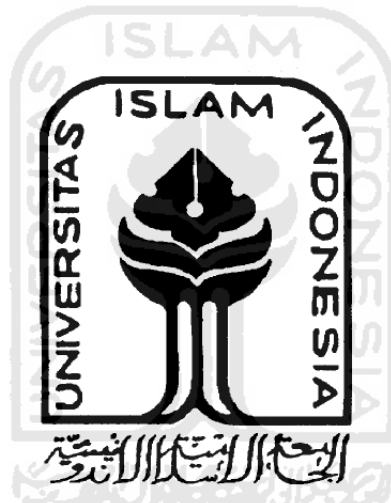


**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE UJI LOGAM KOBAL, KADMIUM,  
BESI, MANGAN, DAN ARSEN PADA CONTOH AIR SUNGAI  
DI LABORATORIUM LINGKUNGAN PT. SUCOFINDO  
(PERSERO) CABANG SURABAYA**

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



**Disusun oleh:**

**Frista Arini Lavenda**

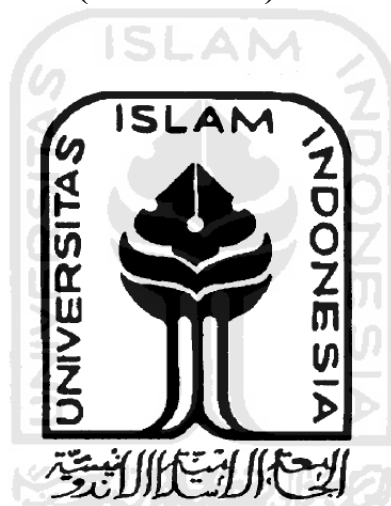
**NIM: 17231060**

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

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE UJI LOGAM KOBAL, KADMIUM,  
BESI, MANGAN, DAN ARSEN PADA CONTOH AIR SUNGAI  
DI LABORATORIUM LINGKUNGAN PT. SUCOFINDO  
(PERSERO) CABANG SURABAYA**

**VERIFICATION METHODS OF COBALT, CADMIUM, IRON,  
MANGANESE AND ARSEN TEST METHODS IN SAMPLE OF  
RIVER WATER IN THE ENVIRONMENTAL LABORATORY  
OF PT. SUCOFINDO (PERSERO) SURABAYA BRANCH**



**Disusun oleh:**

**Frista Arini Lavenda**

**NIM: 17231060**

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

**2020**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE UJI LOGAM KOBAL, KADMIUM,  
BESI, MANGAN, DAN ARSEN PADA CONTOH AIR SUNGAI  
DI LABORATORIUM LINGKUNGAN PT. SUCOFINDO  
(PERSERO) CABANG SURABAYA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Frista Arini Lavenda**

**NIM: 17231060**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Program Studi D III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

pada tanggal

الجمعة الاربعة عشر  
من شهر ربيع الثاني  
سنة 1441  
Menyetujui,

**Ketua Program Studi**

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

**NIK.132311102**

**Pembimbing**

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

**NIK.052316004**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE UJI LOGAM KOBAL, KADMIUM,  
BESI, MANGAN, DAN ARSEN PADA CONTOH AIR SUNGAI  
DI LABORATORIUM LINGKUNGAN PT. SUCOFINDO  
(PERSERO) CABANG SURABAYA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Frista Arini Lavenda**

**NIM: 17231060**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 28 Juli 2020

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/ penguji**

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

**NIK.052316004**

**Penguji 1**

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

**NIK.182310101**

**Penguji 2**

**Febi Indah Fajarwati, S.Si., M.Sc**

**NIK.156121311**

**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas MIPA UII**



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

**NIK. 006120101**

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini yang berjudul Verifikasi Metode Uji Logam Kobal, Kadmium, Besi, Mangan, Dan Arsen Pada Contoh Air Sungai Di Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 22 Juni 2020

Penyusun



*Frista Arini Lavenda*  
Frista Arini Lavenda



## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, shalawat dan salam senantiasa tercurah kepada junjungan Nabi Muhammad SAW dan para sahabat yang senantiasa istiqomah menjalankan agama-Nya. Berkat rahmat dan pertolongan Allah SWT penyusun dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul Verifikasi Metode Uji Logam Kobal, Kadmium, Besi, Mangan, dan Arsen pada Contoh Air Sungai di Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya.

Tugas Akhir ini menguraikan tentang verifikasi metode uji logam kobal, kadmium, besi, mangan, dan arsen pada contoh air sungai dengan tujuan mengetahui konsentrasi logam kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen sehingga dapat dibandingkan dengan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001. Penelitian ini mengetahui tentang verifikasi metode uji logam yang digunakan untuk membuktikan laboratorium memiliki data kinerja karena memiliki kondisi, kompetensi personil dan peralatan yang berbeda sehingga dapat memastikan metode yang digunakan memberikan hasil yang valid. Laporan ini juga memberikan informasi tentang pengujian dari beberapa parameter kualitas air sungai dan mengenai verifikasi metode analisis di Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya.

Tugas Akhir ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh derajat Ahli Madya (A.Md.Si) D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta. Selama proses penyusunan laporan ini penyusun telah mendapatkan bantuan dan bimbingan serta pengarahan dari berbagai pihak, untuk itu pada kesempatan ini penyusun mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd.,M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi D III Analisis Kimia.

3. Ibu Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan.
4. Bapak Khoiril Anam selaku Kepala Bidang Pengujian dan Konsultasi Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya.
5. Seluruh Dosen Program Studi D III Analisis Kimia yang telah membimbing dan memberikan ilmu yang bermanfaat kepada penulis selama proses perkuliahan.
6. Bapak Yudistya Indra Wardhana selaku Pembimbing Lapangan dan Konsultasi yang telah memberikan banyak pengetahuan selama proses Praktik Kerja Lapangan di Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya.

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih sangat jauh dari katasempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan arahan, bimbingan, kritik dan saran yang membangun demi terciptanya laporan yang lebih baik untuk kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penyusun sendiri maupun semua pihak yang terkait.

*Wassalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Yogyakarta, 22 Juni 2020

Penyusun

## DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN .....	iii
PERNYATAAN .....	v
KATA PENGANTAR .....	vi
DAFTAR ISI .....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	x
DAFTAR TABEL .....	xi
DAFTAR LAMPIRAN .....	xii
INTISARI .....	xiii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan .....	4
1.4 Manfaat .....	5
<b>BAB II DASAR TEORI</b>	
2.1 Profil Laboratorium PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya .....	7
2.2 Air dan Jenisnya .....	8
2.3 Air Sungai .....	8
2.4 Pencemaran Air Sungai .....	9
2.5 Cemaran Logam dalam Air Sungai .....	9
2.6 Toksisitas Logam .....	10
2.7 Pengambilan Sampel .....	12
2.8 Proses Destruksi .....	13
2.9 Spektrofotometer .....	14
2.9.1 <i>Inductively coupled plasma-optical emission spektrofotometer</i> (ICP-OES) .....	14
2.9.2 <i>Atomic absorption spektrophotometer</i> (AAS) .....	17
2.10 Verifikasi metode .....	21
2.10.1 Linieritas .....	21
2.10.2 Akurasi .....	22
2.10.3 Presisi .....	23
2.10.4 <i>Method detection limit</i> (MDL) .....	24
2.10.5 <i>Instrumen detection limit</i> (IDL) .....	26
<b>BAB III METODOLOGI</b>	
3.1 Bahan .....	27
3.2 Alat .....	27
3.3 Cara Kerja .....	27
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Persiapan dan Destruksi Sampel Pengujian Logam .....	30
4.2 Penentuan Linieritas Logam Kobal, Kadmium, Besi, Mangan dan Arsen .....	32
4.3 <i>Limit of detection</i> dan <i>limit of quantitation</i> .....	38
4.4 Penentuan Presisi .....	39
4.5 Penentuan Akurasi .....	44
4.6 Penentuan Konsentrasi Logam Kobal, Kadmium, Besi, Mangan dan Arsen .....	49



4.7 Penentuan <i>Instrument Detection Limit</i> (IDL) .....	50
4.8 Penentuan <i>Method Detection Limit</i> (MDL) .....	52
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan .....	65
5.2 Saran .....	66
DAFTAR PUSTAKA	
LAMPIRAN	



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.9.2 Skema Peralatan ICP-OES .....	17
Gambar 2.9.2 Prinsip Kerja <i>Atomic Absorption Spektrophotometer</i> (AAS) .....	17
Gambar 4.2.1 Kurva Kalibrasi Logam Kobal .....	33
Gambar 4.2.2 Kurva Kalibrasi Logam Kadmium .....	34
Gambar 4.2.3 Kurva Kalibrasi Logam Besi .....	35
Gambar 4.2.4 Kurva Kalibrasi Logam Mangan .....	36
Gambar 4.2.5 Kurva Kalibrasi Logam Arsen .....	37



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.8 Pemakaian Asam Lain Bersama Dengan Asam Nitrat .....	14
Tabel 4.2.1 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Kobal.....	32
Tabel 4.2.2 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Kadmium .....	34
Tabel 4.2.3 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Besi .....	35
Tabel 4.2.4 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Mangan .....	36
Tabel 4.2.5 Absorbansi Larutan Standar Deret Logam Arsen .....	37
Tabel 4.2.6 Persamaan Garis dan Nilai Koefisien Korelasi Logam .....	38
Tabel 4.3 <i>Limit of Detection</i> dan <i>Limit of Quantitation</i> .....	39
Tabel 4.4.1 Nilai Presisi Logam Kobal.....	40
Tabel 4.4.2 Nilai Presisi Logam Kadmium.....	41
Tabel 4.4.3 Nilai Presisi Logam Besi .....	42
Tabel 4.4.4 Nilai Presisi Logam Mangan.....	42
Tabel 4.4.5 Nilai Presisi Logam Arsen .....	43
Tabel 4.5.1 Nilai % <i>Recovery</i> Logam Kobal .....	45
Tabel 4.5.2 Nilai % <i>Recovery</i> Logam Kadmium .....	46
Tabel 4.5.3 Nilai % <i>Recovery</i> Logam Besi .....	47
Tabel 4.5.4 Nilai % <i>Recovery</i> Logam Mangan .....	48
Tabel 4.5.5 Nilai % <i>Recovery</i> Logam Arsen.....	49
Tabel 4.6 Penentuan Konsentrasi Logam Kobal, Kadmium, Besi, Mangan dan Arsen .....	49
Tabel 4.8.1 <i>Method Detection Limit</i> (MDL) Logam Kobal .....	52
Tabel 4.8.2 <i>Method Detection Limit</i> (MDL) Logam Kadmium.....	54
Tabel 4.8.3 <i>Method Detection Limit</i> (MDL) Logam Besi .....	57
Tabel 4.8.4 <i>Method Detection Limit</i> (MDL) Logam Mangan .....	59
Tabel 4.8.5 <i>Method Detection Limit</i> (MDL) Logam Arsen.....	62

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.Perhitungan Pengenceran Larutan Standar ICP .....	69
Lampiran 2.Perhitungan Pengenceran Larutan Standar AAS .....	71
Lampiran 3.Verifikasi Logam Kobal .....	73
Lampiran4.Verifikasi Logam Kadmium.....	80
Lampiran 5.Verifikasi Logam Besi .....	86
Lampiran 6.Verifikasi Logam Mangan.....	91
Lampiran 7.Verifikasi Logam Arsen .....	94
Lampiran 8.Baku Mutu Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 .....	97



# VERIFIKASI METODE UJI LOGAM KOBAL, KADMIUM, BESI, MANGAN, DAN ARSEN PADA CONTOH AIR SUNGAI DI LABORATORIUM LINGKUNGAN PT. SUCOFINDO (PERSERO) CABANG SURABAYA

Frista Arini Lavenda  
17231060

Program Studi D III Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta  
Email: [17231060@students.uii.ac.id](mailto:17231060@students.uii.ac.id)

## INTISARI

Verifikasi metode uji sampel air sungai Pembangunan Pembangkit Listrik Tenaga Gas dan Uap (PLTGU) di wilayah Kalimantan dengan metode *standard methods for the examination of water and wastewater ed, 23 rd, APHA 2017*. Tujuannya untuk menentukan analisis kuantitatif logam kobal (Co), kadmium (Cd), besi (Fe), mangan (Mn) dan arsen (As) pada air sungai. Sampel didestruksidengan destruksi basah kemudian dianalisis. Hasil pengujian menunjukkan konsentrasi sampel air sungai AP 2 dan AP 1 dalam satu aliran berturut-turut yaitu logam kobal 0 mg/L; kadmium 0 mg/L; besi 0,12 mg/L; mangan 0 mg/L dan 0,03 mg/L; serta arsen 0 mg/L yang telah dibandingkan baku mutu Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 memenuhi ambang baku. Nilai linieritas sebesar  $r = 0,9999$ ; nilai *high check* (HC) logam kobal sebesar 0,333; logam kadmium sebesar 0,333; logam besi sebesar 0,333; logam mangan sebesar 0,334 dan logam arsen sebesar 0,333. Nilai *low check* sebesar 0,003; sinyal/ *noise* logam kobal sebesar 9,7013 mg/L dan 8,0583 mg/L; logam kadmium sebesar 9,7013 mg/L; logam besi sebesar 9,3778 mg/L; logam mangan sebesar 9,6274 mg/L dan 9,9945 mg/L dan logam arsen sebesar 8,3452 mg/L dan 6,2364 mg/L. Nilai % *recovery* logam kobal sebesar 101,60 % dan 91,10 %; logam kadmium sebesar 101,60 %; logam besi sebesar 97,7 %; logam mangan sebesar 102,9 % dan 101,7 % dan logam arsen 92,9 % dan 94,3 %. Nilai % RSD sebesar 10,31 % dan 11,55 % serta  $C_{V\text{Horwitz}}$  sebesar 32,00. Berdasarkan hasil yang diperoleh, maka dapat dinyatakan, bahwa metode ini layak digunakan untuk analisis secara rutin karena memiliki linearitas, presisi dan akurasi yang baik.

Kata kunci: *atomic absorption spectrophotometer* (AAS), *inductively coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES), logam, verifikasi metode, air sungai

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Pembangkit listrik tenaga gas dan uap (PLTGU) yaitu gabungan antara dua siklus yaitu siklus gas dan siklus uap. Panas dari gas buang yang dihasilkan sangat tinggi sehingga digunakan untuk sumber panas. Pembangkit ini disebut juga pembangkit jenis *combine cycle*. Pembangkit Listrik Tenaga Gas dan Uap (PLTGU) memanfaatkan energi dari Pembangkit Listrik Tenaga Gas (PLTG) digunakan untuk menghasilkan uap dan digunakan sebagai fluida kerja Pembangkit Listrik Tenaga Uap (PLTU) (Kurniawan dan MulfiHazwi, 2014).

Salah satu pembangunan yang dilakukan yaitu pembangunan PLTGU di wilayah Kalimantan Timur. Pembangunan ini memiliki potensi dampak lingkungan. Besarnya potensi dampak yang disebabkan oleh aktifitas pembangunan diperlukan upaya-upaya pengelolaan yang terencana dan terukur. Pengelolaan dampak diperlukan survei *environmental baseline assesment* (EBA) untuk mengetahui karakteristik perairan di lokasi pembangunan (BPMIGAS, 2011).

Mengingat adanya bahaya yang ditimbulkan apabila tidak dilakukan pengawasan seperti berdampak buruk bagi kesehatan serta lingkungan sekitar dari sifat bahan pencemar, sumber dan distribusi maka dilakukan pengendalian sesuai pedoman mutu dan dibandingkan dengan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001. Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 pengelolaan kualitas air adalah upaya pemeliharaan air sehingga tercapai kualitas air yang diinginkan sesuai peruntukannya untuk menjamin agar kualitas air tetap dalam kondisi alamiahnya. Kualitas air sungai dilihat dari konsentrasi unsur didalamnya dan dibandingkan dengan baku mutu. Baku mutu air ditetapkan berdasarkan hasil pengkajian air dan kriteria air.

Pencemaran diakibatkan oleh peningkatan perkembangan industri sehingga mempengaruhi penyediaan, ketersediaan, distribusi, akses, kualitas air dan sumber

daya air. Sebagian sungai telah dipengaruhi pencemaran mikroba dan sedimen sehingga mempengaruhi keberlangsungan ekosistem di perairan dan mengakibatkan penurunan kualitas badan air sehingga diharuskan penanganan untuk mengelola air (Ayandiran,dkk., 2018).

Menurut penelitian Haribarata penurunan kualitas air dapat disebabkan oleh tingginya cemaran logam berat, pencemaran logam yang tinggi di sungai dapat mengakibatkan air tersebut berbahaya untuk dikonsumsi (Hadibarata, dkk., 2012). Pencemaran logam berat menimbulkan pengaruh terhadap kehidupan *invertebrata*, ikan dan manusia. Kelimpahan logam berat pada lingkungan perairan berasal dari sumber alami maupun manusia, seiring perkembangannya kegiatan logam berat berasal dari aktivitas manusia baik dari domestik maupun industri. Kualitas air perlu dilakukan mengingat bahaya yang timbul (Pirdaus, dkk., 2018).

Logam berat menjadi bahan pencemar berbahaya karena tidak dapat dihancurkan atau bersifat *non degradable* oleh mikroorganisme di lingkungan dan dapat terakumulasi ke lingkungan. Sedimen yang berada di dasar perairan menjadi habitat bagi biota dan menjadi daerah perangkap bagi logam berat (Munandar, dkk., 2016). Logam berat dapat mengendap di dasar perairan dan akan membentuk senyawa kompleks bersama bahan organik dan anorganik secara proses adsorpsi dan kombinasi (Svavarsson, dkk., 2011).

Analisis logam yang diuji yaitu kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen. Sampel dilakukan destruksi, pemilihan asam harus sesuai dengan matriks yang akan ditentukan. Penambahan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) digunakan sebagai pengoksidasi utama. Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) akan berfungsi memutus ikatan kompleks. Logam-logam yang terdapat cuplikan akan membentuk senyawa kompleks dengan bahan organik (Setyaningrum dan Suksesi, 2013). Metode penelitian ini menggunakan *standard methods for the examination of water and wastewater ed, 23 rd, APHA* 2017. Metode ini telah dikembangkan oleh Badan Standar Nasional yang kemudian mengeluarkan Standar Nasional Indonesia 6989 bagian 84 (2019).

Metode lain yang dapat digunakan untuk pengujian analisis logam air permukaan yaitu gravimetri, kompleksometri, spektrofotometri UV-Vis, AAS dan ICP. Pemilihan metode gravimetri atau kompleksometri dilakukan apabila konsentrasi analit logam relatif besar yaitu dengan satuan konsentrasi mg/L (ppm) atau lebih besar. Kekurangan metode kompleksometri yaitu metode ini tidak dapat menganalisis konsentrasi analit lebih kecil dari mg/L dan kurang optimal karena kesulitan dalam menentukan titik ekuivalen dan titik akhir titrasi sedangkan kekurangan metode gravimetri yaitu penggunaan timbangan yang memungkinkan kurang sensitifnya metode karena timbangan analitik mempunyai ketelitian 0,1 mg (Hadi, dkk., 2017).

Metode analisis logam yang pernah dilakukan antara lain metode analisis logam *inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy* (ICP-OES) dan spektrofotometri serapan atom (SSA) yang mengacu pada SNI 7119-4:2017. Kelebihan metode *inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy* (ICP-OES) dibandingkan metode spektrofotometri serapan atom (SSA) yaitu mempunyai kemampuan analisis *multielement*, mampu membaca semua unsur logam, tingkat selektifitas tinggi, akurasi tinggi, dan batas deteksi rendah. Oleh karena itu dilakukan verifikasi menggunakan *inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy* (ICP-OES) dan spektrofotometri serapan atom (SSA) dengan metode *standard methods for the examination of water and wastewater ed, 23 rd, APHA 2017*.

Metode pengujian arsen (As) yaitu menggunakan *standard methods for the examination of water and wastewater ed, 23 rd, APHA 2017, part 3114 c* dan alat yang digunakan yaitu spektrofotometri serapan atom (SSA) karena logam arsen (As) sulit direduksi menjadi atom dalam nyala ketika dalam keadaan oksidasi yang lebih tinggi sedangkan untuk logam kobal, kadmium, besi dan mangan menggunakan metode pengujian *standard methods for the examination of water and wastewater ed, 23 rd, APHA 2017, part 3120 b* dengan alat *inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy* (ICP-OES) agar logam tersebut dapat terbaca serentak karena kemampuan alat ini membaca secara *multielement* (APHA, 2017).



Parameter pengujian verifikasi meliputi pengujian linieritas, akurasi, presisi, *method detection limit* (MDL) dan *instrument detection limit* (IDL). Tujuannya untuk mengetahui konsentrasi logam kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen di air sungai serta dilakukan verifikasi untuk menunjang hasil uji dan sebagai parameter uji di Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya karena verifikasi metode digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja karena setiap laboratorium memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda (Sukaryono, dkk., 2017) dan verifikasi metode analisis juga merupakan suatu cara untuk memastikan bahwa suatu metode memberikan hasil valid dan sesuai dengan tujuan (Pirdaus, dkk., 2018).

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang, rumusan masalah yang dapat diambil yaitu:

1. Berapakah konsentrasi logam kobal, kadmium, besi, dan mangan pada sampel air sungai menggunakan metode pengujian *standard methods for the examination of water and wastewater ed, 23 rd, APHA 2017, part 3120 b*?
2. Berapakah konsentrasi logam arsen pada sampel air sungai menggunakan metode pengujian *standard methods for the examination of water and wastewater ed, 23 rd, APHA 2017, part 3114 c*?
3. Bagaimana hasil verifikasi metode pengujian logam kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen jika dibandingkan dengan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001?

## 1.3 Tujuan

Tujuan penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui konsentrasi logam kobal, kadmium, besi, dan mangan pada sampel air sungai menggunakan metode pengujian *standard methods for the examination of water and wastewater ed, 23 rd, APHA 2017, part 3120 b*.
2. Mengetahui konsentrasi logam arsen pada sampel air sungai menggunakan metode pengujian *standard methods for the examination of water and*

*wastewater ed, 23 rd, APHA 2017, part 3114 c.*

3. Mengetahui hasil verifikasi metode pengujian logam kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen jika dibandingkan dengan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001.

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat yang dapat diperoleh dari Tugas Akhir ini adalah:

1. Bagi mahasiswa (peneliti)
  - 1) Meningkatkan keterampilan keahlian mahasiswa jurusan analisis kimia dalam pengujian sampel air bagi lingkungan.
  - 2) Menambah wawasan dan pengetahuan tentang pengujian dari beberapa parameter kualitas air limbah maupun air bersih serta mengenai verifikasi metode analisis di Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya.
  - 3) Menjadi calon tenaga kerja yang praktis, kreatif, terampil, berwawasan luas, dan berkompeten dalam melakukan tugas dan tanggung jawab.
2. Bagi Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia  
Sumber acuan atau referensi pengembangan pembelajaran di Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia dan untuk meningkatkan kualitas mahasiswa Analisis Kimia khususnya dalam bidang pengujian kimia.
3. Bagi Instansi
  - 1) Menguji penerapan metode analisis yang diterapkan sesuai dengan *standarrd methods 23<sup>rd</sup> edition 2017*.
  - 2) Mengembangkan metode baru dalam analisis sampel dan mengevaluasi hasil verifikasi untuk memperoleh hasil yang valid.
  - 3) Menciptakan tenaga ahli yang profesional dalam pengujian analisis sampel bidang analisis kimia.
4. Bagi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
  - 1) Melahirkan tenaga ahli yang terampil dan profesional dalam menjalankan tugas

- 2) Bahan masukan untuk evaluasi kurikulum yang telah diterapkan sesuai dengan kebutuhan dunia kerja.
- 3) Menjalin kerja sama dengan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya.



## **BAB II**

### **DASAR TEORI**

#### **2.1 Profil Laboratorium PT. Sucofindo (Persero)**

PT. Superintending Company of Indonesia disingkat PT. Sucofindo(Persero), merupakan Badan Usaha Milik Negara (BUMN) dalam bentuk persero di bawah naungan Departemen Pendayagunaan BUMN. PT. Sucofindo (Persero) merupakan sebuah perusahaan yang bergerak di bidang superintending yang memiliki arti kegiatan pemeriksaan, pengawasan, pengendalian dan pengkajian terhadap kuantitas dan kualitas barang-barang perdagangan ekspor maupun impor.

Departemen Keuangan Republik Indonesia pada bulan September 1956, bekerja sama dengan *Societe Generale de Surveillance SA (SGS), Geneva-Swiss*. Berdasarkan surat perintah Republik Indonesia Nomor 11.406.a tanggal 20 September 1956, maka didirikanlah perusahaan patungan berbentuk perseroan terbatas (PT) dengan nama PT. *Superintending Company of Indonesia* yang berkedudukan di Jakarta. Pendirian PT. Sucofindo (Persero) disahkan secara hukum berdasarkan Akta Notaris Johan Arifin Lumban Tobing Sutan Arifin, S.H. Nomor 42 tanggal 22 Oktober 1956 dan anggaran dasarnya diumumkan dalam Berita Acara Republik Indonesia Nomor 293 tahun 1956.

