemen yang nantinya akan digunakan disimpan dalam bola kuarsa. Bola tersebut nantinya akan ditempatkan dibagian terkecil generator RF atau *driver*. Daya yang diberikan nantinya untuk menggerakkan bidang RF yang telah dibuat. Energi yang telah digabungkan nantinya akan menguap dan meningkatnya atom didalam bohlam, sehingga mereka memancarkan jenis karakteristik spektrum yang berbeda. Daya aksesoris pasokan diperlukan untuk mengoperasikan EDL (Beaty, 1993).

### 4. Monokromator

Fungsi monokromator adalah mengabsorpsi garis resonansi yang diukur terhadap garis emisi molekuler dan garis latar belakang lain berasal dari nyala. Piranti

digunakan untuk mengisolasi pita pada panjang gelombang dari semua sumber energi cahaya yang dipancarkan. Aspek yang penting yaitu unsur dispersif yang dimana berupa kisi difraksi dalam sistem celah pada monokromator (Underwood, 2002).

#### 5. Detektor

Detektor pada Spektrofotometer Serapan Atom tidak jauh beda pada spektrofotometer pada umumnya, yang dimana piranti berfungsi untuk mengubah energi radiasi dari sinar lampu menjadi energi listrik yang berhubungan pada daya radiasi yang dapat teradsorpsi dengan baik (Underwood, 2002).

### **2.4 Uji Statistika Data**

#### **2.4.1 Uji Anova 2 Arah**

Uji Analisis Anova 2 Arah yaitu varians antar kelompok atau disebut juga varians eksperimental adalah salah satu jenis varians sistematis kumpulan data hasil penelitian. Varians ini menggambarkan adanya perbedaan kelompok-kelompok hasil pengukuran, metode analisis statistik yang tergolong analisis komparatif lebih dari tiga rata-rata (Ridwan, 2008). Anova adalah suatu analisis yang merupakan teknik mengumpulkan, mengolah, menyederhanakan, menyajikan serta menganalisis data kuantitatif secara deskriptif agar dapat memberi gambaran yang teratur tentang suatu peristiwa ke dalam bentuk tabel atau grafik. Uji Analisis Anova 2 Arah merupakan pengujian hipotesis beda tiga rata-rata atau lebih dengan dua faktor yang berpengaruh dan interaksi antara kedua faktor tersebut diperhitungkan, dilakukannya Uji Anova 2 Arah yaitu untuk mengetahui apakah ada perbedaan signifikan antar perlakuan. Tujuan dan pengujian Anova 2 Arah ini adalah untuk mengetahui apakah ada pengaruh dan berbagai kriteria yang diuji terhadap hasil yang diinginkan. Konsep analisa distribusi F (Anova) didasarkan pada analisa varians dan biasanya dapat diterapkan untuk berbagai macam kasus maupun dalam analisa hubungan antara berbagai variabel yang diamati (Dajan, 1986).

#### **2.4.2 Uji Homogenitas**

Uji Homogenitas adalah pengujian mengenai sama atau tidaknya variansi-variansi dua buah distribusi atau lebih. Uji homogenitas dilakukan untuk mengetahui

apakah data dalam variabel X dan Y bersifat homogen atau tidak. Uji homogenitas dilakukan apabila kelompok data yang ada dalam bentuk distribusi normal. Adapun uji homogenitas tidak perlu dilakukan apabila dua data atau lebih mempunyai variansi yang sama besar sehingga data yang digunakan tersebut dianggap homogen.

Uji homogenitas sangatlah penting untuk penjaminan mutu produk yang berkualitas sebelum uji kontrol. Sebelum kontrol kualitas hendaknya perlakuan homogenitas supaya untuk menunjukkan bahwa bahan kontrol bersifat sama pada seluruh vial. Jika data menunjukkan ketepatan metode pengujian yang digunakan maka dapat dikatakan homogen.

Uji homogenitas dapat diketahui menggunakan metode statistik seperti uji-F, dengan formula <sup>(1,3)</sup>:

$$F_{hitung} = \frac{MSB \text{ (Mean square between)}}{MSW \text{ (mean square within)}} \quad (1)$$

Contoh sampel dinyatakan homogen apabila  $F_{hitung} < F_{tabel}$ . Apabila  $F_{hitung}$  yang diperoleh lebih besar dari  $F_{tabel}$ , maka homogenitas contoh dapat diuji dengan formula <sup>(2)</sup>:

$$S_s < 0,5 SD_{Horwitz} \quad (2)$$

$S_s$  adalah simpangan baku sampling yang diperoleh melalui persamaan berikut,

$$S_s = \sqrt{\frac{MSB - MSW}{2}} \quad \text{dan} \quad SD_{Horwitz} = KV_{Horwitz} \times \bar{x} \quad (3)$$

Keterangan :

$$KV_{Horwitz} = 2^{1-0,5 \log C}$$

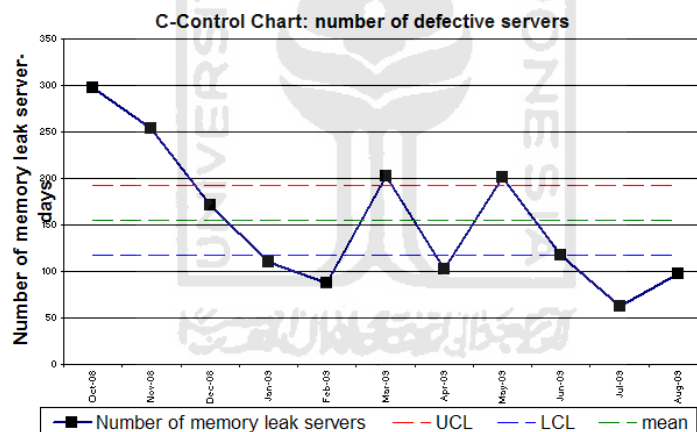
$\bar{x}$  adalah rata-rata hasil pengujian

### 2.4.3 Uji Stabilitas (*Control Chart*)

Metode bagan kontrol berawal dikembangkan berupa sistem yang bertujuan untuk menjaga kualitas produksi dalam kendali yang besar. Metode bagan kontrol berguna dalam menjaga metode analisis dalam suatu laboratorium yang setiap saat melakukan pengujian rutin pada sampel yang dilakukan secara berulang-ulang dari hari ke hari dalam jangka waktu periode yang lama (Underwood, 2002).

Bagan kendali atau yang sering disebut *control chart* merupakan bagan yang berupa data yang diinterpretasikan dalam bentuk grafik yang menampilkan rata-rata (mean), batas bawah maupun atas sebuah proses yang ingin diketahui. Bagan kendali dibuat seefektif mungkin sehingga apabila data yang baru masuk bisa langsung dibandingkan dengan data yang lama. Batas atas maupun batas bawah yang terdapat pada bagan kendali dapat diambil berdasarkan satuan suhu, massa, tekanan, dan sebagainya (Render dan Heizer, 2006).

*Control chart* adalah suatu metode dalam berupa gambar grafik yang digunakan untuk mengontrol dan memberikan solusi terhadap pengendalian kualitas suatu proses tertentu, dapat menginterpretasikan hasil dari kontrol cacat pada grafik kendali dengan batas bawah, garis tengah dan batas atas (Haming dan Nurnajamuddin, 2012).



**Gambar 2.5 Contoh *Control Chart* (Trubin, 2013)**

Bagan kendali terdiri dari dua jenis berdasarkan karakteristik datanya adalah data variabel dan data atribut. Data variabel merupakan data yang dilakukan secara berkelanjutan dan berdasarkan pengukuran secara kuantitatif, yang dimana bentuknya ada selang bilangan yang terdapat angka desimal hingga tidak terhingga. Jenis data ini lebih sensitif, akan tetapi lebih efisien dalam menghasilkan data yang lebih akurat dan tingkat kepercayaan dapat diterima. Sedangkan untuk data atribut berupa data yang diukur dengan metode pencacahan terhadap hasil analisisnya, sehingga bilangan yang

dihasilkan berupa bilangan cacah, dapat dihitung hingga tak terhingga sekalipun. Penggunaan metode data atribut lebih efisien dan sederhana dibandingkan dengan data variabel sebab dapat mengidentifikasi apakah data yang dihasilkan baik atau tidaknya dengan standar ataupun pembanding yang sudah ditetapkan.



## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu: botol sampel, pH meter, pipet ukur, pipet tetes, gelas beaker, labu ukur, tabung reaksi, rak tabung reaksi, pro pipet, corong gelas, batang pengaduk, kaca arloji, spatula, pengaduk kaca, neraca analitik, dan Spektrofotometer Serapan Atom.

