

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN FOSFAT DALAM AIR
PERMUKAAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-
VIS DI PT KARSA BUANA LESTARI**

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



Disusun oleh:

Safira Rosa Meilani

17231025

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

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN FOSFAT DALAM AIR
PERMUKAAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-
VIS DI PT KARSA BUANA LESTARI**

***METHODE VERIFICATION OF PHOSPHATE IN SURFACE
WATER USING UV-VIS SPECTROPHOTOMETER AT PT KARSA
BUANA LESTARI***



Disusun oleh:

Safira Rosa Meilani

17231025

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

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR

VERIFIKASI METODE PENENTUAN FOSFAT DALAM AIR
PERMUKAAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-
VIS DI PT KARSA BUANA LESTARI



HALAMAN PENGESAHAN

VERIFIKASI METODE PENENTUAN FOSFAT DALAM AIR PERMUKAAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV- VIS DI PT KARSA BUANA LESTARI

Dipersiapkan dan Disusun Oleh:

Safira Rosa Meilani
NIM: 17231025

Telah dipertahankan didepan Tim Penguji pada tanggal 11 November 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing / Penguji



Thorikul Huda, S. Si., M.Sc
NIK. 052316003

Penguji I



Kuntari, M.Sc
NIK. 162310401

Penguji II



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

Mengetahui

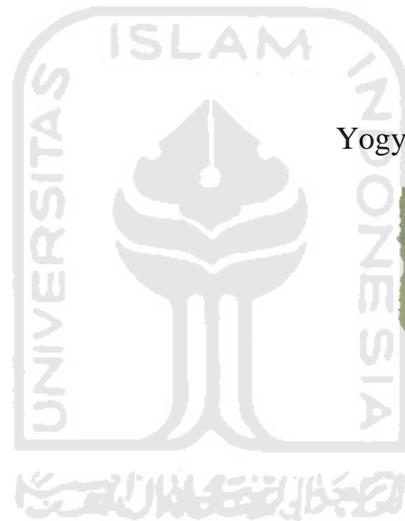
Dekan Fakultas MIPA UII



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D
NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini yang berjudul “Verifikasi Metode Penentuan Fosfat Dalam Air Permukaan Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis Di PT Karsa Buana Lestari” tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh Ahli Madya lainnya atau gelar lainnya disuatu perguruan tinggi lainnya dan sepengetahuan saya tidak ada bagian yang ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.



Yogyakarta, 11 November 2020



Safira Rosa Meilani

MOTTO

“...Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman diantara kalian dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat dan Allah Maha mengetahui apa yang kalian kerjakan.”

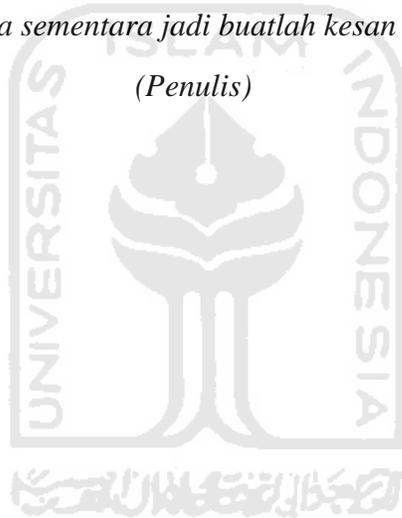
(QS. Al-Mujadillah : 11)

“Barangsiapa yang berjalan untuk menuntut ilmu, maka Allah akan memudahkan baginya jalan ke surga.”

(HR. Muslim)

“Hidup di Dunia ini hanya sementara jadi buatlah kesan bermakna didalamnya.”

(Penulis)



HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirrahmanirrahim

Alhamdulillah segala puji bagi Subhanahu Wa Ta'ala. Tuhan Semesta Alam yang telah memberikan rahmat dan hidayah serta atas izin-Mu saya diberi kemudahan untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini.

Teruntuk orang-orang terkasihku Bapak Sodikin, mamah Eneng Rokasih, teteh Eva, adek Ghina, adek Rijal dan adek Ais. Terimakasih untuk cinta dan kasih sayang yang tulus dalam balutan kesederhanaan di keseharian. Terimakasih atas dukungan, motivasi serta penghibur ketika aku lelah. Dan termakasih untuk do'a bapak dan mamah selama ini karena tanpa do'a kalian Fira gak bisa berada pada titik ini.

Terimakasih kuucapkan kepada teman-teman Grup Atul Sok Cantik yang beranggotakan Atul, Hilda, Swity, Cunul, Vika, dan April Brekele. Terimakasih telah menemaniku dari awal kuliah hingga saat ini, banyak sekali hal-hal yang menjadi memori tersendiri dalam ingatan baik itu jalan-jalan ketika suntuk, masak bareng, sempit-sempitan nginap dikosan Cunul atau Hilda, belajar bareng kalau ada tugas maupun ujian. serta memberi dukungan satu sama lain ketika kuliah hingga saat ini.

Terimakasih kuucapkan kepada Olfia dan Mutia yang telah menghibur serta menemani dengan tingkah konyol kalian, masak bareng-bareng, jalan-jalan ke mall walaupun gak belanja, cukup punya uang buat ongkos *Trans* Jakarta saja, trus yang ngajarin aku pentingnya *skincare*-an walaupun hingga saat ini terkadang lupa makenya. Kegiatan setiap *weekend* rutin yang kita lakukan membuatku betah selama menjalani hari-hari di ibu kota.

Terimakasih kuucapkan kepada *patner* PKL saya Rina, Deka yang telah menemani suka dan duka selama PKL, khususnya Tantri terimakasih untuk berbagi kamar, mendengarkan keluh kesah, saling menyemangati satu sama lain dari awal

berlangsungnya PKL hingga proses revisi tugas akhir ini. Terimakasih kuucapkan kepada kakak-kakak *supervisor* dan semua kakak-kakak analis di laboratorium PT Karsa Buana Lestari yang telah memberikan pengarahan, ilmu serta pengalaman selama PKL.

Terimakasih kepada teman-teman seperjuangan Analisis kimia '17 yang sudah berjuang bersama dari awal kuliah hingga saat ini. Terimakasih untuk kekeluargaannya, keakrabannya, serta kekompakannya, selamat berjuang untuk kita semua. Semoga kita sukses, *see you on top guys*.

Terimakasih kepada semua pihak yang telah mendo'akan, menemani, membantu saya hingga saat ini, semoga diberikan kesehatan, kelancaran dalam segala hal, serta dbalas kebaikannya olah Allah Ta'ala. *Allahumma Aamiin*.



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wrahmattullah Wabaraakatuh.

Puji syukur kehadiran Allah *Subhanahu Wa Ta'ala* yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya, shlawat serta salam selalu tercurahkan kepada Nabi agung Muhammad *shalallahu 'alaihi wasallam* dan para sahabat yang senantiasa istiqqamah dalam menjalankan agama-Nya. Alhamdulillah berkat pertolongan, serta rahmat Allah Ta'ala penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul "Verifikasi Metode Penentuan Fosfat Dalam Air Permukaan dengan Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis Di PT Karsa Buana Lestari."

Laporan Tugas Akhir ini ditulis sebagai salah satu syarat kelulusan DIII Analisis Kimia Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia sehingga memperoleh derajat Ahli Madya (A.Md. Si). dalam proses penyusunan Lporan Tugas akhir ini penulis telah mendapatkan pengarahan, bantuan dan dukungan dari banyak pihak. Pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terimakasih kepada:

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M. Si., Ph.D. selaku Dekan FMIPA UII
2. Tri Esti Purbaningias, S. Si., M. Si. selaku Ketua Program Studi DIII Analisis Kimia
3. Thorikul Huda, S.Si., M.Sc. Selaku Dosen Praktik Kerja Lapangan.
4. Seluruh Tim Dosen dan Laboran Program Studi DIII Analisis Kimia.
5. Drs. E. U. Harharap, M. Sc. Selaku Direktur Laboratorium PT Karsa Buana Lestari.
6. Guruh Nurcahyo, S. Hut., C.EIA., IPP. Selaku *Senior Manager* HRD & GA
7. Kurniyawan selaku pembimbing Praktik Kerja Lapangan di Laboratorium PT Karsa Buana Lestari.

Penulis menyadari bahwa Lporan Tugas Akhir Ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu penulis membutuhkan kritik dan saran yang membangun sebagai

penyempurna. Semoga Laporan Tugas Akhir Ini bermanfaat bagi penulis maupun semua pihak terkait.

Wassalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakaatuh.

Yogyakarta, 11 November 2020

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
HALAMAN PERNYATAAN.....	v
MOTTO.....	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
INTISARI.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan.....	2
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II DASAR TEORI.....	4
2.1 Profile PT Karsa Buana Lestari.....	4
2.2 Air Permukaan.....	6
2.3 Fosfat.....	6
2.4 Spektrofotometer UV-Vis.....	7
2.5 Verifikasi Metode Uji.....	10
BAB III METODOLOGI.....	16
3.1 Alat.....	16
3.2 Bahan.....	16

3.3	Prosedur Kerja.....	16
3.3.1	Persiapan pengujian.....	16
3.3.1.1	Persiapan Contoh uji.....	16
3.3.1.2	Pembuatan Larutan Induk Fosfat 500 mg P/L.....	16
3.3.1.3	Pembuatan Larutan Baku Fosfat 10 mg P/L.....	16
3.3.1.4	Pembuatan Larutan Campuran.....	17
3.3.2	Pengujian Fosfat Dalam Air Permukaan.....	17
3.3.2.1	Pembuatan Deret Standar Fosfat	17
3.3.2.2	Pembuat Kurva Kalibrasi.....	17
3.3.2.3	Penentuan Linearitas.....	18
3.3.2.4	Penentuan Presisi.....	18
3.3.2.5	Penentuan Akurasi.....	18
3.3.2.6	Penentuan IDL.....	19
3.3.2.7	Penentuan MDL dan LOQ.....	19
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	20
4.1	Penetapan Kadar Fosfat Dalam Air Permukaan.....	20
4.2	Linearitas.....	21
4.3	Presisi.....	22
4.4	Akurasi.....	23
4.5	IDL, MDL dan LOQ.....	24
4.6	Estimasi Ketidakpastian Pengukuran.....	25
BAB V	PENUTUP.....	28
5.1	Kesimpulan.....	28
5.2	Saran.....	28
	DAFTAR PUSTAKA.....	29

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.3 Skema Spektrofotometer <i>Single Beam</i>	10
Gambar 4.1 Reaksi pembentukan senyawa ammonium Molibdat.....	20
Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Fosfat.....	21
Gambar 4.7 Diagram Tulang Ikan Penentuan Fosfat Dalam Air Permukaan.....	26



DAFTAR TABEL

Tabel 4.2 Hasil Absorbansi Larutan Standar Fosfat.....	21
Tabel 4.3.1 Hasil Pengujian <i>Repeatability</i>	22
Tabel 4.3.2 Hasil Pengujian <i>Reproducibility</i>	23
Tabel 4.4 Hasil pengujian <i>%Trueness</i>	23
Tabel 4.5 Hasil Nilai IDL, MDL dan LOQ.....	24