Kegiatan usaha yang dilakukan PT. Sucofindo (Persero) meliputi inspeksi, audit, pengujian, sertifikasi, konsultasi dan pelatihan. Jasa yang ditawarkan PT. Sucofindo (Persero) yaitu pemeriksaan kuantitas dan kualitas produk pertanian, kehutanan, kelautan, industri, perikanan dan pertambangan. Pengujian yang dilakukan meliputi pengujian kimia, mikrobiologi, kalibrasi, listrik dan elektronika serta pengujian teknis lainnya. Layanan sertifikasi yang tersedia meliputi ISO 9000, ISO 14000, OHSAS 18000, HACCP, pengolahan hutan berkelanjutan, *Chain of Custody and Legal Source*, sertifikasi produk listrik dan elektronika, sertifikasi produk kimia, makanan, minuman, baja dan komoditas pertanian. Layanan konsultasi yang tersedia yaitu layanan konsultasi sistem manajemen, analisa dampak lingkungan, sistem informasi, kandungan produk lokal, pengembangan wilayah, infrastruktur dan penggunaan lahan.

## **2.2 Air dan Jenisnya**

Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 air merupakan sumber daya alam yang mempunyai fungsi penting bagi kehidupan manusia digunakan untuk memajukan kesejahteraan umum, sehingga merupakan modal dasar dan faktor utama pembangunan. Air juga sebagai komponen bagi kelangsungan hidup. Sumber air terdapat di bawah permukaan tanah, termasuk akuifer, mata air, sungai, rawa, danau, situ, waduk dan muara. Jenis sumber air yaitu berdasarkan letak antara lain air atmosfer, air permukaan dan air tanah.

Penggolongan air menurut Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang pengolahan kualitas air dan pengendalian pencemaran dibagi menjadi empat kelas yaitu:

### **1. Kelas satu**

Air yang peruntukannya digunakan sebagai air baku untuk air minum dan atau peruntukan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.

### **2. Kelas dua**

Air yang peruntukannya digunakan untuk prasarana atau sarana rekreasi air, pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi pertanian dan peruntukan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.

### **3. Kelas tiga**

Air yang peruntukannya dapat digunakan untuk pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi tanaman dan atau peruntukan lain yang mempersyaratkan mutu yang sama dengan kegunaan tersebut.

### **4. Kelas empat**

Air yang peruntukannya digunakan untuk mengairi pertanaman dan peruntukan lain mempersyaratkan mutu yang sama dengan kegunaan tersebut.

## **2.3 Air Sungai**

Air sungai merupakan salah satu sumber air baku dari berbagai alternatif sumber air yang ada untuk dilakukan proses pengolahan. Sungai berperan sebagai

perairan yang menjadi sumber air terdekat bagi beberapa penduduk pedesaan dan perkotaan serta tempat tinggal beberapa ekosistem air. Terjadinya pertumbuhan penduduk, pertumbuhan industri, perkembangan ekonomi dan peningkatan standar hidup menyebabkan penurunan kualitas air sungai. Penurunan kualitas air sungai ditandai dengan kualitas air yang mengalir pada aliran sungai tersebut menjadi tercemar (Hamidi, dkk., 2017).

Air sungai mengalir dari hulu ke hilir dan biasanya mengalir ke pemukiman warga. Aliran sungai dimanfaatkan untuk keperluan manusia yaitu digunakan untuk penampungan air, alat transportasi, mengairi sawah, keperluan peternakan, keperluan industri dan pengendali banjir (Keraf, 2010). Aktifitas manusia dapat mempengaruhi kualitas air sungai sehingga menghasilkan limbah dan menyebabkan kualitas air sungai menurun (Sharifinia, 2012).

#### **2.4 Pencemaran Air Sungai**

Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air pasal 1 (satu) air adalah semua air yang terdapat diatas dan dibawah permukaan tanah kecuali air laut dan air fosil, sumber air yaitu wadah air yang terdapat diatas dan dibawah permukaan tanah. Pencemaran air yaitu masuknya atau dimasukkannya makhluk hidup, zat, energi dan atau komponen lain ke dalam air oleh kegiatan manusia, sehingga kualitas air menurun sampai ke tingkat tertentu yang menyebabkan air tidak dapat berfungsi sesuai dengan peruntukannya (Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82, 2001).

Sumber air yang menyediakan kebutuhan manusia adalah sungai. Ketersediaan air sungai dapat digunakan untuk pertanian, industri maupun domestik (Siahaan, dkk., 2011). Kualitas air yang baik diperoleh dari air yang keluar dari mata air, serta menurunnya kualitas air sungai akibat air menerima berbagai macam pencemar menyebabkan air menjadi tercemar. Air yang tercemar akan berpengaruh bagi kesehatan dan lingkungan sekitar. Pencemaran air dapat terjadi akibat logam yang berasal dari sisa-sisa buangan industri (Sofia, dkk., 2010).

## 2.5 Cemaran Logam dalam Air Sungai

Logam berat seperti kadmium, tembaga, timbal, nikel, seng dan lain sebagainya terdeteksi didalam tanah dan lingkungan perairan. Keberadaan logam berat dalam jangka waktu yang lama dapat menjadi ancaman diakibatkan akumulasi pada lingkungan dan sepanjang rantai makanan. Berbagai kasus menunjukkan logam berat ditransfer ke tanaman melalui akar, daun dan bunga serta pada manusia logam berat di transfer melalui konsumsi makanan seperti ikan yang tercemar (Andri dan Ekowati, 2016).

Cemaran terjadi akibat sisa kegiatan manusia seperti industri. Dampak pencemaran logam dalam air mengakibatkan tercemarnya air sehingga merugikan bagi lingkungan, kesehatan manusia. Air sungai yang tercemar logam akan menyebabkan penurunan jumlah oksigen, perubahan tingkat keasaman pH, perubahan warna, bau dan rasa air (Abduh Natsir, 2018). Cemaran air diatur melalui baku mutu kualitas air yang tertuang pada Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air yaitu dapat dilihat pada Tabel 2.5

**Tabel 2.5 Baku Mutu Cemaran Logam (PPRI, 2001)**

<b>Parameter</b>	<b>Satuan</b>	<b>Kelas I</b>	<b>Kelas II</b>	<b>Kelas III</b>	<b>Kelas IV</b>
Logam kobal	mg/L	0,2	0,2	0,2	0,2
Logam kadmium	mg/L	0,01	0,01	0,01	0,01
Logam besi	mg/L	0,3	-	-	-
Logam mangan	mg/L	0,1	-	-	-
Logam arsen	mg/L	0,005	1	1	1

## 2.6 Toksisitas Logam

Kobal merupakan salah satu logam berat yang dapat mencemari lingkungan. Konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan keracunan seperti asma, gangguan sistem saraf dan jantung (Darjito, dkk., 2015). Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 tahun 2001 tentang pengolahan kualitas air dan pengendalian pencemaran air ambang batas untuk logam kobal (Co) yaitu 0,2 mg/L.

Logam kadmium adalah logam berwarna putih perak, lunak, mengkilap, tidak larut dalam basa, mudah bereaksi, serta menghasilkan kadmium oksida bila

dipanaskan. Kadmium memiliki nomor atom 40, berat atom 112,4; titik leleh  $321^{\circ}\text{C}$ ; titik didih  $767^{\circ}\text{C}$  dan memiliki massa jenis  $8,65\text{ g/cm}^3$ . Logam ini dihasilkan pada kegiatan pertambangan dan ditemukan dalam bijih mineral diantaranya adalah *sulfida green ockite*, karbonat otative dan oksida kadmium. Mineral-mineral ini terbentuk beresosiasi dengan bijih sfalerit dan oksidanya, atau diperoleh dari debu sisa pengolahan lumpur elektrolit. Pencemaran kadmium pertama kali ditemukan di Jepang dilembah sungai Jinzu. Penyakit yang disebabkan oleh logam kadmium menunjukkan gejala *nephropaty* dan *osteomalacia*. Efek keracunan kadmium merupakan efek yang berkepanjangan (Istarani dan Pandebesie, 2014).

Kadmium adalah logam berat yang bersifat toksik. Keracunan yang disebabkan oleh kadmium dapat menyebabkan penyakit akut dan kronis. Absorpsi kadmium yaitu melalui inhalasi. Kecepatan inhalasi berkisar antara 25% sampai 50% dalam bentuk partikel Cd oksida ( $\text{CdO}$ ). Inhalasi pada orang sehat selama satu jam dapat menimbulkan gejala *metal fume fever* yang akan terjadi selama beberapa jam berikutnya, dengan perubahan fungsi paru. Kadmium terikat dengan sel darah merah dalam darah sekitar 90% (Caciari, dkk., 2013). Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 tahun 2001 ambang baku logam kadmium tidak boleh melebihi 0,01 mg/L pada air kelas satu, 0,05 mg/L pada air kelas dua, kelas tiga dan kelas empat.

Logam berat besi (Fe) merupakan logam dalam kelompok makromineral di dalam kerak bumi. Besi pada umumnya bersifat terlarut di dalam air yaitu sebagai  $\text{Fe}^{2+}$  atau  $\text{Fe}^{3+}$ . Ion besi yang tereduksi di dalam air berada dalam bentuk fero (ion besi dengan valensi II). Bahan oksidator dari udara maka bentuk fero ini akan cepat teroksidasi menjadi ion feri (ion besi dengan valensi III) dan dapat bereaksi lagi menjadi oksida yang tidak larut. Logam besi (Fe) dalam keadaan asam, pH-nya kurang dari 3,5 maka ion feri akan larut. Bahan-bahan suspensi seperti lumpur tanah liat dapat mengandung besi yang akan larut dalam asam. Besi dalam air dapat menyebabkan noda-noda pada pakaian, porselin dan sebagainya (Nugroho dan Purwoto, 2013).



Berdasarkan persyaratan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 tahun 2001 logam besi pada air kelas satu tidak boleh melebihi 0,3 mg/L. Besi dapat larut pada pH rendah dan dapat menyebabkan air berwarna kekuningan, tempat berkembang biaknya bakteri *creonothrix* (Nugroho dan Purwoto, 2013). Konsentrasi besi tidak boleh lebih dari 0,3 mg/L, karena dapat mempercepat pertumbuhan bakteri dan menimbulkan rasa serta bau. Besi dalam jumlah berlebih bagi kesehatan manusia dapat menyebabkan toksisitas akut, hemokromatis, dan batusiderosis (Hastutiningrum, dkk., 2015).

Logam mangan adalah unsur dengan lambang Mn dan memiliki massa atom relatif 54,94; titik didih  $2032^{\circ}\text{C}$ , titik lebur  $1247^{\circ}\text{C}$ . Mangan merupakan unsur dengan nomor atom 25 serta berada pada periode 4 dan masuk dalam golongan VII B yang berarti bahwa mangan termasuk logam transisi. Toksisitas mangan sudah tampak pada konsentrasi rendah. Tingkat kandungan mangan yang diizinkan dalam air menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 tahun 2001 yaitu 0,1 mg/L. Logam mangan pada kondisi aerob berbentuk  $\text{MnO}_2$  dan pada dasar perairan tereduksi menjadi  $\text{Mn}^{2+}$  atau dalam air yang kekurangan oksigen (Hastutiningrum, dkk., 2015).

Logam arsen dalam air dalam kondisi anaerobik akan berbentuk tereduksi disebut dengan arsenit. Bentuk lainnya yaitu bentuk teroksidasi, terjadi pada kondisi aerobik yang disebut dengan arsenat. Arsen menyebabkan gejala intoksikasi arsen kronis. Oksidasi arsen akan membentuk pentavalet arsenat ( $\text{As(V)}$ ), yaitu pada kondisi sebaliknya saat tereduksi membentuk trivalent arsenit ( $\text{As(III)}$ ) dan mobilitas serta penyerapan oleh sedimen, tanah, lempung dan mineral tanah bergantung pada bentuk arsen (Istarani dan Pandebesie, 2014). Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 ambang batas arsen tidak melebihi 0,05 mg/L untuk air kelas satu, 1 mg/L untuk air kelas dua, tiga dan empat.

## 2.7 Pengambilan Sampel

Menurut SNI 6989 (2008) bagian 57 tentang metode pengambilan contoh air permukaan alat pengambil contoh yang memenuhi untuk mengambil contoh yaitu

terbuat dari bahan yang tidak mempengaruhi contoh, mudah dicuci dari bekas contoh sebelumnya, contoh mudah dipindahkan ke dalam wadah penampung tanpa ada sisa bahan tersuspensi di dalamnya, mudah dibawa dan kapasitas alat tergantung dari tujuan pengujian. Alat pengambil contoh sederhana meliputi tali, gayung plastik yang bertangkai panjang terbuat dari polietilena. Alat pengambil contoh pada kedalaman tertentu atau *point sampler* digunakan untuk mengambil air pada kedalaman yang telah ditentukan pada sungai yang relatif dalam, danau atau waduk. Alat pengambil contoh gabungan yaitu alat untuk mengambil contoh air sungai yang dalam, contoh diperoleh merupakan gabungan contoh air mulai dari permukaan sampai ke dasarnya. Alat pengambil contoh otomatis untuk mengambil contoh air dalam waktu tertentu secara otomatis. Alat ukur parameter lapangan yaitu meliputi DO meter untuk metode winkler, pH meter, termometer, turbidimeter, konduktimeter dan satu set alat pengukur debit (SNI, 2008).

Pengambilan sampel air sungai tanpa aliran dilakukan dengan memasukkan wadah secara perlahan sehingga mulut botol membentuk sudut dengan permukaan air. Pengambilan sampel dilakukan dengan sekali pengisian serta tidak boleh membilas botol dengan sampel, botol yang telah berisi sampel harus segera dikirim ke laboratorium (Hadi, 2019).

## 2.8 Proses Destruksi

Destruksi yaitu perlakuan untuk melarutkan, memecah atau mengubah sampel menjadi materi yang dapat diukur sehingga kandungan unsur-unsur yang ada didalamnya dapat dianalisis. Destruksi disebut juga perombakan yaitu dari bentuk organik menjadi bentuk logam anorganik (Kristiyaningrum, 2012).

Penambahan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) digunakan sebagai pengoksidasi utama. Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) akan berfungsi memutus ikatan kompleks. Logam-logam yang terdapat cuplikan akan membentuk senyawa kompleks dengan bahan organik (Setyaningrum dan Suksesi, 2013). Proses destruksi bertujuan memutus ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis (Hidayati, 2013). Metode destruksi dibagi menjadi destruksi basah, destruksi kering dan destruksi menggunakan *microwave digest*. Destruksi basah yaitu menggunakan

asam. Larutan asam digunakan untuk mendestruksi zat organik dengan suhu rendah. Fungsinya yaitu mengurangi kehilangan mineral akibat penguapan. Destruksi basah dapat menggunakan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ), asam klorida ( $\text{HCl}$ ), asam fosfat ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), hidrogen fluorida ( $\text{HF}$ ) dan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) digunakan untuk sampel organik, logam campuran, mineral, tanah, batuan dan silikat (Welna, dkk., 2011). Destruksi kering perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam anorganik dengan cara pengabuan. Tujuannya yaitu meminimalkan dan menghilangkan efek bahan organik. Pembakaran dilakukan pada suhu  $450^\circ\text{C}$ - $550^\circ\text{C}$  didalam furnice, suhu tergantung pada sampel yang akan diuji.

Destruksi menggunakan *microwave digest* yaitu menggunakan alat dengan paparan gelombang mikro. Sampel ditempatkan di dalam wadah yang terbuat dari polimer seperti politetraflouretilen (PTFE) dan kuarsa. Caranya yaitu sampel ditambahkan dengan asam kuat seperti asam klorida ( $\text{HCL}$ ), asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) dan hidrogen fluorida ( $\text{HF}$ ). Sampel ditempatkan pada tempat tertutup pada suhu  $300^\circ\text{C}$  di dalam mode isothermal maupun *gradient* suhu (Rodiana, dkk., 2013).

Destruksi untuk preparasi contoh uji yang menggunakan asam nitrat yang mempunyai sifat oksidator kuat, dengan adanya pemanasan pada proses destruksi akan mempercepat pemutusan ikatan logam, apabila detruksi belum sempurna maka dapat dilakukan destruksi dengan menambahkan asam lain yaitu dapat dilihat pada Tabel 2.8

**Tabel 2.8 Pemakaian Asam Lain Bersama dengan Asam Nitrat (APHA, 2017)**

Larutan asam	Analisis
Asam klorida ( $\text{HCl}$ )	Ag, Sb, Ru, Sn
Asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )	Ti
Asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ )	Organik
Asam fluorida ( $\text{HF}$ )	Silika

## 2.9 Spektrofotometer

Jenis spektrofotometer yaitu *inductively coupled plasma-optical emission spectrometer* (ICP-OES) dan *atomic absorption spectrophotometer* (AAS).

### **2.9.1 Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spektrometer (ICP-OES)**

*Inductively coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES) adalah instrumen yang menggunakan plasma yang digabungkan secara induktif untuk menghasilkan atom dan ion tereksitasi yang memancarkan radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang dari elemen tertentu dengan bantuan argon sebagai gas pembawa. Intensitas emisi inilah yang digunakan untuk menunjukkan konsentrasi unsur di dalam sampel. *Inductively coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES) memiliki batas deteksi yang rendah untuk hampir seluruh elemen, yaitu 0,1-10 ppb, selektivitas yang sangat tinggi serta memiliki akurasi dan presisi yang baik serta waktu pengukuran yang relatif singkat (Indrawijaya, dkk., 2019).

Prinsip *inductively coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES) yaitu sampel logam diubah menjadi bentuk aerosol oleh gas argon pada *nebulizer*, pada temperatur plasma. Sampel akan tereksitasi dan kembali ke *ground state* sambil memancarkan sinyal radiasi yang terdispersi dan diubah menjadi sinyal listrik. Besarnya sinyal listrik sebanding dengan sinar yang dipancarkan oleh besarnya konsentrasi unsur (Afifah, dkk., 2019). Keuntungan *inductively coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES) yaitu mampu mengidentifikasi dan mengukur semua elemen yang diukur secara bersamaan serta cocok digunakan mengukur semua konsentrasi elemen dari *ultratrace* sampai ke tingkat komponen utama (Indrawijaya, dkk., 2019).

Menurut Riyanto (2017) *inductively coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES) dibagi menjadi *inductively coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES), *inductively coupled plasma-atomic emission spektrometer* (ICP-AES) dan *inductively coupled plasma-mass emission spektrometer* (ICP-MS). Sampel yang diuji biasanya berbentuk cair. Sampel dialirkan ke nebulizer oleh *pump tubing* dan diubah menjadi aerosol dengan proses nebulasi dengan bantuan gas argon. Sampel dibawa ke plasma melalui proses desolvasi, penguapan, atomisasi dan ionisasi. Atom akan tereksitasi memancarkan radiasi yang dikumpulkan dan dipilah oleh panjang gelombang. Elektron yang tereksitasi dengan energi rendah, sehingga sinar emisi dilepaskan

dan sinar emisi yang diukur berhubungan dengan panjang gelombang foton (Riyanto, 2017).

Alat ini mempunyai kelemahan yaitu kurang sensitif terhadap pengukuran unsur yang mempunyai panjang gelombang di bawah 200 nm seperti pengukuran logam arsen (As) yaitu dengan panjang gelombang 193,759 nm dan Sb pada panjang gelombang 206,833 nm (daerah ultraviolet). Instrumen *inductively coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES) digunakan untuk sampel cair yang di atomisasi dan selanjutnya dipisahkan, diuapkan, dikabutkan, dan tereksitasi dan atau terionisasi oleh plasma. Atom yang tereksitasi akan memancarkan radiasi dengan panjang gelombang tertentu (Indrawijaya,dkk., 2019).

Berikut bagian-bagian *inductively coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES):

1. Pompa peristaltik

Pompa peristaltik adalah jenis pompa yang digunakan untuk memompa berbagai cairan (Antono, 2017). Pompa ini dilakukan untuk mengalirkan sampel menuju ke *nebulizer* (Khophpar, 2014).

2. *Nebulizer*

Fungsi *nebulizer* yaitu mengubah cairan sampel menjadi aerosol (Antono, 2017). Sampel yang telah diubah menjadi aerosol kemudian dialirkan menuju plasma (Khophpar, 2014).

3. *Spray chamber*

*Spray chamber* berfungsi untuk mentransformasikan aerosol ke plasma (Antono, 2017). Sampel yang telah menjadi aerosol di dalam *nebulizer* harus segera dialirkan ke obor atau *torch* sehingga dapat diinjeksikan ke dalam plasma (Khophpar, 2014).

4. *Drains*

Fungsi *drains* yaitu membawa sampel yang berlebih dari *spray chamber* menuju ke pembuangan (Khophpar, 2014).

5. Obor atau tungku (*torches*)

Sampel yang telah diinjeksikan menjadi aerosol dari *spray chamber* diinjeksikan melalui obor ke dalam plasma yang akan terdesolvasi, menguap, teratomisasi, tereksitasi, dan terionisasi oleh plasma (Khoppar, 2014).

6. RF generator

RF generator adalah alat yang menyediakan tegangan yang berkisar antara 700-1500 watt. Alat ini berfungsi untuk menyalakan plasma dengan argon sebagai sumber gasnya dan digunakan sebagai sumber tegangan (Antono, 2017).

7. Optik

Fokus optik akan mengumpulkan radiasi seperti lensa cembung dan cermin cekung. Sifat optik yaitu mengumpulkan sinar, sehingga sinar difokuskan menuju celah pada monokromator atau polikromator (Khoppar, 2014).

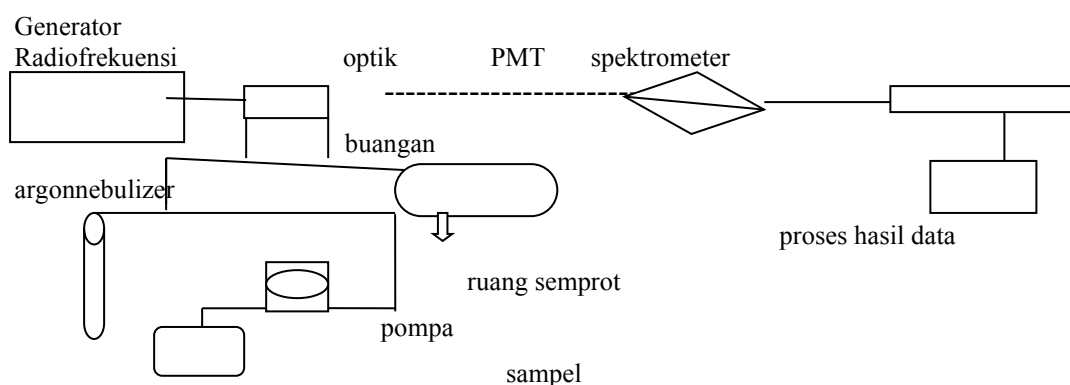
8. Monokromator

Monokromator digunakan untuk memisahkan garis emisi sesuai dengan panjang gelombang pada logam-logam tertentu (Khoppar, 2014).

9. Detektor

Detektor memiliki fungsi mengukur intensitas garis emisi setelah garis emisi dipisahkan oleh monokromator atau polikromator. Jenis detektor yang paling banyak digunakan yaitu tabung *photomultiplier* (PMT) (Khoppar, 2014).

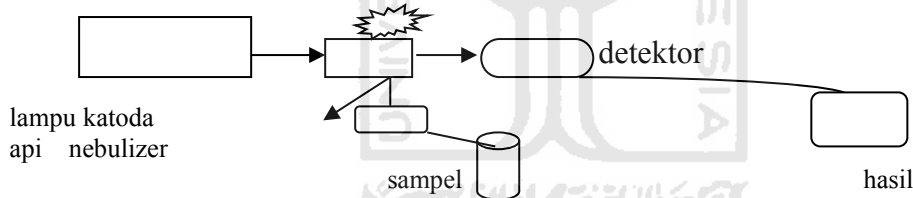
Skema alat instrumen *inductively coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES) dapat dilihat pada Gambar 2.9.1



**Gambar 2.9.1 Skema Peralatan ICP-OES (Riyanto, 2017)**

### 2.9.2 Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)

Prinsip kerja *atomic absorption spectrophotometer* (AAS) yaitu dengan menggunakan Hukum *Lambert-Beert* yaitu banyaknya sinar yang diserap berbanding lurus dengan konsentrasi sampel. Persamaan garis antara konsentrasi logam dengan absorbansi adalah persamaan linier dengan koefisien arah positif yaitu  $y=a+bx$  dengan memasukkan nilai absorbansi larutan sampel ke persamaan garis larutan standar maka konsentrasi logam dapat diketahui. Larutan sampel yang mengandung ion logam dilewatkan melalui nyala udara-asetilen bersuhu  $2000^{\circ}\text{C}$  sehingga terjadi penguapan dan sebagian tereduksi menjadi atom. Lampu katoda yang sangat kuat mengeluarkan energi pada panjang gelombang tertentu dan diserap oleh atom-atom logam yang sedang di analisis. Jumlah energi cahaya yang diserap atom logam pada panjang gelombang tertentu sebanding dengan jumlah zat yang diuapkan pada saat dilewatkan melalui nyala api udara-asetilen (Agung dan Wiadnyana, 2019).



