

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**PENGARUH CARA PENGGUNAAN ALAT UKUR  
TERHADAP VALIDASI METODE PENGUJIAN KROM PADA  
SAMPEL AIR SECARA SSA**

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



**Disusun oleh:**

**Aldi Sampurno Kurniajati**

**NIM: 17231009**

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

**2020**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**PENGARUH CARA PENGGUNAAN ALAT UKUR  
TERHADAP VALIDASI METODE PENGUJIAN KROM PADA  
SAMPEL AIR SECARA SSA**

*EFFECT OF THE USE OF A MEASURING INSTRUMEN ON THE  
CHROMATIC (Cr) VALIDATION WATER SAMPEL USING ATOMIC  
ABSORPTION SPECTROSCOPY*



**Disusun oleh:**

**Aldi Sampurno Kurniajati**

**NIM: 17231009**

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

**YOGYAKARTA**

**2020**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**PENGARUH CARA PENGGUNAAN ALAT UKUR  
TERHADAP VALIDASI METODE PENGUJIAN KROM PADA  
SAMPEL AIR SECARA SSA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Aldi Sampurno Kurniajati**

**NIM: 17231039**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

**Program Studi DIII Analisis Kimia**

**Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

**Universitas Islam Indonesia**

**pada tanggal 3 September 2020**

**Menyetujui,**

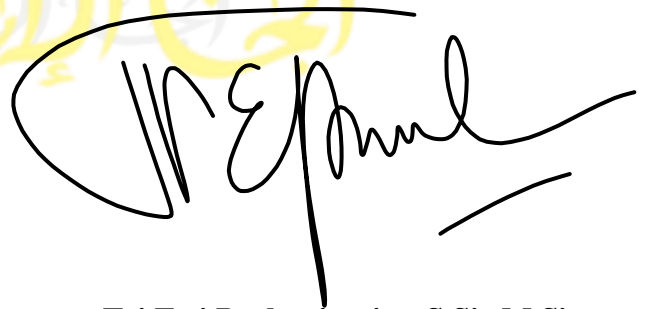
**Ketua Program Studi**

**Pembimbing**



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

**NIK. 132311102**



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

**NIK. 132311102**

**HALAMAN PENGESAHAN**  
**LAPORAN TUGAS AKHIR**  
**PENGARUH CARA PENGGUNAAN ALAT UKUR**  
**TERHADAP VALIDASI METODE PENGUJIAN KROM PADA**  
**SAMPEL AIR SECARA SSA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Aldi Sampurno Kurniajati**

**NIM: 17231009**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 03 September 2020

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/ Penguji**



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

**NIK. 132311102**

**Penguji I**



**Kuntari, M.Sc**

**NIK. 182310401**

**Penguji II**



**Reni Banowati Istiningrum, M.Sc**

**NIK. 052316002**

**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas MIPA UII**



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

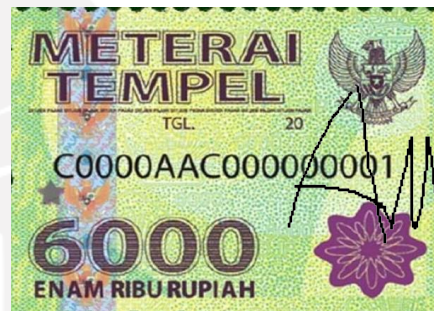
**NIK. 006120101**

## PERNYATAAN

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

Yogyakarta, 28 Agustus 2020

Penyusun,



Aldi Sampurno Kurniajati

## MOTTO

“Jangan terlalu ambil hati dengan ucapan seseorang, terkadang manusia punya mulut tapi belum tentu punya pikiran.”

(Albert Einstein )

“Jangan terlalu memikirkan omongan orang lain, pikirkan saja yang menjadi tujuanmu.”

(Penulis)

“Hiduplah dengan rendah hati, tidak peduli seberapa besar kekayaanmu”

(Ali bin Abi Thalib)

“Jangan menganggap diamnya seseorang sebagai kebanggaannya, mungkin dia sibuk berkelahi dengan dirinya sendiri”

(Ali bin Abi Tholib)

“Kalaupun kau tidak bisa menjadi orang pintar, setidaknya jadilah orang baik”

(Penulis)

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirrahmanirrahim Sujud serta syukur kepada Allah SWT selalu penulis panjatkan atas Rahmat dan Hidayah-Nya yang tak terhingga sehingga memberikan penulis petunjuk dan pengalaman dalam menuntut ilmu-ilmu baru dalam hidup penulis. Sehingga penulis dapat menyelesaikan masa kuliah di program studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII dan laporan akhir yang sederhana ini.

Dengan Rahmat Allah yang Maha Pengasih Lagi Maha Penyayang. Kupersembahkan Karya sederhana ini kepada orang yang sangat kusayangi. Bapak Maryono, Ibu Retno Astutik, Adikku Baskoro dan Puspa sebagai tanda cinta dan terimakasih karena telah memberiku dukungan dan semangat untuk mengerjakan laporan ini.

Kepada Dosen dan staff Program Studi DIII Analisis Kimia UII yang saya hormati, terimakasih atas bimbingan dan ilmunya selama diperkuliahan guna bermanfaat bagi diri saya dan orang lain.

Teruntuk teman-teman kelas A terimakasih telah memberikan semangat dalam pengerjakaan walaupun sedikit tetapi itu sudah cukup. Dan juga tidak kalah pentingnya selalu kompak dan solid dalam semua hal.

Terima kasih juga kepada teman-teman dan staff dari tempat saya PKL di PDAM Karamantul yang sudah mau menerima kami dan sedikit berbagi ilmu dalam dunia kerja kita nantinya.

## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Alhamdulillah, puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan taufik dan hidayah-Nya, dan tidak lupa juga shalawat serta salam senantiasa tercurah kepada nabi agung Muhammad SAW, keluarga, sahabat, dan para pengemban risalah beliau hingga akhir zaman. Berkat pertolongan dan rahmat Allah SWT penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul tentang “Pengaruh cara penggunaan alat ukur terhadap validasi metode pengujian krom pada sampel air secara ssa”.

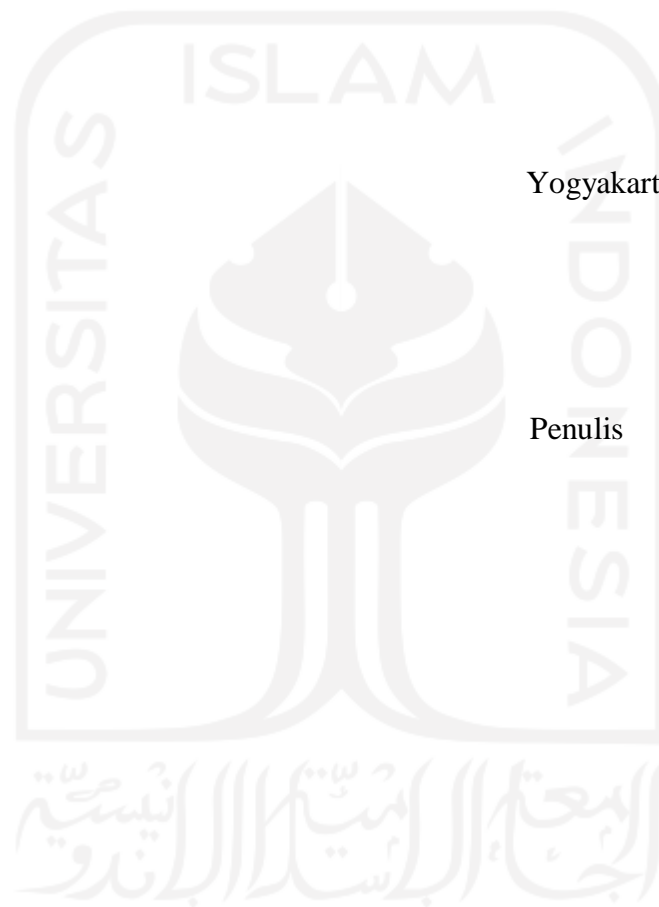
Laporan Tugas Akhir disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan program pendidikan derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) pada Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia (UII) Yogyakarta. Selama proses penyusunan laporan ini penulis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

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia dan selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir
3. Thorikul Huda, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Akademik..
4. Dosen-dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII atas semua ilmu yang telah diberikan. Teman-teman yang telah membantu dalam proses melaksanakan dan penyusunan laporan Tugas Akhir. Bapak Dedi selaku pimpinan dari PDAM Karamantul
5. Rekan seperjuangan PKL Alvin dan Aris yang telah membantu dan menemani saat masih di tempat PKL.