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Struktur Organisasi Laboratorim PT Karsa Buana Lestari.....	33
Lampiran 2. Baku Mutu Keputusan Menteri.....	34
Lampiran 3. Pembuatan Larutan Pereaksi Fosfat dalam Air Permukaan.....	36
Lampiran 4. Analisis Data.....	37



VERIFIKASI METODE PENENTUAN FOSFAT DALAM AIR PERMUKAAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV- VIS DI PT KARSA BUANA LESTARI

Safira Rosa Melani

17231025

Program Studi DIII Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta
Email: 17231025@students.uui.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan verifikasi penentuan fosfat dalam air permukaan menggunakan spektrofotometer UV-Vis di PT Karsa Buana Lestari yang mengacu pada SNI 06-6989.31-2005 telah memenuhi persyaratan untuk melakukan pengujian rutin di Laboratorium. Prinsip pengujian ini yaitu contoh uji dalam suasana asam, ammonium molibdat dan kalium antimonil tartarat bereaksi dengan ortofosfat yang membentuk senyawa asam fosfomolibdat, kemudian direduksi oleh asam askorbat menjadi kompleks molibden biru. Berdasarkan hasil verifikasi yang dilakukan diperoleh nilai fosfat konsentrasi tinggi sebesar $0,7274 \pm 0,0204$ mg P/L dan fosfat konsentrasi rendah sebesar $0,1921 \pm 0,0058$ mg P/L, dengan nilai koefisien determinasi (R^2) 0,9994 dan koefisien korelasi (r) 0,9997. Nilai presisi *repeatability* konsentrasi tinggi dan rendah %RSD sebesar 2,33% dan 2,25% dengan %CV Horwitz sebesar 13,67% dan 11,69%, nilai presisi antara diperoleh konsentrasi tinggi dan rendah nilai zscore sebesar -0,0966 dan -0,3024. Nilai *%trueness* konsentrasi tinggi dan rendah sebesar 95,06% dan 95,40%. Nilai *%recovery* diperoleh 93,48%. Nilai IDL, MDL dan LOQ diperoleh 0,0046 mg P/L, 0,0080 mg P/L, dan 0,0279 mg P/L. Berdasarkan hasil yang diperoleh, metode ini layak digunakan untuk pengujian rutin di PT Karsa Buana Lestari.

Kata Kunci: Spektrofotometer UV-Vis, fosfat (PO_4^{3-}), verifikasi metode, air permukaan.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Air permukaan adalah air yang terkumpul di atas permukaan tanah contohnya danau, kali, rawa, sungai dan lain sebagainya. Air memiliki peran penting bagi kehidupan manusia, hewan dan tumbuhan sehingga perlu untuk dilindungi agar kualitas air akan tetap baik. Penurunan kualitas air pada air permukaan bisa disebabkan oleh adanya pengaruh dari aktivitas industri, kegiatan rumah tangga, konstruksi, pertambangan, transportasi serta limpasan permukaan dari pertanian. Oleh karena itu, air permukaan disuatu lingkungan harus sesuai standar baku mutu sehingga tidak mempengaruhi biota dalam air dan lingkungan sekitarnya, salah satu parameter air yang harus memenuhi standar baku mutu adalah fosfat.

Kadar fosfor dalam jumlah besar pada air dapat dikenali dengan bau tidak sedap, warna air berubah menjadi lebih hijau dan warna air akan semakin keruh. Hal ini akan memicu proses eutrofikasi. Eutrofikasi menyebabkan permukaan air akan tertutup akibat ledakan populasi ganggang sedemikian besarnya, sehingga menghalangi tumbuhnya spesies-spesies lainnya baik itu tumbuhan maupun hewan yang membutuhkan cahaya. Ketika lapisan ganggang akan menebal maka lapisan bawahnya akan tenggelam dan mati, sehingga jamur dan bakteri yang mengurai akan bertambah banyak dan menyerap seluruh oksigen dalam air dan yang tersisa hanya spesies yang toleran terhadap polusi air dan dapat bertahan pada tingkat oksigen yang rendah. (Indrawan,2007)

Berdasarkan Keputusan Menteri Lingkungan Hidup Nomor: 37 Tahun 2003 Tentang Metode Analisis Kualitas Air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan untuk parameter fosfat yaitu dalam rentang 0,01-1,0 mg/L. Oleh karena itu perlu dilakukannya pengukuran parameter fosfat dengan metode yang valid, metode yang dapat dilakukan adalah dengan verifikasi metode tersebut. Verifikasi hanya digunakan untuk metode baku. Pada parameter fosfat metode baku yang digunakan

yaitu SNI 06-6989.31-2005. Verifikasi merupakan konfirmasi ulang suatu pengujian secara objektif dengan adanya bukti-bukti yang valid, selain itu juga perlunya dilakukan dengan menentukan estimasi ketidakpastian dari pengujian untuk mengetahui faktor penyumbang ketidakpastian seperti alat ukur gelas dan lainnya. Sehingga hasil yang diperoleh valid dengan bertujuan untuk mengetahui bahwa laboratorium tersebut mampu melakukan pengujian dengan hasil yang valid. Verifikasi dilakukan untuk memastikan pengujian fosfat yang diperoleh hasil yang valid, sehingga metode SNI 06-6989.31-2005 dapat digunakan untuk pengujian rutin di PT Karsa Buana Lestari

1.2 Rumusan masalah

Rumusan masalah yang dapat dikaji berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan adalah:

1. Bagaimana hasil verifikasi pengujian kadar fosfat dengan spektrofotometer secara asam askorbat ditinjau dari linieritas, presisi, akurasi dan limit deteksi berdasarkan metode SNI 06-6989.31-2005 di PT Karsa Buana Lestari?
2. Bagaimana hasil pengujian fosfat dan evaluasi nilai ketidakpastian dalam sampel air permukaan dengan menggunakan metode SNI 06-6989.31-2005 dibandingkan dengan baku mutu menurut Keputusan Menteri Lingkungan Hidup Nomor: 37 Tahun 2003 Tentang Metode Analisis Kualitas Air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui hasil verifikasi pengujian kadar fosfat dengan spektrofotometer secara asam askorbat ditinjau dari linieritas, presisi, akurasi, dan batas deteksi berdasarkan metode SNI 06-6989.31-2005.
2. Mengetahui hasil pengujian fosfat dan hasil ketidakpastian pengukuran fosfat dalam air permukaan sesuai dengan baku mutu menurut Keputusan Menteri

Lingkungan Hidup Nomor: 37 Tahun 2003 Tentang Metode Analisis Kualitas Air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan

1.4 Manfaat penelitian

Manfaat dari Praktik Kerja Lapangan dan penelitian yang dilakukan adalah menambah wawasan tentang pengujian fosfat dalam air dan air limbah dengan spektrofotometer secara asam askorbat dan verifikasi metode yang diterapkan pada PT Karsa Buana Lestari.



BAB II

DASAR TEORI

2.1 Profile PT Karsa Buana Lestari

Perseroan Terbatas (PT) Karsa Buana Lestari merupakan perusahaan yang bergerak di bidang jasa konsultasi multidisiplin dan laboratorium lingkungan yang telah berpengalaman dengan didukung oleh sumber daya manusia yang profesional dan berpengalaman di bidangnya. Perusahaan ini melayani jasa analisis dan juga jasa konsultan lingkungan dengan didukung oleh tenaga kerja yang berpengalaman dan profesional. Perusahaan ini didirikan pada tanggal 27 September 2002 yang memiliki 2 kantor yaitu kantor pertama yang terletak di Jl. Kesehatan IV No. 45A, Bintaro, Jakarta Selatan sebagai kantor pusat dan kantor kedua yang terletak di Jl. Bintaro Permai Raya Kav III/8 RT/RW 001/006, Kelurahan Bintaro, Kecamatan Pesanggrahan, Jakarta Selatan 12330.

Perseroan Terbatas Karsa Buana Lestari ini telah berpengalaman dalam menangani masalah lingkungan diantaranya ialah Analisis Mengenai Dampak Lingkungan (AMDAL), Upaya Pemantauan Lingkungan Hidup (UPL), Upaya Pengelolaan Lingkungan Hidup (UKL), pendidikan lingkungan, audit lingkungan. PT Karsa Buana Lestari telah mendapatkan registrasi sebagai Lembaga Penyedia Jasa Penyusun Dokumen dengan No.0012/LPJ/AMDAL-I/LRK/KLH yang sesuai dengan adanya peraturan Menteri LH No.07 tahun 2010 dan untuk memenuhi Peraturan Menteri LH No.11 tahun 2008 tentang Persyaratan Kompetensi dalam Penyusunan Dokumen AMDAL, perusahaan ini telah memiliki Sertifikasi Kompetensi bagi dua orang Ketua Tim Penyusun Dokumen AMDAL yang bekerja sebagai Tenaga Ahli Tetap. Jumlah studi-studi yang telah dikerjakan saat ini mencapai ±300 studi.

Selain berpengalaman dalam pengerjaan studi-studi lingkungan dan manajemen rekayasa lalu lintas, PT Karsa Buana Lestari memiliki Laboratorium Lingkungan Hidup yang telah berpengalaman dalam Pengelolaan Lingkungan Hidup

Daerah (BPLHD) provinsi DKI Jakarta sebagai laboratorium lingkungan yang telah menerapkan Sistem Manajemen Mutu ISO:17025. Penerapan Sistem Manajemen Mutu ISO:17025 dibuktikan dengan telah mendapatkan akreditasi dari Komite Akreditasi Nasional (KAN) No.LP-372-IDN tanggal 5 Oktober 2007. Selain laboratorium lingkungan, PT Karsa Buana Lestari telah mendapat rekomendasi dari Pesarpedal KLH No.B-276/PS.VII/LH/10/2007 sebagai Laboratorium Lingkungan.

Perseroan Terbatas Karsa Buana Lestari memiliki visi dan mengemban misi yaitu visi PT Karsa Buana Lestari adalah menjadi perusahaan konsultan terdepan sebagai ujung tombak pembangunan yang berwawasan lingkungan dengan mengutamakan profesionalisme sebagai tujuan dan dasar falsafah kerja. Misi PT Karsa Buana Lestari adalah menyediakan jasa konsultasi multidisiplin dan laboratorium lingkungan yang profesional, sehingga dapat memberikan layanan terbaik dan kepuasan kepada mitra usaha atau mitra kerja dengan berpegang teguh pada prinsip pelestarian fungsi lingkungan hidup demi kelangsungan peri kehidupan dan kesejahteraan.

Sarana laboratorium di PT Karsa Buana Lestari yang digunakan untuk tempat analisis meliputi:

1. **Ruang preparasi**, ruang ini berfungsi sebagai ruangan preparasi sampel dan pembuatan reagen pada saat akan dilakukan analisis. Ruang preparasi dibedakan atas ruang preparasi udara dan air. Parameter untuk sampel air meliputi pengukuran pH, kesadahan, kekeruhan, warna, sulfat, fenol, krom heksavalen, total padatan tersuspensi, total padatan terlarut, kebutuhan oksigen kimiawi, minyak dan lemak, sulfide, kebutuhan oksigen biokimia, amonia, Daya Hantar Listrik (DHL), kebutuhan oksigen terlarut, MBAS/detergen, besi, nitrat, nitrit, fosfat terlarut, dan fosfat total. Sedangkan untuk parameter sampel udara meliputi analisis udara ambien (NH_3 , H_2S , NO_2 , SO_2 , CO, debu) dan Analisis udara emisi (NO_x , H_2S , NH_3 , SO_2 , HCl, HF, CO, Cl_2).
2. **Ruang Instrumen dan Ruang Timbang**, analisis yang dilakukan di laboratorium ini adalah seluruh analisis yang berkenaan dengan alat instrumen yaitu SSA

(Spektrofotometer Serapan Atom), Spektrofotometer UV/Visible, Kromatografi Gas, FTIR, dan ICP-OES (*Inductively Coupled Plasma – Optical Emmition Spectroscopy*), serta neraca o'haus dan neraca sartorius.