**Gambar 2.9.2 Skema *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) (Agung dan Wiadnyana, 2019)**

Bagian-bagian *atomic absorption spectrophotometer* (AAS) yaitu sebagai berikut:

1. Sumber cahaya

Sumber cahaya pada *atomic absorption spectrophotometer* (AAS) yaitu lampu katoda. Lampu katoda memiliki waktu pakai selama 1000 jam. Lampu katoda dibedakan menjadi dua yaitu lampu katoda monologam digunakan untuk menguji satu unsur dan lampu katoda multilogam digunakan untuk beberapa logam sekaligus. Soket berwarna hitam yang menonjol digunakan untuk mempermudah pemasangan lampu katoda. Lampu katoda berfungsi sebagai

sumber cahaya untuk memberikan energi sehingga unsur logam yang akan diuji mudah tereksitasi (Sembiring, dkk., 2019).

## 2. Tabung gas

Tabung gas yang dipakai yaitu tabung gas berisi gas asetilen. Gas asetilen mempunyai suhu  $\pm 20.000$  K dan memiliki gas yang lebih panas dari gas asetilen, dengan kisaran  $\pm 30.000$  K. Oksida-oksida yang stabil seperti kalsium (Ca), molibdenum (Mo) juga dapat dianalisa menggunakan jenis nyala ini (Hadi, dkk., 2017). Regulator pada tabung gas berfungsi sebagai pengaturan gas yang akan dikeluarkan. Spedometer di bagian kanan yaitu sebagai pengatur tekanan yang berada di dalam tabung (Sembiring, dkk., 2019).

## 3. Ducting

*Ducting* merupakan bagian cerobong asap untuk menyedot asap atau sisa pembakaran yang langsung dihubungkan pada cerobong asap bagian luar pada atap bangunan. Asap yang dihasilkan diolah sedemikian rupa agar polusi yang dihasilkan tidak berbahaya (Sembiring, dkk., 2019).

## 4. Kompresor

Kompresor merupakan alat yang terpisah dengan *main unit* dan berfungsi sebagai suplai kebutuhan udara yang akan digunakan. Kompresor memiliki tiga tombol pengatur tekanan. Bagian kotak hitam merupakan tombol *on-of*, spedo pada bagian tengah yang berfungsi sebagai pengatur tekanan yang akan disemprotkan ke burner. Bagian belakang kompresor berfungsi sebagai penyimpanan udara setelah selesai penggunaan *atomic absorption spectrophotometer* (AAS) (Sembiring, dkk., 2019).

## 5. Atomizer

Menurut Sembiring, dkk., (2019) fungsi atomizer yaitu mengubah logam dalam sampel menjadi atom-atom logam berbentuk gas. Komponen atomizer terdiri dari nebulizer yang berfungsi mengubah atom menjadi aerosol. *Spray chamber* berfungsi menghomogenkan campuran dengan gas oksidan, bahan bakar dan aerosol. Burner berfungsi sebagai sistem tempat terjadinya atomisasi.

Burner yaitu bagian terpenting di dalam main unit karena berfungsi sebagai tempat pencampuran gas asetilen dan aquabides agar tercampur merata dan dapat



terbakar pada pematik api secara baik dan merata. Lubang yang berada pada burner merupakan lubang pematik api yaitu sebagai lubang awal dari proses pengatomisasian nyala api (Sembiring, dkk., 2019).

#### 6. Monokromator

Monokromator adalah alat yang diletakkan diantara nyala api dan detektor di rangkaian instrumentasi spektrofotometer serapan atom. Monokromator yang dipakai yaitu monokromator celah kisi dan kisi difraksi (Sari, 2010). Monokromator berfungsi mengionisasi salah satu garis resonansi atau radiasi dari sekian banyak spektrum yang dihasilkan oleh lampu pijar *hollow cathode* atau untuk merubah sinar polikromatis menjadi sinar monokromatis sesuai yang dibutuhkan oleh pengukuran. Macam-macam monokromator yaitu prisma, kaca untuk daerah sinar tampak, kuarsa untuk daerah ultraviolet, *rock salt* (kristal garam) untuk daerah IR dan kisi difraksi (Sembiring, dkk., 2019).

#### 7. Detektor

Fungsi detektor yaitu menangkap sinar yang diteruskan dari sampel dan mengubahnya menjadi arus listrik sehingga hasil data dapat diperoleh (Sari, 2010). Detektor dibagi menjadi dua yaitu detektor foton dan detektor panas. Detektor panas biasanya digunakan untuk mengukur radiasi inframerah termasuk *thermocouple* dan bolometer. Detektor berfungsi untuk mengukur intensitas radiasi yang diteruskan dan telah diubah menjadi energi listrik oleh *fotomultiplier*. Hasil pengukuran kemudian dicatat oleh alat pencatat yang berupa printer dan pengamat angka. Detektor foton bekerja berdasarkan efek fotolistrik, setiap foton akan membebaskan elektron yaitu satu foton adalah satu elektron dari bahan yang sensitif terhadap cahaya. Bahan foton dapat berupa Si/Ga, Ga/As, Cs/Na. Detektor infra merah atau detektor panas seperti termokopel. Efek termolistrik akan timbul jika dua logam yang memiliki temperatur berbeda disambung menjadi satu (Sembiring, dkk., 2019).

#### 8. Burner

Burner yaitu bagian terpenting di dalam main unit karena berfungsi sebagai tempat pencampuran gas asetilen dan akuades agar tercampur merata dan dapat terbakar pada pematik api secara baik dan merata. Lubang yang berada pada

burner merupakan lubang pematik api yaitu sebagai lubang awal dari proses pengatomisasian nyala api (Sembiring, dkk., 2019).

#### 9. Buangan pada *atomic absorption spectrophotometer* (AAS)

Buangan disimpan pada drigen dan diletakkan terpisah pada *atomic absorption spectrophotometer* (AAS). Buangan ini dihubungkan dengan selang buangan yang dibuat melingkar sedemikian rupa agar sisai buangan sebelumnya tidak naik ke atas, karena apabila terjadi dapat mematikan proses pengatomisasian nyala api pada saat pengukuran sampel, sehingga kurva yang dihasilkan akan terlihat buruk. Tempat wadah buangan ditempatkan pada papan yang dilengkapi lampu indikator, bila lampu menyala menandakan alat *atomic absorption spectrophotometer* (AAS) atau api pada proses mengatomisasian nyala api dan berfungsi sebagai tempat wadah buangan tidak tersenggol kaki (Sembiring, dkk., 2019).

#### **2.10 Verifikasi Metode**

Verifikasi yaitu suatu tindakan konfirmasi pengujian serta menyajikan bukti secara objektif bahwa persyaratan mutu pengujian telah terpenuhi. Verifikasi diperlukan karena perbedaan personil, kondisi serta kemampuan peralatan yang berbeda (Utami, 2012). Verifikasi metode uji sebagai kegiatan atau tindakan validasi metode tetapi hanya beberapa karakteristik performa saja. Verifikasi metode digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja karena setiap laboratorium memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda (Sukaryono, dkk., 2017). Verifikasi metode analisis juga merupakan suatu cara untuk memastikan bahwa suatu metode memberikan hasil valid dan sesuai dengan tujuan (Pirdaus, dkk., 2018).

Parameter uji untuk verifikasi hampir sama dengan uji validasi. Verifikasi merupakan validasi sekunder terhadap metode uji yang telah terbukti validitasnya. Validasi metode yaitu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu dilakukan untuk membuktikan parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Tujuan dari verifikasi metode yaitu untuk mengevaluasi ujuk kinerja metode, menjamin prosedur analisis, menjamin keakuratan hasil analisis

dan mengurangi resiko penyimpangan analisis (Riyanto, 2014). Verifikasi meliputi linieritas, akurasi, presisi, *methode detection limit* (MDL) dan *instrument detection limit* (IDL).

### 2.10.1 Linieritas

Linieritas adalah rentang linier dalam rentang kerja. Linieritas menunjukkan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil uji yang baik. Linieritas dapat diuji secara *informal* dengan membuat *plot residual* yang dihasilkan oleh regresi linear pada respon konsentrasi dalam suatu seri kalibrasi. Hubungan konsisten yang digunakan koefisien korelasi ( $r$ ) pada analisis regresi linear  $y=ax+b$ . Hubungan linier yang *ideal* dicapai jika nilai  $a=0$  dan  $r=+1$  atau  $-1$  tergantung pada arah garis,  $b$  menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan. Nilai koefisien korelasi yang memenuhi persyaratan adalah sebesar  $\geq 0,97$  (SNI) atau  $\geq 0,9980$  (AOAC) (Utami, 2017).

Koefisien korelasi linier merupakan ukuran hubungan linier antara perubahan acak  $x$  dan  $y$ , dan mempunyai lambang  $r$ . Nilai  $r$  akan mempunyai tempat di antara  $-1$  sampai  $+1$ . Pendekatan  $r -1$  atau  $+1$ , maka dinyatakan bahwa hubungan antara dua perubah tersebut sangat kuat dan terdapat korelasi yang tinggi antara keduanya. Tanda (+) menunjukkan korelasi positif yaitu ditandai dengan semakin tingginya nilai absorbansi terhadap kenaikan konsentrasi analit dan arah garis yang miring kekanan, sedangkan tanda (-) menunjukkan korelasi negatif yang ditandai dengan semakin rendahnya nilai absorbansi terhadap kenaikan konsentrasi analit dan arah garis miring ke kiri. Hubungan antara  $x$  dan  $y$  akan lemah apabila nilai  $r$  mendekati nol sehingga mungkin tidak ada korelasi sama sekali (Riyanto,2014).

### 2.10.2 Akurasi

Akurasi atau disebut juga kecermatan merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Terdapat beberapa tipe sampel yaitu diketahui nilainya dengan mengecek metode pengukuran yang digunakan untuk menganalisis sampel sehingga mengetahui

akurasi dari prosedur yang diuji, metode ini disebut dengan *certified reference methode* (CRM). Pendekatan ini dengan membandingkan hasilnya dengan hasil yang dilakukan oleh laboratorium lain atau dengan menggunakan metode *certified reference methode* (CRM). Akurasi juga dapat diketahui dengan uji perolehan kembali (*recovery*). Hasil uji akurasi dapat dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan pada sampel (Utami, 2017).

Nilai akurasi yaitu semakin dekat nilai replika analisa dengan sampel yang sebenarnya maka semakin akurat metode yang digunakan. Syarat yang ditetapkan APHA yaitu nilai keberterimaan antara 85% sampai 115%. Akurasi dapat ditentukan melalui dua cara, yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*) (Riyanto, 2014).

### 2.10.3 Presisi

Presisi yaitu ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian hasil uji yang diukur melalui penyebaran hasil *individual* dari rata-rata, jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi dibagi menjadi dua yaitu keterulangan (*repeatability*) dan ketertiruan (*reproducibility*). *Repeatability* adalah nilai presisi yang diperoleh jika seluruh pengukuran dihasilkan oleh satu orang analis didalam satu periode tertentu, menggunakan contoh yang sama, pereaksi dan peralatan yang sama dalam laboratorium yang sama. Ketertiruan (*reproducibility*) yaitu nilai presisi yang dihasilkan pada kondisi yang berbeda yaitu analis yang berbeda pada laboratorium yang sama atau periode dan laboratorium yang berbeda dengan analis yang sama. Ketertiruan dari analisis tidak akan lebih baik hasilnya dari nilai keterulangan (Utami, 2017).

Semakin kecil keterulangan (*repeatability*) maka semakin kecil presisi hasil pengulangan pengujian yang dilakukan oleh analis. Batas keberterimaan ditunjukkan persamaan 1 dan 2:

$$\%RSD < 0,5 CV_{Horwitz} \dots\dots\dots(1)$$

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

Ketertiruan (*reproducibility*) dapat memperbanyak sumber variasi kesalahan. Presisi dinyatakan juga dalam *intermediate precision* atau *internal reproducibility* (presisi antara) yaitu presisi yang menggambarkan keberagaman hasil pengujian yang masih dapat dicapai laboratorium. Keberagaman dilakukan pada hari yang berbeda, analis dan peralatan yang berbeda tetapi dilakukan di laboratorium yang sama. Batas keberterimaan ditunjukkan dalam persamaan 3 dan 4:

$$\%RSD < 0,67 CV_{Horwitz} \dots\dots\dots(3)$$

$$CV_{Horwitz} = 2^{1-0,5\log C} \dots\dots\dots(4)$$

Presisi dinyatakan sebagai simpangan baku dalam pengukuran. Presisi dalam metode ini ditentukan dalam persamaan 5 dan 6:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{n-2}} \dots\dots\dots(5)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots(6)$$

Keterangan:

SD : standar deviasi

$\bar{x}$  : nilai rata-rata

n : jumlah sampel

RSD : simpangan baku relatif atau koefisien variasi

Nilai persen *relative standard deviation* (%RSD) menggambarkan ketelitian suatu metode. Presisi dianggap baik apabila %RSD masuk dalam kriteria keberterimaan yaitu  $\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$  (Aradea,2014).

#### 2.10.4 *Method Detection Limit* (MDL)

Limit deteksi yaitu jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih dapat terdeteksi dan menjadi acuan hasil pengukuran. Nilai konsentrasi yang diperoleh harus lebih besar dari limit deteksi. *Method detection limit* (MDL) adalah dihitung dengan menambahkan analit dalam matriks tertentu. Penentuan batas deteksi bertujuan untuk menghindari penulisan laporan hasil pengujian tidak terdeteksi. Hasil *method detection limit* (MDL) harus lebih besar dari nilai IDL (Afifah, dkk., 2019).

Penentuan limit deteksi juga bertujuan untuk memastikan bahwa laboratorium mampu melakukan pengujian terhadap sampel air yang mempersyaratkan baku mutu sesuai dengan peraturan dan pemenuhan ISO 17025:2017. *Method detection limit* (MDL) estimasi ditentukan terlebih dahulu menggunakan rumus  $MDL_{est} = 0,4 LoQ$  dengan dilakukan pengukuran sebanyak 7 kali terhadap larutan sampel yang di spike dengan konsentrasi berkisar antara  $(1-5) \times MDL_{est}$ . Konsentrasi rata-rata larutan yang di spike, standar deviasi, %RSD, *signal to noise* (S/N), MDL, LoQ dihitung menggunakan excel (Yuniar dan Nuraini, 2019).

*Method detection limit* (MDL) dapat diterima apabila hasil pengulangan pengujian memenuhi batas keberterimaan sebagai berikut:

1. Simpangan baku relatif dinyatakan dalam persentase (*relative standard deviation*, % RSD) disyaratkan tidak boleh melebihi  $0,67 CV_{Horwitz}$ . Penentuan blanko sangat menentukan validitas hasil *method detection limit* (MDL). Nilai konsentrasi *ideal* apabila mendekati nol atau sangat kecil dan nilainya dapat digunakan sebagai pengurang hasil pengujian spike. Nilai konsentrasi blanko yang cukup besar harus diulang.
2. Uji perolehan kembali (*recovery test*, %R) disyaratkan tidak boleh melebihi 85% sampai 115%.
3. *Signal-to-noise ratio* (S/N) dinyatakan dalam perbandingan antara rerata hasil pengulangan pengujian dengan hasil simpangan baku harus berkisar 2,5-10. *Signal-to-noise ratio* (S/N) yaitu evaluasi kesalahan acak (*random error*) yang terjadi pada pengujian. Nilai *signal-to-noise ratio* (S/N) kurang dari 2,5 akan menunjukkan kesalahan acak yang terjadi dalam pengulangan pengujian terlalu tinggi sehingga menghasilkan *method detection limit* (MDL) yang tinggi. Penambahan analit pada sampel spike mempengaruhi nilai *signal-to-noise ratio* (S/N). *Signal-to-noise ratio* (S/N) dapat dilihat pada persamaan 7:

$$S/N = \frac{\bar{x}}{SD} = (2,5 - 10) \dots\dots\dots(7)$$

Keterangan:

- x : Rata-rata pengukuran sampel
- SD : Standar deviasi pengukuran

Nilai *signal-to-noise ratio* (S/N) lebih besar dari 10, maka penambahan konsentrasi analit ke sampel (*spike*) akan tinggi, sehingga konsentrasi analit yang ditambahkan harus pada konsentrasi yang lebih rendah (Hadi,2014).

4. Pemilihan konsentrasi *spike* dalam penentuan *method detection limit* (MDL) harus memenuhi batas keberterimaan pada persamaan 8:

$$MDL > kadar\ spike > MDL \dots \dots \dots (8)$$

Hasil *method detection limit* (MDL) dibandingkan dengan nilai baku Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001.

#### 2.10.5 *Instrument Detection Limit* (IDL)

*Instrument detection limit* (IDL) dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan menggunakan pelarut sebagai *blanko* (Afifah, dkk., 2019). Nilai *instrument detection limit* (IDL) digunakan sebagai informasi kinerja instrumen yang diproduksi dan sebagai bagian promosi teknis. Perubahan nilai *instrument detection limit* (IDL) tergantung waktu penggunaan instrumen tersebut. Semakin lama digunakan instrumen akan mengalami depresiasi yang menyebabkan kurang sensitifnya instrumen tersebut. Laboratorium harus menentukan nilai *instrument detection limit* (IDL) sesuai dengan kemampuan sensitivitas instrumen saat LoQ akan ditentukan (Rahmi Tapriziah dan Hadi, 2017).

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam pengujian ini yaitu asam klorida (HCL) konsentrasi 0,5 M, asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) konsentrasi 65%, larutan *standar multielement*, kertas saring *whatman* nomor 42 *ashless* diameter 125 mm.

### 3.2 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini sumber *coupled plasma optical emission spektrometer* (ICP-OES) merk Behr, *atomic absorptionspectrophotometer* (AAS) merk shimadzu AA-6300, *nebulizer* argon, pompa peristaltik, spektrometer tipe simultan (polikromator), *hot plate*, erlenmeyer, labu ukur 100 mL 20<sup>0</sup>±0,10 mL merk *asahi glass* (iwaki), pipet ukur 10 mL±0,02 mL, erlenmeyer 300 mL merk *pirex iwaki Agc iwaki made in Thailand cte33*, gelas piala, gelas arloji, corong, kertas seka.

### 3.3 Cara Kerja

1. Pengawetan contoh uji  
Contoh uji diawetkan dengan dimasukkan botol plastik (polyetilene) atau botol gelas. Contoh uji tersebut disaring dengan kertas saring berukuran pori 0,45 µm dan diasamkan dengan HNO<sub>3</sub> hingga pH<2.
2. Persiapan contoh uji  
Contoh uji sebanyak 100 mL dimasukkan dalam gelas piala 250 mL atau erlenmeyer 300 mL ditambahkan 5 mL HNO<sub>3</sub> ditutup dengan gelas arloji atau corong gelas kemudian dipanaskan sampai volumenya 10 mL-20 mL jika destruksi belum sempurna (tidak jernih) ditambahkan 5 mL HNO<sub>3</sub>.
3. Pembuatan larutan baku logam 100 mg/L  
Larutan baku 1000 mg/L dipipet 10 mL dimasukkan dalam labu ukur 100 mL kemudian ditepatkan dengan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan digojog sampai homogen.



4. Pembuatan larutan baku 10 mg/L

Larutan baku 100 mg/L dipipet 10 mL dimasukkan dalam labu ukur 100 mL kemudian ditepatkan dengan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan digojog sampai homogen.

5. Pembuatan kurva kalibrasi kobal, kadmium, besi dan mangan

Kurva kalibrasi dibuat dengan larutan standar kerja kobal, kadmium, besi dan mangan 100 mg/L dengan variasi konsentrasi standar 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 mg/L dibaca dengan menggunakan *inductively coupled plasma-optical emission spektrofotometer* (ICP-OES).

6. Pembuatan kurva kalibrasi arsen

Kurva kalibrasi dibuat dengan larutan standar kerja kobal, kadmium, besi dan mangan 100 mg/L dengan variasi konsentrasi standar 0,0; 0,1; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0  $\mu\text{g/L}$  dibaca dengan menggunakan *atomic absorption spectrophotometer* (AAS).

7. Pembuatan spike logam kobal, kadmium, besi dan mangan

Spike dibuat 0,01 mg/L untuk logam kobal, kadmium, besi dan mangan. Pembuatan spike dilakukan sebesar 2% dari volume contoh uji. Konsentrasi spike diukur dengan menggunakan *inductively coupled plasma-optical emission spektrofotometer* (ICP-OES).

8. Pembuatan spike logam arsen

Spike dibuat 0,001 mg/L atau 1 ppb untuk logam arsen. Pembuatan spike dilakukan sebesar 2% dari volume contoh uji. Konsentrasi spike diukur dengan menggunakan *atomic absorption spectrophotometer* (AAS).

9. Pengukuran konsentrasi kobal, kadmium, besi dan mangan

Alat *inductively coupled plasma-optical emission spektrofotometer* (ICP-OES) dinyalakan  $\pm 1$  jam. Menu diatur untuk pengukuran logam kobal, kadmium, besi dan mangan. Logam kobal dengan panjang gelombang 228,615 nm; logam kadmium 214,439 nm; logam besi 238,204 nm dan logam mangan dengan panjang gelombang 257,610 nm. Blangko logam yang telah dibuat diukur terlebih dahulu kemudian pembacaan sampel

dilakukan. Alat secara otomatis akan menampilkan data berupa konsentrasi logam.

10. Pengukuran konsentrasi logam arsen

Alat *atomic absorption spectrophotometer* (AAS) dinyalakan  $\pm 1$  jam. Menu diatur untuk pengukuran logam arsen. Blangko logam arsen yang telah dibuat diukur terlebih dahulu kemudian pembacaan sampel dilakukan. Alat secara otomatis akan menampilkan data berupa konsentrasi logam arsen dengan nilai absorbansi yang tertera pada alat dengan panjang gelombang 193,7 nm.

11. Penentuan *instrumental detection limit* (IDL)

Contoh uji yang telah didestruksi dibaca konsentrasinya sebanyak 10 kali. Logam kobal dengan panjang gelombang 228,615 nm; logam kadmium 214,439 nm; logam besi 238,204 nm dan logam mangan dengan panjang gelombang 257,610 nm sehingga didapatkan nilai *instrumental detection limit* (IDL).

12. Penentuan *method detection limit* (MDL)

Larutan spike dipipet sebanyak 2 mL dari larutan induk kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen dalam labu 100 mL, kemudian ditambahkan sampel hingga tanda batas dan digojog hingga homogen, kemudian dibaca setiap hari hingga 7 kali.

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Verifikasi merupakan kegiatan atau tindakan validasi metode tetapi hanya beberapa karakteristik performa saja. Verifikasi logam kobal (Co), kadmium (Cd), besi (Fe), mangan (Mn) dan arsen (As) pada air sungai di PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya bertujuan untuk meninjau kembali bahwa prosedur tersebut masih dapat digunakan secara berkala untuk menganalisis sampel. Verifikasi logam kobal (Co), kadmium (Cd), besi (Fe), mangan (Mn) menggunakan metode *APHA standard methods for the examination of water and wastewater ed, 23 rd (2017), part 3120 b* dengan alat ICP-OES sedangkan untuk parameter logam arsen (As) dengan *APHA standard methods for the examination of water and wastewater ed, 23 rd (2017), part 3114* dengan alat AAS.

Kegiatan ini digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja karena setiap laboratorium memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda.

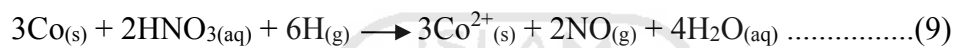
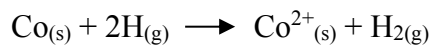
#### **4.1 Persiapan dan Destruksi Sampel Pengujian Logam**

Penentuan konsentrasi logam dilakukan dengan proses destruksi. Destruksi yang dilakukan yaitu dengan menggunakan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), penambahan ini bertujuan untuk menghilangkan senyawa-senyawa yang tidak diperlukan sampel (Wiyantoko, dkk., 2017). Penambahan asam nitrat juga berfungsi mengubah zat pengoksidasi. Sampel ditutup dengan kaca arloji bertujuan untuk mempercepat proses pemutusan senyawa-senyawa organik dalam sampel. Menurut Welna (2011) destruksi ini disebut dengan destruksi basah, destruksi ini baik digunakan untuk sampel organik, logam campuran. Destruksi basah juga meminimalkan kehilangan mineral akibat penguapan.