Laporan ini tentu saja masih jauh dari kata sempurna. Oleh sebab itu, penulis mengharapkan kritik, saran, dan masukan yang membangun demi terciptanya laporan yang lebih baik untuk kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis sendiri maupun semua pihak yang terkait.

*Wassalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*



Yogyakarta, xx Agustus 2020

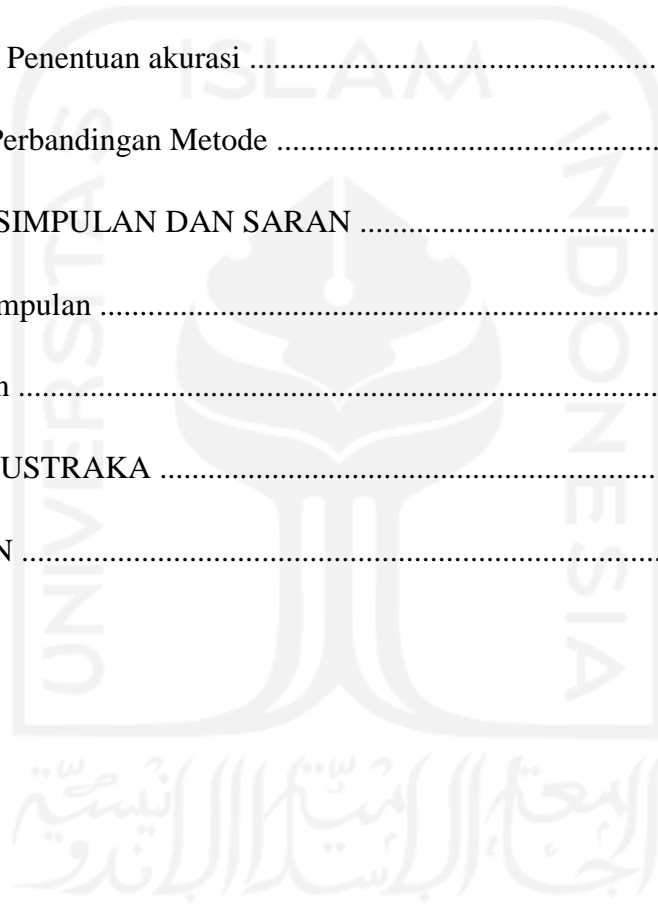
Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iv
MOTTO.....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vi
KATA PENGANTAR .....	vii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
INTISARI.....	xv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan .....	3
1.4 Manfaat .....	3
BAB II DASAR TEORI .....	4
2.1 Logam Cr .....	4
2.2 Pengujian Krom .....	4

2.3 Spektrofotometer Serapan Atom .....	5
2.4 Alat Ukur Gelas .....	8
2.5 Validasi Metode .....	9
2.5.1 Linieritas .....	9
2.5.2 LOD dan LOQ .....	9
2.5.3 Presisi .....	10
2.5.4 Akurasi .....	10
2.6 Anova Satu Arah .....	11
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>14</b>
3.1 Alat .....	14
3.2 Bahan .....	14
3.3 Cara Kerja .....	14
3.3.1 Kode alat .....	14
3.3.2 Pembuatan larutan induk krom 1000 ppm .....	14
3.3.3 Persiapan contoh uji .....	14
3.3.4 Pembuatan larutan baku krom 100 mg/L .....	15
3.3.5 Pembuatan larutan baku 10 mg/L .....	15
3.3.6 Pembuatan larutan standar .....	15
3.3.7 Analisis cr dalam sampel .....	15
3.3.8 Pembuatan kurva kalibrasi .....	15
3.3.9 Penentuan akurasi .....	16

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	17
4.1 Destruksi Kering .....	17
4.2 Pengaruh Perbandingan Alat Ukur Terhadap Validasi Metode .....	17
4.2.1 Linieritas .....	17
4.2.2 LOD dan LOQ .....	19
4.2.3 Penentuan presisi .....	20
4.2.4 Penentuan akurasi .....	21
4.3 Uji Perbandingan Metode .....	22
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....	24
5.1 Kesimpulan .....	24
5.2 Saran .....	24
DAFTAR PUSTAKA .....	25
LAMPIRAN .....	27



## DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi Cr Dengan Variasi Alat .....	18
Tabel 4.2 Penentuan LOD dan LOQ.....	19
Tabel 4.3 Presisi .....	20
Tabel 4.4 Akurasi .....	21
Tabel 4.5 Uji Anova .....	22
Tabel 4.6 Perbandingan Keseluruhan.....	22



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Bagian alat Spektrofotometer Serapan Atom .....	5
Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Cr Dengan Variasi Alat Ukur .....	18



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Penimbangan .....	27
Lampiran 2 Hasil Penentuan LOD dan LOQ .....	29
Lampiran 3 Hasil Penentuan Presisi .....	34
Lampiran 3 Hasil Penentuan Akurasi.....	37



# **PENGARUH CARA PENGGUNAAN ALAT UKUR TERHADAP VALIDASI METODE PENGUJIAN KROM PADA SAMPEL AIR SECARA SSA**

Aldi Sampurno Kurniajati

Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia

Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta

Email: aldi.sampurna01@gmail.com

## **INTISARI**

Telah dilakukan penelitian di Laboratorium FMIPA UII Yogyakarta untuk menentukan perbandingan penggunaan alat ukur yaitu pipet ukur dengan propipet dipencet sebagai tipe A, gelas ukur sebagai tipe B, dan pipet ukur dengan propipet dilepas sebagai tipe C dengan sampel air dan menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Tujuan dilakukannya pengujian ini adalah untuk mengetahui pengaruh perbedaan penggunaan alat ukur. Larutan standar krom dibuat dengan konsentrasi 0; 0,2; 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 mg/L. Berdasarkan hasil linieritas dari alat tipe A yaitu  $y = 0,0262x + 0,0017$ ; tipe B  $y = 0,0287x + 0,0095$ ; dan tipe C  $y = 0,026x - 0,0047$ . Berdasarkan hasil LOD alat tipe A sebesar 0,3866 mg/L; tipe B sebesar 0,6388 mg/L; dan tipe C sebesar 0,6594 mg/L; sedangkan hasil LOQ yang didapatkan alat tipe A sebesar 1,2852 mg/L; tipe B 2,1295 mg/L; dan untuk tipe C 2,1983 mg/L. Penentuan presisi dari alat tipe A didapatkan 7,10%; untuk tipe B 22,68%; dan untuk tipe C 10,31%. Penentuan akurasi sebesar 70,23% untuk alat ukur tipe A; untuk tipe B 29,72%; dan tipe C 45,38%. Penentuan uji anova nilai *P-value* sebesar 0,06 yang berarti nilai *p-value* lebih besar dari 0,05 dan dapat disimpulkan dari ketiga alat ukur yang digunakan tidak terdapat perbedaan secara signifikan, tetapi jika dilihat dari hasil validasi alat ukur tipe A memiliki hasil yang baik.

Kata Kunci : Air dan air limbah, Krom (Cr), Spektrofotometer Serapan Atom.



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Pemilihan sampel uji dengan air dikarenakan ingin mengetahui salah satu kandungan logam yang terdapat dalam air tersebut. Pengujian Cr ini dilakukan untuk mengetahui seberapa besar kandungan logam Cr di dalamnya. Metode pengujian dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dikarenakan sangat praktis dan cepat dengan hasil yang tepat. Perlu dilihatnya dampak dari penggunaan tiap-tiap alat ukur yaitu sebagai pembanding agar dapat menentukan alat ukur mana yang lebih cocok dan tepat dalam pengujian. Dampak dalam validasi metode dapat dilihat dengan linieritas, akurasi, dan uji anova. Uji perbandingan bisa dilakukan dengan melihat hasil dari grafik linieritas dan anova (Effendi, 2003).