2.2 Air Permukaan

Air merupakan sumber daya alami yang sangat dibutuhkan oleh makhluk hidup untuk keberlangsungan hidup. Air permukaan merupakan yang terkumpul diatas permukaan yang tidak terserap oleh tanah. Air permukaan yaitu air yang berada pada danau, waduk, kali, sungai, rawa, dan badan air lainnya (effendi,2003).

Pencemaran air permukaan dapat dilihat dengan penurunan kualitas air tersebut pada air permukaan. contoh bahwasannya air permukaan tersebut telah tercemar dapat dilihat dari warna, bau serta kekeruhan air tersebut. Pencemaran air tersebut biasanya diperoleh dari aktivitas pertanian, industri, limbah rumah tangga dan lain sebagainya.

2.3 Fosfat

Fosfor adalah komponen Fungsional dan struktural bagi organisme sehingga fosfor merupakan unsur penting bagi makhluk hidup. Gugus fosfat merupakan sebuah ion poliatomik atau radikal yang terdiri dari satu atom dan empat oksigen. Fosfat dalam bentuk ionik membawa -3 muatan formal sehingga dapat dinotasikan sebagai (PO_4^{3-}) (Purnama,2014). Senyawa ortofosfat, polifosfat dan fosfat organik merupakan bentuk betuk fosfat yang terdapat dalam air. Ortofosfat merupakan senyawa monomer seperti H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} , PO_4^{3-} . Polifosfat yaitu senyawa polimer seperti $(\text{PO}_4)_6^-$ (heksametafosfat), $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$ (tripolifosfta) dan $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$ (pirofosfat). Sedangkan fosfat organik merupakan P yang terikat dengan senyawa organik (Alaerts & Santika, 1987).

Sumber alami fosfor yaitu ketika terjadinya pelapukan batuan mineral pada perairan. Fosfor juga bisa terjadi karena adanya dekomposisi dari bahan organik. Sedangankan dari antropogenik yaitu dariaktivitas limbah industri, limbah pertanian, limbah rumah tangga dan lainnya (Rahmayanti,2010)

Kadar fosfat yang berlebihan pada air permukaan bisa menyebabkan terjadinya eutrofikasi. Eutrofkasi adalah akibat dar ledakan jumlah ganggang pada perairan

sehingga dapat mengganggu biota lain dari perairan tersebut. Karena celah untuk sinar matahari masuk tidak ada sehingga organisme-organisme dibawahnya akan mati, organisme yang mati akan diuraikan oleh bakteri dan membutuhkan banyak oksigen, sehingga kadar oksigen pada perairan berkurang dan biota air yang didalamnya akan mengalami gangguan (Indrawan, 2007).

Penentuan fosfat terlarut ditentukan setelah proses filtrasi terlebih dahulu kemudian ditentukan dengan rujukan metode pada SNI 06-6989.31-2005.

2.4 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri merupakan suatu metode kimia analisis untuk menentukan komposisi suatu sampel baik secara kualitatif dan kuantitatif berdasarkan interaksi antara cahaya dengan materi. Spektrofotometer adalah suatu alat yang digunakan untuk mengukur absorbansi atau transmittansi suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrofotometer UV-Vis merupakan metode gabungan antara spektrofotometer uv dan visible yang menggunakan dua sumber cahaya berbeda.

Spektrofotometer UV-Vis ada dua macam yaitu spektrofotometer -vis single beam dan spektrofotometer doble beam. Perbedaan dari keduanya yaitu spektrofotometer uv-vis single beam bekerja pada panjang gelombang 190-1000 nm, sedangkan pada doble beam bekerja pada panjang gelombang 190-750 nm (Suharti, 2013). Pada spektrofotometer uv-vis doble beam juga dapat melakukan pengukuran secara bersamaan antara blanko dan contoh uji. Sehingga serapan zat yang dibaca tidak terpengaruhi karena perbedaan daya tegangan listrik (Warono,2013).

Prinsip Spektrofotometer uv-vis mengacu pada hukum *Lambert-Beer* yaitu ketika cahaya monokromatik melalui suatu larutan (media). Maka ada sebagian cahaya yang diserap, sebagian ada yang dipantulkan dan sebagian ada yang dipancarkan. Pada bagian dalam alat spektrofotometer sinar dibagi menjadi dua berkas oleh cermin. Berkas pertama yaitu sinar akan melewati kuvet yang telah berisi blanko. Sementara untuk berkas kedua yaitu sinar akan melewati kuvet yang telah berisi contoh uji. Blanko dan contoh uji akan diukur secara bersamaan. Fungsi dari blanko yaitu untuk

menstabilkan absorbansi yang terjadi akibat adanya perubahan voltase dari sumber cahaya. Berdasarkan hukum Lambert-Beer, rumus yang digunakan yaitu

$$T = \frac{I}{I_0}$$
$$A = -\text{Log } T = -\text{Log } \frac{I_0}{I} = a \cdot b \cdot c$$

Keterangan:

- T = Transmittan
I = Intensitas cahaya ketika telah melewati contoh uji
I₀ = Intensitas cahaya yang datang
A = Absorbansi
a = absorptivitas
b = tebal kuvet
c = konsentrasi (gram/liter) (Day, 2002).

Berikut Komponen-komponen yang terdapat pada peralatan spektrofotometer uv-vis yaitu:

1. Sumber cahaya

Sumber cahaya pada spektrofotometer terdapat dua jenis yaitu lampu wolfram (tungsten) dan lampu deuterium. Lampu wolfram berbentuk seperti lampu pijar biasa. Lampu ini biasanya digunakan untuk mengukur contoh uji pada daerah visible (tampak). Panjang gelombang yang dimiliki yaitu antara 350 nm-2200 nm. Spectrum radiasinya berupa garis lekung, waktu pemakaian yaitu 1000 jam. Sedangkan lampu deuterium dipakai pada panjang gelombang 190nm-350nm waktu pemakaian 500 jam spectrum energy pemakaiannya lurus, serta digunakan pada contoh uji yang terletak didaerah uv

2. Monokromator

Monokromator merupakan alat yang digunakan untuk mengurai sinar polikromatis menjadi sinar monokromatis (sinar tunggal). Monokromator

meiliki beberapa jenis yaitu prisma, grating (kisi difraksi), celah optis, filter optic.

3. Kompartemen Sampel

Kompartemen sampel digunakan sebagai tempat diletakkannya kuvet, dimana kuvet merupakan alat yang digunakan untuk wadah contoh uji yang akan dianalisis. Pada Kuvet terdapat berbagai bentuk dan jenis. Kuvet dari bahan kuarsa atau plexiglass umumnya digunakan pada pengukuran daerah uv, sedangkan visible biasanya kuvet yang terbuat dari bahan gelas biasa, silica atau plastik. syarat kuvet yang baik yaitu berbentuk sederhana, tidak rapuh, tidak ikut bereaksi dengan bahan kimia, tidak berwarna sehingga semua sinar dapat ditransmikan.

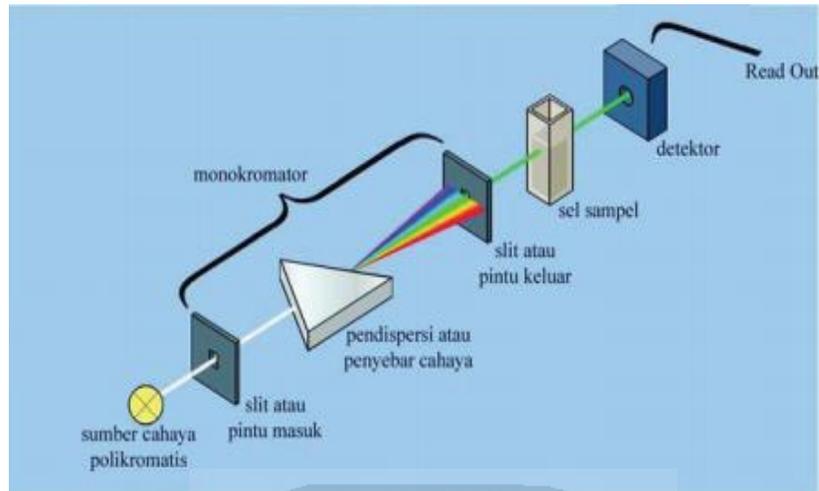
4. Detektor

Detektor berfungsi sebagai penangkap sinar yang diteruskan oleh larutan, kemudian diubah oleh ampifiler dalam rekorder menjadi sinyal listrik dan ditampilkan dalam bentuk angka pada computer.

5. Visual display

Visual display adalah suatu sistem baca yang memperagakan besarnya isyarat listrik, dinyatakan dalam bentuk % absorbansi maupun transmittan.

Berikut merupakan gambar komponen dari spektrofotometer single beam:



Gambar 2.3 Spektrofotometer single beam (Suharti,2013)

2.5 Verifikasi metode uji

Verifikasi metode uji adalah konfirmasi ulang suatu cara pengujian secara objektif dengan adanya bukti yang valid. Verifikasi metode uji bertujuan untuk mengetahui bahwasannya suatu laboratorium dapat melakukan suatu pengujian berdasarkan metode sehingga hasil yang di dapatkan valid. Parameter dalam melakukan verifikasi suatu metode uji yaitu terdiri dari Presisi, akurasi, Linieritas, LOD (Limit Deteksi), dan LOQ (Limit Kuantisasi).

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode analisis untuk merespon hasil yang proporsional dari sampel terhadap konsentrasi analit. Linearitas juga dapat menunjukkan bahwasannya ketelitian pengerjaan analisis suatu metode yang dilakukan (Wenclawiak, 2004). Linieritas ditentukan dengan kurva kalibrasi. Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan cara menghubungkan nilai serapan yang dihasilkan oleh sedikitnya lima konsentrasi yang berbeda . parameter yang menunjukkan adanya hubungan dengan linieritas yaitu koefisien determinasi dan koefisien korelasi (r). Analisis regresi linier adalah $y = ax + b$ yang merupakan a adalah slope, b adalah intersep, dan x adalah konsentrasi analit, serta y adalah respon dari instrumen. (Riyanto,2014)

LOD (Limit of Detection) merupakan konsentrasi analit terendah dalam contoh uji yang dapat terdeteksi sehingga memberikan respon dibandingkan oleh blanko. LOQ (Limit of Quantitation) merupakan konsentrasi terendah dari analit dalam contoh uji yang terdeteksi. Limit deteksi dan limit kuantisasi memiliki hubungan sehingga tidak dapat dipisahkan. Penentuan LOD dan LOQ dapat dilakukan dengan tiga cara yaitu:

1) *Signal to noise*

Metode *signal to noise*, puncak ke puncak kebisingan disekitar waktu retensi analit diukur, dan kemudian konsentrasi analit akan menghasilkan sinyal yang sama dengan nilai tertentu dari kebisingan untuk sinyal rasio yang diperkirakan. Kebisingan besaran dapat diukur secara manual dengan hasil print out kromatogram atau dengan autointegrator dari instrument. Sebuah *signal to noise ratio* (S/N) dari tiga dapat diterima untuk memperkirakan LOD, sedangkan rasio signal to noise dari sepuluh dapat diterima memperkirakan LOQ.