Berdasarkan penelitian Rusnawati, dkk., (2018) pada perbandingan metode destruksi basah dan kering terhadap analisis logam berat (Pb) pada tanaman rumput bebek (*lemna minor*) disimpulkan bahwa analisis menggunakan metode destruksi basah lebih baik dibandingkan dengan destruksi kering dengan jenis

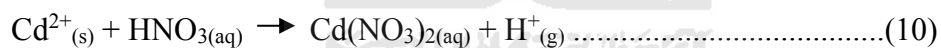
pelarut asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) dengan nilai %*recovery* mendekati 100%. Destruksi basah dilakukan pada penelitian ini dimaksudkan agar hasil analisis logam kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen memperoleh hasil yang valid. Destruksi basah digunakan untuk mengoksidasi bahan organik dari sampel atau mengekstraksi unsur-unsur dari matriks anorganik dengan penambahan asam pekat (Dwipa, dkk., 2019). Reaksi yang terjadi dalam proses destruksi yaitu:

1. Reaksi logam kobal (Co), logam kobal mudah larut dalam asam-asam encer pelarutan dalam asam nitrat dapat disertai pembentukan nitrogen oksida reaksi dalam persamaan 9:



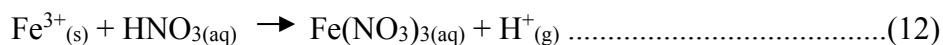
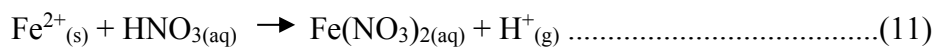
Kobal (Co) dalam pelarut air akan menjadi ion kobal (II). Kobal (Co) merupakan unsur transisi dengan konfigurasi elektron 3d<sup>7</sup> yang dapat membentuk kompleks. Kobal (Co) yang relatif stabil yaitu Co(II) dan Co(III). Kompleks kobal (Co) dapat terbentuk dengan berbagai macam ligan yaitu sulfadiazin dan sulfamerazin (Vogel, 1990).

2. Reaksi logam kadmium (Cd) yang dihasilkan dalam proses destruksi yaitu terdapat dalam persamaan 10:

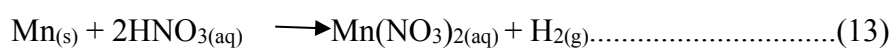


3. Reaksi logam besi (Fe) yang dihasilkan dalam proses destruksi yaitu dalam persamaan 11 dan 12:

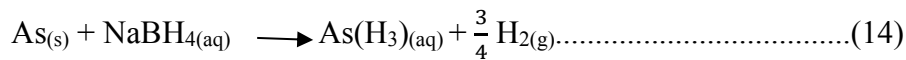
Fe<sup>2+</sup> atau besi (II) pada persamaan 11 dan Fe<sup>3+</sup> atau besi (III) pada persamaan 12:



4. Reaksi logam mangan (Mn) yang dihasilkan dalam proses destruksi apabila bereaksi dengan asam-asam encer akan cepat menghasilkan gas hidrogen yaitu dalam persamaan 13:



5. Reaksi logam arsen (As) yang dihasilkan dalam proses destruksi yaitu dalam persamaan 14:



**4.2 Penentuan Linieritas Logam Kobal (Co), Kadmium (Cd), Besi (Fe), Mangan (Mn) dan Arsen (As)**

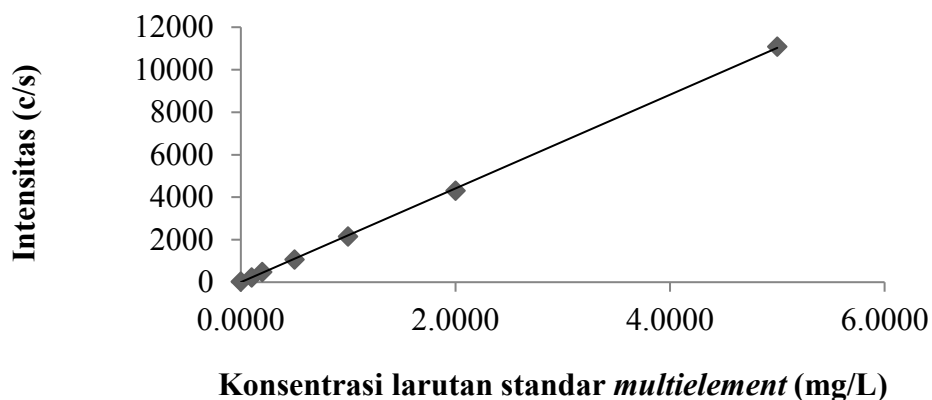
Kurva linieritas yaitu kurva menghubungkan antara respon (y) dengan konsentrasi (x) sehingga mendapatkan hasil yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel dengan rentang konsentrasi tertentu. Penentuan linieritas dilakukan dengan mempersiapkan larutan standar yaitu 5 tingkat atau lebih konsentrasi. Linieritas dinyatakan dalam istilah variasi dihitung berdasarkan persamaan matematik, yaitu persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi yang diperoleh (Riyanto, 2014).

**4.2.1 Linieritas Logam Kobal**

Nilai intensitas deret standar disajikan dalam Tabel 4.2.1 dan Gambar 4.2.1 yaitu sebagai berikut:

**Tabel 4.2.1 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Kobal (Co)**

<b>Konsentrasi standar (mg/L)</b>	<b>Intensitas (c/s)</b>
0,0	26,0593
0,1	223,366
0,2	475,228
0,5	1064,55
1,0	2143,85
2,0	4310,17
5,0	11083,3



**Gambar 4.2.1 Kurva Kalibrasi Logam Kobal (Co)**

Berdasarkan hasil yang terdapat pada Tabel 4.2 dan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa logam kobal (Co) dengan konsentrasi standar 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 mg/L memiliki persamaan garis  $y = 2211,0428x - 18,6648$  dengan koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,9999. Nilai intersep adalah sinyal dari blangko dengan nilai rendah yaitu semakin kecil nilai intersep maka gangguan, interaksi, interferensi, kontaminasi atau sumber bias lainnya juga semakin kecil. Nilai slope atau disebut dengan kemiringan merupakan ukuran sensitifitas dari metode pengujian, semakin besar nilai slope maka sensitifitas yang diberikan semakin tinggi atau respon instrumen cukup kuat untuk membaca konsentrasi sampel. Menurut Hadi.,dkk (2017) persamaan regresi linier yang diperoleh memiliki koefisien regresi linier ( $r \geq 0,995$ ) atau koefisien determinasinya ( $R^2 \geq 0,990$ ). Berdasarkan penelitian hasil nilai slope dan intersep memiliki nilai sensitifitas yang tinggi.

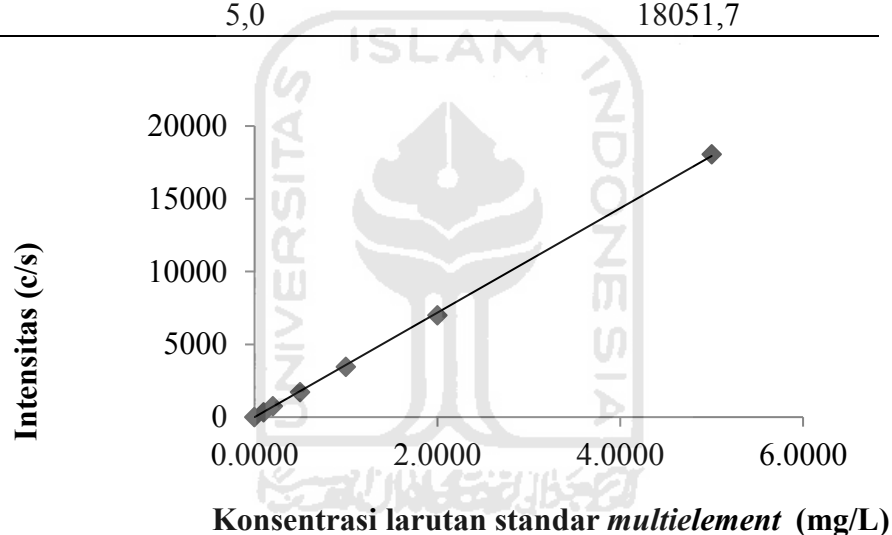
#### 4.2.2 Linieritas Logam Kadmium

Penentuan selanjutnya yaitu penentuan kurva kalibrasi logam kadmium (Cd). Konsentrasi variasi standar menggunakan APHA *standard methods for the examination of water and wastewater 23rd edition* (2019) yaitu dengan variasi 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 mg/L. Kurva kalibrasi dibuat dengan menmpakkan hasil pengukuran luas area dari larutan seri standar *multielement* dengan konsentrasi larutan yang dibuat secara bervariasi. Tujuannya untuk memperoleh persamaan garis linier (linieritas). Linieritas merupakan kemampuan

menunjukkan nilai hasil uji langsung atau diolah secara matematika, sebanding dengan konsentrasi tertentu (Panggabean, dkk., 2014). Hasil tersebut ditunjukkan pada Tabel 4.2.2 dan Gambar 4.2.2 yaitu sebagai berikut:

**Tabel 4.2.2 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Kadmium (Cd)**

Konsentrasi standar (mg/L)	Intensitas (c/s)
0,0	10,0327
0,1	337,109
0,2	744,384
0,5	1708,32
1,0	3463,05
2,0	6984,21
5,0	18051,7



**Gambar 4.2.2 Kurva Kalibrasi Logam Kadmium (Cd)**

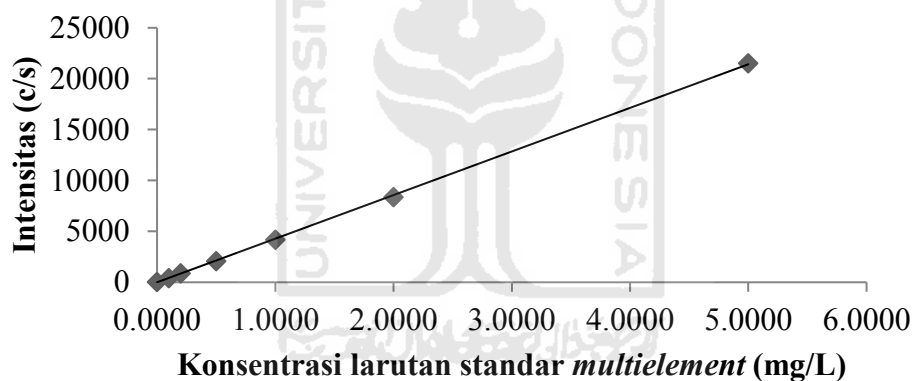
Berdasarkan hasil yang terdapat pada Tabel 4.2.2 dan Gambar 4.2.2 menunjukkan bahwa logam kadmium (Cd) dengan konsentrasi standar 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 mg/L memiliki persamaan garis  $y=3606,5464x-62,6860$  dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9999. Berdasarkan hasil apabila digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel dengan kandungan logam kadmium yang masuk rentang tersebut maka akan terbaca. Nilai intersep yang diperoleh kecil sehingga gangguan, interaksi, interferensi, dan kontaminasi juga semakin kecil. Nilai slope yang didapatkan besar maka sensitifitas yang diberikan semakin tinggi.

### 4.2.3 Linieritas Logam Besi

Analisis selanjutnya yaitu membuat kurva kalibrasi untuk logam besi (Fe). Kurva kalibrasi dibuat dengan konsentrasi standar 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 mg/L yaitu dapat dilihat pada Tabel 4.2.3 dan Gambar 4.2.3 yaitu sebagai berikut:

**Tabel 4.2.3 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Besi (Fe)**

Konsentrasi standar (mg/L)	Intensitas (c/s)
0,0	42,3001
0,1	432,784
0,2	900,342
0,5	2077,88
1,0	4185,22
2,0	8381,46
5,0	21515,5



**Gambar 4.2.3 Kurva Kalibrasi Logam Besi (Fe)**

Kurva kalibrasi dihasilkan antara konsentrasi dengan intensitas yang didapatkan kemudian dicari persamaan regresi liniernya dan diketahui nilai koefisien korelasi ( $r$ ) dan nilai koefisien determinasinya ( $r^2$ ). Berdasarkan kurva kalibrasi dengan rentang variasi konsentrasi yang digunakan pada penentuan linearitas logam besi sesuai dengan APHA *standard methods for the examination of water and wastewater 23rd edition* (2017) diperoleh persamaan garis sebesar  $y=4293,8008x-35,7087$  dan nilai koefisien korelasi sebesar  $r=0,9999$  dan koefisien determinasi sebesar ( $r^2$ ) 0,9999 dan menurut Asiah (2017) linieritas harus memiliki syarat keberterimaan ( $r$ )  $\geq 0,995$  sehingga pada penelitian logam besi parameter kurva kalibrasi telah memenuhi syarat keberterimaan.

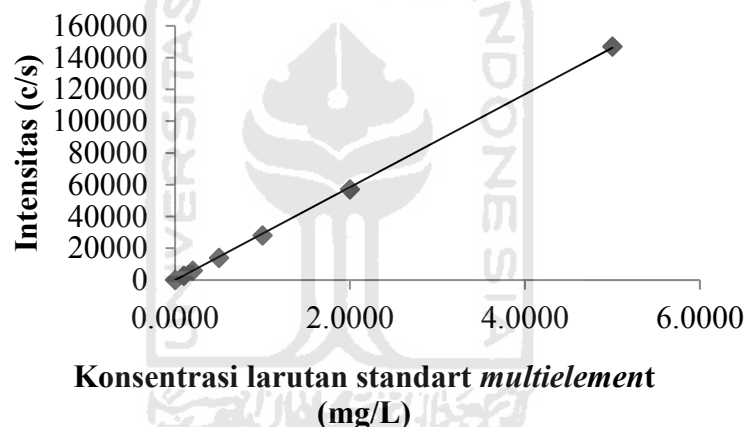


#### 4.2.4 Linieritas Logam Mangan

Penentuan kurva kalibrasi selanjutnya yaitu penentuan kalibrasi logam mangan (Mn) yang dapat dilihat pada Tabel 4.2.4 dan Gambar 4.2.4

**Tabel 4.2.4 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Mangan (Mn)**

Konsentrasi standar (mg/L)	Intensitas (c/s)
0,0	60,0082
0,1	2776,18
0,2	6063,34
0,5	13979,6
1,0	28235,9
2,0	57247,6
5,0	146978



**Gambar 4.2.4 Kurva Kalibrasi Logam Mangan (Mn)**

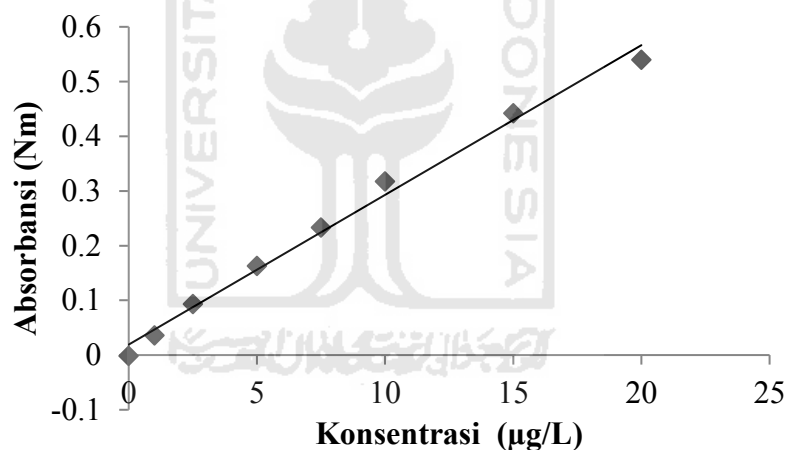
Berdasarkan hasil yang terdapat pada Tabel 4.2.4 dan Gambar 4.2.4 menunjukkan bahwa logam mangan (Mn) dengan konsentrasi standar 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 mg/L memiliki persamaan garis  $y=29375,5441x- 42,0229$  dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9999 dan koefisien determinasi sebesar 0,9999. Persamaan regresi linier logam mangan telah memenuhi syarat keberterimaan seperti pada penelitian Asiah (2017) yaitu deret standar yang digunakan minimal tiga konsentrasi yang berbeda secara proporsional, koefisien korelasi regresi linier  $\geq 0,995$  dan koefisien determinasi  $\geq 0,990$  sehingga kurva kalibrasi dapat digunakan untuk melakukan analisis logam mangan.

#### 4.2.5 Linieritas Logam Arsen

Penentuan kurva kalibrasi logam arsen (As) dapat dilihat pada Tabel 4.2.5 dan Gambar 4.2.5

**Tabel 4.2.5 Absorbansi Larutan Standar Deret Logam Arsen (As)**

Konsentrasi standar (mg/L)	Absorbansi (Nm)
0,0	-0,0018
1,00	0,0360
2,50	0,0934
5,00	0,1628
7,50	0,2331
10,00	0,3176
15,00	0,4417
20,00	0,5398



**Gambar 4.2.5 Kurva Kalibrasi Logam Arsen (As)**

Berdasarkan data pada Tabel 4.2.5 dan Gambar 4.2.5 korelasi ditunjukkan dengan adanya keterkaitan antara konsentrasi larutan dengan absorbansi yang dihasilkan, yaitu semakin besar konsentrasi maka absorbansi yang diperoleh akan semakin besar juga. Variasi konsentrasi standar yaitu 0,0; 0,1; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0 µg/L. Persamaan regresi linier yaitu  $y=0,0295x+0,0103$  dengan koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,9982. Nilai kurva kalibrasi logam arsen dilihat dari Tabel 4.2.5 dan Gambar 4.2.5 telah memenuhi syarat keberterimaan.

**Tabel 4.2.6 Persamaan Garis dan Nilai Koefisien Korelasi Logam**

<b>Nama logam</b>	<b>Persamaan regresi linier</b>	<b>Nilai r</b>
Kobal (Co)	$y = 2211,0428 x - 18,6648$	0,9999
Kadmium (Cd)	$y = 3606,5464 x - 62,6860$	0,9999
Besi (Fe)	$y = 4293,8008 x - 35,7087$	0,9999
Mangan (Mn)	$y = 29375,5441 x - 542,0229$	0,9999
Arsen (As)	$y = 0,0295 x + 0,0103$	0,9982

Berdasarkan hasil yang didapat pada Tabel 4.2.6 menunjukkan bahwa logam kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen dijamin linieritasnya dengan nilai koefisien korelasi melebihi batas yang direkomendasikan. Hasil ini layak diterima karena nilai koefisien korelasinya  $\geq 0,995$  (SNI 6989-84, 2019). Menurut Bridgewater, dkk (2017) layak diterima yaitu menghasilkan koefisien korelasi mendekati 1 sehingga dapat dikatakan telah memenuhi syarat keberterimaan sehingga metode yang digunakan pada rentang konsentrasi yang diukur adalah baik.

#### **4.3 Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantitation (LOQ)**

Penentuan *limit of detection* (LOD) dilakukan dengan membuat larutan standar 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 mg/L untuk logam kobal, kadmium, besi dan mangan dan rentang konsentrasi 0,0; 0,1; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0  $\mu\text{g/L}$  untuk logam arsen. Berdasarkan hasil regresi linier diperoleh nilai *limit of detection* (LOD) dan tercantum pada Tabel 4.3. Nilai *limit of detection* (LOD) menunjukkan konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang masih dapat dideteksi oleh alat. Hasil konsentrasi sampel yang berada dibawah nilai *limit of detection* (LOD) maka tidak akan terdeteksi oleh alat. Menurut Riyanto (2014) nilai *limit of detection* (LOD) yaitu konsentrasi terendah yang ditetapkan suatu metode dengan mengaplikasikan secara lengkap metode tersebut.

Penentuan *limit of quantitation* (LOQ) dalam penelitian ini menggunakan  $10 \times \text{SD}$ . *Limit of quantitation* (LOQ) adalah konsentrasi terendah dari analit di dalam sampel yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang diterima (Riyanto, 2014). Nilai *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ) dapat dilihat pada Tabel 4.3

**Tabel 4.3 *Limit of Detection (LOD)* dan *Limit of Quantitation (LOQ)***

<b>Nama logam</b>	<b><i>limit of detection</i>(mg/L)</b>	<b><i>limit of quantitation</i>(mg/L)</b>
Kobal (Co)	0,0030	0,0100
Kadmium (Cd)	0,0030	0,0100
Besi (Fe)	0,0030	0,0100
Mangan (Mn)	0,0030	0,0110
Arsen (As)	0,0003	0,0010

Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.3 nilai *limit of quantitation* (LOQ) dan *limit of detection* (LOD). Nilai *limit of detection* (LOD) menunjukkan lebih besar dari konsentrasi sampel maka dapat dikatakan bahwa konsentrasi sampel tidak terdeteksi. Nilai nilai *limit of quantitation* (LOQ) menunjukkan nilai analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur dengan akurat dan presisi oleh instrumen. Nilai yang dihasilkan *limit of quantitation* (LOQ) dan *limit of detection* (LOD) baik karena syarat keberterimaan nilai *limit of detection* (LOD) lebih kecil dibandingkan dengan *limit of quantitation* (LOQ). Nilai *limit of detection* (LOD) logam kobal, kadmium, besi dan mangan yaitu 0,0030 mg/L dan logam arsen sebesar 0,0003 mg/L artinya jumlah analit terkecil didalam sampel masih dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikan pada *instrumen* tersebut.

Nilai *limit of quantitation* (LOQ) logam kobal, kadmium, dan besi sebesar 0,0100 mg/L; logam mangan sebesar 0,0110 mg/L dan logam arsen sebesar 0,0010 mg/L artinya kuantitas terkecil yang terdapat pada sampel memenuhi kriteria seksama dan cermat. Berdasarkan hasil perhitungan dapat dikatakan memenuhi syarat keberterimaan sesuai dengan APHA 2017. Respon dari metode juga masih dapat dideteksi meskipun kandungan analit yang terlalu kecil. Nilai presisi dinyatakan baik dan telah memasuki rentang yang telah ditetapkan yaitu <2% (Riyanto, 2016).

#### **4.4 Penentuan Presisi (keterulangan)**

Presisi akan memenuhi syarat jika % CV percobaan (%RSD) lebih kecil dari  $2/3\%CV_{Horwitz}$  (Sukaryono, dkk., 2017). Menurut Riyanto (2016) pengukuran presisi dilakukan dengan menganalisa sampel secara berulang-ulang kurang lebih

tiga kali pengulangan dan menghitung nilai simpangan baku sehingga diperoleh koefisien korelasi.

#### 4.4.1 Nilai Presisi Logam Kobal

Nilai presisi logam kobal dilakukan dengan menghitung replikasi sampel yang telah ditambahkan spike dan dibaca sebanyak 7 kali, dapat dilihat pada Tabel 4.4.1 yaitu sebagai berikut :

**Tabel 4.4.1 Nilai Presisi Uji Logam Kobal**

Replikasi	Konsentrasi sampel AP 2+ spike (mg/L)	Konsentrasi sampel AP 1 + spike (mg/L)
1	0,0102	0,0090
2	0,0102	0,0097
3	0,0117	0,0070
4	0,0113	0,0099
5	0,0097	0,0102
6	0,0090	0,0090
7	0,0090	0,0090
Rata-rata	0,010	0,009
Standar Deviasi (SD)	0,00105	0,00105
%RSD	10,31	11,55
$2/3CV_{Horwitz}$	32,00	32,00

Berdasarkan Tabel 4.4.1 menunjukkan bahwa hasil pengujian presisi logam kobal memenuhi syarat keberterimaan presisi reproduibilitas yaitu  $\%RSD < 2/3CV_{Horwitz}$  pada sampel AP 2 sebesar  $10,31\% < 32\%$ . Berdasarkan hasil tersebut dikatakan bahwa penentuan logam kobal dalam sampel air sungai memiliki presisi atau keterulangan yang baik.

#### 4.4.2 Nilai Presisi Logam Kadmium

Nilai presisi logam kadmium menunjukkan ketelitian penentuan logam kadmium dengan metode yang dipakai, dinyatakan sebagai persentase koefisien variasi (%KV). Hasil presisi dinyatakan nilai  $\%KV < 2/3 KV_{Horwitz}$ . Penelitian ini menggunakan sampel air diukur berulang kali ( $n=7$ ) dengan kondisi pengukuran yang sama.

Penentuan presisi uji logam kadmium dapat dilihat pada Tabel 4.4.2

**Tabel 4.4.2 Nilai Presisi Uji Logam Kadmium**

Replikasi	Konsentrasi sampel AP 2 + spike (mg/L)	Konsentrasi sampel AP 1+ spike (mg/L)
1	0,0102	0,0102
2	0,0102	0,0102
3	0,0117	0,0117
4	0,0113	0,0113
5	0,0097	0,0097
6	0,0090	0,0090
7	0,0090	0,0090
Rata-rata	0,010	0,010
Standar Deviasi (SD)	0,00105	0,00105
%RSD	10,31	10,31
2/3CV <sub>Horwitz</sub>	32,00	32,00

Berdasarkan Tabel 4.4.2 menunjukkan bahwa hasil pengujian presisi logam kadmium memenuhi syarat keberterimaan presisi reproduibilitas yaitu  $\%RSD < 2/3CV_{Horwitz}$  pada sampel AP 2 dan AP 1 sebesar  $10,31\% < 32\%$ . Hasil tersebut dikatakan bahwa penentuan logam kadmium dalam sampel air sungai memiliki presisi atau keterulangan yang baik. Hasil konsentrasi sampel yang didapatkan berada dibawah nilai LOD, sehingga verifikasi metode parameter presisi penentuan logam dapat digunakan sebagai parameter uji di laboratorium.