Air merupakan sumber daya yang paling penting bagi seluruh makhluk hidup. Maka dari itu sangat penting dalam menjaga kualitas dan pemanfaatan air dalam kehidupan sehari-hari. Aspek penghematan dan pelestarian sumber daya air harus bisa dipahami bagi semua orang. Pada era modern seperti sekarang tentunya semakin banyak hal yang perlu diwaspadai dalam memenuhi kualitas air tersebut. Seperti banyaknya pertumbuhan industri baru yang tentunya bisa menyebabkan pencemaran lingkungan, udara, dan air. Pencemaran yang biasanya disebabkan oleh industri seperti logam berat besi (Fe), kromium (Cr), tembaga (Cu), seng (Zn), timbal (Pb), dan lain-lain. Tetapi tidak hanya itu saja manusia juga bisa menjadi faktor dalam pencemaran ini. Kondisi ini dapat membahayakan semua makhluk hidup yang sangat membutuhkan air. Maka dari itu diperlukan pengolahan dan perlindungan sumber daya air secara menyeluruh (Effendi, 2003).

Pengujian logam krom (Cr) yang dilakukan bertujuan untuk mengetahui seberapa banyak kandungan logam krom dalam air perumahan. Pentingnya pengaruh dari alat gelas yaitu agar tidak terjadinya kesalahan dalam pemakaian dan memperkecil kesalahan hasil saat analisis. Perlunya validasi dalam analisis

ini agar metode tersebut dapat dipercaya. Pengujian ini dilakukan untuk melihat pengaruh perbedaan hasil dan perbandingan dari alat ukur dengan sampel air dalam uji logam krom (Cr), dan dapat dibandingkan dengan uji anova dalam mencari pengaruh perbedaan tiap alat ukur (Malkoc dkk, 2007). Uji anova satu arah yaitu analisis yang melibatkan dua kategori atau lebih yang dipilih dan ditentukan dengan tidak acak. Tujuan dari uji ini adalah sebagai pembandingan (Riduwan, 2008).

Metode yang di gunakan untuk menentukan kandungan logam krom (Cr) dalam air limbah yaitu dengan menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang berada di Laboratorium Terpadu FMIPA Universitas Islam Indonesia Kimia Yogyakarta. SNI 06-6989.17 (2004) dengan panjang gelombang 357,9 nm. Parameter yang divalidasi berupa Linieritas adalah suatu metode analisis untuk mendapatkan hasil yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Batas deteksi (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi (LOQ) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual. Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya (Riyanto, 2014).

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan uraian dari latar belakang maka rumusan masalah yang dapat dijabarkan yaitu:

1. Bagaimana pengaruh cara penggunaan alat ukur terhadap validasi metode pengujian Cr?
2. Apakah cara penggunaan alat ukur memberikan perbedaan yang signifikan pada hasil pengujian Cr ?

### **1.3 Tujuan**

Tujuan dari dilakukannya penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui pengaruh dari penggunaan alat ukur terhadap validasi metode pengujian Cr.
2. Mengetahui pengaruh perbedaan alat ukur pada hasil pengujian Cr.

### **1.4 Manfaat**

Penelitian yang telah dilakukan ini diharapkan dapat bermanfaat bagi perkembangan penelitian sampel air limbah dan dapat mengetahui kadar krom dari sampel dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom.



## **BAB II**

### **DASAR TEORI**

#### **2.1 Logam Cr**

Logam Cr atau kromium merupakan salah satu logam mineral yang keberadaannya terkandung dalam lapisan bumi. Kromium adalah elemen yang secara alamiah ditemukan dalam konsentrasi yang rendah di batuan, hewan, tanaman, tanah, debu vulkanik, dan juga gas. Salah satunya dalam air yang juga dapat memberikan dampak baik dalam tubuh apabila dikonsumsi dengan tepat dengan kadar 10-25%. Konsumsi air dengan kandungan krom berlebihan dapat menyebabkan penumpukan kromium dalam tubuh dan bersifat kronis yang akhirnya mengakibatkan kanker dan kematian (Palar, 2008).

Bentuk gas biasanya terdapat pada udara saat kita sedang bernafas, tetapi biasanya tingkat kromium dalam bentuk gas diudara umumnya lebih rendah. Logam krom (Cr) sering ditemukan dalam bentuk senyawa padat/mineral dengan unsur lain. Kromium harus terhindar dari panas api, percikan api, dan sumber lain yang dapat menyebabkan kebakaran. Kromium banyak digunakan secara luas dalam penyepuhan, penyamakan kulit, pelapis kromat, dan pelapis logam (Malkoc dkk, 2007).

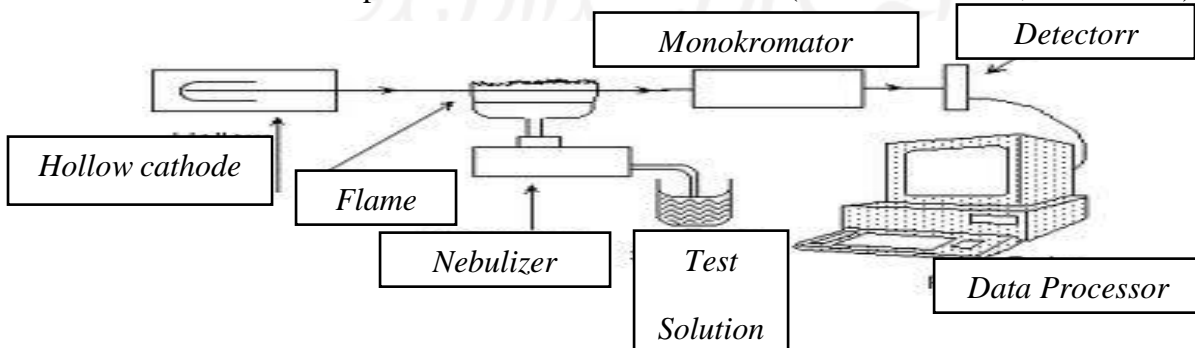
#### **2.2 Pengujian Krom (Cr)**

Kromium dapat di analisis dengan berbagai cara antara lain dengan Spektrofotometri UV-Visible, Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), gravimetri, dan titrasi. Dari beberapa uji tersebut titrasi kurang bagus dikarenakan hanya dilihat dari perubahan warna, gravimetric waktu yang digunakan terlalu lama saat pemanasan dan pendinginan jadi kurang efektif, sedangkan UV-Visible dan SSA keduanya hampir sama tetapi batas panjang gelombang yang dibutuhkan UV-Visible saat pengukuran >185 nm, sedangkan SSA dapat mengukur lebih kecil dari itu. Dalam menganalisis unsur logam Cr dengan Spektrofotometer Serapan Atom lebih akurat dan sederhana, karena hanya lebih berfokus pada satu jenis logamnya dan dapat mengukur hingga konsentrasi yang paling kecil (Khoirul, 2010)

Pada gelas ukur pembacaan volume larutan harus memperhatikan batas meniskus cembung dan harus sejajar dengan mata saat pembacaan. Sedangkan pipet ukur pemakaian dengan cara pastikan pro pipet terpasang dengan benar, lalu pipet sesuai volume yang diinginkan dan pindahkan ke wadah yang diinginkan. Perbandingan ketelitian atau ketepatan penggunaan antara gelas ukur dan pipet ukur yaitu pipet ukur, dikarenakan pipet ukur memiliki ketelitian yang lebih akurat dibandingkan dengan gelas ukur (Khoirul, 2010). Baiknya penggunaan gelas ukur hanya sebagai tempat ukur sementara. Pengaruh uji pada alat ukur biasanya terdapat pada saat alat yang kita gunakan tidak terkalibrasi dengan baik, sehingga adanya zat pengotor yang mengganggu saat pemakaian.

### 2.3 Spektrofotometer Serapan Atom

Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah suatu metode analisis yang didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar (ground state). Penyerapan tersebut menyebabkan tereksitasnya elektron dalam kulit atom ke tingkat energi yang lebih tinggi. Keadaan ini bersifat labil. elektron akan kembali ke tingkat energi dasar sambil mengeluarkan energi yang berbentuk radiasi, atom bebas berinteraksi dengan berbagai bentuk energi seperti energi panas, energi elektromagnetik, energi kimia dan energi listrik, sehingga menimbulkan proses-proses dalam atom bebas yang menghasilkan absorpsi, emisi (pancaran), radiasi, dan panas. Radiasi yang dipancarkan bersifat khas karena mempunyai panjang gelombang yang karakteristik untuk setiap atom bebas (Basset dkk, 1994).