2) Penentuan Blanko

Penentuan blanko dapat ditetapkan ketika hasil analisis blanko memberikan nilai standar deviasi tidak nol. LOD dinyatakan sebagai konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko contoh uji ditambah tiga standar deviasi dan LOQ dinyatakan sebagai konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko contoh uji ditambah sepuluh standar deviasi seperti yang ditunjukkan dalam persamaan berikut

$$\text{LOD} = x + 3 \text{ SD}$$

$$\text{LOQ} = x + 10 \text{ SD}$$

3) Kurva Kalibrasi

Penentuan dengan kurva kalibrasi yaitu dengan cara mengasumsikan bahwa respon instrument y berhubungan linier dengan konsentrasi x standar untuk rentang yang terbatas konsentrasi, sehingga dapat dinyatakan dalam model $y = ax + b$ untuk menentukan sensitivitas a (slope) maka LOD dan LOQ dapat diketahui persamaanya yaitu:

$$LOD = 3 \times \frac{SD}{Slope}$$

$$LOQ = 10 \times \frac{SD}{Slope}$$

Penentuan LOD dibagi menjadi dua yaitu IDL (Instrument Detection Limit) dan MDL (Methode Detection Limit). IDL adalah kemampuan sebuah alat mendeteksi signal atau noise terkecil. MDL adalah konsentrasi analit yang telah ditentukan sesuai dengan tahapan metode pengujian yang dilakukan secara menyeluruh, kemudian menghasilkan signal probabilitas sebesar 99% sehingga menunjukkan bahwa signal tersebut berbeda dengan blanko (Hadi, 2010). MDL ditentukan dengan cara melakukan pengulangan 7-10 kali. Rumus untuk menentukan nilai MDL adalah:

$$MDL = T_{Students (0,01; n-1)} \times SD$$

Keterangan

$T_{students}$: 10 kali pengulangan

SD : Standar Deviasi

Presisi adalah kedekatan antara hasil dari pengukuran yang dilakukan secara berulang-ulang dalam kondisi sama yang menunjukkan derajat kesesuaian dengan dengan uji individual dari rata-rata. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau standar deviasi relative dari hasil analisis yang dapat dinyatakan sebagai *repeatability* (keterulangan), *reproducibility* (ketertiruan) dan *intermediet precision* (presisi antara). *Repeatability* adalah ukuran presisi yang dilakukan dengan menggunakan peralatan, operator, laboratorium, analis dan waktu, serta metode yang sama. *Reproducibility* adalah keseksamaan yang dilakukan dalam kondisi yang berbeda, dilakukan dalam laboratorium, serta peralatan analis yang berbeda. *Presisi antara* adalah hasil dari pengukuran yang dilakukan dengan menggunakan analis, waktu, yang berbeda namun dilakukan di laboratorium yang sama (Riyanto, 2014). Syarat keberterimaan presisi yaitu apabila nilai simpangan baku relatif (%RSD) < 2%, namun apabila nilai % RSD yang dihasilkan lebih besar dari 2% maka dapat dihitung dengan cv horwitz dengan

hasil keberterimaan > dari nilai % RSD. Nilai % RSD dan Cv Horwiitz dapat diihitung dengan rumus sebagai berikut:

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

Keterangan:

\bar{x} = rata – rata kadar

SD = standar deviasi

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

Keterangan:

C = konsentrasi sampel

Akurasi adalah suatu ukuran seberapa jauh kedekatan antara hasil analisis yang diukur dengan nilai konsentrasi yang sebenarnya. Akurasi data disebut sebagai %Recovery (% Perolehan kembali). Akurasi diukur sebagai banyaknya analit pada suatu pengujian dengan melakukan teknik spiking pada contoh uji untuk melihat adanya pengaruh contoh uji terhadap analit dari larutan standar. Larutan standar yang dimasukan kedalam contoh uji memiliki syarat berupa larutan standar harus memiliki tingkat kemurnian yang tinggi. Suatu metode dikatakan akurat yaitu apabila hasil dari nilai replika analisis mendekati pada suatu contoh uji. Uji perolehan kembali perlu dilakukan untuk mengukur keakuratan hasil dari analisis yang dilakukan. Rumus untuk menentukan %recovery adalah

$$\%Recovery = \frac{(C_1 - C_2)}{C_3} \times 100\%$$

$$C_3 = \frac{v_s \times c_s}{V}$$

Keterangan:

C1 = konsentrasi contoh uji yang telah ditambah analit (spike) (mg/L)

- C2 = Konsentrasi contoh uji yang sebenarnya (mg/L)
- C3 = Konsentrasi standar yang diperoleh (target value) (mg/L)
- Cs = Konsentrasi larutan Baku (mg/L)
- Vs = Volume larutan baku yang di tambahkan (mL)
- V = Volume akhir sampel yang dispiked (mL)

Metode analisis untuk menentukan ketepatan suatu pengukuran yaitu dengan menggunakan metode CRM (certified reference material) dan adisi standar. Metode simulasi (spike-placebo recovery) dan metode penambahan baku (standar adisi method). Penentuan metode akurasi juga dapat dilakukan dengan cara % Bias dan % Trueness. Bias adalah nilai mutlak yang diperoleh dari selisih rata-rata nilai pengulangan dengan nilai benarnya. Sedangkan trueness adalah perbandingan nilai rata-rata hasil pengulangan pengukuran dengan nilai benar dalam persentase. Berikut adalah persamaan % bias dan % trueness.

$$\%Bias = \frac{\bar{x}}{\mu}$$

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

Keterangan:

- \bar{x} = rata-rata hasil pengulangan pengujian (mg /L)
- μ = nilai benar (mg /L)

Estimasi ketidakpastian pengukuran adalah parameter yang berkaitan dengan hasil dari pengukuran atau pengujian yang menunjukkan derajat ketelitian dari suatu pengukuran. Pada umumnya kegiatan pengujian atau pengukuran terdapat kesalahan secara sistematis ataupun kesalahan acak sehingga hasil dari pengujian lebih tinggi atau lebih rendah dari nilai sebenarnya. Faktor yang mempengaruhi kesalahan sistematis adalah metode pengujian yang dilakukan kurang tepat, persyaratan

metode pada fasilitas dan akomodasi lingkungan pengujian yang digunakan kurang tepat, koreksi berdasarkan hasil kalibrasi alat, serta bahan acuan standar telah rusak atau kadaluarsa dan tidak tertelusur kedalam satuan internasional. Kesalahan acak disebabkan oleh ketidaksengajaan yang ditimbulkan pada suatu pengujian, kesalahan acak sulit dihindari karena didapatkan dari sesuatu yang diluar dugaan, kesalahan acak dapat dihindari dengan memberbanyak melakukan pengulangan pada pengujian.

Estimasi ketidakpastian diklasifikasi menjadi 2 tipe yaitu tipe A dan Tipe B. ketidakpastian pengukuran tipe A menggunakan perhitungan statistik. Sedangkan tipe B diperoleh dari selain perhitungan statistic seperti sertifikat kalibrasi pengukuran, sertifikat bahan standar acuan, berat molekul senyawa kimia dan metode pengujian yang dilakukan. adapun cara menentukan perhitungan estimasi ketidakpastian pengukuran yaitu:

- a. Mengidentifikasi sumber semua sumber ketidakpastian yang terdapat pada pengujian.
- b. Membuat diagram tulang ikan.
- c. Menghitung masing-masing sumber ketidakpastian pengukuran.
- d. Menghitung ketidakpastian gabungan serta ketidakpastian diperluas

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Alat

Alat yang digunakan pada pengujian ini yaitu spektrofotometer UV-Vis single beam (HACH DR 2800), neraca analitik (O-haus), gelas beaker 100 mL (Iwaki) labu ukur 1000, 500, 100, dan 50 mL (Iwaki), Pipet volumetrik 50 mL (Iwaki), pipet ukur 1, 5, 10 mL (Iwaki), pipet tetes, pro pipet, batang pengaduk corong gelas, kaca arloji, dan spatula.

2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada pengujian ini yaitu akuades, contoh uji air permukaan, kalium dihydrogen fosfat anhidrat (KH_2PO_4) (Merck), larutan indikator fenolftalein, larutan kalium antimonil tartrat ($\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$) (Merck), larutan asam sulfat (H_2SO_4) (Merck) 5N. larutan asam askorbat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) (UNILAB) 0,1 M, larutan ammonium molibdat ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) (Merck)).

2.3 Prosedur kerja

2.3.1 Persiapan pengujian

2.3.1.1 persipan contoh uji

Larutan contoh uji air permukaan disaring dengan kertas saring wattman. Contoh uji siap untuk dianalisis.

2.3.1.2 Pembuatan Larutan Induk Fosfat 500 mg P/L

Sebanyak 2,195 g kalium dihydrogen fosfat anhidrat, KH_2PO_4 dilarutkan dengan 100 ml larutan akuades dalam labu ukur 1000 mL. kemudian larutan tersebut ditambahkan dengan akuades hingga tanda tera dan dihomogenkan

2.3.1.3 Pembuatan Larutan Baku Fosfat 10 mg P/L

Sebanyak 2 mL larutan induk fosfat 500 mg P/L dipipet dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. kemudian ditera dengan akuades dan dihomogenkan.

2.3.1.4 Pembuatan larutan campuran

Larutan campuran merupakan larutan yang terdiri dari larutan asam sulfat 5N, larutan kalium antimonil tartrat, larutan ammonium molibdat, dan larutan asam askorbat 0,1 M. Pembuatan larutan campuran harus dilakukan secara berturut-turut yaitu dengan 50 mL larutan asam sulfat 5 N, ditambah 5 mL larutan kalium antimonil tartrat, ditambah 15 mL larutan ammonim molibdat, dan ditambah 30 mL larutan asam askorbat. Apabila larutan campuran berwarna biru maka larutan ini tidak dapat digunakan analisis, namun apabila larutan ini berwarna kuning kehijauan maka larutan siap digunakan untuk analisis.

2.3.2 Pengujian fosfat dalam air permukaan

2.3.2.1 Pembuatan Deret Standar Fosfat

Sebanyak 0,0; 1; 2; 3; 4; dan 5 ml dipipet larutan baku secara berturut-turut dan dimasukkan ke dalam masing-masing labu ukur 50 mL. larutan tersebut ditera dengan akuades dan dihomogenkan. Sehingga dihasilkan konsentrasi dari deret standar sebesar 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 mg P/L. sebanyak 50 mL dari masing-masing larutan standar dipipet dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambah sebanyak 1 tetes indikator fenolftalein, apabila terbentuk warna merah muda maka ditambah dengan larutan asam sulfat 5 N sedikit demi sedikit hingga warna merah muda hilang. Tahap berikutnya yaitu larutan tersebut ditambahkan dengan larutan campuran dan larutan di homogenkan.