#### 3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu:  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  0,1 M, akuades, asam sulfat pekat, dan asam nitrat.

#### 3.3 Prosedur Kerja

##### 3.3.1 Pembuatan Sampel Simulasi

Sebanyak 0,0192 g  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  0,1 M ditimbang dan dimasukkan kedalam labu ukur 2 L, lalu dilarutkan dengan akuades hingga tanda batas, dinding labu ukur diseka dan gojog hingga homogen, kemudian diberi label.

##### 3.3.2 Pengawetan Sampel

Berdasarkan analisis yang akan ditentukan pada pengawetan sampel yang dilakukan pada proses variasi pengawetan disajikan pada Tabel 3.1.

**Tabel 3.1 Pengawetan Sampel**

Kode	Variasi Pengawetan	pH	Suhu (°C)
Sampel A	Tidak Didinginkan	5,3	25
Sampel B	Didinginkan	5,3	4
Sampel C	Asam Sulfat	1	25
Sampel D	Asam Sulfat	2	25
Sampel E	Asam Sulfat	3	25
Sampel B	Asam Sulfat	4	25

Sampel limbah simulasi diambil menggunakan wadah yang besar, kemudian diberi 6 perlakuan variasi pengawetan, 4 perlakuan diawetkan dengan asam sulfat pekat hingga pH 1, 2, 3 dan 4 kemudian disimpan dalam botol kaca pada suhu ruang sedangkan 2 perlakuan tanpa pengawetan disimpan dalam botol kaca pada suhu ruang dan didinginkan di dalam lemari es.

### **3.3.3 Pembuatan Larutan Induk Logam Timbal 100 mg/L**

Sebanyak 0,0400 g  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  ditimbang dan dimasukkan ke dalam akuades hingga larut. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas, dinding labu ukur diseka, larutan kemudian digojog hingga homogen.

### **3.3.4 Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 mg/L**

Sebanyak 10 mL larutan induk logam timbal 100 mg/L dipipet 10 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, diencerkan dengan akuades hingga tanda batas, dinding labu ukur diseka, larutan kemudian digojog hingga homogen.

### **3.3.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi**

Larutan standar timbal 10 mg/L dipipet sebanyak 0 mL; 0,5 mL; 1,25 mL; 2,5 mL; 7,5 mL; 12,5 mL dan 17,5 mL masing-masing ke dalam labu ukur 25 mL. Kemudian dilarutkan dengan akuades sampai tanda batas, dinding labu ukur diseka, lalu larutan ditambah larutan pengencer sampai tanda tera dan dihomogenkan, sehingga diperoleh konsentrasi logam timbal 0,0 mg/L; 0,2 mg/L; 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 3,0 mg/L; 5,0 mg/L dan 7,0 mg/L. Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat, kemudian diukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 283,3 nm. Kurva kalibrasi dibuat untuk mendapatkan persamaan garis regresi.

### **3.3.6 Penentuan Konsentrasi Timbal dalam Sampel**

Sampel variasi pengawetan masing-masing dipipet sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi dengan pengulangan 7 kali dari tiap masing-masing sampel variasi pengawetan. Sampel yang telah disiapkan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 283,3 nm menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

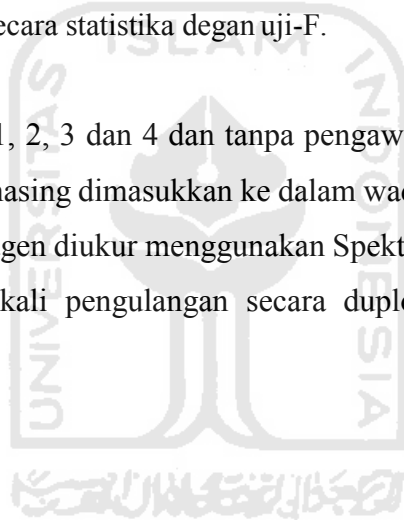
Kadar Timbal pada contoh uji dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan regresi linier yang diperoleh.

### **3.3.7 Uji Homogenitas**

Variasi sampel pH 1, 2, 3 dan 4 dan tanpa pengawetan yang didinginkan dan tidak didinginkan masing-masing dimasukkan ke dalam wadah penampung dan diukur kadarnya menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. Pemeriksaan parameter diukur secara duplo. Parameter ke-6 variasi sampel tersebut dilakukan pemeriksaan di laboratorium yang sama, oleh teknisi laboratorium yang sama, pada waktu (hari) yang sama dan menggunakan peralatan yang sama sehingga didapatkan 6 pasangan data. Data hasil pemeriksaan dihitung secara statistika dengan uji-F.

### **3.3.8 Uji Stabilitas**

Variasi sampel pH 1, 2, 3 dan 4 dan tanpa pengawetan yang didinginkan dan tidak didinginkan masing-masing dimasukkan ke dalam wadah penampung dan diukur kadarnya. Uji kestabilan reagen diukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom dengan masing-masing 7 kali pengulangan secara duplo. Data hasil pemeriksaan dihitung secara statistika.





## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Homogenitas

Penentuan homogenitas bertujuan untuk mengetahui kondisi pencampuran komposisi reagen apakah sudah homogen sebelum digunakan untuk control stabilitas. Homogenitas diuji menggunakan metode statistik uji F. Pengujian ini menghasilkan data rata-rata absorbansi seperti yang disajikan pada Tabel 4.1 yang menunjukkan bahwa pengulangan pengujian memiliki keterulangan yang baik.

**Tabel 4.1 Uji Homogenitas Variasi Pengawetan**

Sampel	Variabel	Mean Square Between	Mean Square Within	F hitung	F tabel	Kesimpulan
Tidak diatur pH dan tidak didinginkan	Konsentrasi	0.457150286	0.15486	2.9520	3.87	Homogen
Tidak diatur pH dan didinginkan	Konsentrasi	0.217010571	0.09965	2.1777	3.87	Homogen
Diatur pH 1	Konsentrasi	0.208055143	0.07095	2.9323	3.87	Homogen
Diatur pH 2	Konsentrasi	0.787145143	0.22554	3.4900	3.87	Homogen
Diatur pH 3	Konsentrasi	0.124822286	0.04303	2.9011	3.87	Homogen
Diatur pH 4	Konsentrasi	0.218350286	0.06193	3.5256	3.87	Homogen

Berdasarkan Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa nilai  $F_{hitung}$  pada variasi pengawetan yang dilihat dari absorbansinya masing-masing sebesar 2,9520 ; 2,1777 ; 2,9323 ; 3,4900 ; 2,9011 dan 3,5256, nilai  $F_{tabel}$  sebesar 3,87. Hasil yang diperoleh dapat diketahui bahwa  $F_{hitung} < F_{tabel}$  berdasarkan hasil yang diperoleh, maka dapat disimpulkan bahwa variasi pengawetan sampel dengan tidak diatur pH dan tidak didinginkan, tidak diatur pH dan didinginkan, diatur pH 1, diatur pH 2, diatur pH 3 dan diatur pH 4 dapat dikatakan homogen. Hasil data homogenitas tersebut menunjukkan

bahwa variasi pengawetan merupakan pengujian yang baik sebelum dilakukannya uji control.

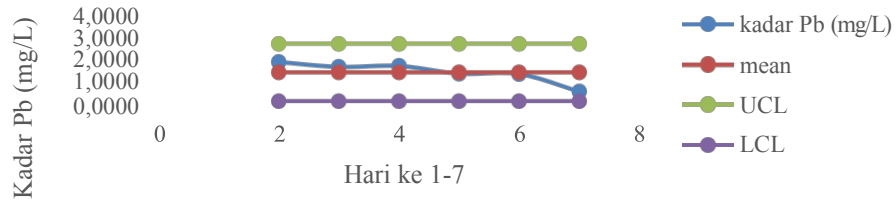
#### 4.2 Stabilitas

Stabilitas sampel untuk mengetahui kemampuan suatu sampel untuk mempertahankan bahan campur atau menambahkan suatu bahan pengawetan untuk mempertahankan kualitas kandungan dalam sampel, dengan cara menggunakan grafik kendali yang bertujuan untuk menentukan stabilitas sampel dan mengendalikan proses produksi atau pengujian yang tidak sesuai dapat diminimalisir dan dapat mencapai target pengujian dan proses yang baik dan konsisten. Penelitian ini diperoleh kadar timbal (Pb) dalam limbah simulasi yg dilakukan selama 7 hari:

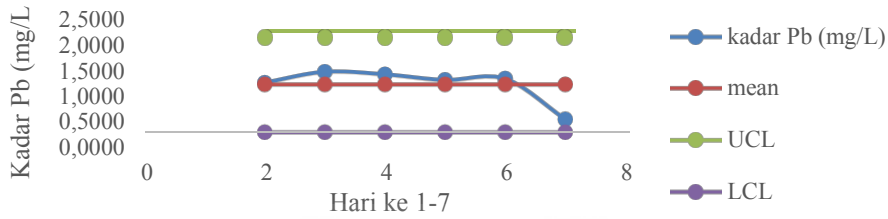
**Tabel 4.2 Data Penentuan Kadar Timbal Dalam Limbah Simulasi**

Hari ke	Tidak didinginkan (mg/L)	Didinginkan (mg/L)	pH 1 (mg/L)	pH 2 (mg/L)	pH 3 (mg/L)	pH 4 (mg/L)
2	2,1016	1,2814	3,7946	3,7566	2,4365	2,4893
3	1,8751	1,4969	3,3301	3,0304	2,9410	2,7361
4	1,9196	1,4466	3,0611	2,7898	2,6287	1,9900
5	1,5594	1,3345	2,3724	2,3464	2,1393	1,7799
6	1,5422	1,3605	2,3931	2,3111	2,2293	1,8245
7	0,7226	0,5590	2,3471	2,2247	2,0936	1,2570
<b>Rata-rata</b>	<b>1,6200</b>	<b>1,2464</b>	<b>2,8830</b>	<b>2,7431</b>	<b>2,4114</b>	<b>2,0128</b>

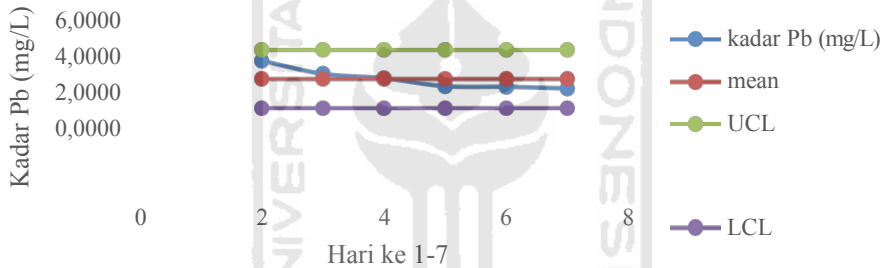
Bagan kendali yang dilakukan pada penelitian ini mengamati pengaruh stabilitas pada kadar timbal terhadap lama penyimpanan sampel air limbah. Pemantauan ini dilakukan disetiap perlakuan yang dilakukan, yaitu pada pengawetan pH 1, pH 2, pH 3, pH 4 dan tanpa pengawetan. Pembuatan bagan kendali atau *control chart* dibuat dengan pengujian sampel limbah simulasi dengan masing-masing pengawetan. Data Mean, UCL dan LCL berdasarkan hasil penentuan yang dilakukan 7 kali pengulangan selama 7 hari ditampilkan gambar grafik sebagai berikut:



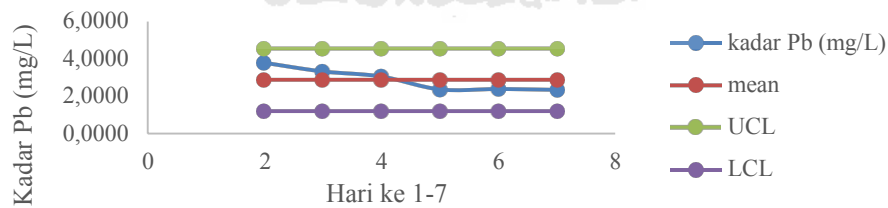
Gambar 4.1 Control Chart sampel tidak diatur pH dan tidak didinginkan



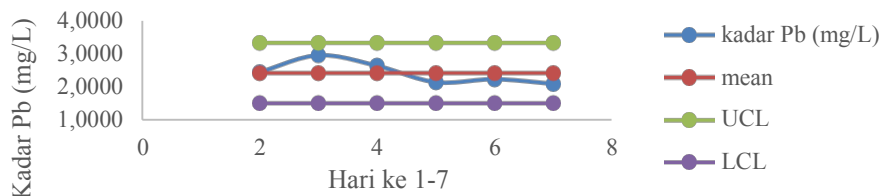
Gambar 4.2 Control Chart sampel tidak diatur pH dan didinginkan



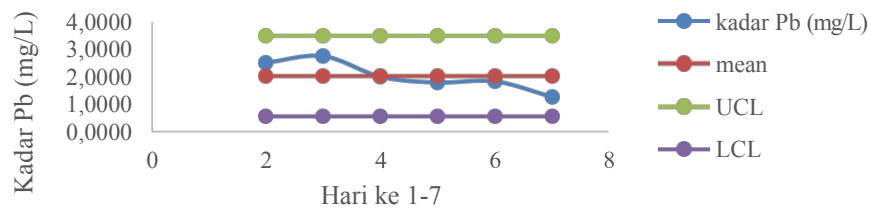
Gambar 4.3 Control Chart sampel diatur pH 1



Gambar 4.4 Control Chart sampel diatur pH 2



Gambar 4.5 Control Chart sampel diatur pH 3



Gambar 4.6 Control Chart sampel diatur pH 4

Hasil grafik kendali berdasarkan Gambar 4.1 sampel tidak diatur pH dan tidak didinginkan, Gambar 4.2 sampel tidak diatur pH dan didinginkan dan Gambar 4.6 sampel yang diatur pH 4 menunjukkan bahwa pengulangan pengukuran dikatakan stabil karena tidak melewati batas atas ataupun batas bawah namun pada hari ke 7 mengalami penurunan sedangkan hasil grafik kendali berdasarkan Gambar 4.3 sampel yang diatur pH 1, Gambar 4.4 sampel yang diatur pH 2, Gambar 4.5 sampel yang diatur pH 3 menunjukkan bahwa pengulangan pada pengujian stabilitas sampel masih memiliki keterulangan yang baik dan dapat dikatakan stabil karena tidak melewati batas atas ataupun batas bawah.

### 4.3 Uji Perbandingan

#### 4.3.1 Kurva Kalibrasi

Penentuan konsentrasi timbal dalam sampel air limbah dapat ditentukan dengan membuat kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi digunakan untuk menentukan nilai konsentrasi dalam suatu analit yang akan ditentukan dengan menggunakan standar yang telah ditetapkan dan sudah diketahui konsentrasinya. Deret standar yang digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi yaitu 0 mg/L; 0,2 mg/L; 0,5 mg/L; 1 mg/L; 3 mg/L; 5 mg/L dan 7 mg/L yang kemudian diukur absorbansinya pada Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 283,3 nm. Hasil pengukuran masing-masing standar dapat dilihat pada Tabel 4.1:

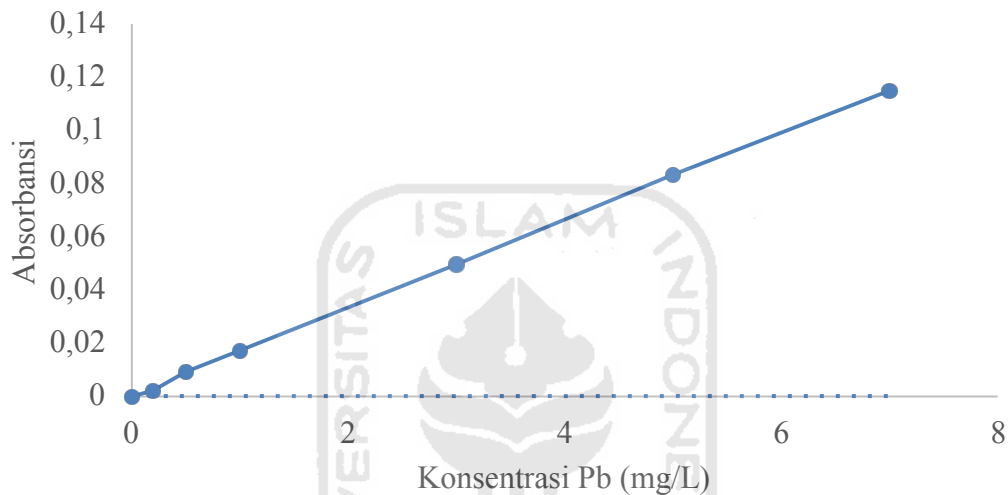
**Tabel 4.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi**

<b>Konsentrasi Standar Timbal (mg/L)</b>	<b>Absorbansi</b>
0	0,000
0,2	0,002
0,5	0,009
1	0,017
3	0,050
5	0,083
7	0,155

Hasil terbaca oleh instrumen Spektrofotometer Serapan Atom kemudian dibuat grafik kurva kalibrasi yang menghubungkan konsentrasi standar timbal sebagai sumbu x dan nilai absorbansi sebagai sumbu y.