**Gambar 2.1 Bagian-Bagian SSA**

Metode SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom-atom yang menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Metode serapan atom hanya tergantung pada perbandingan dan tidak bergantung pada temperature. Setiap alat SSA terdiri atas tiga komponen yaitu uniteratomisasi, sumber radiasi, sistem pengukur fotometerik. Teknik SSA menjadi alat yang canggih dalam analisis. Ini disebabkan karena sebelum pengukuran tidak selalu memerlukan pemisahan unsur yang ditentukan karena kemungkinan penentuan satu unsur dengan kehadiran unsur lain dapat dilakukan, asalkan katoda berongga yang diperlukan tersedia dan dapat digunakan untuk mengukur logam sebanyak 61 logam. Adapun Kelebihan Dan Kekurangan Spektrofotometer Serapan Atom Spektrometri Serapan Atom (SSA) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metalloid yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog, 2000). Metode ini cocok untuk sampel dengan konsentrasi yang rendah. Kelebihan dari SSA adalah lebih spesifik, batas deteksi yang rendah, absorbansi dapat dibaca langsung, memiliki selektifitas yang tinggi, memiliki kepekaan yang cukup tinggi, dan analisa lebih cepat. Sedangkan kekurangannya adalah membutuhkan lampu katoda sebagai sumber utama, hanya mampu menganalisa logam berat, semua sampel harus dalam keadaan asam. Bagian dari instrumen spektrofotometer serapan atom yaitu :

#### 1. Sumber radiasi resonansi

Pemancaran radiasi resonansi terjadi bila kedua elektroda diberi tegangan, arus listrik yang terjadi menimbulkan ionisasi gas-gas pengisi. Ion-ion gas yang bermuatan positif ini menembaki atom-atom yang terdapat pada katoda yang menyebabkan tereksitasinya atom-atom tersebut. Atom-atom yang tereksitasi ini bersifat tidak stabil dan akan kembali ke tingkat dasar dengan melepaskan energi eksitasinya dalam bentuk radiasi. Radiasi ini yang dilewatkan melalui atom yang berada dalam nyala.

## 2. Atomizer

Atomizer terdiri atas *Nebulizer* (sistem pengabut), *spray chamber* dan burner (sistem pembakar). Nebulizer berfungsi untuk mengubah larutan menjadi butiran partikel. Spray chamber berfungsi untuk membuat campuran yang homogen antar gas oksidan, bahan bakar dan aerosol yang mengandung contoh sebelum memasuki burner. Burner merupakan sistem tepat terjadi atomisasi yaitu pengubahkabut/uap garam unsur yang akan dianalisis menjadi atom-atom normal dalam nyala.

## 3. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk memisahkan radiasi resonansi yang telah mengalami absorpsi dari radiasi-radiasi yang lainnya.

## 4. Detektor

Detektor berfungsi untuk mengubah energi radiasi dari sinar lampu menjadi energi listrik yang berhubungan pada daya radiasi yang dapat teradsorpsi dengan baik.

## 5. Lampu Katoda

Lampu katoda berfungsi sebagai sumber cahaya untuk memberikan energi sehingga unsur logam yang akan diuji akan mudah tereksitasi.

## 6. Rekorder

Sinyal listrik yang keluar dari detektor lalu diterima oleh piranti yang dapat menggambarkan secara otomatis kurva absorpsi.

## 7. Tabung Gas

Tabung gas pada AAS yang digunakan merupakan tabung gas yang berisi gas asetilen. Gas asetilen pada AAS memiliki kisaran suhu  $\pm 20.000\text{K}$ . Regulator pada tabung gas asetilen berfungsi untuk mengatur banyaknya gas yang akan dikeluarkan, dan juga gas yang ada didalam tabung. Speedometer pada bagian regulator merupakan pengatur tekanan yang berada di dalam tabung.

## 8. Kompresor

Kompresor berfungsi untuk mensuplai kebutuhan udara yang nanti akan digunakan oleh SSA pada waktu pembakaran atom, dan juga berfungsi untuk menyaring udara dari luar.

### 9. *Ducting*

*Ducting* merupakan bagian cerobong asap untuk menyedot asap dari sisa pembakaran pada SSA, yang langsung dihubungkan pada cerobong asap bagian luar, gunanya agar asap yang dihasilkan tidak berbahaya bagi lingkungan sekitar. Asap yang dihasilkan dari pembakaran pada SSA, diolah sedemikian rupa didalam ducting, agar polusi yang dihasilkan tidak berbahaya.

## 2.4 Alat Ukur Gelas

Penggunaan alat-alat ukur gelas berfungsi sebagai alat bantu ukur volume untuk analisa kuantitatif dan kualitatif. Alat-alat kuantitatif terdiri dari pipet ukur, pipet volume, labu ukur, dan buret. Sedangkan untuk analisis kualitatif terdiri dari erlenmeyer, gelas ukur, gelas beaker, dan lainnya. Kebersihan dan ketelitian alat ukur juga merupakan faktor penting dalam pemakaian (Khoirul, 2010).

### a. Pipet Ukur

Pipet ukur berfungsi untuk mengambil dan memindahkan larutan ke dalam suatu wadah dengan berbagai ukuran volume, sedangkan fungsi dari gelas ukur sebagai wadah larutan sementara dan sebagai alat ukur volume cairan. Cara penggunaan pipet ukur dengan propipet yaitu pastikan propipet dalam keadaan mengempis, selanjutnya dipasang pada ujung atas pipet ukur dan saat pengambilan larutan kita dapat menekan bagian propipet dengan tanda panah keatas, setelah diambil cara mengeluarkannya dengan cara menekan bagian dengan tanda panah kebawah (Khoirul, 2010).

### b. Gelas Ukur

Cara penggunaan gelas ukur yaitu siapkan larutan atau sampel dan gelas ukur sesuai ukuran, tuangkan larutan sesuai dengan ukuran yang akan diinginkan pembacaan dengan cara meniskus cekung, setelah pembacaan larutan sudah bisa dipakai (Khoirul, 2010).



## **2.5 Validasi Metode**

### **2.5.1 Linieritas**

Linieritas adalah suatu metode analisis untuk mendapatkan hasil yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Uji ini dilakukan dengan suatu deret larutan yang terdiri minimal empat konsentrasi yang berbeda dengan batas rentang antara 50-150% dari kadar analit sampel (Riyanto, 2014).

Parameternya yaitu koefisien korelasi ( $r$ ) dan koefisien determinasi ( $R^2$ ) pada analisis regresi linier  $y = bx + a$  yang dimana  $b$  adalah slope, dan  $a$  adalah intersep,  $x$  adalah konsentrasi analit, dan  $y$  adalah respon instrumen. Tanda positif (+) berarti semakin tinggi nilai absorbansi terhadap kenaikan konsentrasi analit. Sedangkan tanda negatif (-) berarti semakin rendahnya nilai absorbansi (Riyanto, 2014).

### **2.5.2 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi (LOD dan LOQ)**

Batas deteksi (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi (LOQ) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Terdapat tiga cara dalam menentukan LOD dan LOQ yaitu signal to noise, penentuan blanko, dan kurva kalibrasi. Untuk metode signal to noise puncak-puncak kebisingan di sekitar waktu retensi analit diukur, kemudian konsentrasi analit yang akan menghasilkan sinyal sama dengan nilai tertentu dari kebisingan untuk sinyal rasio dapat diperkirakan. Metode ini biasanya diterapkan untuk metode analisis yang menunjukkan suara dasar (Riyanto, 2014).