2.3.2.2 Pembuatan kurva kalibrasi

Alat spektrofotometer UV-Vis dioptimalkan terlebih dahulu, kemudian masing-masing larutan deret standar yang telah diberi larutan indikator fenolftalen dan

larutan campuran dimasukkan pada kuvet dan dimasukkan kedalam alat spektrofotometer UV-Vis, serapan absorbansinya diukur pada panjang gelombang 880 nm.

2.3.2.3 Penentuan Linieritas

Larutan deret standar fosfat (0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 mg P/L) yang telah disiapkan dengan penambahan 1 tetes indikator fenolftaleiin dan 8 mL larutan campuran, kemudian diukur oleh spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 880 nm, hasil absorbansi yang dibaca dapat dihitung dengan data statistika sehingga diperoleh nilai slope, intersep, determinas, dan korelasi.

2.3.2.4 Penentuan Presisi (*Repeatability* dan Presisi Antara)

Penentuan *repeatability* dilakukan pengujian pada dua jenis contoh uji yaitu contoh uji dengan kadar tinggi dan kadar rendah. Adapun cara pengujiannya dilakukan dengan cara sebanyak 50 mL contoh uji air permukaan yang telah disaring ditambah satu tetes larutan indikator fenolftalein, apabila larutan contoh uji berubah menjadi merah muda maka ditambahkan asam sulfat 5N sedikit demi sedikit hingga warna tersebut hilang, kemudian ditambah 8 mL larutan campuran dan dihomogenkan dan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 880 nm. Pada Pengujian ini masing-masing konsentrasi contoh uji dilakukan 10 kali pengulangan. Penentuan *reproducibility* yaitu pengujian ketertiruan, pengujian *reproducibility* dilakukan dengan cara yang sama seperti melakukan pengujian *repeatability* perbedaanya yaitu dilakukan dengan analisis yang berbeda.

2.3.2.5 Penentuan Akurasi (*%Trueness* dan *%Recovery*)

Penentuan *%trueness* dilakukan dengan pemilihan dari deret standar pada konsentrasi tinggi dan rendah, Konsentrasi standar yang yang digunakan yaitu 1,0 mg/L untuk konsentrasi yang tinggi dan 0,2 mg P/L untuk konsentrasi yang rendah, kemudiian larutan tersebut masing masing disiapkan 50 mL dengan ditambahkan 1

tetes larutan indikator fenoltalein dan 8 mL larutan campuran, kemudian diukur pada panjang gelombang 880 nm, penentuan ini dilakukan 10 kali pengulangan. Penentuan %*recovery* yaitu dilakukan dengan cara sebanyak 2 mL larutan standar baku 10 mg/L dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan ditera dengan contoh uji air permukaan serta dihomogenkan, larutan tersebut ditambah 1 tetes larutan indikator fenolftalein dan 8 ml larutan campuran dan dihomogenkan, kemudian diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 880 nm. Penentuan %*recovery* dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan.

2.3.2.6 Penentuan IDL (*Instrumental detection Limit*)

Penentuan IDL dilakukan dengan cara 50 ml larutan standar 0,0 mg P/L ditambah 1 tetes larutan indikator fenolftalein dan 8 mL larutan campuran sebanyak 10 kali pengulangan pada spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 880 nm.

2.3.2.7 Penentuan LOQ dan MDL

Penentuan LOQ dan MDL yaitu dilakukan dengan cara sebanyak 0,4 mL larutan baku standar 10 mg P/L dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan ditera dengan sampel yang telah diketahui konsentrasinya serta dihomogenkan, larutan tersebut ditambah 1 tetes larutan indikator fenolftalein dan 8 mL larutan campuran, kemudian diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 880 n

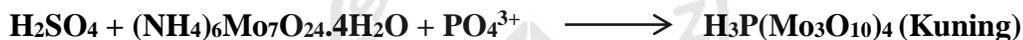
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penetapan Fosfat dalam Air Permukaan

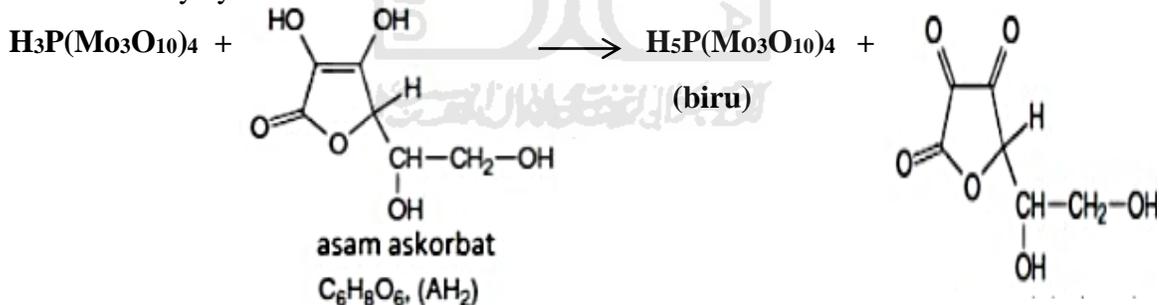
Penentuan fosfat dalam air permukaan menurut SNI 06-6989.31-2005 prinsip pengujiannya adalah dilakukan dalam suasana asam akan terbentuk senyawa asam fosfomolibdat ketika ortofosfat bereaksi dengan ammonium molibdat dan kalium antimonil tartrat, senyawa asam fosfomolibdat kemudian akan direduksi senyawa oleh asam askorbat sehingga akan membentuk menjadi kompleks biru molibden.

Adapun reaksi senyawa pembentukan warna biru pada kompleks molibden biru yaitu:



Gambar 4.1 Reaksi pembentukan senyawa ammonium molibdat

Reaksi 4.1 merupakan reaksi pembentukan senyawa ammonium molibdat berwarna kuning. Kemudian senyawa ammonium molibdat berwarna kuning akan direduksi karena keberadaan asam askorbat sehingga menjadi ammonium molibdat berwarna biru. Reaksinya yaitu:



Gambar 4.2 Reaksi pembentukan senyawa ammonium molibdat

Senyawa molibden biru yang terbentuk pada contoh uji sesuai dengan konsentrasi fosfat, apabila banyaknya kadar fosfat yang terkandung pada contoh uji maka warna biru yang terbentuk semakin sempurna.

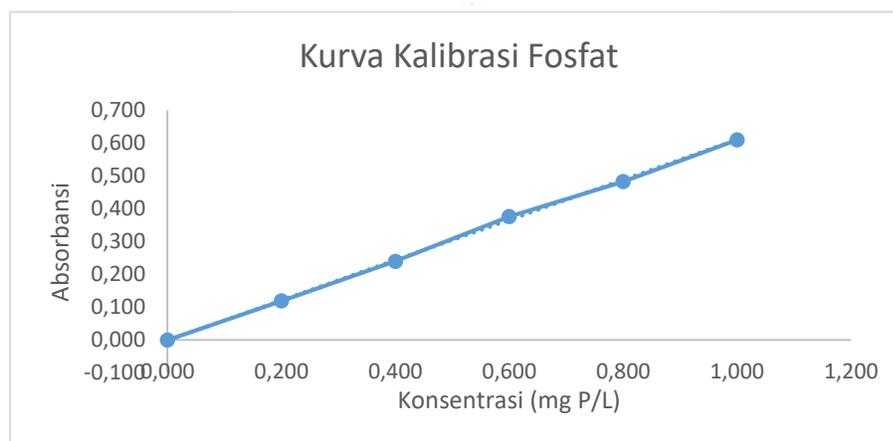
4.2 Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode analisis untuk merespon hasil yang proporsional dari sampel terhadap konsentrasi analit. Uji linieritas ditentukan dari hasil kurva kalibrasi fosfat yang dilakukan dengan cara pembuatan deret standar kerja dengan konsentrasi 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 mg P/L ditambahkan larutan indikator fenolftalein dan larutan campuran kemudian diukur dengan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 880 nm. Hasil yang di peroleh dari pengukuran larutan standar fosfat yaitu:

Tabel 4.2 Hasil Absorbansi Larutan Standar Fosfat

Konsentrasi (mg P/L)	Absorbansi
0,0	0,000
0,2	0,119
0,4	0,240
0,6	0,376
0,8	0,483
1,0	0,610

Data yang diperoleh dari Tabel 4.2 menunjukan bahwa semakin besar konsentrasi standar maka absorbansinya akan semakin besar. kemudian hasil pengukuran disajikan dalam grafik kurva kalibrasinya. Berikut grafik kurva kalibrasi fosfat yang mengacu pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Fosfat

Berdasarkan gambar 4.2 grafik kurva kalibrasi fosfat yang dilakukan didapatkan persamaan regresi linier $y = 0,6111x - 0,0009$ dengan koefisien determinasi (R^2) 0,9994 dan koefisien korelasi (r) 0,9997 menunjukkan bahwasannya hubungan antara absorbansi dan contoh uji linier. Hal tersebut menunjukkan bahwa uji linieritas yang dilakukan telah memenuhi syarat menurut SNI 06-6989.31-25 koefisien korelasi $\geq 0,97$.

4.3 Presisi

Presisi merupakan kesesuaian atau kedekatan hasil data pengulangan pengukuran yang dilakukan dalam kondisi yang sama. Presisi dapat diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relative dan dapat dinyatakan sebagai *repeatability* dan *reproducibility* dan presisi antara. Pada verifikasi penentuan fosfat ini dilakukan dengan *repeatabilty* dan presisi antara. *Repeatability* merupakan kedekatan hasil yang diperoleh dari pengukuran yang dilakukan secara berulang dengan kondisi dan metode yang sama. Presisi antara yaitu pemeriksaan contoh uji dengan waktu, alat, pereaksi, dan analisis berbeda dalam laboratorium yang sama (Riyanto,2014). Pengujian presisi fosfat dalam air permukaan dilakukan dengan menggunakan contoh uji konsentrasi tinggi dan konsentrasi rendah bertujuan untuk memastikan bahwa dengan adanya perbedaan konsentrasi kedekatan hasil tetap baik, pengujiannya dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan (Hermita, 2004). Hasil yang diperoleh dari pengujian *repeatability* yaitu:

Tabel 4.1 Hasil Pengujian *Repeatability*

Contoh Uji	%RSD	%2/3 CV Horwitz
Fosfat konsentrasi tinggi	2,33	13,67
Fosfat konsentrasi rendah	2,25	11,19

Berdasarkan data dari Tabel 4.3 diatas hasil nilai % RSD yang diperoleh fosfat konsentrasi tinggi maupun konsentrasi rendah $\geq 2\%$, oleh karena itu hasil dari %RSD

dibandingkan dengan nilai $\frac{2}{3}$ CV Horwitz. Pada tabel 4.3 hasil dari $\%RSD \leq \% CV$ Horwitz, hal tersebut menunjukkan bahwasannya data yang diperoleh telah memenuhi syarat dari batas keberterimaan. Hasil data yang diperoleh dari pengujian *reproducibility* yaitu:

Tabel 4.2 Hasil Pengujian Presisi Antara

Contoh Uji	Nilai Z Score
Fosfat konsentrasi tinggi	-0,0966
Fosfat konsentrasi rendah	-0,3024

Berdasarkan data dari Tabel 4.2 yaitu diperoleh hasil nilai ZScore fosfat konsentrasi tinggi sebesar -0,0966 dan fosfat konsentrasi rendah sebesar -0,3024. Nilai ZScore merupakan syarat keberterimaan dari pengujian *reproducibility*. Syarat keberterimaannya nilai *Zscore* yaitu $-1,96 \leq ZScore \leq 1,96$. Uji z dilakukan dengan metode two tailed dan alpha 5% (derajat kepercayaan 95%). Hasil dari verifikasi pengujian presisi antara baik konsentrasi tinggi dan rendah menunjukkan bahwa telah memenuhi syarat keberterimaan.