#### 4.4.3 Nilai Presisi Logam Besi

Nilai presisi pada pengujian logam besi menggunakan replikasi sebanyak 7 kali dengan membaca spike sehingga diperoleh rata-rata, standar deviasi, %RSD dan  $2/3CV_{Horwitz}$ . Pengujian ini menggunakan syarat APHA *standard methods for the examination of water and wastewater 23rd edition* (2017). Presisi yaitu keterulangan metode uji *Laboratory fortified matrik duplicate* (LFMD) disebut juga dengan duplikat dari spike matrik sehingga perhitungan penelitian ini menggunakan acuan tersebut. Nilai presisi penelitian ini terdiri dari sampel AP 1 dan AP 2.

Penentuan presisi uji logam besi dapat dilihat pada Tabel 4.4.3

**Tabel 4.4.3 Nilai Presisi Uji Logam Besi**

Replikasi	Konsentrasi sampel AP 2 + spike (mg/L)	Konsentrasi sampel AP 1 + spike (mg/L)
1	0,0100	0,0100
2	0,0102	0,0112
3	0,0090	0,0090
4	0,0112	0,0112
5	0,0090	0,0090
6	0,0090	0,0090
7	0,0090	0,0090
Rata-rata	0,010	0,010
Standar Deviasi (SD)	0,00104	0,00104
%RSD	10,66	10,66
2/3CV <sub>Horwitz</sub>	32,00	32,00

Berdasarkan Tabel 4.4.3 menunjukkan bahwa hasil pengujian presisi logam besi memenuhi syarat keberterimaan presisi reproduisibilitas yaitu  $\%RSD < 2/3CV_{Horwitz}$  pada sampel AP 2 dan AP 1 sebesar  $10,66\% < 32\%$ .

#### 4.4.4 Nilai Presisi Logam Mangan

Penentuan presisi uji logam mangan dapat dilihat pada Tabel 4.4.4

**Tabel 4.4.4 Nilai Presisi Uji Logam Mangan**

Replikasi	Konsentrasi sampel AP 2 + spike (mg/L)	Konsentrasi sampel AP 1 + spike (mg/L)
1	0,0108	0,0108
2	0,0106	0,0106
3	0,0117	0,0117
4	0,0112	0,0112
5	0,0097	0,0097
6	0,0090	0,0090
7	0,0090	0,0090
Rata-rata	0,010	0,010
Standar Deviasi (SD)	0,00107	0,00107
%RSD	10,39	10,39
2/3CV <sub>Horwitz</sub>	32,00	32,00

Berdasarkan Tabel 4.4.4 menunjukkan bahwa hasil pengujian presisi logam mangan memenuhi syarat keberterimaan presisi reproduibilitas yaitu  $\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$  pada sampel AP 2 dan AP 1 sebesar  $10,39\% < 32\%$ . Repeatabilitas atau stabilitas instrumen yang diungkapkan dalam  $\%RSD$  didefinisikan sebagai kedekatan antara hasil-hasil pengukuran yang berurutan untuk besaran ukur yang sama yang dilakukan pada kondisi yang sama. Nilai  $\%RSD \leq 0,5$  nilai Horwitz, repeatabilitas memenuhi kriteria batas keberterimaan (Hadi, dkk, 2017).

Menurut SNI 6989 (2019) yang mengacu pada *standar methods for the examination of water and wastewater 23<sup>rd</sup> edition* (2017) apabila hasil pengukuran dan duplikat pengukuran dibawah MDL, maka perhitungan  $\%RPD$  dilakukan dengan *laboratory fortified matrik duplicate* (LFMD). *Laboratory fortified matrik duplicate* (LFMD) disebut juga dengan duplikat dari spike matrik sehingga perhitungan penelitian ini menggunakan acuan tersebut logam mangan memenuhi syarat berterimaan dan dapat dilakukan sebagai parameter uji di Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya.

#### 4.4.5 Nilai Presisi Logam Arsen

Penentuan presisi uji logam arsen dapat dilihat pada Tabel 4.4.5

**Tabel 4.4.5 Nilai Presisi Uji Logam Arsen**

Replikasi	Konsentrasi sampel AP 2 + spike (mg/L)	Konsentrasi sampel AP 1 + spike (mg/L)
1	0,0009	0,0009
2	0,0008	0,0011
3	0,0010	0,0012
4	0,0011	0,0009
5	0,0009	0,0008
6	0,0010	0,0009
7	0,0008	0,0008
Rata-rata	0,001	0,001
Standar Deviasi (SD)	0,00011	0,00015
$\%RSD$	11,98	16,03
$2/3 CV_{Horwitz}$	45,25	45,25



Berdasarkan Tabel 4.4.5 menunjukkan bahwa hasil pengujian presisi logam arsen memenuhi syarat keberterimaan presisi reproduisibilitas yaitu  $\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$  pada sampel AP 2 sebesar  $11,98\% < 45,25\%$  dan AP 1 sebesar  $16,03\% < 45,25\%$ .

Menurut SNI 6989 (2019) yang mengacu pada *standar methods for the examination of water and wastewater 23<sup>rd</sup> edition* (2017) apabila hasil pengukuran dan duplikat pengukuran dibawah MDL, maka perhitungan %RPD dilakukan dengan *laboratory fortified matrik duplicate* (LFMD). *Laboratory fortified matrik duplicate* (LFMD) disebut juga dengan duplikat dari spike matrik sehingga perhitungan penelitian ini menggunakan acuan tersebut serta hasil presisi logam kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen memenuhi syarat.

#### **4.5 Penentuan Akurasi (ketepatan)**

Menurut Riyanto (2014) akurasi yaitu derajat kedekatan hasil analisis dengan konsentrasi analit yang sebenarnya. Akurasi disebut juga dengan persen perolehan kembali (*%recovery*). Penentuan kontrol akurasi dilakukan dengan spike matrik atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5%-10% setiap satu seri pengukuran atau minimal satu kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10. Penelitian ini menggunakan persen temu balik untuk spike yaitu sebesar 85%-115%. Volume spike yang ditambahkan yaitu maksimal 5% dari volume contoh uji. Hasil akhir konsentrasi contoh uji yang diperkaya (spike) yaitu berkisar 2 kali-5 kali konsentrasi contoh uji, sehingga didapatkan konsentrasi yang berada pada kisaran tersebut.

##### **4.5.1 Nilai %Recovery Logam Kobal**

Nilai *%recovery* logam kobal menggunakan metode APHA *standar methods for the examination of water and wastewater 23<sup>rd</sup> edition* (2017). Parameter uji di Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya harus memenuhi syarat keberterimaan agar dapat melakukan pengujian secara rutin analisis logam sesuai metode APHA *standar methods for the examination of water and wastewater 23<sup>rd</sup> edition* (2017). Uji akurasi dilakukan

penambahan spike pada sampel. Hasil %*recovery* penentuan logam kobal (Co) dapat dilihat pada Tabel 4.5.1 yaitu sebagai berikut:

**Tabel 4.5.1 Hasil %*Recovery* Logam Kobal (Co)**

1. Sampel AP 2

Replikasi	C sampelAP 2 + spike (mg/L)	C sampelAP 1 + spike (mg/L)	C spike (mg/L)	% <i>Recovery</i> AP 2	% <i>Recovery</i> AP 1
1	0,0102	0,0090	0,01	102,00	90,00
2	0,0102	0,0097	0,01	102,00	97,00
3	0,0117	0,0070	0,01	117,00	70,00
4	0,0113	0,0099	0,01	113,00	99,00
5	0,0097	0,0102	0,01	97,00	102,00
6	0,0090	0,0090	0,01	90,00	90,00
7	0,0090	0,0090	0,01	90,00	90,00
Rata-rata	0,010	0,009	0,01	101,57	91,14
SD	0,00105	0,00105			
2/3CVHorwitz	32,00	32,00			
%RSD	10,31	11,55			

Berdasarkan Tabel 4.5.1 %*recovery* logam kobal (Co) sampel AP 2 memenuhi syarat keberterimaan persen temu balik untuk spike matrik yaitu 85%-115% sesuai dengan APHA (2019). Perbandingan spike logam kobal (Co) untuk sampel AP 1 dapat dilihat pada tabel 4.5.1 hasil pengujian spike logam kobal (Co) pada sampel AP 1 tidak jauh berbeda dengan sampel AP 2. Kedua pengujian logam kobal dengan sampel AP 2 dan AP 1 memenuhi kisaran persen temu balik untuk spike matrik yaitu 85%-115%. Hasil dikatakan bahwa hasil tersebut masuk dalam rentang syarat keberterimaan sehingga metode yang digunakan memiliki tingkat akurasi yang baik.

#### 4.5.2 Hasil %*Recovery* Logam Kadmium

Analisis selanjutnya yaitu penentuan temu balik logam kadmium sampel menggunakan metode APHA (2017). Sampel terdiri dari sampel AP 1 dan AP 2 dengan satu aliran sungai. Volume spike yang ditambahkan yaitu 2% dari contoh uji dan penentuan ini menggunakan syarat keberterimaan maksimal 5% dari volume contoh uji. Konsentrasi contoh uji yang diperkaya (spike) yaitu berkisar 2 kali-5 kali konsentrasi contoh uji, sehingga didapatkan konsentrasi yang berada

pada kisaran tersebut. Persen temu balik untuk spike matrik yaitu 85%-115%. Hasil persen temu balik dapat dilihat pada Tabel 4.5.2

**Tabel 4.5.2 Hasil %Recovery Logam Kadmium (Cd)**

Replikasi	C sampel spike AP 2 (mg/L)	C sampel spike AP 1 (mg/L)	C spike (mg/L)	% Recovery AP 2	% Recovery AP 1
1	0,0102	0,0102	0,01	102,00	102,00
2	0,0102	0,0102	0,01	102,00	102,00
3	0,0117	0,0117	0,01	117,00	117,00
4	0,0113	0,0113	0,01	113,00	113,00
5	0,0097	0,0097	0,01	97,00	97,00
6	0,0090	0,0090	0,01	90,00	90,00
7	0,0090	0,0090	0,01	90,00	90,00
Rata-rata	0,010	0,010	0,01	101,57	101,57
SD	0,00105	0,00105			
2/3CV Horwitz	32,00	32,00			
%RSD	10,31	10,31			

Berdasarkan Tabel 4.5.3 dapat kedua pengujian logam kadmium dengan sampel AP 2 dan AP 1 memenuhi kisaran persen temu balik untuk spike matrik yaitu 85%-115%. Menurut Asiah (2017) kontrol akurasi pada penelitian pemetaan kompetensi laboratorium lingkungan melalui program uji profisiensi logam berat dalam air yaitu dengan spike matrik hingga hasil %R=100%. Hasil penelitian yang dilakukan dikatakan bahwa hasil tersebut masuk dalam rentang syarat keberterimaan sehingga metode yang digunakan memiliki tingkat akurasi yang baik.

#### 4.5.3 Hasil %Recovery Logam Besi

Penentuan temu balik logam besi sampel menggunakan metode APHA *standard methods for the examination of water and wastewater 23<sup>rd</sup> edition* (2017). Sampel terdiri dari sampel AP 1 dan AP 2 dengan satu aliran sungai. Volume spike yang ditambahkan yaitu maksimal 5% dari volume contoh uji. Akurasi akan menunjukkan seberapa dekat pengukuran dengan nilai sebenarnya. Penentuan kontrol akurasi dilakukan dengan spike matrik atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5%-10% setiap satu seri pengukuran atau minimal satu kali

untuk jumlah contoh uji kurang dari 10. Penelitian ini menggunakan persen temu balik untuk spike yaitu sebesar 85%-115%. Hasil dapat dilihat pada Tabel 4.5.3 yaitu sebagai berikut :

**Tabel 4.5.3 Hasil %recovery logam besi (Fe)**

1. Sampel AP 2

Replikasi	C sampel + spike (mg/L)	C sampel + spike (mg/L)	C spike (mg/L)	% Recovery AP 2	% Recovery AP 1
1	0,0102	0,0102	0,01	102,00	102,00
2	0,0102	0,0102	0,01	102,00	102,00
3	0,0117	0,0117	0,01	117,00	102,00
4	0,0113	0,0113	0,01	113,00	117,00
5	0,0097	0,0097	0,01	97,00	113,00
6	0,0090	0,0090	0,01	90,00	90,00
7	0,0090	0,0090	0,01	90,00	90,00
Rata-rata	0,010	0,010	0,01	101,57	101,57
SD	0,00105	0,00105			
2/3CVHorwitz	32,00	32,00			
%RSD	10,31	10,31			

Berdasarkan Tabel 4.5.3 %recovery logam besi memenuhi keberterimaan. Rerata yang dihasilkan yaitu 0,010 dengan standar deviasi 0,00105 dan %RSD < 2/3CVHorwitz. Hasil spike berada pada rentang 85%-115%. Menurut Asiah (2017) kontrol akurasi pada penelitian pemetaan kompetensi laboratorium lingkungan melalui program uji profisiensi logam berat dalam air yaitu dengan spike matrik hingga hasil %R = 100%.

#### 4.5.4 Hasil %Recovery Logam Mangan

Volume spike yang ditambahkan yaitu maksimal 5% dari volume contoh uji. Hasil pengukuran dibaca 7 kali pengulangan, sampel yang telah ditambahkan spike kemudian dihitung terhadap hasil yang diharapkan, apabila hasil menunjukkan kesalahan maka dapat berupa kesalahan sistematis dan kesalahan acak. Penyebab dari kesalahan yaitu kesalahan dalam penggunaan alat ukur, kesalahan preparasi dan kesalahan hitung. Kesalahan sistemik dapat berupa

standar, kalibrasi atau instrumen yang tidak baik. Pengujian spike mangan dapat dilihat pada Tabel 4.5.4

**Tabel 4.5.4 Hasil %Recovery Logam Mangan (Mn)**

Replikasi	C sampel AP 2+ spike (mg/L)	C sampel AP 1+ spike (mg/L)	C spike (mg/L)	% Recovery AP 2	% Recovery AP 1
1	0,0108	0,0108	0,01	108,00	108,00
2	0,0106	0,0106	0,01	106,00	106,00
3	0,0117	0,0117	0,01	117,00	117,00
4	0,0112	0,0112	0,01	112,00	112,00
5	0,0097	0,0097	0,01	97,00	97,00
6	0,0090	0,0090	0,01	90,00	90,00
7	0,0090	0,0090	0,01	90,00	90,00
Rata-rata	0,010	0,010	0,01	102,86	102,86
SD	0,00105	0,00105			
2/3CVHorwitz	32,00	32,00			
%RSD	10,39	10,39			

Berdasarkan pengujian logam mangan, kedua pengujian logam mangan dengan sampel AP 2 dan AP 1 memenuhi kisaran persen temu balik untuk spike matrik yaitu 85%-115%.

#### 4.5.5 Hasil %Recovery Logam Arsen

Penelitian logam arsen menggunakan kisaran temu balik untuk standar karena hasil konsentrasi yang didapatkan pada dibawah nol atau minus sehingga untuk kisaran temu balik menggunakan standar terkecil yang dipakai pada pengujian arsen yaitu 0,001 mg/L atau 1 ppb. Pengukuran logam ini menggunakan *atomic absorption spectrophotometer* karena logam mudah termolisis sekitar 1000 K sehingga dapat membebaskan elemen yang sesuai dalam keadaan atom dan hasil terbaca.

Logam arsen (As) merupakan logam yang sulit direduksi menjadi atom sehingga *atomic absorption spectrophotometer* cocok digunakan dalam penelitian ini. Penelitian ini menggunakan syarat keberterimaan 85%-115% menurut APHA (2019).

Analisis selanjutnya yaitu pengujian logam arsen yang dapat dilihat pada Tabel 4.5.5

**Tabel 4.25 Hasil %Recovery Logam Arsen (As)**

1. Sampel AP 2

Replikasi	Abs. sampel + spike (mg/L)	Abs. sampel + spike (mg/L)	C spike (mg/L)	% Recovery	% Recovery
1	0,0009	0,0009	0,001	90,00	90,00
2	0,0008	0,0011	0,001	80,00	110,00
3	0,0110	0,0012	0,001	100,00	120,00
4	0,0011	0,0009	0,001	110,00	90,00
5	0,0009	0,0008	0,001	90,00	80,00
6	0,0010	0,0009	0,001	100,00	90,00
7	0,0008	0,0008	0,001	80,00	80,00
Rata-rata	0,001	0,001	0,001	92,86	94,29
SD	0,00011	0,00105			
2/3CVHorwitz	45,25	45,25			
%RSD	11,98	16,03			

Berdasarkan hasil % recovery logam arsen pada Tabel 4.5.5 kisaran persen temu balik yaitu berada pada 85%-115% sehingga hasil sesuai dengan persyaratan menurut APHA (2019).

**4.6 Penentuan Konsentrasi Logam Kobal (Co), Kadmium (Cd), Besi (Fe), Mangan (Mn) dan Arsen (As)**

Penentuan konsentrasi logam kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen dilakukan dengan acuan APHA *standard methods for the examination of water and wastewater* 23<sup>rd</sup> edition (2017). Konsentrasi logam kobal, kadmium, besi, mangan dan arsen dilakukan perbandingan dengan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air. Pembacaan konsentrasi logam kobal, kadmium, besi dan mangan dengan *coupled plasma-optical emission spektrometer* (ICP-OES) sedangkan logam arsen menggunakan *atomic absorption spectrophotometer*.

Konsentrasi logam kobal dapat dilihat pada Tabel 4.6

**Tabel 4.6 Hasil Konsentrasi Logam**

	Co(mg/L)	Cd(mg/L)	Fe(mg/L)	Mn(mg/L)	As(mg/L)
Pembacaan ICP	0,0004	0,0003	0,1139	0,0316	0,0000
Blangko	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
Volume labu (mL)	100	100	100	100	100
Volume contoh (mL)	95	95	95	95	95
Pengenceran	1	1	1	1	1
Konsentrasi kobal (Co) (mg/L)	0,0000	0,0000	0,120	0,033	0,0000
Rata-rata	0,0000	0,0000	0,12	0,03	0,0000
Hasil akhir	<0,003	<0,002	0,12	0,03	<0,001

Berdasarkan Tabel 4.6 konsentrasi logam kobal diperoleh 0,0000 mg/L; logam kadmium sebesar 0,0000 mg/L; logam besi 0,1200 mg/L; logam mangan 0,033 dan logam arsen 0,0000 mg/L.

Menurut Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 syarat keberterimaan konsentrasi logam kobal sebesar 0,2 mg/L; logam kadmium sebesar 0,01mg/L; logam besi sebesar 0,3 mg/L; logam mangan sebesar 0,1 mg/L dan logam arsen sebesar 0,05 mg/L sehingga dari hasil penelitian konsentrasi logam air sungai memenuhi syarat keberterimaan baku mutu Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001.

#### **4.7 Penentuan *Instrument Detection Limit* (IDL)**

Cara penentuannya yaitu larutan blanko yang telah dipreparasi dianalisa dicatat konsentrasinya, setelah pembacaan larutan 10 kali didapatkan nilai *instrument detection limit* (IDL). Larutan spike dilakukan berdasarkan nilai *instrument detection limit* (IDL) dan dibaca konsentrasi sebanyak 7 kali. Nilai *instrument detection limit* (IDL) digunakan untuk menentukan estimasi konsentrasi untuk menentukan *methode detection limit* (MDL) (Napitupulu, dkk., 2019). Berdasarkan hasil penelitian verifikasi logam kobal sampel MHPS AP 2 standar deviasi (SD) sebesar 0,00105 dengan nilai *instrument detection limit*

(IDL) 0,001 ppm sedangkan sampel MHPS AP 1 didapatkan nilai standar deviasi (SD) 0,00105 dengan nilai *instrument detection limit* (IDL) 0,001 ppm.

Verifikasi logam kadmium didapatkan untuk sampel MHPS AP 2 standar deviasi (SD) sebesar 0,00105 dengan nilai *instrument detection limit* (IDL) 0,001 ppm sedangkan sampel MHPS AP 1 didapatkan nilai standar deviasi (SD) 0,00105 dengan nilai *instrument detection limit* (IDL) 0,001 ppm. Logam kadmium. Logam besi diperoleh untuk sampel MHPS AP 2 standar deviasi (SD) sebesar 0,00104 dengan nilai *instrument detection limit* (IDL) 0,001 ppm sedangkan sampel MHPS AP 1 didapatkan nilai standar deviasi (SD) 0,00104 dengan nilai *instrument detection limit* (IDL) 0,001 ppm.

Logam mangan untuk sampel MHPS AP 2 standar deviasi (SD) sebesar 0,00107 dengan nilai *instrument detection limit* (IDL) 0,001 ppm sedangkan sampel MHPS AP 1 didapatkan nilai standar deviasi (SD) 0,00102 dengan nilai *instrument detection limit* (IDL) 0,001 ppm. Verifikasi logam arsen didapatkan sampel MHPS AP 2 standar deviasi (SD) sebesar 0,00011 dengan nilai *instrument detection limit* (IDL) 0,0000 ppm sedangkan sampel MHPS AP 1 didapatkan nilai standar deviasi (SD) 0,00015 dengan nilai *instrument detection limit* (IDL) 0,0000 ppm. Semakin kecil nilai *instrument detection limit* (IDL), maka kemampuan peralatan lebih sensitif dalam membaca konsentrasi analit sehingga pada penelitian yang dilakukan memenuhi dikarenakan hasil *instrument detection limit* (IDL) logam diperoleh dengan konsentrasi yang kecil (Hadi, 2017).

#### **4.8 Penentuan *Methode Detection Limit* (MDL)**

##### **4.8.1 *Methode Detection Limit* (MDL) Logam Kobal**

*Methode detection limit* (MDL) dilakukan dengan spike matrik. Konsentrasi targer yaitu sebesar 0,01 mg/L. *Methode detection limit* (MDL) diperoleh dari hasil  $3,14 \times SD$ . Hasil terdiri dari *high check* (HC), *low check* (LC), *signal/noise* (S/N), *%recovery*, regulasi yang dibandingkan dengan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air dan %RSD. *Methode detection limit* (MDL) digunakan untuk mengetahui metode yang telah digunakan telah sesuai atau tidak sesuai dengan



metode APHA *standard methods for the examination of water and wastewater 23rd edition* (2017).

Syarat keberterimaan MDL adalah  $10 \text{ MDL} > \text{kadar spike} > \text{MDL}$ . Hasil analisis MDL logam kobal dapat dilihat pada Tabel 4.8.1.1

**Tabel 4.8.1.1 Hasil Analisis *Method Detection Limit* (MDL) Logam Kobal**

1. Sampel AP 2

Replikasi	C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	C sampel + spike (mg/L)
1	0,0004	0,01	0,0102
2	0,0004	0,01	0,0102
3	0,0004	0,01	0,0117
4	0,0004	0,01	0,0113
5	0,0004	0,01	0,0097
6	0,0004	0,01	0,0090
7	0,0004	0,01	0,0090
Rata-rata			0,010
Standar Deviasi (SD)			0,00105
MDL = 3,14 x SD			0,003
10 x MDL			0,033
Signal/Noise (S/N)			9,70
%RSD			10,31

2. Sampel AP 1

Replikasi	C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	C sampel + spike (mg/L)
1	0,0004	0,01	0,0090
2	0,0004	0,01	0,0097
3	0,0004	0,01	0,0070
4	0,0004	0,01	0,0099
5	0,0004	0,01	0,0102
6	0,0004	0,01	0,0090
7	0,0004	0,01	0,0090
Rata-rata			0,009
Standar Deviasi (SD)			0,00105
MDL = 3,14 x SD			0,003
10 x MDL			0,033
Signal/Noise (S/N)			8,66
%RSD			11,55

Nilai konsentrasi yang diperoleh harus lebih besar dari limit deteksi *method detection limit* (MDL) yaitu dihitung dengan menambahkan analit dalam matriks tertentu. Ringkasan hasil tertuang pada tabel sesuai dengan metode APHA 2017

dengan menggunakan sampel AP 2 dan AP 1. Regulasi dibandingkan dengan Peraturan Pemerintah Tahun 2001.

Hasil Batas keberterimaan MDL logam kobal dapat dilihat pada tabel 4.8.1.2 yaitu sebagai berikut :

**Tabel 4.8.1.2 Batas Keberterimaan MDL Logam Kobal (Co)**

1. Sampel AP 2

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 = > \text{spike}$	$0,033 > 0,01$	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < \text{spike}$	$0,003 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,70	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	101,6	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi $> MDL$	$0,2 > 0,003$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$10,31 < 32,00$	<b>Diterima</b>

2. Sampel AP 1

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 = > \text{spike}$	$0,033 > 0,01$	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < \text{spike}$	$0,003 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,70	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	101,6	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi $> MDL$	$0,2 > 0,003$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$10,31 < 32,00$	<b>Diterima</b>

Berdasarkan penentuan batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam kobal hasil keseluruhan *method detection limit* (MDL) dapat diterima apabila data hasil pengulangan pengujian memenuhi batas keberterimaan sebagai berikut:

1. Batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam kobal sampel AP 2 dan AP 1 memenuhi syarat keberterimaan, yaitu  $10 \times MDL > \text{kadar spike} > MDL$  ( $0,033 \text{ mg/L} > 0,01 \text{ mg/L} > 0,003 \text{ mg/L}$ ) sehingga dapat di katakan bahwa pemilihan kadar *spike* yang digunakan adalah baik.
2. Hasil *signal-to-noise ratio* (S/N) logam kobal, memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) yaitu antara 2,5–10 yaitu hasilnya kurang dari 10. Hal ini menunjukkan tidak adanya kesalahan acak

dalam pengujian yaitu konsentrasi *spike* yang digunakan telah memenuhi konsentrasi.