#### 4.3.2 Linieritas

Grafik kurva kalibrasi yang dihasilkan ditampilkan pada gambar berikut:



**Gambar 4.6 Kurva Kalibrasi Standar Timbal**

Berdasarkan persamaan regresi kurva seperti pada gambar 4.1 diperoleh hasil absorbansi yang dihasilkan dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi standar timbal (x) dan nilai absorbansi (y). Hasil dari kurva kalibrasi yang diperoleh didapatkan persamaan  $y = 0,0165x + 0,0003$  dengan nilai koefisien korelasi (r) senilai 0,999 dan koefisien determinasi ( $R^2$ ) senilai 0,9997 ini sesuai dengan SNI nilai koefisiennya  $r \geq 0,995$  yang menunjukkan bahwa nilai koefisien determinasi kurva kalibrasi yang didapatkan memiliki nilai linieritas yang baik karena mendekati 1, sehingga dapat digunakan untuk penentuan konsentrasi timbal dalam sampel limbah simulasi. Penentuan linieritas ini digunakan untuk mengetahui kelayakan kurva kalibrasi untuk pengujian.

### 4.3.3 LOD dan LOQ

Parameter limit deteksi (LOD) pada suatu instrumen merupakan konsentrasi yang paling kecil yang masih bisa dideteksi atau terbaca pada suatu alat. Limit kuantitasi (LOQ) merupakan konsentrasi pada suatu analit yang paling rendah dalam sampel dengan nilai presisi dan akurasi yang masih dapat diterima dengan kondisi operasional metode (Lestari, 2018). Penentuan limit deteksi dan limit kuantitasi pada penelitian ini berdasarkan hasil pengukuran kurva kalibrasi sehingga bisa diketahui konsentrasi terkecil yang masih dapat terukur dengan alat/instrumen. Hasil dari perhitungan limit deteksi dan limit kuantitasi ditampilkan pada Tabel 4.5:

**Tabel 4.4 Penentuan LOD dan LOQ**

Konsentrasi Standar Timbal (mg/L)	Absorbansi (y)	Yi	(y-yi) <sup>2</sup>
0	0	0,0003	0,00000008
0,2	0,002	0,0036	0,00000169
0,5	0,009	0,0086	0,00000210
1	0,017	0,0168	0,00000064
3	0,050	0,0498	0,00000008
5	0,083	0,0828	0,00000025
7	0,155	0,1426	0,00015380
$\Sigma(y-yi)^2$			0,00000586
S (y/x)			0,00563220
<b>LOD</b>			0,1968
<b>LOQ</b>			0,6561

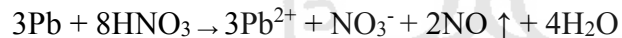
Berdasarkan Tabel 4.2. nilai limit deteksi yang diperoleh sebesar 0,1968 mg/L yang menunjukkan nilai terkecil dalam jumlah analit terkecil terdapat dalam sampel masih dapat terukur oleh spektrofotometer serapan atom. Nilai LOD yang diperoleh tersebut merupakan jumlah terkecil kandungan timbal pada sampel air limbah yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan pada alat Spektrofotometer Serapan Atom. Limit kuantitas (LOQ) yang diperoleh senilai 0,6561

mg/L yang menunjukkan nilai kuantitas pada setiap analisis yang diperoleh masih memenuhi kriteria keberterimaan dan tidak menimbulkan pengaruh yang signifikan terhadap perhitungan.

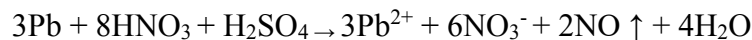
#### 4.1.4 Penentuan Logam Timbal (Pb)

Pengukuran kandungan logam timbal dengan variasi pengawetan, yaitu dilakukan dengan membuat sampel limbah simulasi. Pembuatan sampel simulasi dilakukan dengan menimbang  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  0,1 M sebanyak 0,0192 g lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 2 L kemudian ditambahkan dengan akuades hingga tanda batas. Selanjutnya sampel air limbah dibuat variasi pengawetan terlebih dahulu untuk mengetahui kandungan dalam sampel tersebut ada yang berubah atau tidak jika menggunakan pengawet. Variasi pengawetan sampel yang digunakan merupakan penelitian dengan pengawet yaitu dibuat pH 1, 2, 3 dan 4 dan 2 kelompok kontrol tanpa pengawetan, yang diletakkan pada tabung reaksi.

Pada penelitian kali ini, zat pengoksidasi yang utama adalah  $\text{HNO}_3$ , hal ini dikarenakan sifat logam timbal (Pb) yang dapat larut dalam  $\text{HNO}_3$ . Adapun reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Adapun tambahan asam lain seperti  $\text{H}_2\text{SO}_4$  adalah reaksi katalis untuk mempercepat reaksi terputusnya logam timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada di dalam sampel limbah simulasi. Jenis katalis yang digunakan adalah katalis yang mempengaruhi lingkungan sehingga katalis ini tidak ikut bereaksi. Adapun reaksi yang terjadi pada larutan sampel ketika penambahan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Reaksi untuk oksidator  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ :



Penentuan kandungan timbal pada limbah simulasi dapat diperoleh dengan menggunakan persamaan regresi linier yang dihasilkan oleh kurva kalibrasi standar (Rohman, 2007). Rumus penentuan kandungan timbal pada limbah simulasi sebagai berikut:

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

Dimana:

x = nilai konsentrasi timbal (mg/L)

y = absorbansi sampel

b = intersep

a = slope

Sehingga, penelitian ini diperoleh kadar timbal (Pb) dalam sampel limbah simulasi:

**Tabel 4.5 Penentuan Kadar Timbal Dalam Limbah Simulasi Secara SSA**

Pengulangan	Tidak didinginkan (mg/L)	Didinginkan (mg/L)	pH 1 (mg/L)	pH 2 (mg/L)	pH 3 (mg/L)	pH 4 (mg/L)
1	1,5636	1,5030	2,3515	2,2000	2,2000	2,1393
2	1,7151	1,4424	2,3818	2,0484	2,1696	2,0484
3	1,7454	1,5636	2,3515	1,8969	2,1696	2,0787
4	1,7151	1,5939	2,4727	2,0181	2,2303	2,0181
5	1,7454	1,5939	2,3818	1,9272	2,1696	2,1393
6	1,6848	1,4727	2,4424	2,1090	2,2606	2,0787
7	1,5636	1,5333	2,3212	2,0787	2,2606	2,1696
<b>Rata-rata</b>	<b>1,6761</b>	<b>1,5290</b>	<b>2,3861</b>	<b>2,0398</b>	<b>2,2086</b>	<b>2,0960</b>

Berdasarkan Tabel 4.3 menunjukkan bahwa 6 data sampel yang diperoleh sampel yang tanpa pengawetan dan didinginkan kandungan timbalnya cukup kecil sedangkan sampel yang diatur pH 1 kandungan timbal nya cukup besar, sehingga perlu adanya pengolahan limbah simulasi secara khusus dan dilakukan pengujian secara berkala.



#### 4.1.5 Uji Statistik atau Uji Anova

Berdasarkan data yang diperoleh, ditentukan pengujian ANOVA dua arah. ANOVA dua arah merupakan salah satu metode yang digunakan untuk mengetahui perbedaan rata-rata antara kelompok yang dibagi menjadi dua variabel independen yang merupakan variabel yang mempengaruhi hasil seperti pengaruh jenis pengawetan dan satu variabel dependen yang merupakan variabel yang dipengaruhi seperti kadar besi yang dianalisis. Pengujian dilakukan selama 7 hari, yang kemudian diperoleh data sebagai berikut.