Metode blanko dapat diterapkan bila hasil analisis blanko tidak menunjukkan hasil nol. LOD adalah nilai konsentrasi analit pada sampel dengan menggunakan blanko sampel dengan tambahan nilai tiga kali standar deviasi, sedangkan nilai LOQ juga dapat dinyatakan sebagai konsentrasi terkecil dalam suatu analit yang sesuai dengan blanko sampel ditambah dengan sepuluh kali standar deviasi yang dapat di rumuskan sebagai berikut :

$$\text{LOD} = x + 3.Sb$$

$$\text{LOQ} = x + 10.Sb$$

Metode kurva kalibrasi diasumsikan bahwa respon instrumen berhubungan linier yang dapat dinyatakan sebagai  $y = bx + a$ . Maka dari itu nantinya dapat dinyatakan :

$$\text{LOD} = \frac{3 \times Sa}{b}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times Sa}{b}$$

### 2.5.3 Presisi

Presisi atau *precision* adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Riyanto, 2014). Sesuai dengan ICH, presisi harus dilakukan pada 3 tingkatan yang berbeda yaitu:

1. Keterulangan yaitu ketepatan (precision) pada kondisi percobaan yang sama(berulang) baik orangnya, peralatannya, tempatnya, maupun waktunya.
2. Presisi antara yaitu ketepatan (precision) pada kondisi percobaan yang berbeda, baik orangnya, peralatannya, tempatnya maupun waktunya.
3. Ketertiruan merujuk pada hasil-hasil dari labortorium yang lain.

Dokumentasi presisi seharusnya mencakup: simpangan baku, simpangan baku relatif (RSD), atau koefisien variasi (CV), dan kisaran kepercayaan. Pengujian presisi pada saat awal validasi metode seringkali hanya menggunakan 2 parameter yaitu: keterulangan dan presisi antara. Reprodusibilitas biasanya dilakukan ketika akan melakukan uji banding antar laboratorium (Rohman, 2007). Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan nilai simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) sebesar <2%.

### 2.5.4 Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya (Riyanto, 2014). Persen perolehan kembali

atau biasa disebut (*recovery*) dapat ditentukan juga dengan metode simulasi atau metode penambahan baku. Dapat ditentukan dengan rumus :

$$\% \text{Recovery} = \frac{\text{Contoh uji yang di spike} - \text{Contoh uji yang tidak di spike}}{\text{Kadar standar yang di peroleh}} \times 100\%$$

Terdapat kesulitan yang cukup penting juga dalam akurasi yaitu kandungan analit yang sesungguhnya akan diuji tidak diketahui. Kriteria dalam akurasi sangat tergantung dengan konsentrasi analit dalam sampel dan keselarasan metode (Riyanto, 2014).

## 2.6 Anova Satu Arah

Statistika merupakan salah satu cabang pengetahuan yang banyak dipelajari oleh ilmuan dari hampir semua bidang ilmu pengetahuan seperti ilmu kedokteran, teknik, manajemen, sosial, dan semua bidang yang mencakup pengetahuan manusia. Statistika adalah metode atau ilmu yang mempelajari suatu proses dalam merencanakan, mengumpulkan, menganalisis, dan mempresentasikan data. Anova adalah sebuah analisis statistik yang menguji perbedaan rerata antar grup. Grup disini bisa berarti kelompok atau jenis perlakuan. Anova adalah bagian dari metode analisis statistika yang tergolong komparatif lebih dari dua rata-rata (Riduwan, 2008). Anava atau anova adalah sinonim dari analisis varians dan terjemahan dari analysis of variance, sehingga bisa di sebut anova. Teknik analisis ini pertama kali dikembangkan oleh Sir R, A Fisher (Sudjana, 1996).

Anova dinamakan analisis varians satu arah, karena analisisnya menggunakan varians dan data hasil pengamatan merupakan pengaruh satu faktor dari tiap populasi secara independen yang kita ambil dalam sebuah sampel acak, berukuran  $n_1$  dari populasi kesatu,  $n_2$  dari populasi kedua dan seterusnya berukuran  $n_k$  dari populasi ke k. Data sampel akan dinyatakan dengan  $Y_{ij}$  yaitu data ke-j dalam sampel yang diambil dari populasi ke-i (Sudjana, 1996).

Uji ini bertujuan sebagai uji pembandingan. Kegunaan dalam analisis anova banyak digunakan pada penelitian-penelitian yang banyak melibatkan pengujian komparatif, seperti menguji variabel terikat dengan cara membandingkan pada

kelompok-kelompok sampel independen yang diamati. Analisis varian saat ini banyak digunakan dalam penelitian survey dan penelitian eksperimen. Prosedur uji anova satu arah yaitu :

- 1) Sebelum anova dihitung, asumsikan bahwa data dipilih secara acak, berdistribusi normal, dan varian homogen.
- 2) Buatlah hipotesis ( $H_a$  dan  $H_0$ ) dalam bentuk kalimat.
- 3) Buatlah hipotesis ( $H_a$  dan  $H_0$ ) dalam bentuk statistik.
- 4) Buatlah daftar statistik induk.

- 5) Hitunglah jumlah kuadrat antar grup ( $JK_A$ ) dengan rumus :

$$JK_A = \sum \frac{(\sum X_{Ai})^2}{n_{Ai}} - \frac{(\sum X_\tau)^2}{N} = \left( \frac{(\sum X_{A1})^2}{n_{A1}} + \frac{(\sum X_{A2})^2}{n_{A2}} + \frac{(\sum X_{A3})^2}{n_{A3}} \right) - \frac{(\sum X_\tau)^2}{N}$$

- 6) Hitunglah derajat bebas antar grup dengan rumus :  $db_A = A - 1$
- 7) Hitunglah kuadrat rerata antar grup ( $KR_A$ ) dengan rumus :  $KR_A =$

$$\frac{JK_A}{db_A}$$

- 8) Hitunglah jumlah kuadrat dalam antar grup ( $JK_D$ ) dengan rumus :

$$JK_D = (\sum X_\tau)^2 - \sum \frac{(\sum X_{Ai})^2}{n_{Ai}}$$

$$= \sum X_{A1}^2 + \sum X_{A2}^2 + \sum X_{A3}^2 - \left( \frac{(\sum X_{A1})^2}{n_{A1}} + \frac{(\sum X_{A2})^2}{n_{A2}} + \frac{(\sum X_{A3})^2}{n_{A3}} \right)$$

- 9) Hitunglah derajat bebas dalam grup dengan rumus :  $db_D = N - A$
- 10) Hitunglah kuadrat rerata dalam antar group ( $KR_D$ ) dengan rumus :

$$KR_D = \frac{JK_D}{db_D}$$

- 11) Carilah  $F_{hitung}$  dengan rumus :  $F_{hitung} = \frac{KR_A}{KR_D}$
- 12) Tentukan taraf signifikansinya, misalnya  $\alpha = 0,05$  atau  $\alpha = 0,01$
- 13) Cari  $F_{tabel}$  dengan rumus :  $F_{tabel} = F_{(1-\alpha)(db_A, db_D)}$
- 14) Buat Tabel Ringkasan Anova
- 15) Tentukan kriteria pengujian : jika  $F_{hitung} \geq F_{tabel}$  , maka  $H_a$  diterima yang berarti signifikan

16) Buat kesimpulan

Jika  $F_{hitung} > F_{tabel}$  maka  $H_0$  ditolak

Jika  $F_{hitung} \leq F_{tabel}$  maka  $H_0$  diterima



## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat**

Alat yang digunakan adalah : Spektrofotometer serapan atom (AAS), gelas beaker 100 mL, dan 250 mL(iwaki), pipet ukur 1 mL, 5 mL, dan 10mL(Iwaki), gelas ukur 10 mL(Iwaki), labu ukur 10 mL, dan 100 mL(Iwaki), pro pipet, kaca arloji, spatula, corong, tissue, neraca analitik, akuades. Kode alat A yaitu pipet ukur dengan propipet dipencet, kode B yaitu gelas ukur, dan kode C yaitu Pipet ukur dengan propipet dilepas.

#### **3.2 Bahan**

Bahan yang digunakan adalah : Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) Merk, Kalium dikromat ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) Merk.

#### **3.3 Cara Kerja**

##### **3.3.1 Kode Alat**

Alat tipe A yaitu pipet ukur dengan propipet dipencet, alat tipe B yaitu gelas ukur, dan alat tipe C yaitu pipet ukur dengan propipet dilepas.

##### **3.3.2 Pembuatan Larutan Induk Krom 1000 ppm**

Sebanyak 283,2 mg kalium dikromat dimasukkan dengan menggunakan alat ukur tipe A kedalam labu ukur 100 mL, ditambah 10 mL asam nitrat pekat dan dilarutkan dengan akuades hingga tanda batas, lalu diseka dan gojog hingga homogen. Pembuatan larutan diulangi dengan meggunakan alat ukur tipe B dan C dengan cara yang sama.