3. Hasil *%recovery* logam kobal memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) antara 85–115% sehingga metode yang digunakan baik dapat menghasilkan hasil yang akurat.
4. Hasil *%RSD* logam kobal memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) yaitu lebih kecil dari  $2/3CV_{Horwitz}$  yang artinya adalah memiliki ketelitian yang baik atau presisi.
5. Berdasarkan hasil perbandingan dengan baku mutu yang ditetapkan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun (2001), yang hasilnya telah memenuhi syarat keberterimaan MDL yaitu  $MDL < \text{Regulasi}$ .

Menurut Asiah (2017) hasil pengujian blanko sebagai kontrol kontaminan harus kurang *method detection limit* (MDL) sehingga pada pengujian *method detection limit* (MDL) logam kobal telah memenuhi syarat keberterimaan dan telah sesuai dengan APHA (2019).

#### 4.8.2 Method Detection Limit (MDL) Logam Kadmium

Nilai konsentrasi yang diperoleh harus lebih besar dari limit deteksi *method detection limit* (MDL) yaitu dihitung dengan menambahkan analit dalam matriks tertentu.

Hasil analisis MDL logam kadmium dapat dilihat pada Tabel 4.8.2.1

**Tabel 4.8.2.1 Hasil Analisis Method Detection Limit (MDL) Logam Kadmium**

##### 1. Sampel AP 2

Replikasi	C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	C sampel + spike (mg/L)
1	0,0003	0,01	0,0102
2	0,0003	0,01	0,0102
3	0,0003	0,01	0,0117
4	0,0003	0,01	0,0113
5	0,0003	0,01	0,0097
6	0,0003	0,01	0,0090
7	0,0003	0,01	0,0090
Rata-rata			0,010
Standar Deviasi (SD)			0,00105
MDL = 3,14 x SD			0,003

10 x MDL	0,033
Signal/Noise (S/N)	9,70
%RSD	10,31

2. Sampel AP 1

Replikasi	C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	C sampel + spike (mg/L)
1	0,0004	0,01	0,0102
2	0,0004	0,01	0,0102
3	0,0004	0,01	0,0117
4	0,0004	0,01	0,0113
5	0,0004	0,01	0,0097
6	0,0004	0,01	0,0090
7	0,0004	0,01	0,0090
Rata-rata			0,010
Standar Deviasi (SD)			0,00105
MDL = 3,14 x SD			0,003
10 x MDL			0,033
Signal/Noise (S/N)			9,70
%RSD			10,31

Batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam kadmium dapat dilihat pada tabel 4.8.2.2. Menurut Asiah (2017) hasil pengujian blanko sebagai kontrol kontaminan harus kurang *method detection limit* (MDL) sehingga pada pengujian *method detection limit* (MDL) logam kadmium telah memenuhi syarat keberterimaan.

**Tabel 4.8.2.2 Batas Keberterimaan MDL Logam Kadmium (Cd)**

1. Sampel AP 2

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 = > \text{spike}$	$0,033 < 0,01$	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < \text{spike}$	$0,003 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,70	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	101,6	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	$0,01 > 0,003$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$10,31 < 32,00$	<b>Diterima</b>

2. Sampel AP 1

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 = > \text{spike}$	$0,033 < 0,01$	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < \text{spike}$	$0,003 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,70	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	101,6	<b>Diterima</b>

5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	0,01 > 0,003	<b>Diterima</b>
6) %RSD	%RSD < 2/3 CV <sub>Horwitz</sub>	10,31 < 32,00	<b>Diterima</b>

Berdasarkan penentuan batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) dinyatakan:

1. Batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam kadmium sampel AP 2 dan AP 1 memenuhi syarat keberterimaan, yaitu  $10 \times \text{MDL} > \text{konsentrasi spike} > \text{MDL}$  ( $0,033 \text{ mg/L} > 0,01 \text{ mg/L} > 0,003 \text{ mg/L}$ ) sehingga dapat di katakan bahwa pemilihan konsentrasir *spike* yang digunakan adalah baik.
2. Hasil *signal-to-noise ratio* (S/N) logam kadmium, memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) yaitu antara 2,5–10 yaitu hasilnya kurang dari 10. Hal ini menunjukkan tidak adanya kesalahan acak dalam pengujian yaitu konsentrasi *spike* yang digunakan telah memenuhi konsentrasi.
3. Hasil %*recovery* logam kadmium memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) antara 85–115% sehingga metode yang digunakan baik dapat menghasilkan hasil yang akurat.
4. Hasil %RSD logam kadmium memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) yaitu lebih kecil dari  $2/3 \text{CV}_{\text{Horwitz}}$  yang artinya adalah memiliki ketelitian yang baik atau presisi.
5. Berdasarkan hasil perbandingan dengan baku mutu yang ditetapkan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun (2001), yang hasilnya telah memenuhi syarat keberterimaan MDL yaitu  $\text{MDL} < \text{Regulasi}$ .

#### 4.8.3 *Method Detection Limit* (MDL) Logam Besi

Analisis *method detection limit* (MDL) menggunakan syarat keberterimaan MDL adalah  $10 \text{ MDL} > \text{kadar spike} > \text{MDL}$ . *Method detection limit* (MDL) menggunakan ketentuan APHA (2019). Nilai konsentrasi yang diperoleh harus lebih besar dari limit deteksi *method detection limit* (MDL) yaitu dihitung dengan menambahkan analit dalam matriks tertentu. Konsetrasi target yang digunakan yaitu 0,01 mg/L, sehingga didapatkan *method detection limit* dengan  $3,14 \times \text{SD}$ , rata-rata, standar deviasi (SD), *signal/noise* (S/N) serta %RSD. Sampel yang

digunakan yaitu AP 2 dan AP 1. Replikasi sebanyak 7 kali sehingga kesalahan acak dalam pengujian akan muncul.

Hasil analisis MDL logam besi dapat dilihat pada Tabel 4.8.3.1

**Tabel 4.8.3.1 Hasil Analisis *Method Detection Limit* (MDL) Logam Besi**

1. Sampel AP 2

Replikasi	C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	C sampel + spike (mg/L)
1	0,1140	0,01	0,0100
2	0,1140	0,01	0,0112
3	0,1140	0,01	0,0090
4	0,1140	0,01	0,0112
5	0,1140	0,01	0,0090
6	0,1140	0,01	0,0090
7	0,1140	0,01	0,0090
Rata-rata			0,010
Standar Deviasi (SD)			0,00104
MDL = 3,14 x SD			0,003
10 x MDL			0,033
Signal/Noise (S/N)			9,77
%RSD			10,66

2. Sampel AP 1

Replikasi	C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	C sampel + spike (mg/L)
1	0,1140	0,01	0,0100
2	0,1140	0,01	0,0112
3	0,1140	0,01	0,0090
4	0,1140	0,01	0,0112
5	0,1140	0,01	0,0090
6	0,1140	0,01	0,0090
7	0,1140	0,01	0,0090
Rata-rata			0,010
Standar Deviasi (SD)			0,00104
MDL = 3,14 x SD			0,003
10 x MDL			0,033
Signal/Noise (S/N)			9,77
%RSD			10,66

Nilai konsentrasi yang diperoleh harus lebih besar dari limit deteksi *method detection limit* (MDL) yaitu dihitung dengan menambahkan analit dalam matriks tertentu. Batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam terdiri dari *high check* (HC), *low check* (LC), *signal/noise* (S/N), *%recovery*, regulasi dan

%RSD. Batas keberterimaan MDL logam besi (Fe) dapat dilihat pada tabel 4.8.3.2 yaitu sebagai berikut :

**Tabel 4.8.3.2 Batas Keberterimaan MDL Logam Besi (Fe)**

1. Sampel AP 2

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 = > \text{spike}$	$0,033 < 0,01$	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < \text{spike}$	$0,003 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,38	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	97,7	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi $> MDL$	$0,3 > 0,003$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$10,66 < 32,00$	<b>Diterima</b>

2. Sampel AP 1

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 = > \text{spike}$	$0,033 < 0,01$	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < \text{spike}$	$0,003 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,38	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	97,7	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi $> MDL$	$0,3 > 0,003$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$10,66 < 32,00$	<b>Diterima</b>

Berdasarkan penentuan batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam besi hasil keseluruhan *method detection limit* (MDL) dapat diterima apabila data hasil pengulangan pengujian memenuhi batas keberterimaan sebagai berikut:

1. Batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam besi sampel AP 2 dan AP 1 memenuhi syarat keberterimaan, yaitu  $10 \times MDL > \text{kadar spike} > MDL$  ( $0,033 \text{ mg/L} > 0,01 \text{ mg/L} > 0,003 \text{ mg/L}$ ) sehingga dapat di katakan bahwa pemilihan kadar *spike* yang digunakan adalah baik.
2. Hasil *signal-to-noise ratio* (S/N) logam besi, memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) yaitu antara 2,5–10 yaitu hasilnya kurang dari 10. Hal ini menunjukkan tidak adanya kesalahan acak dalam pengujian yaitu konsentrasi *spike* yang digunakan telah memenuhi konsentrasi.
3. Hasil *%recovery* logam besi memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) antara 85–115% sehingga metode yang digunakan baik dapat menghasilkan hasil yang akurat.

4. Hasil %RSD logam besi memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) yaitu lebih kecil dari  $2/3CV_{Horwitz}$  yang artinya adalah memiliki ketelitian yang baik atau presisi.
5. Berdasarkan hasil perbandingan dengan baku mutu yang ditetapkan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun (2001), yang hasilnya telah memenuhi syarat keberterimaan MDL yaitu  $MDL < \text{Regulasi}$ .

Menurut Asiah (2017) nilai intersep pada persamaan regresi linear yang terbentuk  $> \text{method detection limit}$  (MDL), maka ulangi pembuatan kurva kalibrasi hingga diperoleh nilai intersep  $\leq$  MDL, hasil pengujian blanko sebagai kontrol kontaminan harus kurang *method detection limit* (MDL) sehingga pada pengujian *method detection limit* (MDL) logam besi telah memenuhi syarat keberterimaan.

#### 4.8.4 Method Detection Limit (MDL) Logam Mangan

Nilai konsentrasi yang diperoleh harus lebih besar dari limit deteksi *method detection limit* (MDL) yaitu dihitung dengan menambahkan analit dalam matriks tertentu.

Hasil analisis *method detection limit* (MDL) logam mangan dapat dilihat pada Tabel 4.8.4.1

**Tabel 4.8.4.1 Hasil Analisis Method Detection Limit (MDL) Logam Mangan**

1. Sampel AP 2

Replikasi	C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	C sampel + spike (mg/L)
1	0,0316	0,01	0,0108
2	0,0316	0,01	0,0106
3	0,0316	0,01	0,0117
4	0,0316	0,01	0,0112
5	0,0316	0,01	0,0097
6	0,0316	0,01	0,0090
7	0,0316	0,01	0,0090
Rata-rata			0,010
Standar Deviasi (SD)			0,00107
MDL = 3,14 x SD			0,003
10 x MDL			0,033
Signal/Noise (S/N)			9,63
%RSD			10,39



2. Sampel AP 1

Replikasi	C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	C sampel + spike (mg/L)
1	0,0316	0,01	0,0108
2	0,0316	0,01	0,0106
3	0,0316	0,01	0,0117
4	0,0316	0,01	0,0112
5	0,0316	0,01	0,0097
6	0,0316	0,01	0,0090
7	0,0316	0,01	0,0090
Rata-rata			0,010
Standar Deviasi (SD)			0,00107
MDL = 3,14 x SD			0,003
10 x MDL			0,033
Signal/Noise (S/N)			9,63
%RSD			10,39

Batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam mangan dapat dilihat pada Tabel 4.8.4.2

**Tabel 4.8.4.2 Batas Keberterimaan MDL Logam Mangan (Mn)**

1. Sampel AP 2

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 \Rightarrow spike$	$0,033 < 0,01$	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < Spike$	$0,003 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,63	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/Spike	102,9	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	$0,3 > 0,003$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$	$10,39 < 32,00$	<b>Diterima</b>

2. Sampel AP 1

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 \Rightarrow spike$	$0,033 < 0,01$	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < Spike$	$0,003 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,63	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/Spike	102,9	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	$0,3 > 0,003$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$	$10,39 < 32,00$	<b>Diterima</b>

Berdasarkan penentuan batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam mangan hasil keseluruhan *method detection limit* (MDL) dapat diterima

apabila data hasil pengulangan pengujian memenuhi batas keberterimaan sebagai berikut:

1. Batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam mangan sampel AP 2 dan AP 1 memenuhi syarat keberterimaan, yaitu  $10 \times \text{MDL} > \text{kadar spike} > \text{MDL}$  ( $0,033 \text{ mg/L} > 0,01 \text{ mg/L} > 0,003 \text{ mg/L}$ ) sehingga dapat di katakan bahwa pemilihan kadar *spike* yang digunakan adalah baik.
2. Hasil *signal-to-noise ratio* (S/N) logam mangan, memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) yaitu antara 2,5–10 yaitu hasilnya kurang dari 10. Hal ini menunjukkan tidak adanya kesalahan acak dalam pengujian yaitu konsentrasi *spike* yang digunakan telah memenuhi konsentrasi.
3. Hasil *%recovery* logam mangan memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) antara 85–115% sehingga metode yang digunakan baik dapat menghasilkan hasil yang akurat.
4. Hasil *%RSD* logam mangan memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) yaitu lebih kecil dari  $2/3 \text{CV}_{\text{Horwitz}}$  yang artinya adalah memiliki ketelitian yang baik atau presisi.
5. Berdasarkan hasil perbandingan dengan baku mutu yang ditetapkan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun (2001), yang hasilnya telah memenuhi syarat keberterimaan MDL yaitu  $\text{MDL} < \text{Regulasi}$ .

Menurut Asiah (2017) ulangi pembuatan kurva kalibrasi hingga diperoleh nilai intersep  $\leq \text{MDL}$ , hasil pengujian blanko sebagai kontrol kontaminan harus kurang *method detection limit* (MDL).

Acuan yang diterapkan penelitian ini yaitu menggunakan *APHA standard methods for the examination of water and wastewater 23rd edition* (2017) digunakan dalam penelitian ini dan hasil pengujian *method detection limit* (MDL) logam mangan telah memenuhi syarat keberterimaan. Konsentrasi yang didapatkan sesuai dengan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun (2001).

#### **4.8.5 Method Detection Limit (MDL) Logam Arsen**

Hasil analisis MDL logam arsen dilakukan dengan membuat nilai IDL dan hasil MDL dapat dilihat pada Tabel 4.8.5.1

**Tabel 4.8.5.1 Hasil Analisis *Method Detection Limit* (MDL) Logam Arsen**

## 1. Sampel AP 2

Replikasi	C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	Absorbansi std.(mg/L)
1	0,0000	0,001	0,0009
2	0,0000	0,001	0,0008
3	0,0000	0,001	0,0010
4	0,0000	0,001	0,0011
5	0,0000	0,001	0,0009
6	0,0000	0,001	0,0010
7	0,0000	0,001	0,0008
Rata-rata			0,001
Standar Deviasi (SD)			0,00011
MDL = 3,14 x SD			0,0003
10 x MDL			0,003
Signal/Noise (S/N)			8,9
%RSD			11,98

## 2. Sampel AP 1

Replikasi	C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	Absorbansi std. (mg/L)
1	0,0000	0,001	0,0009
2	0,0000	0,001	0,0011
3	0,0000	0,001	0,0012
4	0,0000	0,001	0,0009
5	0,0000	0,001	0,0008
6	0,0000	0,001	0,0009
7	0,0000	0,001	0,0008
Rata-rata			0,001
Standar Deviasi (SD)			0,00015
MDL = 3,14 x SD			0,0005
10 x MDL			0,005
Signal/Noise (S/N)			6,24
%RSD			16,03

Batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam arsen (As) sesuai dengan APHA (2017) terdiri dari *high check* (HC), *low check* (LC), *signal/noise* (S/N), *%recovery*, regulasi dan *%RSD*. *Method detection limit* (MDL) akan menentukan metode yang digunakan telah sesuai atau tidak. *High check* (HC) harus sesuai  $MDL \times 10 = > \text{spike}$ , *low check*(LC) yaitu  $MDL = < \text{spike}$ . Batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam arsen (As) dapat dilihat pada tabel 4.8.5.2 yaitu sebagai berikut:

**Tabel 4.8.5.2 Batas Keberterimaan MDL Logam Arsen (As)**

1. Sampel AP 2

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 = > \text{spike}$	$0,003 > 0,001$	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < \text{spike}$	$0,000 < 0,001$	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	8,35	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	92,9	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi $> MDL$	$0,05 > 0,003$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$11,98 < 32,00$	<b>Diterima</b>

2. Sampel AP 1

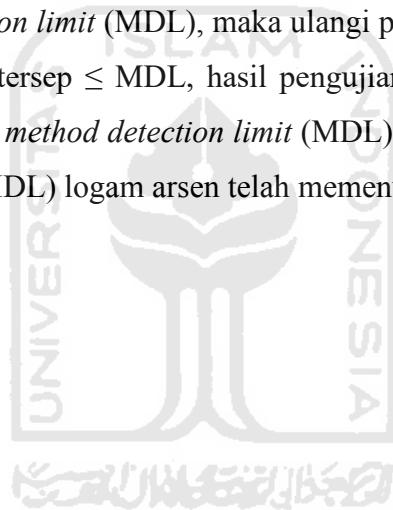
Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 = > \text{spike}$	$0,005 > 0,001$	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < \text{spike}$	$0,000 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	6,24	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	94,3	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi $> MDL$	$0,050 > 0,005$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$16,03 < 32,00$	<b>Diterima</b>

Berdasarkan penentuan batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam arsen hasil keseluruhan *method detection limit* (MDL) dapat diterima apabila data hasil pengulangan pengujian memenuhi batas keberterimaan sebagai berikut:

1. Batas keberterimaan *method detection limit* (MDL) logam arsen sampel AP 2 memenuhi syarat keberterimaan, yaitu  $10 \times MDL > \text{kadar spike} > MDL$  ( $0,003 \text{ mg/L} > 0,001 \text{ mg/L} > 0,003 \text{ mg/L}$ ) sehingga dapat di katakan bahwa pemilihan kadar *spike* yang digunakan adalah baik
2. Batas keberterimaan AP 1 memenuhi syarat keberterimaan, yaitu  $10 \times MDL > \text{kadar spike} > MDL$  ( $0,005 \text{ mg/L} > 0,01 \text{ mg/L} > 0,005 \text{ mg/L}$ ) sehingga dapat di katakan bahwa pemilihan kadar *spike* yang digunakan adalah baik.
3. Hasil *signal-to-noise ratio* (S/N) logam arsen, memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) yaitu antara 2,5–10 yaitu hasilnya kurang dari 10. Hal ini menunjukkan tidak adanya kesalahan acak dalam pengujian yaitu konsentrasi *spike* yang digunakan telah memenuhi konsentrasi.

4. Hasil *%recovery* logam arsen memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) antara 85–115% sehingga metode yang digunakan baik dapat menghasilkan hasil yang akurat.
5. Hasil *%RSD* logam arsen memenuhi syarat keberterimaan *method detection limit* (MDL) yaitu lebih kecil dari  $2/3CV_{\text{Horwitz}}$  yang artinya adalah memiliki ketelitian yang baik atau presisi.
6. Berdasarkan hasil perbandingan dengan baku mutu yang ditetapkan Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun (2001), yang hasilnya telah memenuhi syarat keberterimaan MDL yaitu  $MDL < \text{Regulasi}$ .

Menurut Asiah (2017) nilai intersep pada persamaan regresi linear yang terbentuk  $> \text{method detection limit}$  (MDL), maka ulangi pembuatan kurva kalibrasi hingga diperoleh nilai intersep  $\leq \text{MDL}$ , hasil pengujian blanko sebagai kontrol kontaminan harus kurang *method detection limit* (MDL) sehingga pada pengujian *method detection limit* (MDL) logam arsen telah memenuhi syarat keberterimaan.



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilaksanakan dapat disimpulkan bahwa:

1. Verifikasi logam kobal sampel AP 2 dan AP 1 didapatkan nilai linieritas  $r = 0,9999$ ; nilai *high check* (HC) atau  $MDL \times 10 = >spike$  sebesar 0,333; nilai *low check* atau  $MDL = <spike$  sebesar 0,003; sinyal/ *noise* sebesar 9,7013 dan 8,0583; % *recovery* sebesar 101,60 dan 91,10; % RSD sebesar 10,31 dan 11,55 serta  $CV_{Horwitz}$  sebesar 32,00. Berdasarkan hasil verifikasi metode tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode analisis kobal yang digunakan dalam penelitian ini valid karena telah memenuhi persyaratan uji linieritas, batas deteksi dan batas kuantitasi, uji presisi, serta uji akurasi.
2. Verifikasi logam kadmium sampel AP 2 dan AP 1 didapatkan nilai linieritas  $r = 0,9999$ ; nilai *high check* (HC) atau  $MDL \times 10 = >spike$  sebesar 0,033; nilai *low check* atau  $MDL = <spike$  sebesar 0,003; sinyal/ *noise* sebesar 9,7013; % *recovery* sebesar 101,60; % RSD sebesar 10,31 serta  $CV_{Horwitz}$  sebesar 32,00. Berdasarkan hasil verifikasi metode tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode analisis kobal yang digunakan dalam penelitian ini valid karena telah memenuhi persyaratan uji linieritas, batas deteksi dan batas kuantitasi, uji presisi, serta uji akurasi.
3. Verifikasi logam besi sampel AP 2 dan AP 1 didapatkan nilai linieritas  $r = 0,9999$ ; nilai *high check* (HC) atau  $MDL \times 10 = >spike$  sebesar 0,033 dan 0,064; nilai *low check* atau  $MDL = <spike$  sebesar 0,003 dan 0,003; sinyal/ *noise* sebesar 9,3778; % *recovery* sebesar 97,7; % RSD sebesar 10,66 serta  $CV_{Horwitz}$  sebesar 32,00. Berdasarkan hasil verifikasi metode tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode analisis besi yang digunakan dalam penelitian ini valid karena telah memenuhi persyaratan uji linieritas, batas deteksi dan batas kuantitasi, uji presisi, serta uji akurasi.

4. Verifikasi logam mangan sampel AP 2 dan AP 1 didapatkan nilai linieritas  $r = 0,9999$ ; nilai *high check* (HC) atau  $MDL \times 10 = >$  spike sebesar 0,034 dan 0,032; nilai *low check* atau  $MDL = <$  spike sebesar 0,003; *signal/noise* sebesar 9,6274 dan 9,9945; % *recovery* sebesar 102,9 dan 101,7; % RSD sebesar 10,39 dan 10,01 serta  $Cv_{Horwitz}$  sebesar 32,00. Berdasarkan hasil verifikasi metode tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode analisis mangan yang digunakan dalam penelitian ini valid karena telah memenuhi persyaratan uji linieritas, batas deteksi dan batas kuantitasi, uji presisi, serta uji akurasi.
5. Verifikasi logam arsen sampel AP 2 dan AP 1 didapatkan nilai linieritas  $r = 0,9999$ ; nilai *high check* (HC) atau  $MDL \times 10 = >$  spike sebesar 0,003 dan 0,005; nilai *low check* atau  $MDL = <$  spike sebesar 0,00; *signal/ noise* sebesar 8,3452 dan 6,2364; % *recovery* sebesar 92,9 dan 94,3; % RSD sebesar 11,98 dan 16,03 serta  $Cv_{Horwitz}$  sebesar 32,00. Berdasarkan hasil verifikasi metode tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode analisis arsen yang digunakan dalam penelitian ini valid karena telah memenuhi persyaratan uji linieritas, batas deteksi dan batas kuantitasi, uji presisi, serta uji akurasi.
6. Konsentrasi sampel air sungai AP 2 dan AP 1 dalam satu aliran berturut-turut yaitu logam kobal 0 mg/L; kadmium 0 mg/L; besi 0,12 mg/L; mangan 0 mg/L dan 0,03 mg/L; serta arsen 0 mg/L sehingga memenuhi persyaratan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 82 tahun 2001.