**Tabel 4.6 Uji Anova Terhadap Pengaruh Pengawetan Sampel**

ANOVA						
Sumber Variasi	SS	df	MS	F	P-value	F crit
Sampel	50,3140	6	8,3857	1486,37 3	1,593 9	2,134 7
Kolom	82,4875	5	16,497 5	2924,21 3	7,521 7	2,249 8
Interaksi	18,7521	30	0,6251	110,795	1,673 9	1,504 6
<b>Variasi Dalam Kelompok</b>	1,4217	252	0,0056			

Berdasarkan Tabel 4.2 yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa F hitung diperoleh sebagai 2,1347 yang nilainya kurang dari nilai F tabel sebesar 3,87 maka nilai  $F_{hitung} < F_{tabel}$  yang dapat disimpulkan bahwa adanya interaksi jenis pengawetan terhadap lama penyimpanan selama beberapa hari dengan tingkat signifikan sebesar 95% atau 0,05.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Pengujian pengaruh variasi pengawetan sampel limbah simulasi terhadap penentuan homogenitas dapat diketahui bahwa tidak ada pengaruh dengan adanya variasi pengawetan dan menunjukkan bahwa data dalam sampel limbah simulasi tersebut dapat dikatakan homogen.
2. Pengujian pengaruh variasi pengawetan sampel limbah simulasi terhadap penentuan stabilitas pada masa penyimpanan 7 hari yang dilihat berdasarkan data kadar yang diperoleh dikatakan stabil. Namun, setelah masa penyimpanan 7 hari, variasi pengawetan sampel limbah simulasi tidak mampu mempertahankan kestabilannya.
3. Pengujian pengaruh variasi pengawetan sampel limbah simulasi terhadap hasil pengujian menunjukkan adanya perbedaan pada sampel tanpa pengawetan yang didinginkan kandungan timbal nya rendah sedangkan pada sampel pengawetan pH 1 kandungan timbal nya cukup tinggi.

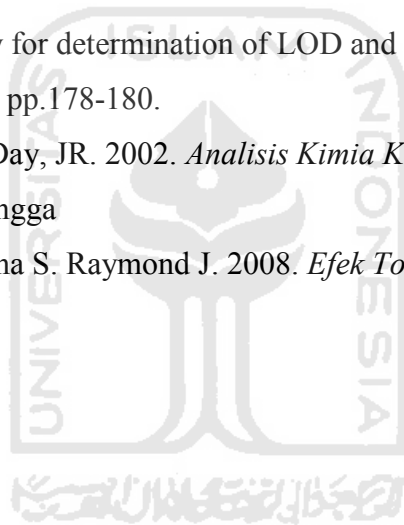
#### **5.2 Saran**

Perlu dilakukan pengembangan lebih lanjut pada pengujian variasi pengawetan sehingga dengan adanya perlakuan pengawetan terhadap sampel limbah simulasi tersebut mampu mempertahankan kestabilan lebih lama.

## DAFTAR PUSTAKA

- AOAC. 2002. *Peer Verified Methods Program, Manual on Policies and Procedures*. USA: Airlington.
- Beaty, Richard D. & Jack D. Kerber. 1993. *Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry*. USA: The Perkin-Elmer Corporation.
- BSN, SNI 06-6989.8-2004, Air dan Air Limbah – Bagian 8 : *Cara Uji Timbal (Pb) dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – Nyala*. Badan Standarisasi Nasional (BSN).
- BSN, SNI 06-6989.45. 2005. *Air dan Air Limbah – Bagian 45 : Cara Uji Kadar Timbal (Pb) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Secara Ekstraksi*. Jakarta: BSN.
- BSN, SNI 7387. 2009. *Batas Maksimum Cemar Logam Berat Dalam Pangan*. Jakarta: BSN.
- Dewi, Candra D.. 2012. Determinasi Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Makanan Kaleng Menggunakan Destruksi Basah Dan Destruksi Kering. *Jurnal ALCHEMY*. Vol. 2 hal 12-25.
- Gupta, Vipin B. & Shrivastava A.. 2011. Methods for The Determination of Limit of Detection and Limit of Quantitation of The Analytical Methods. *Chronicles of Young Scientists*. Vol. 2. Issue 1.
- Haswell, S.J. 1991. Atomic Absorption Spectrometry. *Theory Design and Application*. 120-125.
- Hefni, E. 2003. *Telaah Kualitas Air Bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Karnisius.
- Kealey, D. dan Haines, P.J. 2002. *Analytical Chemistry*. London: BIOS Scientific Publishers Ltd.
- Peraturan Menteri Negara Pendayagunaan Aparatur Negara dan Reformasi Birokrasi, (Nomor 03, 2010), Tentang Jabatan Fungsional Pranata Laboratorium Pendidikan Dan Angka Kreditnya.
- Riyanto. 2007. *Kimia Analisis Instrumental Modern*. Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia. Hal 67-80.

- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji . Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi Ed 1*. Yogyakarta: Deepublish.
- Riyanto. 2017. *Kimia Analisis Instrumental Modern*. Yogyakarta: UII Press.
- Setyawan, A., 2018. *Validasi Metode Analisis Logam pada Limbah Radioaktif Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom*. PUSPIPTEK. Vol. 15 No.
- Sunarya, Y. 2007. *Kimia Umum*. Bandung: Grafindo.
- Supriyanto, C., dan Purwanto, A., 2010. Validasi Metode Spektrometri Serapan Atom pada Analisis Logam Berat Cr, Cu, Cd, Fe, Pb, Zn dan Ni dalam Contoh Uji Air Laut. *Prosiding PPI-PDIPTN*. Yogyakarta: Pustek Akselerator dan Proses Bahan-BATAN. Hal 115-122.
- Uhrovčík, J., 2014. Strategy for determination of LOD and LOQ values—Some basic aspects. *Talanta*, 119, pp.178-180.
- Underwood , A.L. & R.A. Day, JR. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Jakarta: Penerbit Erlangga
- Widowati , Wahyu & Astiana S. Raymond J. 2008. *Efek Toksik Logam*. Yogyakarta: Penerbit Andi.



## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Uji Homogenitas dilihat dari Konsentrasi

(1) Sampel Tidak Diatur pH dan Tidak Didinginkan

Pengulangan <sup>-</sup>	Konsentrasi		a+b	(a+b)- X(a+b)	[(a+b)- X(a+b)] <sup>2</sup>
	a	b			
1	1,593	1,533	3,1260	-0,2253	0,050753653
2	1,775	1,654	3,4290	0,0777	0,006039510
3	1,775	1,715	3,4900	0,1387	0,019241653
4	1,654	1,775	3,4290	0,0777	0,006039510
5	1,715	1,775	3,4900	0,1387	0,019241653
6	1,654	1,715	3,3690	0,0177	0,000313796
7	1,593	1,533	3,1260	-0,2253	0,050753653
n=	7				
$\Sigma$ =			23,459		0,152383429
$\bar{x}$ (a + b) =			3,3365714		
MSB	0,457150286				

Pengulangan	Konsentrasi		a-b	(a-b)-X(a- b)	[(a-b)-X(a- b)] <sup>2</sup>
	a	b			
1	1,593	1,533	0,0600	0,0516	0
2	1,775	1,654	0,1210	0,1126	0,002659612
3	1,775	1,715	0,0600	0,0516	0,012672327
4	1,654	1,775	-0,1210	-0,1294	0,002659612
5	1,715	1,775	-0,0600	-0,0684	0,016751755
6	1,654	1,715	-0,0610	-0,0694	0,004682469
7	1,593	1,533	0,0600	0,0516	0,004820327
n=	7				
$\Sigma$ =			0,059		0,044246102
$\bar{x}$ (a + b) =			0,008429		
MSW	0,154861				
F hitung	2,9520				

$$F_{\text{tabel}} (p=0,05; v_1=6; v_2=7) = 3,87$$

$$F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$$

Kesimpulan Contoh homogen

Hasil dari uji homogenitas pada sampel limbah simulasi yang tidak diatur pH dan tidak didinginkan didapatkan  $F_{hitung}$  sebesar 2,9290 dan nilai  $F_{tabel}$  3,87. Kesimpulannya  $F_{hitung} < F_{tabel}$  dengan nilai  $2,9290 < 3,87$  menunjukkan bahwa sampel yang tidak diatur pH dan tidak didinginkan adalah homogen.

(2) Sampel Tidak Diatur pH dan Didinginkan

Pengulangan <sup>-</sup>	Konsentrasi		a+b	(a+b)- X(a+b)	[(a+b)- X(a+b)] <sup>2</sup>
	a	b			
1	1,533	1,472	3,0050	-0,0441	0,001948592
2	1,472	1,412	2,8840	-0,1651	0,027272163
3	1,593	1,533	3,1260	0,0769	0,005907020
4	1,533	1,654	3,1870	0,1379	0,019004592
5	1,539	1,593	3,1320	0,0829	0,006865306
6	1,472	1,472	2,9440	-0,1051	0,011055020
7	1,533	1,533	3,0660	0,0169	0,000284163
n=	7				
$\Sigma$ =			21,344		0,072336857
$\bar{x}$ (a + b) =			0,49142857		
MSB	0,217010571				

Pengulangan	Konsentrasi		a-b	(a-b)-X(a- b)	[(a-b)-X(a- b)] <sup>2</sup>
	a	B			
1	1,533	1,472	0,0610	0,0601	0
2	1,472	1,412	0,0600	0,0591	0,003617163
3	1,593	1,533	0,0600	0,0591	0,003497878
4	1,533	1,654	-0,1210	-0,1219	0,003497878
5	1,539	1,593	-0,0540	-0,0549	0,014849163
6	1,472	1,472	0,0000	-0,0009	0,003009306
7	1,533	1,533	0,0000	-0,0009	7,34694E-07
n=	7				
$\Sigma$ =			0,0060		0,028472122
$\bar{x}$ (a + b) =			0,000857		
MSW	0,099652				
F hitung	2,1777				

$$F_{\text{tabel}} (p=0,05; v_1=6; v_2=7) = 3,87$$

$$F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$$

Kesimpulan Contoh homogen

Hasil dari uji homogenitas pada sampel limbah simulasi yang tidak diatur pH dan didinginkan didapatkan  $F_{\text{hitung}}$  sebesar 2,1777 dan nilai  $F_{\text{tabel}}$  3,87. Kesimpulannya  $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$  dengan nilai  $2,1777 < 3,87$  menunjukkan bahwa sampel yang tidak diatur pH dan didinginkan adalah homogen.