4.4 Akurasi

Akurasi merupakan suatu pengukuran yang dilakukan untuk menunjukkan seberapa jauh kedekatan hasil yang diperoleh dengan konsentrasi yang sebenarnya. Pada pengujian akurasi fosfat dalam air permukaan di tentukan dengan *%Trueness* dan *%recovery*. *%trueness* adalah akurasi rata-rata dengan membandingkan antara hasil rata-rata dari pengulangan pengukuran dengan nilai sebenarnya yang dinyatakan dalam persentase. Pengujian *%trueness* dilakukan dengan larutan standar fosfat 1,0 mg/L untuk konsentrasi tinggi dan 0,2 mg/L untuk konsentrasi rendah. Pengujian akurasi fosfat dalam air permukaan dilakukan dengan menggunakan contoh uji konsentrasi tinggi dan konsentrasi rendah bertujuan untuk memastikan bahwa dengan adanya perbedaan konsentrasi kedekatan hasil tetap baik, pengukuran *%trueness* dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan. Hasil dari pengukuran *%trueness* yaitu:

Tabel 4.3 Hasil Pengujian %Trueness

Larutan Standar Fosfat	%Trueness
Konsentrasi tinggi	95,06
Konsentasi rendah	95,40

Berdasarkan tabel 4.4.1 hasil nilai %trueness yang terukur yaitu 95,06% konsentrasi tinggi dan 95,40% konsentrasi rendah. Hasil %trueness yang diperoleh dapat dinyatakan baik karena telah memenuhi syarat keberterimaan di PT Karsa Buana Lestari yang tercantum dalam Dokumen Perusahaan No: 20-4/IK tentang Instruksi Kerja Penentuan Nilai Trueness yaitu 90-110%. %Recovery merupakan % perolehan kembali yang dilakukan dengan cara menambahkan spike dengan konsentrasi tertentu pada contoh uji. Pengukuran %recovery dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan, %recovery didapatkan dari perbandingan selisih antara konsentrasi contoh uji dengan konsentrasi contoh uji yang telah dispiked. Hasil pengukuran %recovery yang dilakukan sebesar 93,48%, hasil tersebut menunjukkan bahwasannya %recovery dinyatakan baik karena telah memenuhi syarat keberterimaan yang ditetapkan oleh SNI 06-6989.31-25 sebesar 85-115%. Hasil akurasi %trueness > %recovery pada pengujian ini karena pada %trueness hanya menggunakan konsentrasi dari larutan standar fosfat sedangkan %recovery diperkaya oleh larutan standar fosfat dan contoh uji sehingga hasil yang diperoleh terpengaruh karena adanya contoh uji.

4.5 IDL, MDL dan LOQ

Instrument Detection Limit (IDL) merupakan konsentrasi analit terendah pada contoh uji yang dapat dideteksi oleh alat. Pada pengujian IDL dilakukan dengan mengukur blanko pada panjang gelombang 880 nm sebanyak 10 kali pengulangan. *Method Detection Limit* (MDL) merupakan jumlah terendah analit pada konsentrasi contoh uji yang dispiked terlebih dahulu sehingga dapat dibaca oleh alat daripada blanko. Pengujian MDL diukur sebanyak 10 kali. *Limit of Quantitation* (LOQ)

merupakan konsentrasi terkecil analit dalam suatu contoh uji yang masih memenuhi kriteria cermat. Hasil pengukuran IDL, MDL dan LOQ fosfat dalam air permukaan yaitu:

Tabel 4.4 Hasil Nilai IDL, MDL dan LOQ

Parameter	Hasil Uji (mg P/L)
IDL	0,0046
MDL	0,0080
LOQ	0,0279

Berdasarkan Tabel 4.4 diperoleh nilai IDL sebesar 0,0046 mg P/L, nilai MDL sebesar 0,0080 mg P/L, dan nilai LOQ 0,0279 mg P/L. Nilai IDL dan LOQ dinyatakan baik karena nilai IDL lebih rendah dari nilai LOQ hal ini menunjukkan bahwa metode yang dilakukan sensitivitasnya baik. Sedangkan untuk MDL yang diperoleh dari pengujian yang dilakukan telah memenuhi syarat baku mutu lingkungan berdasarkan Keputusan Gubernur Provinsi Daerah Khusus Ibu Kota Jakarta Nomor 584 tahun 1995 yaitu nilai MDL < 0,5.

4.6 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Menurut Kusumaningtyas et al., (2016), Estimasi ketidakpastian pengukuran merupakan parameter yang berkaitan dengan tingkat ketelitian dari hasil pengukuran ataupun pengujian, nilai dari ketidakpastian pengukuran bertujuan untuk mengevaluasi suatu laboratorium dalam melakukan uji profisiensi.

Estimasi ketidakpastian pengukuran fosfat bertujuan untuk mengetahui hasil pentuan fosfat dalam air permukaan yang dilakukan valid. Langkah-langkah menentukan ketidakpastian pengukuran yaitu membuat prosedur kerja, menentukan rumus pengujian, membuat ketidakpastian diagram tulang ikan, menentukan ketidakpastian baku, menentukan ketidakpastian gabungan, menentukan ketidakpastian diperluas. Penentuan ketidakpastian rumus fosfat yaitu

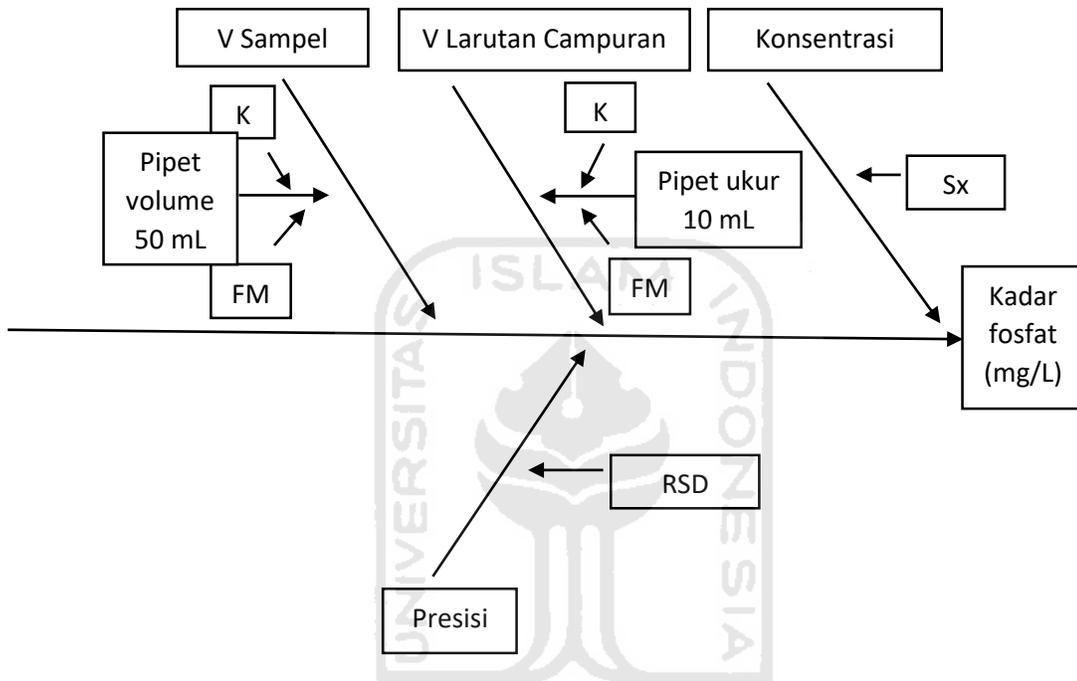
$$\text{Kadar fosfat (mg/L)} = C \times F_p$$

Keterangan

C = Kadar fosfat yang didapatkan dari hasil pengukuran (mg P/L)

Fp = Faktor pengenceran

Diagram Tulang Ikan



Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan Penentuan Fosfat dalam Air Permukaan

Keterangan

K = Kalibrasi

FM = Faktor Muai

Sx = ketidakpastian kurva kalibrasi

Berdasarkan diagram tulang ikan penentuan fosfat dalam air permukaan dapat dilihat bahwasannya faktor-faktor penyumbang ketidakpastian penentuan fosfat dalam air permukaan yaitu volume sampel, volume larutan campuran, kurva kalibrasi dan presisi.

Tabel 4.5 Penyumbang ketidakpastian fosfat konsentrasi tinggi

Sumber	Nilai (x)	Satuan	μx	$(\mu x/x)^2$
Volume sampel	50	mL	0,0608	0,00000147
Volume larutan campuran	8	mL	0,0237	0,00000877
Konsentrasi	0,5	mg P/L	0,0058	0,0001345
Presisi	0,7274	mg P/L	0,00519	0,00005091
			μ Gabungan	0,0101
			μ Diperluas	0,0204

Tabel 4.6 Penyumbang ketidakpastian fosfat konsentrasi rendah

Sumber	Nilai (x)	Satuan	μx	$(\mu x/x)^2$
Volume sampel	50	mL	0,0608	0,00000147
Volume larutan campuran	8	mL	0,0237	0,00000877
Konsentrasi	0,5	mg P/L	0,0063	0,000158
Presisi	0,1921	mg P/L	0,00015	0,00006097
			μ Gabungan	0,0029
			μ Diperluas	0,0058

Berdasarkan tabel 4.7.1 dan tabel 4.7.2 didapatkan ketidakpastian fosfat diperluas konsentrasi tinggi dan rendah yaitu $0,7274 \text{ mg P/L} \pm 0,0204 \text{ mg P/L}$ dan $0,1921 \text{ mg P/L} \pm 0,0058 \text{ mg P/L}$. Hasil estimasi ketidakpastian yang diperoleh rendah sehingga bisa dikatakan baik karena untuk nilai ketidakpastian yang baik yaitu memiliki nilai kesalahan yang sangat kecil.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan verifikasi penentuan fosfat dalam air permukaan yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa hasil verifikasi tersebut dinyatakan baik, sebagai berikut:

- 1) Hasil pengukuran linieritas fosfat dalam air permukaan sebesar 0,9997. Presisi fosfat dalam air permukaan diperoleh *Repeatability* fosfat konsentrasi tinggi %RSD 2,33% dengan % $2/3$ Cv Horwitz sebesar 13,67%. *Repeatability* fosfat konsentrasi rendah %RSD 2,25% dengan % $2/3$ Cv Horwitz sebesar 11,19%. Presisi antara fosfat konsentrasi tinggi nilai *Zscore* sebesar -0,0966. Presisi antara fosfat konsentrasi rendah nilai *ZScore* sebesar -0,3024. Akurasi fosfat dalam air permukaan diperoleh %*Trueness* fosfat konsentrasi tinggi sebesar 95,06%, %*Trueness* fosfat konsentrasi rendah diperoleh 95,40%, dan %*Recovery* fosfat diperoleh 93,32%. LOD (*Limit of detection*) fosfat dalam air permukaan diperoleh IDL sebesar 0,0046 mg P/L. MDL fosfat yang diperoleh sebesar 0,0080 mg P/L. LOQ (*Limit of quantitation*) fosfat dalam air permukaan diperoleh 0,0279 mg P/L.
- 2) Hasil verifikasi metode fosfat dalam air permukaan dengan spektrofotometer uv-vis secara asam askorbat yang dilakukan di PT Karsa Buana Lestari telah memenuhi syarat dan dapat digunakan untuk pegujian rutin serta hasil estimasi ketidakpastian yang diperoleh dari pengujian fosfat dalam air permukaan yaitu:
Fosfat dengan konsentrasi tinggi $0,7274 \pm 0,0204$ mg P/L
Fosfat dengan konsentrasi rendah $0,1921 \pm 0,0058$ mg P/L

5.2 Saran

Saran yang dilakukan pada pengujian fosfat dalam air permukaan yaitu:

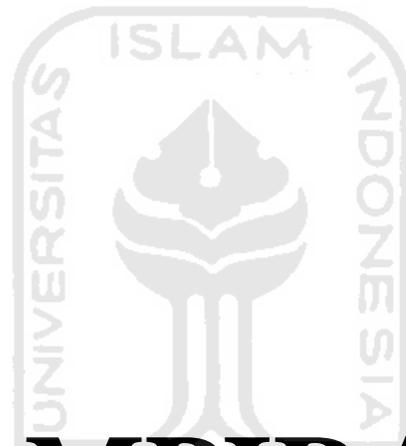
- 1) Pengujian dilakukan menggunakan akuades yang bebas dari fosfat agar reagen tidak berubah warna terlebih dahulu sebelum dicampurkan dengan sampel.
- 2) Uji banding antara laboratorium perlu dilakukan untuk mengetahui kinerja laboratorium.

DAFTAR PUSTAKA

- Alaerts, G. dan Sri Sumantiri Santika. 1987. *Metoda Penelitian Air*. Usaha Nasional. Surabaya.
- Alianto, Enam M. Adiwilaga, Ario Damar, dan Enang Harris. 2009. *Measurement Of Dissolved Inorganic Nutrient In Euphotic Zone The Banten Bay Pengukuran Nutrien Inorganik Terlarut Di Zona Eufotik Perairan Teluk Banten*. Banten
- Badan Standar Nasional. 2005. SNI-06-6989.31-2005. Air dan Air Limbah-Bagian 31: Uji kadar fosfat dengan spektrofotometer secara asam askorbat. Jakarta: BSN
- Day, R. A & Underwood. 2002. *Analisis kimia kuantitatif Edisi Ke-6 Diterjemahkan Oleh Iis Sopyan*. Jakaarta: Erlangga
- Effendi, Hefni. 2003. *Tela'ah Kualitas Air Bagi Pengelolaan Sumber Daya Dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Kanisius
- Hadi, A. 2019. Ketidakpastian Pengujian Mendukung Penerapan ISO/IEC 17025:2017. Bogor: IPB Press.
- Hadi. 2010. Penentuan Batas Deteksi Metode (Methode Detection Level) dan Batas Kuantisasi (Limit of Quantitation) Pengujian Sulfida Dalam Air dan Air Limbah dengan Biru metilen secara spektrofotometer. Ecolab: Vol (4)(2). Hal: 55-96
- Hermita. 2004. Petunjuk Cara Pelaksanaan Validasi dan Cara Perhitungannya Majalah Ilmu Kefarmasian. Vol (1). Hal: 117-131.
- Indrawan, M., Richard b. Prick dan Jatna Supriatna. 2017. Biologi Konservasi- Edisi Revisi. Jakarta: Yayasan Obor Indonesia.
- KepGub DKI. 1995. *Keputusan Gubernur Provinsi Daerah Khusus Ibu Kota Jakarta Nomor 584 tahun 1995 Tentang Penetapan peruntukan dan Bakun Mutu Air Sungai / Badan Air Serta Baku Mutu Limbah Cair Di Wilayah Daerah Khusus Ibu Kota Jakarta*. Jakarta
- Kususmanigtyas, Dyah Ika., Dedi Sumarno dan Puji Purnama. 2016. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Dalam Metode Penentuan Fosfat (PO_4^{3-}). Secara Spektrofotometri. Buletin Teknik Litkayasa: Vol (14). Hal: 1-8.

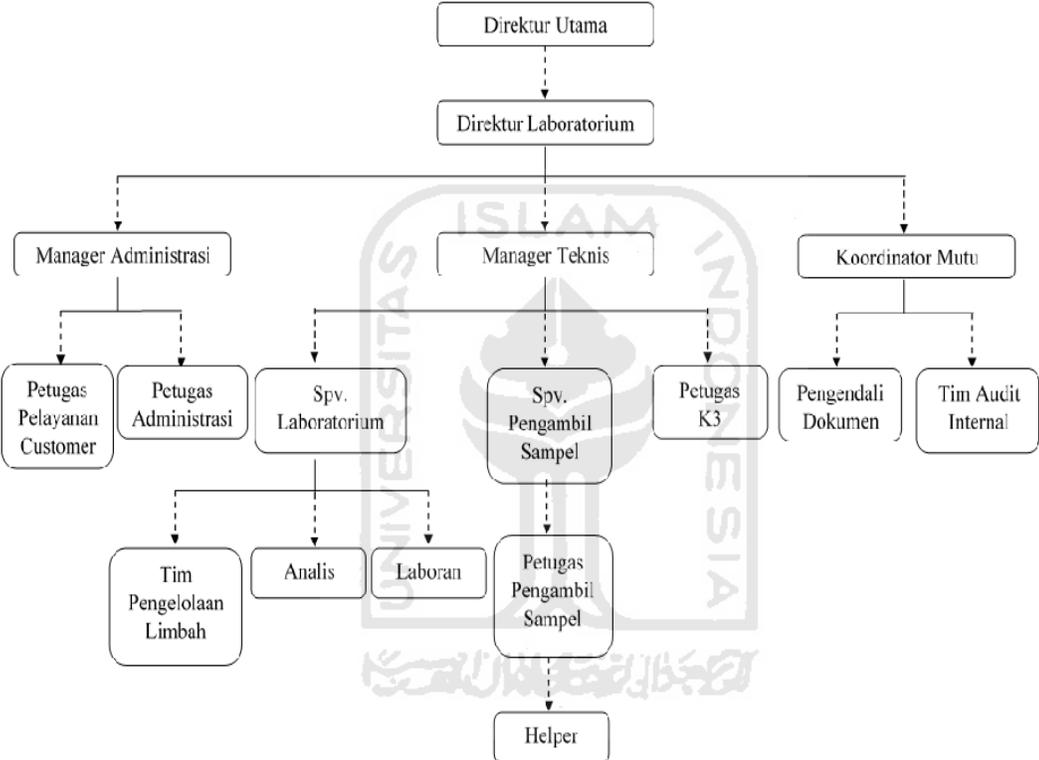
- Menteri Negara Lingkungan Hidup. 2003. Keputusan Menteri Lingkungan Hidup Nomor 37 Tentang Metode Analisa Kualitas Air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan. Jakarta: Menteri Negara Lingkungan Hidup.
- Purnama, Puji dan Dyah Ika Kusumaningtyas. 2014. Penentuan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi Metode Pengukuran Fosfat (PO₄-P) Dengan Spektrofotometer Secara Asam Askorbat. Buletin Teknik Litkayasa: Vol (13) (1). Hal:63-65.
- Riyanto. 2014. *Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai Dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Rohman. 2014. *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Simbiring, T. I. 2019. *Alat Penguji Material*. Bogor: Guepedia.
- Suharti. 2013. *Dasar-Dasar Spektrofotometer UV-Vis Dan Spektrofotometer massa Untuk Penentuan Senyawa Organik*. Bandar Lampung: Aura.
- Syamsudin, W. D. 2013. Unjuk Kerja Spektrofotometer Untuk Analisis Zat Aktif Ketropfen. *Konversi*: Vol (2) (2). Hal: 57-56.





LAMPIRAN

Lampiran 1. Struktur Organisasi PT Karsa Buana Lestari



Lampiran 2. Baku Mutu Keputusan Menteri

Metoda Analisis Kualitas Air Permukaan

Kelompok	Parameter yang diukur	Rentang	Satuan	Teknik Pengujian	Spesifikasi Metode Pengujian
Kimia Anorganik	Aluminium	2-200	mg/L	Spektrofotometri serapan atom dengan tungku karbon	SNI 06-4163-1996
		0,02-1,0	mg/L	Spektrofotometri dengan aluminon	SNI 19-1418-1989
	Aluminium terlarut	20-300	mg/L	Spektrofotometri dengan Eriokromsianin-R	SNI 06-4160-1996
	Amonium	5-60/50	mg/L	Kolometri dengan Nessler	SNI 19-1655-1989
			mg/L	Spektrofotometri dengan Nessler	SNI 06-2479-1991
	Arsen	0,005-0,1	mg/L	Spektrofotometri dengan PDDK dalam piridin	SNI 06-2463-1991
		5-100	mg/L	Spektrofotometri serapan atom dengan tungku karbon	SNI 06-2909-1992
		1-20	mg/L	Spektrofotometri serapan atom dengan natrium borohidrida	SNI 06-2913-1992
		0,005-0,25	mg/L	Kolorimetri dengan perak dietil ditiokarbamat	SNI 06-2601-1992
	Barium	1-20	mg/L	Spektrofotometri serapan atom secara langsung	SNI 06-2467-1991
		50-200	mg/L	Spektrofotometri serapan atom dengan tungku karbon	SNI 06-2468-1991
	Besi	0,02-4,0	mg/L	Kolorimetri dengan Penantrolin	SNI 06-1127-1989
		0,3-10	mg/L	Spektrofotometri serapan atom secara langsung	SNI 06-2523-1991
		5-200	mg/L	Spektrofotometri serapan atom secara ekstraksi	SNI 06-2524-1991
		5-100	mg/L	Spektrofotometri serapan atom dengan tungku karbon	SNI 06-2525-1991
	Besi terlarut	0,2-4,0	mg/L	Spektrofotometri dengan penantrolin	SNI 06-4138-1996