## 5.2 Saran

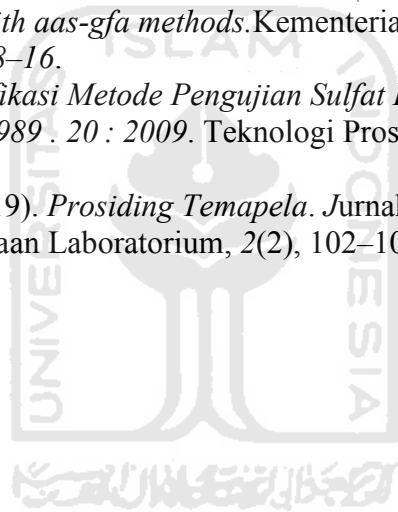
Berdasarkan penelitian yang dilakukan masih memiliki kekurangan, adapun saran yang dapat dilakukan untuk penelitian selanjutnya yaitu proses dekstruksi harus dilakukan dengan variasi temperatur yang tinggi agar mendapatkan larutan yang tercampur sempurna dengan analit, menghindari kontaminasi analit serta mengurangi kehilangan logam akibat penguapan

## DAFTAR PUSTAKA

- Abduh, Natsir (2018). *Ilmu dan Rekayasa Lingkungan*. Makasar. Cv Sah Media.
- Afifah, Z., Kurniyawan, K., & Huda, T. (2019). *Verifikasi Metode Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada Sampel Udara Ambien Menggunakan Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)*. *IJCA (Indonesian Journal of Chemical Analysis)*, 2(2), 74–79. <https://doi.org/10.20885/ijca.vol2.iss2.art5>
- Agung, I. G., & Wiadnyana, G. (2019). *Analisis kandungan logam berat timbal (pb) dan kadmium (cd) pada kerang hijau (Perna viridis L.)*. *Jurnal Emasains: Jurnal Edukasi Matematika Dan Sains*, 8(2), 161–169.
- Andri, K., & Ekowati, N. (2016). *Review: mikoremediasi logam berat*. *Jurnal Bioteknologi & Biosains Indonesia*, 3(1), 36–45.
- Ayandiran, T. A., Fawole, O. O., & Dahunsi, S. O. (2018). *Water quality assessment of bitumen polluted Oluwa River, South-Western Nigeria*. *Water Resources and Industry*, 19(December 2017), 13–24. <https://doi.org/10.1016/j.wri.2017.12.002>
- BPMIGAS. (2011). *Pedoman Tata Kerja Enviromental Baseline Assessment pdf* (pp. 1–22).
- Hadibarata, T., Abdullah, F., Yusoff, A. R. M., Ismail, R., Azman, S., & Adnan, N. (2012). *Correlation study between land use, water quality, and heavy metals (Cd, Pb, and Zn) content in water and green lipped mussels perna viridis (linnaeus.) at the Johor strait*. *Water, Air, and Soil Pollution*, 223(6), 3125–3136. <https://doi.org/10.1007/s11270-012-1095-7>
- Hamidi, R., Furqon, M. T., & Rahayudi, B. (2017). *Implementasi Learning Vector Quantization (LVQ) untuk Klasifikasi Kualitas Air Sungai*. *Pengembangan Teknologi Informasi Dan Ilmu Komputer*, 1(12), 1758–1763.
- Hastutiningrum, S., Purnawan, & Nurmaitawati, E. (2015). *Penurunan Kadar Besi (Fe) dan Mangan (Mn) Dalam Air Tanah dengan Metode Aerasi Conventional Cascade dan Aerasi Vertical Buffle Channel Cascade*. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia “Kejuangan” Pengembangan Teknologi Kimia Untuk*, 1(1), 1–7.
- Indrawijaya, B., Oktavia, H., Cahyani, W. E., Studi, P., Kimia, T., Teknik, F., Pamulang, U., & Selatan, T. (2019). *Penentuan kadar logam berat (as, ba, cd, cr, hg, pb, sb, se) pada mainan anak dengan metode sni iso 8124-3:2010 menggunakan icp-oes Analysis*. *Jurnal Ilmiah Teknik Kimia*, 3(2), 87–94.
- Istarani, F., & Pandebesie, E. S. (2014). *Studi Dampak Arsen (As) Dan Kadmium (Cd) Terhadap Penurunan Kualitas Lingkungan*. *Jurnal Teknik ITS*, 3(1), D53–D58. <https://doi.org/10.12962/j23373539.v3i1.5684>
- Khunur, M. M., & A., L. S. (2015). *Prosiding semirata 2015 bidang MIPA BKS-PTN Barat Universitas Tanjungpura, Pontianak Hal. 171 - 179. Prosiding semirata 2015 Bidang MIPA BKS-PTN Barat Universitas, Ii*, 171–179.
- Kurniawan, R., & MulfiHazwi. (2014). *Analisa Performansi Pembangkit Listrik Tenaga Gas*. *Jurnal E-Dinamis*, 10(2), 101–107.
- Napitupulu, R. M., Julia, D., & Panggabean, A. S. (2019). *Validation Method on The Determination of Mn In Lubricating Oil by Direct Dilution Method*



- Using Atomic Absorption Spectrometer*. Indo. J.Chem.Res, 6(2), 94–100.
- Nugroho, W., & Purwoto, S. (2013). *Removal Klorida, TDS, dan Besi pada Air Payau Melalui Penukar Ion dan Filtrasi Campuran Zeolit Aktif dengan Karbon Aktif*. Jurnal Teknik, 11(1), 47–59.
- Pirdaus, P., Rahman, M., Luh, N., Ratna, G., Pratama, D., Kiswandono, A., Lampung-lampung, B., Kimia, J., & Lampung, U. (2018). *Verifikasi Metode Analisis Logam Pb, Cd, Cr, Cu, Ni, Co, Fe, Mn DAN Ba Pada Air Menggunakan Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP-OES)*. Jurnal Kimia, 3(01), 1–10.
- Rahmi Tapriziah, E., & Hadi, A. (2017). *Penentuan batas kuantifikasi metode pengujian logam berat cd, cu, mn, zn dalam air secara inductive couple plasma time of flight mass spectrophotometry*. Jurnal Ecolab, 11(2), 53–104. <https://doi.org/10.20886/jklh.2017.11.2.53-61>
- Sukaryono, I. D., Hadinoto, S., & Fasa, L. R. (2017). *Verifikasi metode pengujian cemaran logam pada air minum dalam kemasan (amdk) dengan metode aas-gfa drinking water with aas-gfa methods*. Kementerian Perindustrian Republik Indonesia, 8–16.
- Utami, A. R. (2017). *Verifikasi Metode Pengujian Sulfat Dalam Air dan Air Limbah Sesuai SNI 6989 . 20 : 2009*. Teknologi Proses Dan Inovasi Industri, 2(1), 19–25.
- Yuniar, & Nuraini, S. (2019). *Prosiding Temapela*. Jurnal Teknologi Dan Manajemen Pengelolaan Laboratorium, 2(2), 102–105.



## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Perhitungan Pengenceran Larutan Standar ICP

#### 1. Pengenceran larutan standar 1000 mg/L menjadi 100 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\1000 \text{ mg/L} \cdot V_1 &= 100 \text{ mg/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

#### 2. Pengenceran larutan standar 100 mg/L menjadi 1 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\100 \text{ mg/L} \cdot V_1 &= 1 \text{ mg/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 1 \text{ mL}\end{aligned}$$

#### 3. Pengenceran larutan standar 100 mg/L menjadi 0 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,5 mg/L; 1 mg/L; 2 mg/L; 5 mg/L.

1) 0,0 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\100 \text{ mg/L} \cdot V_1 &= 0 \text{ mg/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 0 \text{ mL}\end{aligned}$$

2) 0,1 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\100 \text{ mg/L} \cdot V_1 &= 0,1 \text{ mg/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 0,1 \text{ mL}\end{aligned}$$

3) 0,2 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\100 \text{ mg/L} \cdot V_1 &= 0,2 \text{ mg/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 0,2 \text{ mL}\end{aligned}$$

4) 0,5 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\100 \text{ mg/L} \cdot V_1 &= 0,5 \text{ mg/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 0,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

5) 1 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\100 \text{ mg/L} \cdot V_1 &= 1 \text{ mg/L} \cdot 100 \text{ mL}\end{aligned}$$

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

6)  $2 \text{ mg/L}$

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

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

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

7)  $5 \text{ mg/L}$

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

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

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



## Lampiran 2. Perhitungan Pengenceran Larutan Standar AAS

### 1. Pengenceran larutan standar arsen 1000 mg/L menjadi 1 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\1000 \mu\text{g/mL} \cdot V_1 &= 1 \mu\text{g/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 0,1 \text{ mL} \\V_1 &= 100 \mu\text{L}\end{aligned}$$

### 2. Pengenceran larutan standar arsen 1 mg/L menjadi 0 $\mu\text{g/L}$ ; 1,00 $\mu\text{g/L}$ ; 2,5 $\mu\text{g/L}$ ; 5,0 $\mu\text{g/L}$ ; 7,5 $\mu\text{g/L}$ ; 10 $\mu\text{g/L}$ ; 15 $\mu\text{g/L}$ ; 20 $\mu\text{g/L}$

1) 0  $\mu\text{g/L}$

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\1000 \mu\text{g/L} \cdot V_1 &= 0 \mu\text{g/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 0 \text{ mL} \\V_1 &= 0 \mu\text{L}\end{aligned}$$

2) 1,00  $\mu\text{g/L}$

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\1000 \mu\text{g/L} \cdot V_1 &= 1 \mu\text{g/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 0,1 \text{ mL} \\V_1 &= 100 \mu\text{L}\end{aligned}$$

3) 2,5  $\mu\text{g/L}$

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\1000 \mu\text{g/L} \cdot V_1 &= 2,5 \mu\text{g/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 0,25 \text{ mL} \\V_1 &= 250 \mu\text{L}\end{aligned}$$

4) 5,0  $\mu\text{g/L}$

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\1000 \mu\text{g/L} \cdot V_1 &= 5,0 \mu\text{g/L} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 0,5 \text{ mL} \\V_1 &= 500 \mu\text{L}\end{aligned}$$

5) 7,5  $\mu\text{g/L}$

$$\begin{aligned}C_1 \cdot V_1 &= C_2 \cdot V_2 \\1000 \mu\text{g/L} \cdot V_1 &= 7,5 \mu\text{g/L} \cdot 100 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$V_1 = 0,75 \text{ mL}$$

$$V_1 = 750 \mu\text{L}$$

6)  $10 \mu\text{g/L}$

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

$$1000 \mu\text{g/L} \cdot V_1 = 1 \mu\text{g/L} \cdot 100 \text{ mL}$$

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

$$V_1 = 1000 \mu\text{L}$$

7)  $15 \mu\text{g/L}$

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

$$1000 \mu\text{g/L} \cdot V_1 = 15 \mu\text{g/L} \cdot 100 \text{ mL}$$

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

$$V_1 = 1500 \mu\text{L}$$

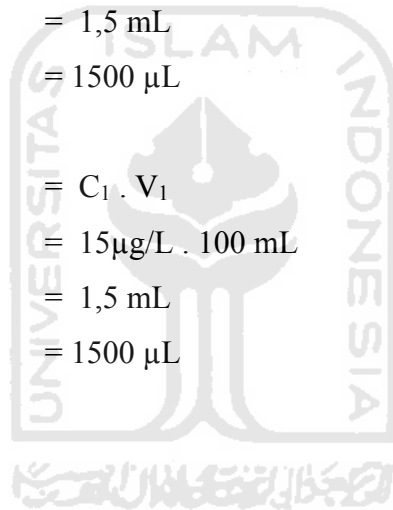
8)  $20 \mu\text{g/L}$

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

$$1000 \mu\text{g/L} \cdot V_1 = 20 \mu\text{g/L} \cdot 100 \text{ mL}$$

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

$$V_1 = 2000 \mu\text{L}$$



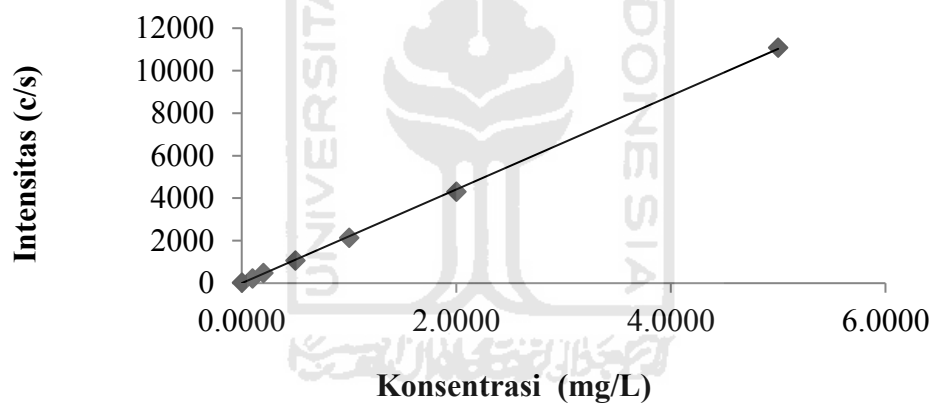
### Lampiran 3. Verifikasi Logam Kobal

#### 3.1 Linieritas Logam Kobal

Tabel 3.1 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Kobal (Co)

Konsentrasi standar (mg/L)	Intensitas (c/s)
0,0	26,0593
0,1	223,366
0,2	475,228
0,5	1064,55
1,0	2143,85
2,0	4310,17
5,0	11083,3

Gambar 3.1 Kurva Kalibrasi Logam Kobal (Co)



#### Keterangan

Persamaan Regresi	$y = 2211,0428x - 18,6648$
Slope	2211,0428
Intersep	-18,6648
Koefisien Determinasi ( $R^2$ )	0,9999
Koefisien Korelasi (r)	0,9999

### 3.2 Presisi Logam Kobal

Tabel 3.2 Nilai Presisi Uji Logam Kobal

1. Sampel AP 2

Replikasi	Konsentrasi sampel + spike (mg/L)
1	0,0102
2	0,0102
3	0,0117
4	0,0113
5	0,0097
6	0,0090
7	0,0090
Rata-rata	0,010
Standar Deviasi (SD)	0,00105
%RSD	10,50
$2/3CV_{Horwitz}$	32,00

2. Sampel AP 1

Replikasi	Konsentrasi sampel + spike (mg/L)
1	0,0090
2	0,0097
3	0,0070
4	0,0099
5	0,0102
6	0,0090
7	0,0090
Rata-rata	0,009
Standar Deviasi (SD)	0,00105
%RSD	11,66
$2/3CV_{Horwitz}$	32,00

1) Perhitungan simpangan baku relatif (%RSD) logam kobal

$$\begin{aligned}\%RSD \text{ AP 2} &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \\ &= \frac{0,00105 \text{ mg/L}}{0,010 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 10,50 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \%RSD \text{ AP 1} &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,00105 \text{ mg/L}}{0,009 \text{ mg/L}} \times 100\% \\
 &= 11,66 \%
 \end{aligned}$$

Keterangan:

SD : standar deviasi atau simpangan baku (mg/L)

$\bar{x}$  : rata-rata pengukuran sampel (mg/L)

## 2) Perhitungan Cfraksi logam kobal

$$\begin{aligned}
 \text{Cfraksi} &= C \times 10^{-6} \\
 &= 0,01 \text{ mg/L} \times 10^{-6} \\
 &= 0,00000001
 \end{aligned}$$

Keterangan:

Cfraksi : konsentrasi sampel setelah di konversi

C : konsentrasi sampel (mg/L)

$10^{-6}$  : konversi mg/L

## 3) Penentuan Presisi (Reproduksibilitas) logam kobal

$$\begin{aligned}
 CV_{\text{Horwitz}} &= 2^{1-0,5\log C} \\
 &= 2^{1-0,5\log(0,00000001)} \\
 &= 32
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Presisi (Reproduksibilitas)} &= \frac{2}{3} CV_{\text{Horwitz}} \\
 &= \frac{2}{3} \times 32 \\
 &= 21,33
 \end{aligned}$$

Keterangan:

$CV_{\text{Horwitz}}$  : koefisien variasi

C : konsentrasi sampel (mg/L)

$\frac{2}{3} CV_{\text{Horwitz}}$ : presisi reproduksibilitas



### 3.3 MDL

Tabel 3.3 Batas Keberterimaan MDL Logam Kobal (Co)

#### 1. Sampel AP 2

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 \Rightarrow spike$	0,033 > 0,01	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < spike$	0,003 < 0,01	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,70	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	101,6	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	0,2 > 0,003	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$	10,31 < 32,00	<b>Diterima</b>

#### 2. Sampel AP 1

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 \Rightarrow spike$	0,033 > 0,01	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < spike$	0,003 < 0,01	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	8,66	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	91,1	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	0,2 > 0,003	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$	11,55 < 32,00	<b>Diterima</b>

#### 1. Penentuan *high check* (10xMDL) logam kobal

$$\begin{aligned}
 \text{High check (10xMDL)} &= 10 \times MDL \Rightarrow spike \\
 &= 10 \times 0,033 \text{ mg/L} \Rightarrow 0,01 \text{ mg/L} \\
 &= 0,033 \text{ mg/L} > 0,01 \text{ mg/L (diterima)}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

*High check* (10xMDL) : batas keberterimaan MDL tertinggi (mg/L)  
*Spike* : konsentrasi *spike* (mg/L)

#### 2. Penentuan *low check* logam kobal

$$\begin{aligned}
 \text{Low Check} &= MDL \Rightarrow spike \\
 &= 0,033 \text{ mg/L} \Rightarrow 0,01 \text{ mg/L} \\
 &= 0,033 \text{ mg/L} < 0,01 \text{ mg/L (diterima)}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

*Low check* : batas keberterimaan MDL terendah (mg/L)  
*Spike* : konsentrasi *spike* (mg/L)

### 3. Penentuan *signal-to-noise ratio* (S/N) logam kobal AP 1 dan AP 2

$$\begin{aligned} \text{S/N (2,5 - 10)} &= \frac{\bar{x}}{\text{SD}} \\ &= \frac{0,0102 \text{ mg/L}}{0,00105 \text{ mg/L}} \\ &= 9,71(\text{diterima}) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{S/N (2,5 - 10)} &= \frac{\bar{x}}{\text{SD}} \\ &= \frac{0,0091 \text{ mg/L}}{0,00105 \text{ mg/L}} \\ &= 8,66(\text{diterima}) \end{aligned}$$

Keterangan:

S/N : *signal-to-noise ratio*

$\bar{x}$  : rata-rata pengukuran sampel (mg/L)

SD : standar deviasi (mg/L)

### 4. Penentuan regulasi MDL logam kobal

$$\begin{aligned} \text{Regulasi MDL} &= \text{Regulasi logam kobal} > \text{MDL} \\ &= 0,2 \text{ mg/L} > 0,003 \text{ mg/L} (\text{diterima}) \end{aligned}$$

Keterangan:

Regulasi MDL :Regulasi atau ketetapan yang ditetapkan oleh Pemerintah dalam bentuk peraturan (mg/L)

Regulasi logam kobal :Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001

MDL : *method detection level* (mg/L)

### 3.4 Akurasi logam kobal

#### 1. Perhitungan konsentrasi spike logam kobal

$$\begin{aligned} C_{\text{spike}} &= \frac{C_{\text{standar}} \times V_{\text{standar}}}{V_{\text{total}}} \\ &= \frac{0,5 \text{ mg/L} - 2 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \\ &= 0,01 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Keterangan:

Cstandar : konsentrasi standar (mg/L)

Vstandar : volume standar yang dipipet (mL)

Vtotal : volume pengujian (mL)

## 2. Perhitungan volume spike

$$\begin{aligned}\text{Volume standar} &= 2\% \times \text{Volume labu ukur yang digunakan} \\ &= \frac{2}{100} \times 100 \text{ mL} \\ &= 2 \text{ mL}\end{aligned}$$

## 3. Perhitungan konsentrasi standar

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\ C_1 \times 2 \text{ mL} &= 0,01 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mg/L} \\ C_1 &= 0,5 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Keterangan:

$C_1$  : konsentrasi standar yang diinginkan (mg/L)

$V_1$  : volume standar yang dipipet (mL)

$C_2$  : konsentrasi *spike* (mg/L)

$V_2$  : volume larutan standar (mL)



**Tabel 3.4 Hasil Penentuan Akurasi (% *Recovery*) (Co)**

1. Sampel AP 1

Pengulangan	Konsentrasi sampel (mg/L)	Konsentrasi spike pembacaan (mg/L)	Volume standar (mL)	Konsentrasi spike (mg/L)	Volume total (mL)	% <i>Recovery</i>
1	0,0004	0,0102	2	0,01	100	102,00
2	0,0004	0,0102	2	0,01	100	102,00
3	0,0004	0,0117	2	0,01	100	117,00
4	0,0004	0,0113	2	0,01	100	113,00
5	0,0004	0,0097	2	0,01	100	97,00
6	0,0004	0,0090	2	0,01	100	90,00
7	0,0004	0,0090	2	0,01	100	90,00
Rata-rata	0,0004	0,0102	2	0,01	100	101,57

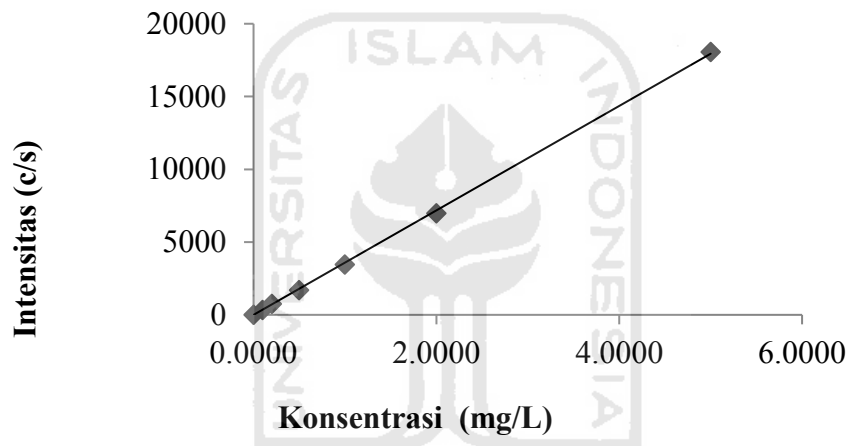
2. Sampel AP 2

Pengulangan	Konsentrasi sampel (mg/L)	Konsentrasi spike pembacaan (mg/L)	Volume standar (mL)	Konsentrasi spike (mg/L)	Volume total (mL)	% <i>Recovery</i>
1	0,0004	0,0102	2	0,01	100	102,00
2	0,0004	0,0102	2	0,01	100	102,00
3	0,0004	0,0117	2	0,01	100	117,00
4	0,0004	0,0113	2	0,01	100	113,00
5	0,0004	0,0097	2	0,01	100	97,00
6	0,0004	0,0090	2	0,01	100	90,00
7	0,0004	0,0090	2	0,01	100	90,00
Rata-rata	0,0004	0,0102	2	0,01	100	101,57

#### Lampiran 4. Verifikasi Logam Kadmium

Tabel 4.1 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Kadmium (Cd)

Konsentrasi standar (mg/L)	Intensitas (c/s)
0,0	10,0327
0,1	337,109
0,2	744,384
0,5	1708,32
1,0	3463,05
2,0	6984,21
5,0	18051,7



Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Logam Kadmium (Cd)

#### Keterangan

Persamaan Regresi	$y = 3606,5464x - 62,6860$
Slope	3606,5464
Intersep	-62,6860
Koefisien Determinasi ( $R^2$ )	0,9999
Koefisien Korelasi (r)	0,9999

## 4.2 Presisi Logam Kadmium

**Tabel 4.2 Nilai Presisi Uji Logam Kadmium**

1. Sampel AP 2

<b>Replikasi</b>	<b>Konsentrasi sampel + spike (mg/L)</b>
1	0,0102
2	0,0102
3	0,0117
4	0,0113
5	0,0097
6	0,0090
7	0,0090
Rata-rata	0,010
Standar Deviasi (SD)	0,00105
%RSD	10,31
2/3CV <sub>Horwitz</sub>	32,00

2. Sampel AP 1

<b>Replikasi</b>	<b>Konsentrasi sampel + spike (mg/L)</b>
1	0,0102
2	0,0102
3	0,0117
4	0,0113
5	0,0097
6	0,0090
7	0,0090
Rata-rata	0,010
Standar Deviasi (SD)	0,00105
%RSD	10,31
2/3CV <sub>Horwitz</sub>	32,00

### 4.3 MDL

Tabel 4.3 Batas Keberterimaan MDL Logam Kadmium (Cd)

#### 1. Sampel AP 2

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 \Rightarrow spike$	0,033 > 0,01	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < spike$	0,003 < 0,01	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,70	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	101,6	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	0,2 > 0,003	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$	10,31 < 32,00	<b>Diterima</b>

#### 2. Sampel AP 1

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 \Rightarrow spike$	0,033 > 0,01	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < spike$	0,003 < 0,01	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,70	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	101,6	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	0,2 > 0,003	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$	10,31 < 32,00	<b>Diterima</b>

#### 1. Penentuan *high check* (10xMDL) logam kadmium

$$\begin{aligned}
 \text{High check (10xMDL)} &= 10 \times MDL \Rightarrow spike \\
 &= 10 \times 0,033 \text{ mg/L} \Rightarrow 0,01 \text{ mg/L} \\
 &= 0,033 \text{ mg/L} > 0,01 \text{ mg/L (diterima)}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