(3) Sampel Diatur pH 1

Pengulangan -	Konsentrasi		a+b	(a+b)-X(a+b)	[(a+b)-X(a+b)] <sup>2</sup>
	a	b			
1	2,381	2,321	4,7020	-0,0694	0,004820327
2	2,442	2,321	4,7630	-0,0084	0,000710408
3	2,381	2,321	4,7020	-0,0694	0,004820327
4	2,442	2,503	4,9450	0,1736	0,030127041
5	2,381	2,381	4,7620	-0,0094	0,0008,8898
6	2,442	2,442	4,8840	0,1126	0,012672327
7	2,321	2,321	4,6420	-0,1294	0,016751755
n=	7				
$\Sigma =$			33,4		0,069351714
$\bar{x} (a + b) =$			4,771428571		
MSB	0,208055143				

Pengulangan	Konsentrasi		a-b	(a-b)-X(a-b)	[(a-b)-X(a-b)] <sup>2</sup>
	A	b			
1	2,381	2,321	0,0600	0,0343	0
2	2,442	2,321	0,1210	0,0953	0,001175510
3	2,381	2,321	0,0600	0,0343	0,009079367
4	2,442	2,503	-0,0610	-0,0867	0,001175510
5	2,381	2,381	0,0000	-0,0257	0,007519367
6	2,442	2,442	0,0000	-0,0257	0,000661224
7	2,321	2,321	0,0000	-0,0257	0,000661224
n=	7				
$\Sigma =$			0,18		0,020272204
$\bar{x} (a + b) =$			0,025714		
MSW	0,070953				
F hitung	2,9323				

$$F_{\text{tabel}} (p=0,05; v_1=6; v_2=7) = 3,87$$

$$F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$$

Kesimpulan Contoh homogen

Hasil dari uji homogenitas pada sampel limbah simulasi yang diatur pH 1 didapatkan  $F_{\text{hitung}}$  sebesar 2,9323 dan nilai  $F_{\text{tabel}}$  3,87. Kesimpulannya  $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$  dengan nilai  $2,9323 < 3,87$  menunjukkan bahwa sampel yang diatur pH 1 adalah homogen.

(4) Sampel Diatur pH 2

Pengulangan -	Konsentrasi		a+b	(a+b)- X(a+b)	[(a+b)- X(a+b)] <sup>2</sup>
	a	b			
1	2,260	2,139	4,3990	0,3204	0,102674469
2	2,139	1,957	4,0960	0,0174	0,000303755
3	1,836	1,957	3,7930	-0,2856	0,081551041
4	2,018	2,018	4,0360	-0,0426	0,001812327
5	1,896	1,957	3,8530	-0,2256	0,050882469
6	2,139	2,078	4,2170	0,1384	0,019162469
7	2,078	2,078	4,1560	0,0774	0,005995184
n=	7				
$\Sigma =$			28,55		0,262381714
$\bar{x} (a + b) =$			4,078571429		
MSB	0,787145143				

Pengulangan	Konsentrasi		a-b	(a-b)-X(a- b)	[(a-b)-X(a- b)] <sup>2</sup>
	a	b			
1	2,260	2,139	0,1210	0,0950	0
2	2,139	1,957	0,1820	0,1560	0,009025
3	1,836	1,957	-0,1210	-0,1470	0,024336
4	2,018	2,018	0,0000	-0,0260	0,021609
5	1,896	1,957	-0,0610	-0,0870	0,000676
6	2,139	2,078	0,0610	0,0350	0,007569
7	2,078	2,078	0,0000	-0,0260	0,001225
n=	7				
$\Sigma =$			0,182		0,06444
$\bar{x} (a + b) =$			0,026		
MSW	0,22554				
F hitung	3,4900				



$$F_{\text{tabel}} (p=0,05; v_1=6; v_2=7) = 3,87$$

$$F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$$

Kesimpulan Contoh homogen

Hasil dari uji homogenitas pada sampel limbah simulasi yang diatur pH 2 didapatkan  $F_{\text{hitung}}$  sebesar 3,4900 dan nilai  $F_{\text{tabel}}$  3,87. Kesimpulannya  $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$  dengan nilai  $3,4900 < 3,87$  menunjukkan bahwa sampel yang diatur pH 2 adalah homogen.

(5) Sampel Diatur pH 3

Pengulangan-	Konsentrasi		a+b	(a+b)- X(a+b)	[(a+b)- X(a+b)] <sup>2</sup>
	a	b			
1	2,200	2,200	4,4000	-0,0167	0,000279367
2	2,200	2,139	4,3390	-0,0777	0,006039510
3	2,200	2,139	4,3390	-0,0777	0,006039510
4	2,200	2,260	4,4600	0,0433	0,001873653
5	2,200	2,139	4,3390	-0,0777	0,006039510
6	2,260	2,260	4,5200	0,1033	0,010667939
7	2,260	2,260	4,5200	0,1033	0,010667939
n=	7				
$\Sigma =$			30,917		0,041607429
$\bar{x} (a + b) =$			4,416714286		
MSB	0,124822286				

Pengulangan	Konsentrasi		a-b	(a-b)-X(a- b)	[(a-b)-X(a- b)] <sup>2</sup>
	a	b			
1	2,200	2,200	0,0000	-0,0176	0
2	2,200	2,139	0,0610	0,0434	0,000308755
3	2,200	2,139	0,0610	0,0434	0,001886041
4	2,200	2,260	-0,0600	-0,0776	0,001886041
5	2,200	2,139	0,0610	0,0434	0,006017327
6	2,260	2,260	0,0000	-0,0176	0,001886041
7	2,260	2,260	0,0000	-0,0176	0,000308755
n=	7				
$\Sigma =$			0,123		0,012292959
$\bar{x} (a + b) =$			0,017571		
MSW	0,043025				
F hitung	2,9011				

$$F_{\text{tabel}} (p=0,05; v_1=6; v_2=7) = 3,87$$

$$F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$$

Kesimpulan Contoh homogen

Hasil dari uji homogenitas pada sampel limbah simulasi yang diatur pH 3 didapatkan  $F_{\text{hitung}}$  sebesar 2,9011 dan nilai  $F_{\text{tabel}}$  3,87. Kesimpulannya  $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$  dengan nilai  $2,9011 < 3,87$  menunjukkan bahwa sampel yang diatur pH 3 adalah homogen.

(6) Sampel Diatur pH 4

Pengulangan -	Konsentrasi		a+b	(a+b)- X(a+b)	[(a+b)- X(a+b)] <sup>2</sup>
	a	b			
1	2,139	2,139	4,2780	0,0867	0,007519367
2	2,078	2,018	4,0960	-0,0953	0,009079367
3	2,139	2,018	4,1570	-0,0343	0,001175510
4	2,078	1,957	4,0350	-0,1563	0,024425224
5	2,139	2,139	4,2780	0,0867	0,007519367
6	2,078	2,078	4,1560	-0,0353	0,001245082
7	2,200	2,139	4,3390	0,1477	0,021819510
n=	7				
$\sum =$			29,339		0,072783429
$\bar{x} (a + b) =$			4,191285714		
MSB	0,218350286				

Pengulangan	Konsentrasi		a-b	(a-b)- X(a-b)	[(a-b)-X(a- b)] <sup>2</sup>
	a	B			
1	2,139	2,139	0,0000	-0,0519	0
2	2,078	2,018	0,0600	0,0081	0,002689163
3	2,139	2,018	0,1210	0,0691	0,000663061
4	2,078	1,957	0,1210	0,0691	0,004780735
5	2,139	2,139	0,0000	-0,0519	0,004780735
6	2,078	2,078	0,0000	-0,0519	0,002689163
7	2,200	2,139	0,0610	0,0091	0,002689163
n=	7				
$\sum =$			0,363		0,017695265
$\bar{x} (a + b) =$			0,051857		
MSW	0,061933				
F hitung	3,5256				

$$F_{\text{tabel}} (p=0,05; v_1=6; v_2=7) = 3,87$$

$$F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$$

Kesimpulan Contoh homogen

Hasil dari uji homogenitas pada sampel limbah simulasi yang diatur pH 4 didapatkan  $F_{\text{hitung}}$  sebesar 3,5256 dan nilai  $F_{\text{tabel}}$  3,87. Kesimpulannya  $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$  dengan nilai  $3,5256 < 3,87$  menunjukkan bahwa sampel yang diatur pH 4 homogen.