##### **3.3.3 Persiapan Contoh Uji**

Larutan dipipet 10mL sampel dan 0,5 mL asam nitrat dengan menggunakan alat ukur tipe A kedalam gelas piala, kemudian di panaskan hingga hampir kering, masukkan kedalam labu ukur 10 mL dan ditepatkan dengan akuades sampai tanda tera. Langkah-langkah diulangi dengan menggunakan alat tipe B dan C.

### **3.3.4 Pembuatan larutan Baku Krom 100 mg/L**

Larutan dipipet sebanyak 1 mL larutan induk dengan menggunakan alat ukur tipe A ke dalam labu ukur 10 mL, ditepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera. Pembuatan larutan diulangi dengan menggunakan alat ukur tipe B dan C dengan cara yang sama.

### **3.3.5 Pembuatan Larutan Baku Krom 10 mg/L**

Sebanyak 5 mL larutan standar krom 100 mg/L dengan menggunakan alat ukur tipe A ke dalam labu ukur 50 mL, ditepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera. Langkah-langkah diulangi dengan cara yang sama dengan menggunakan alat tipe B dan C.

### **3.3.6 Pembuatan Larutan Standar**

Larutan baku dipipet sebanyak 0 mL; 0,2 mL; 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL; 4 mL; dan 5 mL larutan baku krom 10 mg/L ke dalam labu ukur 10 mL, dengan menggunakan alat ukur tipe A. Kemudian ditambahkan larutan pengencer sampai tanda tera. Langkah-langkah dapat diulangi dengan cara yang sama dengan alat tipe B dan C.

### **3.3.7 Analisis Cr Dalam Sampel**

Penentuan analisis Cr dilakukan dengan cara memipet 1 mL sampel lalu ditambahkan 0,5 mL asam nitrat menggunakan alat ukur tipe A lalu ditambahkan larutan pengencer dan larutan dipanaskan, setelah dipanaskan tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera. Pengulangan dilakukan sebanyak 7 kali dan diukur absorbansi dengan menggunakan alat SSA. Pembuatan larutan diulangi dengan cara yang sama pada alat tipe B dan C.

### **3.3.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi**

Alat SSA dioptimalkan sesuai petunjuk alat, lalu diukur absorbansi larutan standar pada panjang gelombang 357,9 nm. Kurva kalibrasi dibuat untuk mendapatkan garis regresi, linieritas, lod dan loq.

### 3.3.9 Penentuan Akurasi

Penentuan akurasi dilakukan dengan cara menambahkan larutan standar dengan sampel atau di sebut spike. Sebanyak 1 mL sampel dan 0,5 mL asam nitrat menggunakan alat tipe A kedalam labu ukur 10mL lalu ditambahkan larutan pengencer sampai tanda tera, kemudian dipanaskan hingga hampir kering, dipindahkan kedalam labu ukur 10 mL lalu dimasukkan larutan pengencer sampai tanda batas, lalu diseka dan tera, kemudian dihomogenkan. Dilakukan pengukuran absorbansi larutan spike dengan menggunakan alat SSA pada panjang gelombang 357,9 nm. Langkah-langkah yang sama diulangi dengan menggunakan alat tipe B dan C.





## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Destruksi Kering

Penentuan logam krom berdasarkan destruksi kering yang pada umumnya dalam destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800°C, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Untuk menentukan suhu pengabuan dengan sistem ini terlebih dahulu ditinjau jenis logam yang akan dianalisis. Bila oksida-oksida logam yang terbentuk bersifat kurang stabil, maka perlakuan ini tidak memberikan hasil yang baik. Untuk logam Fe, Cr, dan Zn oksidanya yang terbentuk adalah  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{FeO}$ ,  $\text{CrO}$ , dan  $\text{ZnO}$ . Semua oksida logam ini cukup stabil pada suhu pengabuan yang digunakan. Oksida-oksida ini kemudian dilarutkan ke dalam pelarut asam encer baik tunggal maupun campuran, setelah itu dianalisis menurut metode yang digunakan. Sampel yang telah didestruksi, kemudian dianalisis kandungan logamnya. Metode yang digunakan untuk penentuan logam-logam tersebut yaitu metode AAS (Raimon, 1993).

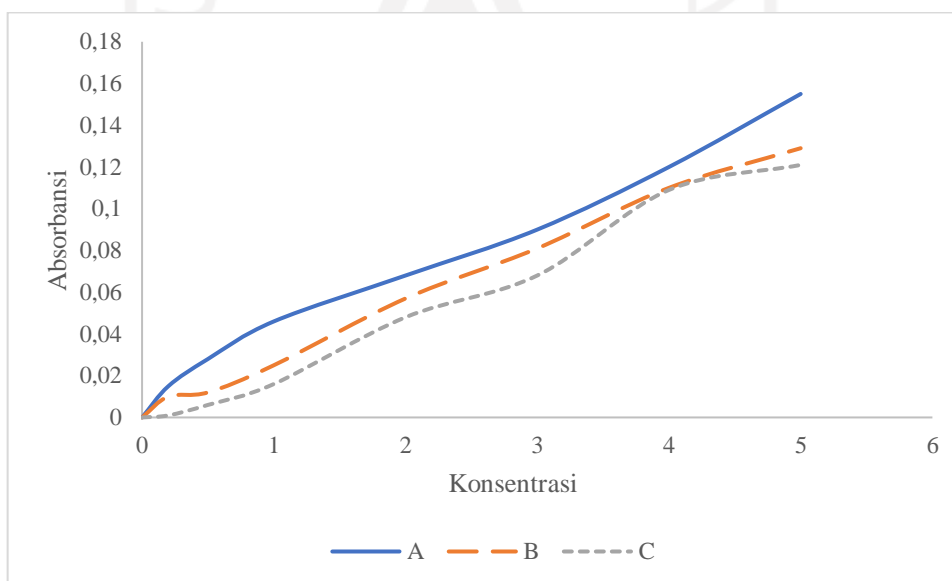
#### 4.2 Pengaruh Perbandingan Alat Ukur Terhadap Validasi Metode

##### 4.2.1 Linieritas

Deret standar yang digunakan yaitu, 0 mg/L; 0,2 mg/L; 0,5 mg/L; 1 mg/L; 2 mg/L; 3 mg/L; 4 mg/L; dan 5 mg/L. Kemudian data diproses dengan menggunakan regresi linear, sehingga dapat diperoleh respon linier terhadap konsentrasi larutan baku dengan nilai koefisien korelasi diharapkan mendekati 1 atau diatas 0,995 untuk suatu metode analisis yang baik, lalu diukur dengan panjang gelombangnya 357,9 nm. Pembuatan deret standar bertujuan untuk membuat kurva kalibrasi yang dimana kurva tersebut dapat menentukan nilai linieritas koefisien korelasi dan korelasi determinasi antara konsentrasi dan absorbansi dengan menggunakan alat tipe A, B, dan C. Data absorbansi larutan standar dapat dilihat pada Tabel 4.1, sedangkan kurva kalibrasi dapat dilihat pada Gambar 4.1.

**Tabel 4.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi Cr Dengan Variasi Alat**

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi		
	A	B	C
0	0	0	0
0,2	0,010	0,015	0,001
0,5	0,012	0,028	0,006
1	0,025	0,046	0,016
2	0,057	0,068	0,048
3	0,081	0,090	0,068
4	0,110	0,120	0,109
5	0,129	0,155	0,121
Regresi linear	$Y = 0,0262x + 0,0017$	$Y = 0,0287x + 0,0095$	$Y = 0,026x - 0,0047$
r	0,99788	0,99486	0,99413



**Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Cr Dengan Variasi Alat Ukur**

Berdasarkan hasil dari Tabel dan Gambar 4.1 diperoleh hasil untuk alat ukur tipe A  $y = 0,0262x + 0,0017$  dan  $R^2 = 0,9959$ ; alat ukur tipe B  $y = 0,0287x + 0,0095$  dan  $R^2 = 0,9890$ ; dan alat ukur tipe C  $y = 0,026x - 0,0047$  dan  $R^2 = 0,9885$ . Hasil ini menunjukkan bahwa nilai linieritas yang baik dikarenakan hasil korelasi determinan sudah sesuai dengan SNI yaitu 0,95 (BSN, 2004).