*High check* (10xMDL) : batas keberterimaan MDL tertinggi (mg/L)  
*Spike* : konsentrasi *spike* (mg/L)

#### 2. Penentuan *low check* logam kadmium

$$\begin{aligned}
 \text{Low Check} &= MDL \Rightarrow spike \\
 &= 0,033 \text{ mg/L} \Rightarrow < 0,01 \text{ mg/L} \\
 &= 0,033 \text{ mg/L} < 0,01 \text{ mg/L (diterima)}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

*Low check* : batas keberterimaan MDL terendah (mg/L)  
*Spike* : konsentrasi *spike* (mg/L)

### 3. Penentuan *Signal-to-Noise Ratio* (S/N) logam kadmium AP 1 dan AP 2

$$\begin{aligned} \text{S/N (2,5 - 10)} &= \frac{\bar{x}}{\text{SD}} \\ &= \frac{0,0102 \text{ mg/L}}{0,00105 \text{ mg/L}} \\ &= 9,71 \text{ (diterima)} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{S/N (2,5 - 10)} &= \frac{\bar{x}}{\text{SD}} \\ &= \frac{0,010 \text{ mg/L}}{0,00105 \text{ mg/L}} \\ &= 9,52 \text{ (diterima)} \end{aligned}$$

Keterangan:

S/N : *signal-to-noise ratio*

$\bar{x}$  : rata-rata pengukuran sampel (mg/L)

SD : standar deviasi (mg/L)

### 4. Penentuan regulasi MDL logam kadmium

$$\begin{aligned} \text{Regulasi MDL} &= \text{Regulasi logam kobal} > \text{MDL} \\ &= 0,01 \text{ mg/L} > 0,003 \text{ mg/L (diterima)} \end{aligned}$$

Keterangan:

Regulasi MDL : Regulasi atau ketentuan yang ditetapkan oleh Pemerintah dalam bentuk peraturan (mg/L)

Regulasi logam kadmium: Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001  
MDL : *Method detection level* (mg/L)



#### 4.4 Akurasi Logam Kadmium

##### 1. Perhitungan konsentrasi spike logam kadmium

$$\begin{aligned}C_{\text{spike}} &= \frac{C_{\text{standar}} \times V_{\text{standar}}}{V_{\text{total}}} \\ &= \frac{0,5 \text{ mg/L} \times 2 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \\ &= 0,01 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Keterangan:

$C_{\text{standar}}$  : konsentrasi standar (mg/L)

$V_{\text{standar}}$  : volume standar yang dipipet (mL)

$V_{\text{total}}$  : volume pengujian (mL)

##### 2. Perhitungan volume spike

$$\begin{aligned}\text{Volume standar} &= 2\% \times \text{Volume labu ukur yang digunakan} \\ &= \frac{2}{100} \times 100 \text{ mL} \\ &= 2 \text{ mL}\end{aligned}$$

##### 3. Perhitungan konsentrasi standar

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\ C_1 \times 2 \text{ mL} &= 0,01 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mg/L} \\ C_1 &= 0,5 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Keterangan:

$C_1$  : konsentrasi standar yang diinginkan (mg/L)

$V_1$  : volume standar yang dipipet (mL)

$C_2$  : konsentrasi *spike* (mg/L)

$V_2$  : volume larutan standar (mL)

**Tabel 4.4 Hasil Penentuan Akurasi (% *Recovery*) Logam Kadmium**

1. Sampel AP 2

Pengulangan	Konsentrasi sampel (mg/L)	Konsentrasi spike terbaca (mg/L)	Volume standar (mL)	Konsentrasi spike (mg/L)	Volume total (mL)	% <i>Recovery</i>
1	0,0003	0,0102	2	0,01	100	112,00
2	0,0003	0,0102	2	0,01	100	102,00
3	0,0003	0,0117	2	0,01	100	117,00
4	0,0003	0,0113	2	0,01	100	113,00
5	0,0003	0,0097	2	0,01	100	97,00
6	0,0003	0,0090	2	0,01	100	90,00
7	0,0003	0,0090	2	0,01	100	90,00
Rata-rata	0,0003	0,010	2	0,01	100	101,57

2. Sampel AP 1

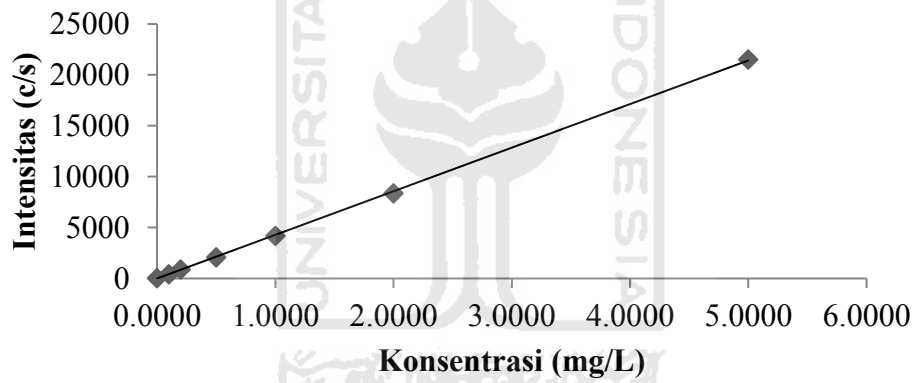
Pengulangan	Konsentrasi sampel (mg/L)	Konsentrasi spike (mg/L)	Volume standar (mL)	Konsentrasi spike (mg/L)	Volume total (mL)	% <i>Recovery</i>
1	0,0004	0,0102	2	0,01	100	102,00
2	0,0004	0,0102	2	0,01	100	102,00
3	0,0004	0,0117	2	0,01	100	117,00
4	0,0004	0,0113	2	0,01	100	113,00
5	0,0004	0,0097	2	0,01	100	97,00
6	0,0004	0,0090	2	0,01	100	90,00
7	0,0004	0,0090	2	0,01	100	90,00
Rata-rata	0,0004	0,010	2	0,01	50	101,57

## Lampiran 5. Verifikasi Logam Besi (Fe)

### 5.1 Linieritas logam besi

Tabel 5.1 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Besi (Fe)

Konsentrasi standar (mg/L)	Intensitas (c/s)
0,0	42,3001
0,1	432,784
0,2	900,342
0,5	2077,88
1,0	4185,22
2,0	8381,46
5,0	21515,5



Gambar 5.1 Kurva Kalibrasi Logam Besi (Fe)

#### Keterangan

Persamaan Regresi	$y = 4293,8008x - 35,7087$
Slope	4293,8008
Intersep	-35,7087
Koefisien Determinasi ( $R^2$ )	0,9999
Koefisien Korelasi ( $r$ )	0,9999

## 5.2 Presisi Logam Besi

Tabel 5.2 Nilai Presisi Uji Logam Besi

### 1. Sampel AP 2

Replikasi	Konsentrasi sampel + spike (mg/L)
1	0,0100
2	0,0102
3	0,0090
4	0,0112
5	0,0090
6	0,0090
7	0,0090
Rata-rata	0,010
Standar Deviasi (SD)	0,00104
%RSD	10,66
$2/3CV_{\text{Horwitz}}$	32,00

### 2. Sampel AP 1

Replikasi	Konsentrasi sampel + spike (mg/L)
1	0,0100
2	0,0112
3	0,0090
4	0,0112
5	0,0090
6	0,0090
7	0,0090
Rata-rata	0,010
Standar Deviasi (SD)	0,00104
%RSD	10,66
$2/3CV_{\text{Horwitz}}$	32,00

### 5.3 MDL

**Tabel 5.3 Batas Keberterimaan MDL Logam Besi (Fe)**

1. Sampel AP 2

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 \Rightarrow spike$	0,033 > 0,01	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < spike$	0,003 < 0,01	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,37	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	97,7	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	0,3 > 0,003	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$	10,66 < 32,00	<b>Diterima</b>

2. Sampel AP 1

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) <i>High check</i> (HC)	$MDL \times 10 \Rightarrow spike$	0,033 > 0,01	<b>Diterima</b>
2) <i>Low check</i> (LC)	$MDL = < spike$	0,003 < 0,01	<b>Diterima</b>
3) <i>Signal/Noise</i> (S/N)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,37	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	97,7	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	0,3 > 0,003	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{Horwitz}$	10,66 < 32,00	<b>Diterima</b>

**1. Penentuan *high check* (10xMDL) logam besi**

$$\begin{aligned}
 \text{High check (10xMDL)} &= 10 \times MDL \Rightarrow spike \\
 &= 10 \times 0,033 \text{ mg/L} \Rightarrow 0,01 \text{ mg/L} \\
 &= 0,033 \text{ mg/L} > 0,01 \text{ mg/L (diterima)}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

*High check* (10xMDL) : batas keberterimaan MDL tertinggi (mg/L)  
*Spike* : konsentrasi *spike* (mg/L)

**2. Penentuan *low check* logam besi**

$$\begin{aligned}
 \text{Low Check} &= MDL \Rightarrow spike \\
 &= 0,033 \text{ mg/L} \Rightarrow 0,01 \text{ mg/L} \\
 &= 0,033 \text{ mg/L} < 0,01 \text{ mg/L (diterima)}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

*Low check* : batas keberterimaan MDL terendah (mg/L)  
*Spike* : konsentrasi *spike* (mg/L)

### 3. Penentuan *Signal-to-Noise Ratio* (S/N) logam besi AP 1 dan AP 2

$$\begin{aligned} \text{S/N (2,5 - 10)} &= \frac{\bar{x}}{\text{SD}} \\ &= \frac{0,010 \text{ mg/L}}{0,00104 \text{ mg/L}} \\ &= 9,61(\text{diterima}) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{S/N (2,5 - 10)} &= \frac{\bar{x}}{\text{SD}} \\ &= \frac{0,010 \text{ mg/L}}{0,00104 \text{ mg/L}} \\ &= 9,61(\text{diterima}) \end{aligned}$$

Keterangan:

S/N : *signal-to-noise ratio*

$\bar{x}$  : rata-rata pengukuran sampel (mg/L)

SD : standar deviasi (mg/L)

### 4. Penentuan regulasi MDL logam besi

$$\begin{aligned} \text{Regulasi MDL} &= \text{Regulasi logam} > \text{MDL} \\ &= 0,3 \text{ mg/L} > 0,003 \text{ mg/L} (\text{diterima}) \end{aligned}$$

Keterangan:

Regulasi MDL : Regulasi atau ketentuan yang ditetapkan oleh Pemerintah dalam bentuk peraturan (mg/L)

Regulasi logam besi : Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001

MDL : *Method detection level* (mg/L)

### 5.4 Akurasi logam besi

#### 1. Perhitungan konsentrasi spike logam besi

$$\begin{aligned} C_{\text{spike}} &= \frac{C_{\text{standar}} \times V_{\text{standar}}}{V_{\text{total}}} \\ &= \frac{0,5 \text{ mg/L} - 2 \text{ mL}}{100 \text{ mL}} \\ &= 0,01 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Keterangan:

$C_{\text{standar}}$  : konsentrasi standar (mg/L)

$V_{\text{standar}}$  : volume standar yang dipipet (mL)

$V_{\text{total}}$  : volume pengujian (mL)

## 2. Perhitungan volume spike

$$\begin{aligned}\text{Volume standar} &= 2\% \times \text{Volume labu ukur yang digunakan} \\ &= \frac{2}{100} \times 100 \text{ mL} \\ &= 2 \text{ mL}\end{aligned}$$

## 3. Perhitungan konsentrasi standar

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\ C_1 \times 2 \text{ mL} &= 0,01 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mg/L} \\ C_1 &= 0,5 \text{ mg/L}\end{aligned}$$

Keterangan:

$C_1$  : konsentrasi standar yang diinginkan (mg/L)

$V_1$  : volume standar yang dipipet (mL)

$C_2$  : konsentrasi *spike* (mg/L)

$V_2$  : volume larutan standar (mL)

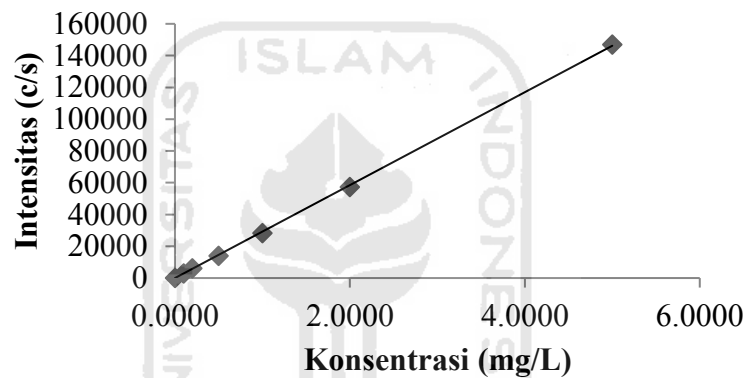


**Lampiran 6. Verifikasi logam mangan**

**6.1 Linieritas logam mangan**

**Tabel 6.1 Intensitas Larutan Standar Deret Logam Mangan (Mn)**

Konsentrasi standar (mg/L)	Intensitas (c/s)
0,0	60,0082
0,1	2776,18
0,2	6063,34
0,5	13979,6
1,0	28235,9
2,0	57247,6
5,0	146978



**Keterangan**

Persamaan Regresi  $y = 29375,5441x - 452,0229$

Slope 29375,5441

Intersep -452,0229

Koefisien Determinasi ( $R^2$ ) 0,9999

Koefisien Korelasi ( $r$ ) 0,9999



## 6.2 Presisi logam mangan

Tabel 6.2 Nilai Presisi Uji Logam Mangan

### 1. Sampel AP 2

Replikasi	Konsentrasi sampel + spike (mg/L)
1	0,0108
2	0,0106
3	0,0117
4	0,0112
5	0,0097
6	0,0090
7	0,0090
Rata-rata	0,010
Standar Deviasi (SD)	0,00107
%RSD	10,39
$2/3CV_{\text{Horwitz}}$	32,00

### 2. Sampel AP 1

Replikasi	Konsentrasi sampel + spike (mg/L)
1	0,0108
2	0,0106
3	0,0117
4	0,0112
5	0,0097
6	0,0090
7	0,0090
Rata-rata	0,010
Standar Deviasi (SD)	0,00107
%RSD	10,39
$2/3CV_{\text{Horwitz}}$	32,00

### 6.3 MDL

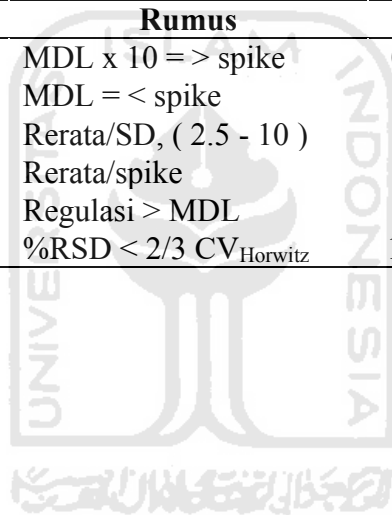
**Tabel 6.3 Batas Keberterimaan MDL Logam Mangan (Mn)**

1. Sampel AP 2

<b>Batas Keberterimaan</b>	<b>Rumus</b>	<b>Hasil</b>	<b>Ket.</b>
1) HC (High Check)	$MDL \times 10 \Rightarrow \text{spike}$	$0,033 < 0,01$	<b>Diterima</b>
2) LC (Low Check)	$MDL = < \text{spike}$	$0,003 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) S/N (Signal/Noise)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,63	<b>Diterima</b>
4) Recovery (85-115%)	Rerata/spike	102,9	<b>Diterima</b>
5) Requirement	Regulasi $> MDL$	$0,3 > 0,003$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$10,39 < 32,00$	<b>Diterima</b>

2. Sampel AP 1

<b>Batas Keberterimaan</b>	<b>Rumus</b>	<b>Hasil</b>	<b>Ket.</b>
1) HC (High Check)	$MDL \times 10 \Rightarrow \text{spike}$	$0,033 < 0,01$	<b>Diterima</b>
2) LC (Low Check)	$MDL = < \text{spike}$	$0,003 < 0,01$	<b>Diterima</b>
3) S/N (Signal/Noise)	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	9,63	<b>Diterima</b>
4) Recovery (85-115%)	Rerata/spike	102,9	<b>Diterima</b>
5) Requirement	Regulasi $> MDL$	$0,3 > 0,003$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$10,39 < 32,00$	<b>Diterima</b>

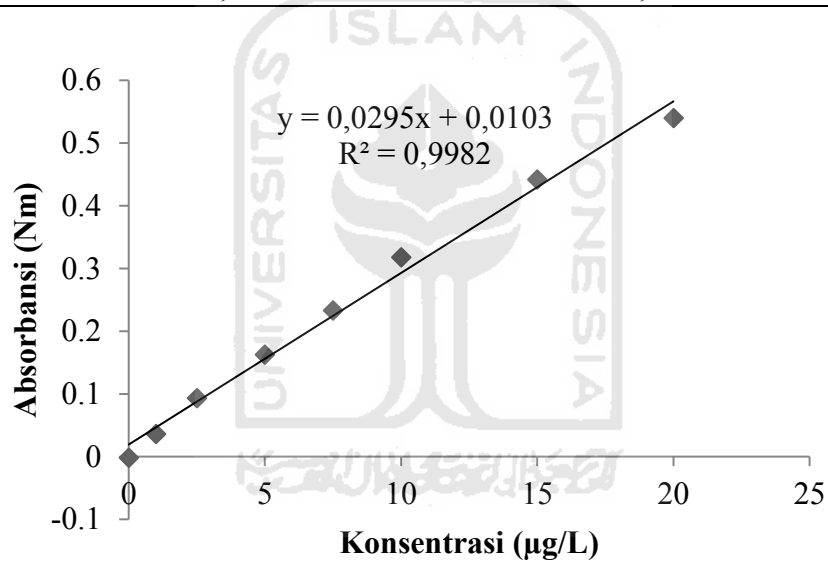


## Lampiran 7. Verifikasi Logam Arsen

### 7.1 Linieritas logam arsen

Tabel 7.1 Absorbansi Larutan Standar Deret Logam Arsen (As)

Konsentrasi standar (mg/L)	Absorbansi (Nm)
0,0	-0,0018
1,00	0,0360
2,50	0,0934
5,00	0,1628
7,50	0,2331
10,00	0,3176
15,00	0,4417
20,00	0,5398



#### Keterangan

Persamaan Regresi	$y = 0,0295x + 0,0103$
Slope	0,0295
Intersep	0,0103
Koefisien Determinasi ( $R^2$ )	0,9982

## 7.2 Presisi Logam Arsen

Tabel 4.4.5 Nilai Presisi Uji Logam Arsen

### 1. Sampel AP 2

Replikasi	Absorbansi (mg/L)
1	0,0009
2	0,0008
3	0,0010
4	0,0011
5	0,0009
6	0,0010
7	0,0008
Rata-rata	0,001
Standar Deviasi (SD)	0,00011
%RSD	11,98
$2/3CV_{Horwitz}$	45,25

### 2. Sampel AP 1

Replikasi	Absorbansi (mg/L)
1	0,0009
2	0,0011
3	0,0012
4	0,0009
5	0,0008
6	0,0009
7	0,0008
Rata-rata	0,001
Standar Deviasi (SD)	0,00015
%RSD	16,03
$2/3CV_{Horwitz}$	45,25

### 7.3 MDL

**Tabel 7.3 Batas Keberterimaan MDL Logam Arsen (As)**

#### 1. Sampel AP 2

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) HC ( <i>High Check</i> )	$MDL \times 10 = > \text{spike}$	$0,005 < 0,001$	<b>Diterima</b>
2) LC ( <i>Low Check</i> )	$MDL = < \text{spike}$	$0,0005 < 0,001$	<b>Diterima</b>
3) S/N ( <i>Signal/Noise</i> )	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	6,24	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	94,3	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	$0,1 > 0,0005$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$16,03 < 45,25$	<b>Diterima</b>

#### 2. Sampel AP 1

Batas Keberterimaan	Rumus	Hasil	Ket.
1) HC ( <i>High Check</i> )	$MDL \times 10 = > \text{spike}$	$0,005 < 0,001$	<b>Diterima</b>
2) LC ( <i>Low Check</i> )	$MDL = < \text{spike}$	$0,0005 < 0,001$	<b>Diterima</b>
3) S/N ( <i>Signal/Noise</i> )	Rerata/SD, ( 2.5 - 10 )	6,24	<b>Diterima</b>
4) <i>Recovery</i> (85-115%)	Rerata/spike	94,3	<b>Diterima</b>
5) <i>Requirement</i>	Regulasi > MDL	$0,1 > 0,0005$	<b>Diterima</b>
6) %RSD	$\%RSD < 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$	$16,03 < 45,25$	<b>Diterima</b>

- Pembuatan larutan HCL 37% 2 M

Data yang diketahui:

Densitas HCL ( $\rho$ ) = 1,18 g/mL

%HCL = 37%

BM = 36,5 g/mol

Sehingga konsentrasi awal (pekat) HCL induk adalah

$M_1 = \rho \times \% \times 1000 \text{ mL}$

$M_1 = \frac{1,18 \text{ g/mL} \times 0,37 \times 1000}{36,5 \text{ g/mol}}$


$M_1 = 11,96 \text{ mol/mL}$

$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \times 2 \text{ M}}{11,96 \text{ M}}$

$V_1 = 16,7 \text{ mL}$

## Lampiran 8. Baku Mutu Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001

DATA SHEET OF CLEAN WATER TESTING ENVIRONMENTAL LABORATORY SERVICES SURABAYA AREA										
No Lab	_____									
Date Received	_____									
Date of Testing	_____									
Reference	Government Regulation of Republic Indonesia No.82 tahun 2001									
Parameter	Unit	Test Result				Water Quality Classification				Test Methods *)
		I	II	III	IV	I	II	III	IV	
<b>Physical :</b>										
Temperature	°C					Normal ± 3	Normal ± 3	Normal ± 3	Normal ± 5	2550 B
Total Dissolved Solid	mg/L					1000	1000	1000	2000	2540 C
Total Suspended Solid	mg/L					50	50	400	400	2540 D
<b>Inorganic Chemical :</b>										
pH **)	-					6 - 9	6 - 9	6 - 9	5 - 9	4500-H <sup>+</sup> B
BOD, days 20°C	mg/L					2	3	6	12	5210 B
COD by K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	mg/L					10	25	50	100	5220 B
Dissolved Oxygen	mg/L					6	4	3	0	4500-O B
Total Fosfat as P	mg/L					0.2	0.2	1	5	4500-P C
Nitrate (NO <sub>3</sub> -N)	mg/L					10	10	20	20	4500-NO <sub>3</sub> B
Amoniac (NH <sub>3</sub> -N)	mg/L					0.5	-	-	-	4500-NH <sub>3</sub> F
Dissolved Arsenic (As)	mg/L					0.05	1	1	1	3114 B
Dissolved Cobalt (Co)	mg/L					0.2	0.2	0.2	0.2	3120 B
Barium (Ba)	mg/L					1	-	-	-	3120 B
Dissolved Boron (B)	mg/L					1	1	1	1	3120 B
Dissolved Selenium (Se)	mg/L					0.01	0.05	0.05	0.05	3114 B
Dissolved Cadmium (Cd)	mg/L					0.01	0.01	0.01	0.01	3120 B
Chrom Hexavalent (Cr6+)	mg/L					0.05	0.05	0.05	1	3500-Cr B
Dissolved Copper (Cu)	mg/L					0.02	0.02	0.02	0.2	3120 B
Dissolved Iron (Fe)	mg/L					0.3	-	-	-	3120 B
Lead (Pb)	mg/L					0.03	0.03	0.03	1	3120 B
Manganese (Mn)	mg/L					0.1	-	-	-	3120 B
Mercury (Hg)	mg/L					0.001	0.002	0.002	0.005	3112 B
Zinc (Zn)	mg/L					0.05	0.05	0.05	2	3120 B
Chloride (Cl)	mg/L					600	-	-	-	4500-Cl B
Cyanide (CN)	mg/L					0.02	0.02	0.02	-	4500-CN E
Fluoride (F)	mg/L					0.5	1.5	1.5	-	4500-F D
Nitrite (NO <sub>2</sub> -N)	mg/L					0.05	0.06	0.06	-	4500-NO <sub>2</sub> B
Sulphate (SO <sub>4</sub> )	mg/L					400	-	-	-	4500-SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> E
Chlorine (Cl <sub>2</sub> )	mg/L					0.03	0.03	0.03	-	4500-Cl G
Oil & Grease	ug/L					1000	1000	1000	-	5520 B
Surfactans Anionic as MBAS	ug/L					200	200	200	-	5540 C
Phenolic Compound	ug/L					1	1	1	-	5530 C
Sulfide as H <sub>2</sub> S	mg/L					0.002	0.002	0.002	-	4500-S <sup>2-</sup> D

Standard Methods, 23 rd Ed 2017      \*\*)pH dan T diukur di Lapangan  
 APHA-AWWA-WEF

Analyzed by : \_\_\_\_\_      Checked & Approved by : \_\_\_\_\_