**Lampiran 2. Hasil Penentuan Pengujian Hari Ke 1**

<b>Pengulangan</b>	<b>Tidak Didinginkan (mg/L)</b>	<b>Didinginkan (mg/L)</b>	<b>pH 1 (mg/L)</b>	<b>pH 2 (mg/L)</b>	<b>pH 3 (mg/L)</b>	<b>pH 4 (mg/L)</b>
1	1,301	1,258	1,852	1,767	1,725	1,682
	1,258	1,216	1,809	1,682	1,725	1,682
2	1,428	1,216	1,894	1,682	1,725	1,640
	1,343	1,216	1,809	1,555	1,682	1,597
3	1,428	1,301	1,852	1,470	1,725	1,682
	1,386	1,258	1,809	1,555	1,682	1,597
4	1,343	1,258	1,894	1,597	1,725	1,640
	1,428	1,343	1,936	1,597	1,767	1,555
5	1,386	1,301	1,852	1,513	1,725	1,682
	1,428	1,301	1,852	1,555	1,682	1,682
6	1,343	1,216	1,894	1,682	1,767	1,640
	1,386	1,216	1,894	1,640	1,767	1,640
7	1,301	1,258	1,809	1,640	1,767	1,725
	1,258	1,258	1,809	1,640	1,767	1,682
<b>Rata-rata</b>	<b>1,258</b>	<b>1,258</b>	<b>1,855</b>	<b>1,613</b>	<b>1,731</b>	<b>1,652</b>

**Lampiran 3. Uji Anova Terhadap Pengaruh Pengawetan Sampel**

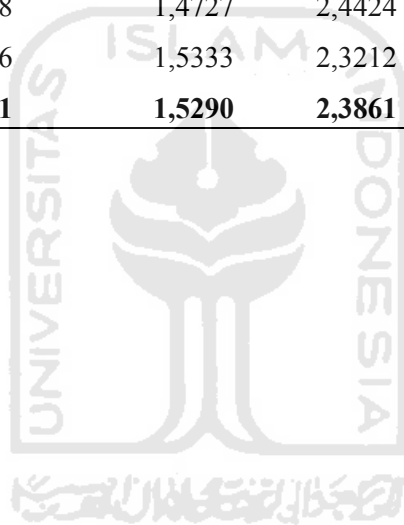
<b>SUMMARY</b>	<b>Tidak Didinginkan (mg/L)</b>	<b>Didinginkan (mg/L)</b>	<b>pH 1 (mg/L)</b>	<b>pH 2 (mg/L)</b>	<b>pH 3 (mg/L)</b>	<b>pH 4 (mg/L)</b>	<b>Total</b>
<b>1</b>							
<b>Count</b>	7	7	7	7	7	7	42
<b>Sum</b>	9,51	8,809	12,984	11,289	12,114	11,563	66,269
<b>Average</b>	1,3586	1,2584	1,8549	1,6127	1,7306	1,6519	1,5778
<b>Variance</b>	0,0031	0,0014	0,0014	0,0054	0,0009	0,0015	0,0458
<b>2</b>							
<b>Count</b>	7	7	7	7	7	7	42
<b>Sum</b>	14,71	8,97	26,562	26,161	17,055	17,425	110,883
<b>Average</b>	2,1014	1,2814	3,7946	3,7373	2,4364	2,4893	2,6401
<b>Variance</b>	0,0126	0,0066	0,0303	0,0072	0,0147	0,0062	0,8201
<b>3</b>							
<b>Count</b>	7	7	7	7	7	7	42
<b>Sum</b>	13,125	10,478	23,31	21,212	20,588	19,153	107,866
<b>Average</b>	1,8750	1,4969	3,3300	3,0303	2,9411	2,7361	2,5682
<b>Variance</b>	0,0131	0,0080	0,0071	0,0044	0,0027	0,0049	0,4480
<b>4</b>							
<b>Count</b>	7	7	7	7	7	7	42
<b>Sum</b>	13,438	10,127	21,429	19,528	18,401	13,93	96,853
<b>Average</b>	1,9197	1,4467	3,0613	2,7897	2,6287	1,9900	2,3060
<b>Variance</b>	0,0094	0,0057	0,0085	0,0041	0,0060	0,0023	0,3290
<b>5</b>							
<b>Count</b>	7	7	7	7	7	7	42
<b>Sum</b>	10,915	9,342	16,908	16,425	14,975	12,46	81,025
<b>Average</b>	1,5593	1,3346	2,4154	2,3464	2,1393	1,7800	1,9292
<b>Variance</b>	0,0032	0,0009	0,0022	0,0025	0,0049	0,0026	0,1675
<b>6</b>							
<b>Count</b>	7	7	7	7	7	7	42
<b>Sum</b>	10,796	9,523	16,751	15,604	15,605	12,771	81,05
<b>Average</b>	1,5423	1,3604	2,3930	2,2291	2,2293	1,8244	1,9298

<b>Variance</b>	0,0026	0,0063	0,0038	0,0013	0,0176	0,0097	0,1562
	7						
<b>Count</b>	7	7	7	7	7	7	42
<b>Sum</b>	5,058	3,913	16,429	15,572	14,656	8,8	64,428
<b>Average</b>	0,7226	0,5590	2,3470	2,2246	2,0937	1,2571	1,5340
<b>Variance</b>	0,0024	0,0016	0,0023	0,0018	0,0007	0,0035	0,5374



**Lampiran 4. Penentuan *Control Chart* Rata-rata Setiap Sampel Hari Ke 1**

<b>Pengulangan</b>	<b>Tidak didinginkan (mg/L)</b>	<b>Didinginkan (mg/L)</b>	<b>pH 1 (mg/L)</b>	<b>pH 2 (mg/L)</b>	<b>pH 3 (mg/L)</b>	<b>pH 4 (mg/L)</b>
1	1,5636	1,5030	2,3515	2,2000	2,2000	2,1393
2	1,7151	1,4424	2,3818	2,0484	2,1696	2,0484
3	1,7454	1,5636	2,3515	1,8969	2,1696	2,0787
4	1,7151	1,5939	2,4727	2,0181	2,2303	2,0181
5	1,7454	1,5939	2,3818	1,9272	2,1696	2,1393
6	1,6848	1,4727	2,4424	2,1090	2,2606	2,0787
7	1,5636	1,5333	2,3212	2,0787	2,2606	2,1696
<b>Rata-rata</b>	<b>1,6761</b>	<b>1,5290</b>	<b>2,3861</b>	<b>2,0398</b>	<b>2,2086</b>	<b>2,0960</b>



(1) Sampel Tidak Diatur pH dan Tidak Didinginkan

---

Pengulangan	Kadar Pb (mg/L)	UCL	LCL	Rata-rata
1	1,5636	1,9015	1,4983	1,7000
2	1,7151	1,9015	1,4983	1,7000
3	1,7757	1,9015	1,4983	1,7000
4	1,7151	1,9015	1,4983	1,7000
5	1,7454	1,9015	1,4983	1,7000
6	1,6848	1,9015	1,4983	1,7000
7	1,5636	1,9015	1,4983	1,7000
<b>Rata-rata</b>	<b>1,7000</b>			
<b>SD</b>	<b>0,0671</b>			
<b>UCL</b>	<b>1,9015</b>			
<b>LCL</b>	<b>1,4983</b>			

---

(2) Sampel Tidak Diatur pH dan Didinginkan

---

Hari ke	Kadar Pb (mg/L)	UCL	LCL	Rata-rata
1	1,5030	1,7055	1,3509	1,5283
2	1,4424	1,7055	1,3509	1,5283
3	1,5636	1,7055	1,3509	1,5283
4	1,5939	1,7055	1,3509	1,5283
5	1,5939	1,7055	1,3509	1,5283
6	1,4727	1,7055	1,3509	1,5283
7	1,5333	1,7055	1,3509	1,5283
<b>Rata-rata</b>	<b>1,5283</b>			
<b>SD</b>	<b>0,0591</b>			
<b>UCL</b>	<b>1,7055</b>			
<b>LCL</b>	<b>1,3509</b>			