#### 4.2.2 Batas deteksi dan Batas kuantitasi (LOD dan LOQ)

Batas deteksi (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi (LOQ) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. (Riyanto, 2014). Perhitungan lod dan loq menggunakan standar deviasi dengan rumus :

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

Kemudian ditentukan LOD dan LOQ dengan rumus :

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

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

Hasil analisis LOD dan LOQ dari tiap-tiap alat ukur dapat dilihat pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2 Penentuan LOD dan LOQ**

Alat	S (y/x)	LOD (mg/L)	LOQ (mg/L)
A	0,0033	0,3866	1,2852
B	0,0061	0,6388	2,1295
C	0,0057	0,6594	2,1983

Berdasarkan Tabel 4.2 didapatkan nilai LOD dan LOQ masing-masing sebesar Alat ukur A = 0,3866 mg/L dan 1,2888 mg/L; alat ukur B = 0,9593 mg/L dan 0,9593

mg/L; alat ukur C = 0,9236 mg/L dan 3,0789 mg/L. Nilai dari LOD tersebut menunjukkan jumlah terkecil analit dalam sampel, sedangkan nilai LOQ menunjukkan nilai kuantitas dari analit. Dan hasil yang didapatkan masih cukup bagus.

#### 4.2.3 Penentuan Presisi

Presisi atau *precision* adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Riyanto, 2014). Hasil presisi dapat dilihat pada Tabel 4.3

**Tabel 4.3 Presisi**

Pengulangan	Kadar Cr (mg/L)		
	Alat Ukur		
	A	B	C
1	0,1106	-0,1463	0,2307
2	0,0496	-0,0871	0,5115
3	0,0610	0,0278	0,2192
4	0,0114	0,1428	0,7038
5	0,3664	0,1672	0,7961
6	0,3396	0,2508	0,8576
7	0,2633	0,2961	0,9615
$\bar{x}$	0,1717	0,0930	0,6115
SD	0,0122	0,0167	0,0631
RSD %	7,10 %	22,68 %	10,31 %

Berdasarkan Tabel 4.3 diperoleh hasil yang didapatkan dalam bentuk %RSD pada alat ukur tipe A, B, dan C berturut adalah 7,10 %; 22,68 %; dan 10,31 % artinya data dikatakan kurang presisi dikarenakan adanya faktor lain seperti, adanya zat

pengotor, human eror, atau alat kurang terkalibrasi dengan baik. Simpangan baku relative (RSD) yang baik yaitu tidak lebih dari 2%.

#### 4.2.4 Penentuan Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. (Riyanto, 2014). Hasil dari penentuan akurasi dapat dilihat pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.4 Hasil Akurasi**

Parameter	Konsentrasi Cr (mg/L)		
	A	B	C
Csampil	0,8740	0,3902	1,0653
Cspike	0,1717	0,0930	0,6115
Ctarget	1	1	1
Akurasi %	70,23	29,72	45,38

Berdasarkan Tabel 4.4 didapatkan persen *recovery* sebesar 70,23 % untuk alat ukur tipe A; alat ukur tipe B sebesar 29,72 %; dan alat ukur tipe C sebesar 45,38 %. Dari hasil tersebut dinyatakan kurang baik dikarenakan adanya faktor lain seperti, adanya zat pengotor, human eror, atau alat kurang terkalibrasi dengan baik. Hasil yang bagus menurut SNI 06-6989.17-2004 sebesar 80% - 110%.

#### 4.3 Uji Perbandingan Metode

Perbandingan metode penggunaan alat dilakukan dengan uji anova satu arah yaitu analisis yang melibatkan dua kategori atau lebih yang dipilih dan ditentukan dengan tidak acak. Tujuan dari uji ini adalah sebagai pembandingan. Pengujian selama 3 hari diperoleh hasil pada Tabel 4.5.

**Tabel 4.5 Hasil Uji Anova**

Sumber varian	SS	Df	MS	F	<i>P-value</i>	<i>F crit</i>
Antara Grup	0,000205	2	0,000102	3,16363	0,066468	3,554557
Dengan Grup	0,000582	18	3,23E-05			
Total	0,000787	20				

Berdasarkan hasil dari Tabel 4.5 diperoleh hasil *P-value* sebesar 0,06 yang berarti nilai *p-value* lebih besar dari 0,05 dan dapat disimpulkan dari ketiga alat ukur yang digunakan tidak terdapat perbedaan secara signifikan, namun jika dilihat dari hasil validasi yang sudah dianalisis pada Tabel 4.6.

**Tabel 4.6 Perbandingan Keseluruhan**

Parameter	Alat Ukur		
	A	B	C
Linieritas ( $R^2$ )	0,9959	0,9890	0,9885
LOD	0,3866	0,9593	0,9236
LOQ	1,2888	3,1979	3,0789
Presisi	7,10%	22,68%	10,31%
Akurasi	70,23%	29,72%	45,38%

Berdasarkan Tabel 4.6 hal ini dapat disimpulkan bahwa penggunaan alat ukur tipe A lebih disarankan menggunakan alat ukur tipe A yaitu pipet ukur dengan cara propipet dipencet. Hal ini dikarenakan hasil dari linieritas lebih sensitif, hasil lod dan loq lebih kecil yang berarti semakin sensitif, hasil presisi yang paling kecil diantara yang lain, dan akurasi yang paling bagus. Penggunaan pipet ukur lebih dari pada gelas ukur dikarenakan pipet ukur memiliki tingkat ketelitian dan keakuratan yang tinggi sedangkan gelas ukur memiliki tingkat ketelitian yang rendah dan lebih baik digunakan sebagai tempat pengukuran sementara. Dampak pemakaian pipet ukur

dengan propipet dilepas yaitu udara bisa masuk dan akan mempengaruhi konsentrasi larutan dan akan ada sedikit larutan yang tertinggal pada ujung pipet.



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Hasil validasi metode perbedaan alat ukur berdasarkan linieritas dari alat tipe A yaitu  $y = 0,0262x + 0,0017$ ; tipe B  $y = 0,0287x + 0,0095$ ; dan tipe C  $y = 0,026x - 0,0047$ . Berdasarkan hasil LOD alat tipe A sebesar 0,3866 mg/L; tipe B sebesar 0,6388 mg/L; dan tipe C sebesar 0,6594 mg/L; sedangkan hasil LOQ yang didapatkan alat tipe A sebesar 1,2852 mg/L; tipe B 2,1295 mg/L; dan untuk tipe C 2,1983 mg/L. Penentuan presisi dari alat tipe A didapatkan 7,10%; untuk tipe B 22,68%; dan untuk tipe C 10,31%. Penentuan akurasi sebesar 70,23% untuk alat ukur tipe A; untuk tipe B 29,72%; dan tipe C 45,38%.
2. Hasil perbandingan metode pada uji anova menunjukkan *p-value* lebih besar dari 0,05 yang berarti tidak ada perbedaan yang signifikan antara alat ukur tipe A, B, dan C. Tetapi jika dilihat dari hasil validasi maka alat ukur tipe A yang memiliki hasil yang lebih baik.

#### 5.2 Saran

Berdasarkan hasil yang telah didapatkan maka dapat disarankan menggunakan alat ukur tipe A pipet ukur dengan propipet dipencet.



## DAFTAR PUSTAKA

- Basset, J., Denney, R. C., Jeffrey, G. H., dan Mendhom, J.. 1994. *Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: EGC.
- BSN, 2004., SNI 06-6989.17-2004. *Cara Uji Krom total (Cr- T) dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – Nyala*. Jakarta : Badan Standarisasi Nasional.
- Effendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air. Bagi Pengelola Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Kanisius.
- Khoirul, U. 2010, *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Erlangga.
- Khopkar, S.M. 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Universitas Indonesia: Jakarta.
- Malkoc, E., Hazard, J., dan Mater. 2007. Removal of Chromium (Cr) from wastewater. Pp 142-219. *Arabian Journal*.
- Palar, H. 2008. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Penerbit Rineka Cipta: Jakarta.
- Raimon. 1993. *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Proceedings of Lokakarya Nasional Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia*, Yogyakarta.
- Riduwan, 2008, *Dasar-dasar Statistika*. Bandung: Alfabeta
- Riyanto, 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji. Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi Ed 1*. Yogyakarta: Deepublish.
- Rohman, A. 2007 *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Skoog, D. A., Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch, 2000, *Fundamentals of Analytical Chemistry*, Publisher: Brooks Cole.
- Sudjana, 1996, *Metode Statistika*. Bandung: Tarsito

Underwood, A.L. & Day, R.A, JR. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*.  
Jakarta: Penerbit Erlangga.



## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Perhitungan penimbangan kalium dikromat ( $K_2Cr_2O_7$ )

$$\frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ L}} = \frac{\text{mg}}{0,1 \text{ L}}$$

$$\text{CrMg} = 100 \text{ mg}$$

$$mK_2Cr_2O_7 = FG \times mCr$$

$$= \frac{mK_2Cr_2O_7}{2ArCr} \times mCr$$

$$= \frac{294,19}{104} \times 100 \text{ mg/L}$$

$$= 282,9 \text{ mg/L}$$

$$M_{\text{real}} = \frac{100}{99,9} \times 282,9 \text{ mg/L}$$

$$= 283,2 \text{ mg/L} = 0,2837 \text{ g/L}$$

#### 1. Pembuatan Larutan Kerja

- Konsentrasi 0 mg/L

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

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

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

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

- Konsentrasi 0,2 mg/L

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

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

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

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

- Konsentrasi 0,5 mg/L

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

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

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

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

- Konsentrasi 1 mg/L

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

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

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

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

- Konsentrasi 2 mg/L

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

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

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

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

- Konsentrasi 3 mg/L

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

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

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

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

- Konsentrasi 4 mg/L

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

$$V_1 \cdot 10 \text{ mg/L} = 10 \text{ mL} \cdot 4 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \cdot 4 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

- Konsentrasi 5 mg/L

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

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

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

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

## Lampiran 2. Penentuan LOD dan LOQ

### 1. Tabel Perhitungan LOD dan LOQ Pipet Ukur Dipencet

Absorbansi (y)	$y_i$	$(y-y_i)^2$
0	0,0017	0,00000289
0,0103	0,0069	1,12896E-05
0,0123	0,0148	0,00000625
0,025	0,0279	8,41E-06
0,0576	0,0541	0,00001225
0,0813	0,0803	0,000001
0,11	0,1065	0,00001225
0,129	0,1327	1,369E-05
	$\Sigma$	6,802960E-05

#### A. Standar Deviasi

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

$$S (y/x) = \sqrt{\frac{6,802960E-05}{8-2}}$$

$$S (y/x) = 0,0033$$

#### B. LOD

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

$$\text{LOD} = \frac{3 \times 0,003367234}{0,0262}$$

$$\text{LOD} = 0,3866 \text{ mg/L}$$

### C. LOQ

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

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,0033}{0,0262}$$

$$\text{LOQ} = 1,2888 \text{ mg/L}$$

### 2. Tabel Perhitungan LOD dan LOQ Gelas Ukur

Absorbansi (y)	y <sub>i</sub>	(y-y <sub>i</sub> ) <sup>2</sup>
0	0,0095	0,00009025
0,0156	0,01524	1,296E-07
0,0283	0,02385	1,98025E-05
0,0463	0,0382	0,00006561
0,0686	0,0669	2,89E-06
0,0906	0,0956	2,5E-05
0,1206	0,1243	0,00001369
0,1556	0,153	6,76E-06
	Σ	0,000224132

### D. Standar Deviasi

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

$$S (y/x) = \sqrt{\frac{0,000224132}{8-2}}$$

$$S (y/x) = 0,0061$$

E. LOD

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

$$\text{LOD} = \frac{3 \times 0,0061}{0,0287}$$

$$\text{LOD} = 0,6388 \text{ mg/L}$$

F. LOQ

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

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,0061}{0,0287}$$

$$\text{LOQ} = 2,1295 \text{ mg/L}$$

3. Tabel Perhitungan LOD dan LOQ Pipet Ukur dilepas

Absorbansi (y)	y <sub>i</sub>	(y-y <sub>i</sub> ) <sup>2</sup>
0	-0,0047	2,209E-05
0,001	0,0005	2,5E-07
0,0063	0,0083	4E-06
0,016	0,0213	2,809E-05
0,0483	0,0473	1E-06
0,0686	0,0733	2,209E-05
0,1093	0,0993	1E-04
0,121	0,1253	1,849E-05
	Σ	0,000196

G. Standar Deviasi

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

$$S (y/x) = \sqrt{\frac{0,000196}{8-2}}$$

$$S (y/x) = 0,0057$$

H. LOD

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

$$\text{LOD} = \frac{3 \times 0,0057}{0,026}$$

$$\text{LOD} = 0,6594 \text{ mg/L}$$



I. LOQ

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

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,005715622}{0,026}$$

$$\text{LOQ} = 2,1983 \text{ mg/L}$$



### Lampiran 3. Penentuan Presisi

#### 1. Penentuan Presisi Pipet Ukur Dipencet

Pengulangan	Absorbansi	Kadar	$(x-\bar{x})^2$
1	0,0046	0,1106	0,0037
2	0,003	0,0496	0,0149
3	0,0033	0,0610	0,0122
4	0,002	0,0114	0,0256
5	0,0113	0,3664	0,0378
6	0,0106	0,3396	0,0282
7	0,0086	0,26335	0,0083
		$\bar{x} = 0,1717$	$\Sigma = 0,1310$

#### A. Standar Deviasi

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{n-1}}$$
$$= \sqrt{\frac{0,1310}{7-1}}$$

$$SD = 0,0122$$

#### B. Penentuan RSD

$$\% \text{ RSD} = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$
$$= \frac{0,0122}{0,1717} \times 100\%$$
$$= 7,10 \%$$

## 2. Penentuan Presisi Gelas Ukur

Pengulangan	Absorbansi	Kadar	$(x-\bar{x})^2$
1	0,0053	-0,1463	0,0573
2	0,007	-0,0871	0,0324
3	0,0103	0,0278	0,0042
4	0,0136	0,1428	0,0024
5	0,0143	0,1672	0,0055
6	0,0167	0,2508	0,0248
7	0,018	0,2961	0,0412
		$\bar{x} = 0,0930$	$\Sigma = 0,1681$

### A. Standar Deviasi

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,1681}{7-1}}$$

$$SD = 0,0211$$

### B. Penentuan RSD

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

$$= \frac{0,0211}{0,0930} \times 100\%$$

$$= 22,68 \%$$

### 3. Penentuan Presisi Pipet Ukur Dilepas

Pengulangan	Absorbansi	Kadar	$(x-\bar{x})^2$
1	0,0013	0,2307	0,1449
2	0,0086	0,5115	0,01
3	0,001	0,2192	0,1539
4	0,0136	0,7038	0,0085
5	0,016	0,7961	0,0340
6	0,0176	0,8576	0,0605
7	0,0203	0,9615	0,1225
		$\bar{x} = 0,6115$	$\Sigma = 0,5345$

#### A. Standar Deviasi

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,5345}{7-1}}$$

$$SD = 0,0631$$

#### B. Penentuan RSD

$$\begin{aligned} \% \text{ RSD} &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \\ &= \frac{0,0631}{0,6115} \times 100\% \\ &= 10,31 \% \end{aligned}$$

## Lampiran 4. Penentuan Akurasi

### 1. Penentuan Akurasi Pipet Ukur Dipencet

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{\text{Contoh uji yang di spike} - \text{Contoh uji yang tidak di spike}}{\text{Kadar standar yang di peroleh}} \times 100\% \\ &= \frac{0,8740 - 0,1717}{1} \times 100\% \\ &= 70,23 \%\end{aligned}$$

### 1. Penentuan Akurasi Gelas Ukur

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{\text{Contoh uji yang di spike} - \text{Contoh uji yang tidak di spike}}{\text{Kadar standar yang di peroleh}} \times 100\% \\ &= \frac{0,3902 - 0,0930}{1} \times 100\% \\ &= 29,72 \%\end{aligned}$$

### 2. Penentuan Akurasi Pipet Ukur Dilepas

$$\begin{aligned}\% \text{Recovery} &= \frac{\text{Contoh uji yang di spike} - \text{Contoh uji yang tidak di spike}}{\text{Kadar standar yang di peroleh}} \times 100\% \\ &= \frac{1,0653 - 0,6115}{1} \times 100\% \\ &= 45,38 \%\end{aligned}$$