---



(3) Sampel Diatur pH 1

---

Hari ke	Kadar Pb (mg/L)	UCL	LCL	Rata-rata
1	2,3515	2,5333	2,2606	2,3970
2	2,3818	2,5333	2,2606	2,3970
3	2,3515	2,5333	2,2606	2,3970
4	2,4727	2,5333	2,2606	2,3970
5	2,3818	2,5333	2,2606	2,3970
6	2,4424	2,5333	2,2606	2,3970
7	2,3212	2,5333	2,2606	2,3970
<b>Rata-rata</b>	<b>2,3970</b>			
<b>SD</b>	<b>0,0454</b>			
<b>UCL</b>	<b>2,5333</b>			
<b>LCL</b>	<b>2,2606</b>			

---

(4) Sampel Diatur pH 2

---

Hari ke	Kadar Pb (mg/L)	UCL	LCL	Rata-rata
1	2,2000	2,34267	1,7238	2,0333
2	2,0484	2,34267	1,7238	2,0333
3	1,8969	2,34267	1,7238	2,0333
4	2,0181	2,34267	1,7238	2,0333
5	1,9272	2,34267	1,7238	2,0333
6	2,1090	2,34267	1,7238	2,0333
7	2,0787	2,34267	1,7238	2,0333
<b>Rata-rata</b>	<b>2,0333</b>			
<b>SD</b>	<b>2,3426</b>			
<b>UCL</b>	<b>2,3426</b>			
<b>LCL</b>	<b>1,7238</b>			

---

(5) Sampel Diatur pH 3

Hari ke	Kadar Pb (mg/L)	UCL	LCL	Rata-rata
1	2,2000	2,3050	2,0949	2,2000
2	2,1697	2,3050	2,0949	2,2000
3	2,1697	2,3050	2,0949	2,2000
4	2,2303	2,3050	2,0949	2,2000
5	2,1697	2,3050	2,0949	2,2000
6	2,2606	2,3050	2,0949	2,2000
7	2,2606	2,3050	2,0949	2,2000
<b>Rata-rata</b>	<b>2,2000</b>			
<b>SD</b>	<b>0,0350</b>			
<b>UCL</b>	<b>2,3050</b>			
<b>LCL</b>	<b>2,0949</b>			

(6) Sampel Diatur pH 4

Hari ke	Kadar Pb (mg/L)	UCL	LCL	Rata-rata
1	2,1393	2,2166	1,9508	2,0838
2	2,0484	2,2166	1,9508	2,0838
3	2,0787	2,2166	1,9508	2,0838
4	2,0181	2,2166	1,9508	2,0838
5	2,1393	2,2166	1,9508	2,0838
6	2,0787	2,2166	1,9508	2,0838
7	2,1697	2,2166	1,9508	2,0838
<b>Rata-rata</b>	<b>2,0838</b>			
<b>SD</b>	<b>0,0443</b>			
<b>UCL</b>	<b>2,2166</b>			
<b>LCL</b>	<b>1,9508</b>			

## Lampiran 5. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Timbal

1. Pembuatan Sampel Limbah Simulasi

Dibuat 2 ppm (mg/L) sebanyak 2000 mL / 2 L

$$2 \text{ mg/L} = \frac{m}{2 \text{ L}}$$

$$4 \text{ mg} = m$$

$$\text{Mmol Pb}^{2+} = \text{mmol Pb(NO}_3)_2$$

$$\frac{m \text{ Pb}^{2+}}{\text{Ar Pb}} = \frac{m \text{ Pb(NO}_3)_2}{\text{Mr Pb(NO}_3)_2}$$

$$\frac{4 \text{ mg}}{207 \text{ mg/mmol}} = \frac{m \text{ Pb(NO}_3)_2}{331,2 \text{ mg/mmol}}$$

$$m \text{ Pb(NO}_3)_2 = \frac{4 \text{ mg} \times 331,2 \text{ mg/mmol}}{207 \text{ mg/mmol}}$$

$$= 6,4 \text{ mg}$$

$$m \text{ Pb(NO}_3)_2 = 0,0064 \text{ g}$$

2. Pembuatan Larutan Induk Timbal 100 mg/L

$$m = C \times V$$

$$= 100 \text{ mg/L} \times 0,25 \text{ L}$$

$$= 25 \text{ mg}$$

$$= 0,025 \text{ g}$$

3. Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 mg/L

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 100 \text{ mg/L} = 500 \text{ mL} \cdot 10 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{500 \text{ mL} \cdot 10 \text{ mg/L}}{100 \text{ mg/L}}$$

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

4. Pembuatan Larutan Induk Logam Timbal 100 mg/L

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

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

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

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

5. Pembuatan Larutan Kerja Logam Timbal

- Konsentrasi 0 mg/L

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ mg/L} = 25 \text{ mL} \cdot 0 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 0 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 0,2 mg/L

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ mg/L} = 25 \text{ mL} \cdot 0,2 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 0,2 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 0,5 mg/L

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ mg/L} = 25 \text{ mL} \cdot 0,5 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 0,5 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 1,25 \text{ mL}$$

- Konsentrasi 1 mg/L

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ mg/L} = 25 \text{ mL} \cdot 1 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 1 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 3 mg/L

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ mg/L} = 25 \text{ mL} \cdot 3 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 3 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 7,5 \text{ mL}$$

- Konsentrasi 5 mg/L

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ mg/L} = 25 \text{ mL} \cdot 5 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 5 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 12,5 \text{ mL}$$

- Konsentrasi 7 mg/L

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ mg/L} = 25 \text{ mL} \cdot 7 \text{ mg/L}$$

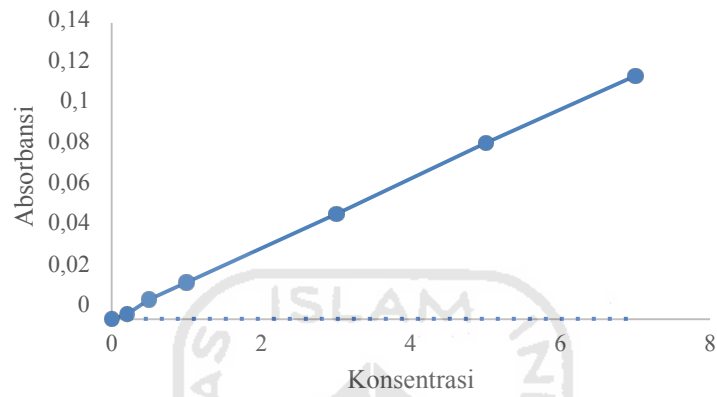
$$V_1 = \frac{25 \text{ mL} \cdot 7 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 17,5 \text{ mL}$$

6. Tabel Absorbansi Larutan Kerja Logam Timbal

Konsentrasi Standar Logam Timbal (mg/L)	Absorbansi
0	0
0,2	0,002
0,5	0,009
1	0,017
3	0,050
5	0,083
7	0,155

## 7. Kurva Kalibrasi Larutan Kerja Logam Timbal



Persamaan Regresi Linier:  $y = 0,0165x + 0,0003$

$$R^2 = 0,9997$$

$$r = 0,999$$

## Lampiran 6. Penentuan LOD dan LOQ

### 1. Tabel Perhitungan LOD dan LOQ

Konsentrasi Standar Timbal (mg/L)	Absorbansi (y)	yi	(y-yi) <sup>2</sup>
0	0,000	0,0003	0,00000008
0,2	0,002	0,0036	0,00000169
0,5	0,009	0,0086	0,00000210
1	0,017	0,0168	0,00000064
3	0,050	0,0498	0,00000008
5	0,083	0,0828	0,00000025
7	0,155	0,1426	0,00015380
$\Sigma(y-yi)^2$			0,00000586

### 2. Standar Deviasi

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

$$S (y/x) = \sqrt{\frac{0,00000586}{7-2}}$$

$$S (y/x) = 0,00108259$$

### 4. LOD

$$LOD = \frac{3 \times S (y/x)}{\text{slope}}$$

$$LOD = \frac{3 \times 0,00108259}{0,0165}$$

$$LOD = 0,1968 \text{ mg/L}$$

### 5. LOQ

$$LOQ = \frac{10 \times S (y/x)}{\text{slope}}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,00108259}{0,0165}$$

$$\text{LOQ} = 0,6561 \text{ mg/L}$$