BY: BSM INDONESIA

	Boron	0,1-10	mg/L	Spektrofotometri dengan curcumin	SNI 06-2481-1991
	Fluorida	0-2,5	mg/L	Kolorimetri dengan alazanin	SNI 19-1503-1989
	Fluorida	0-2,5	mg/L	Spektrofotometri dengan alazanin merah	SNI 06-2482-1991
	Fosfat dalam sedimen melayang		mg/L	Spektrofotometri dengan ammonium molibdat	SNI 03-4151-1996
	Ortofosfat dan fosfat total	0,01-1,0	mg/L	Spektrofotometri dengan asam askorbat	SNI 06-2483-1991
	Kadmium	1,5-10	mg/L	Spektrofotometri serapan atom dengan tungku karbon	SNI 06-2464-1991
		5-200	mg/L	Spektrofotometri serapan atom secara ekstraksi	SNI 06-2465-1991
		0,05-2,0	mg/L	Spektrofotometri serapan atom secara langsung	SNI 06-2466-1991
		0,001-0,01	mg/L	Kolorimetri secara dengan Ditizon	SNI 06-1130-1989
	Kalium	0,5-2	mg/L	Spektrofotometri serapan atom secara langsung	SNI 06-2427-1991
	Kalsium	100-1000	mg/L	Trimetri dengan EDTA	SNI 06-2429-1991
		0,02-2,00	mg/L	Spektrofotometri serapan atom secara langsung	SNI 06-2911-1992
Kimia Anorganik	Karbon dioksida agresif		mg/L	Trimetri	SNI 06-4139-1996
	Karbon organic total		mg/L	Spektrofotometri secara NDIR	SNI 06-2505-1991
	Kebutuhan Oksigen Biokimiawi (BOD)		mg/L	Inkubasi pada temperature 20 °C,5 Hari	SNI 06-2503-19
	Kebutuhan Oksigen Kimiawi (COD)	5-50	mg/L	Refluks secara tertutup	SNI 06-2504-1991
	Kesadahan Total	1,0-300	mg/L CaCO ₃	Trimetri dengan EDTA	SNI 06-4161-1996
	Khlorida(Cl ⁻)	3-200	mg/L	Trimetri secara Argentometri	SNI 06-2431-1991
	Klorin bebas	0,011-4,0	mg/L	Spektrofotometri secara dietil fenilindiamin	SNI 06-4824-1998
	Kobal	0,5-10	mg/L	Spektrofotometri serapan atom secara langsung	SNI 06-2471-1991
		5-100	mg/L	Spektrofotometri serapan atom dengan tungku karbon	SNI 06-2472-1991
		50-1000	mg/L	Spektrofotometri serapan atom secara ekstraksi	SNI 06-2473-1991
	Konduktivitas Listrik		mg/L	Konduktometri	SNI 06-2413-1991
	Krom	0,01-0,1	mg/L	Kolorimetri dengan Difenil Karbazid	SNI 06-1132-1989

Lampiran 3. Pembuatan Larutan pereaksi pada fosfat dalam air permukaan

1. Pembuatan larutan H₂SO₄ 5N

Sebanyak 70 mL larutan asam sulfat pekat dimasukkan kedalam gelas beaker yang telah berisi akuades 300 mL dan diletakan pada penangas es, kemudain diencerkan larutan tersebut dengan akuades hingga 500 mL dan dihomogenkan.

2. Pembuatan larutan Kalium Antimonil Tartrat (K(SbO)C₄H₄O₆· $\frac{1}{2}$ H₂O) 0,008M

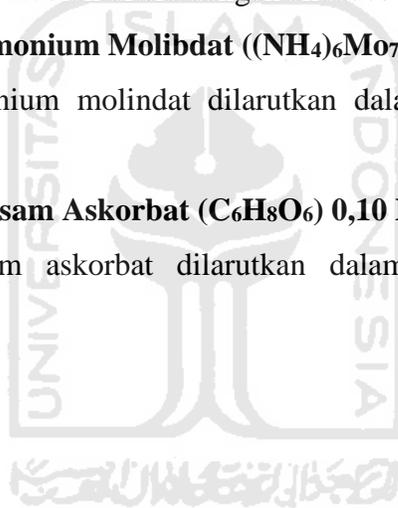
Sebanyak 1,3715 g kalium antimonil tartrat diencerkan dengan 400 mL akuades dalam labu ukur 500 mL, kemudian ditera dengan akuades dan dihomogenan.

3. Pembuatan larutan Amonium Molibdat ((NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O) 0,03 M

Sebanyak 20 g ammonium molindat dilarutkan dalam 500 mL akuades dan dihomogenkan.

4. Pembuatan Larutan Asam Askorbat (C₆H₈O₆) 0,10 M

Sebanyak 1,76 g asam askorbat dilarutkan dalam 100 mL akuades dan dihomogenkan



Lampiran 4. Analisis Data

1. Pembuatan Larutan Induk fosfat 500 mg P/L

$$\begin{aligned}\text{Bobot KH}_2\text{PO}_4 &= \frac{BM \text{ KH}_2\text{PO}_4}{Ar P} \times \text{konsentrasi induk fosfat} \times \text{volume labu ukur} \\ &= \frac{136,08 \text{ g/mol}}{31,00 \text{ g/mol}} \times 500 \text{ mg P/L} \times 1000 \text{ mL} \\ &= 2195 \text{ mg}\end{aligned}$$

2. Konsentrasi larutan induk fosfat yang sebenarnya

Bobot KH_2PO_4 hasil penimbangan = 2,1950 g ~ 2195 mg

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi induk Fosfat} &= \frac{\text{Bobot KH}_2\text{PO}_4 \times Ar P}{BM \text{ KH}_2\text{PO}_4 \times \text{volume labu ukur}} \\ &= \frac{2195 \text{ mg} \times 31,00 \text{ g/mol}}{136,08 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 1 \text{ L}} \\ &= 500,03 \text{ mg P/L}\end{aligned}$$

3. Pembuatan Larutan baku fosfat 10 Ml

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\ 500 \text{ mg P/L} \times V_1 &= 10 \text{ mg P/L} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= 2,0 \text{ mL}\end{aligned}$$

4. Pembuatan konsentrasi Larutan deret standar

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\ V_1 &= \frac{C_2 \times V_2}{C_1}\end{aligned}$$

Keterangan:

C_1 = Konsentrasi awal larutan baku (10 mg P/L)

C_2 = Konsentrasi akhir larutan fosfat (mg P/L)

V_1 = Volume awal larutan baku yang dipipet (mL)

V_2 = Volume akhir larutan standar yang dipipet (50 mL)

Perhitungan Larutan deret standar fosfat yaitu:

1) Konsentrasi 0,0 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\10 \text{ mg P/L} \times V_1 &= 0,0 \text{ mg P/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 0,0 \text{ mL}\end{aligned}$$

2) Konsentrasi 0,2 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\10 \text{ mg P/L} \times V_1 &= 0,2 \text{ mg P/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 1,0 \text{ mL}\end{aligned}$$

3) Konsentrasi 0,4 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\10 \text{ mg P/L} \times V_1 &= 0,4 \text{ mg P/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 2,0 \text{ mL}\end{aligned}$$

4) Konsentrasi 0,6 mg/L

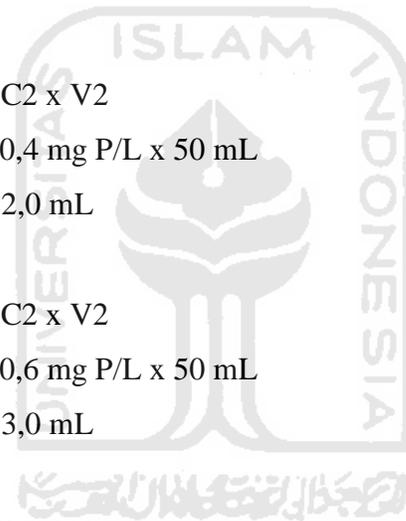
$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\10 \text{ mg P/L} \times V_1 &= 0,6 \text{ mg P/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 3,0 \text{ mL}\end{aligned}$$

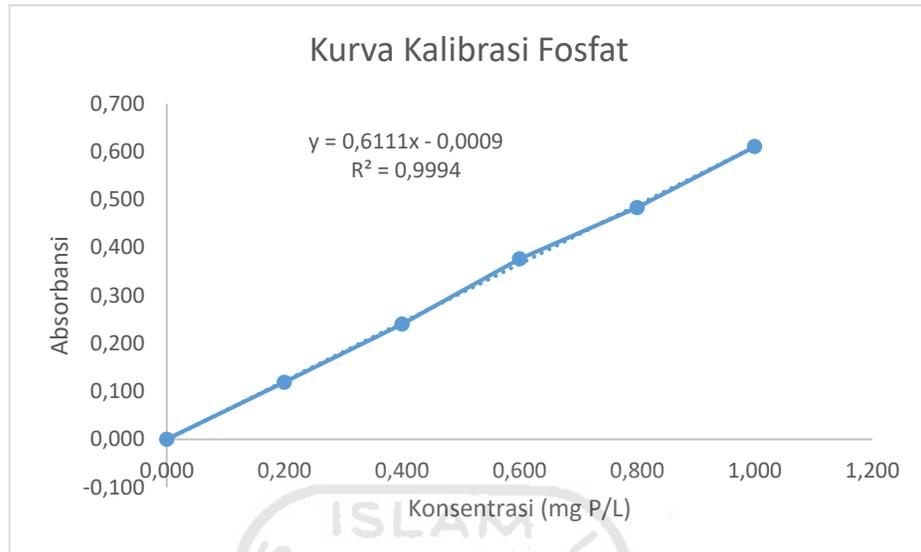
5) Konsentrasi 0,8 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\10 \text{ mg P/L} \times V_1 &= 0,8 \text{ mg P/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 4,0 \text{ mL}\end{aligned}$$

6) Konsentrasi 1,0 mg/L

$$\begin{aligned}C_1 \times V_1 &= C_2 \times V_2 \\10 \text{ mg P/L} \times V_1 &= 1,0 \text{ mg P/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 5,0 \text{ mL}\end{aligned}$$





Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Fosfat

Dari gravik kurva kalibrasi fosfat diperoleh

Persamaan regres linier $y = 0,6111x - 0,0009$

Slope = 0,6111

Intersep = -0,0009

Koefisien determinasi $R^2 = 0,9994$

Koefisien korelasi = 0,9997

5. Pengukuran presisi

Pengukuran *Repeatability* Konsentrasi Tinggi

No	Absorbansi	Xi (mg P/L)	Xi-X	(Xi-X) ²
1	0,457	0,7493	0,02193	0,00048082
2	0,434	0,7117	-0,01571	0,00024678
3	0,456	0,7477	0,02029	0,00041174
4	0,434	0,7117	-0,01571	0,00024678
5	0,435	0,7133	-0,01407	0,00019805
6	0,453	0,7428	0,01538	0,00023661
7	0,436	0,7149	-0,01244	0,00015467
8	0,445	0,7297	0,00229	0,00000529
9	0,434	0,7117	-0,01571	0,00024678
10	0,452	0,7411	0,01375	0,00018894
X		0,7274		
Σ				0,002416432

Perhitungan:

$$y = 0,6111x - 0,0009$$

contoh perhitungan konsentrasi contoh uji

$$\text{Konsentrasi contoh uji (x)} = \frac{0,457 + 0,0009}{0,6111} = 0,7493 \text{ mg P/L}$$

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{\sum (Xi - X)^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{0,002416432}{10 - 1}} = 0,01639$$

$$\%RSD = \frac{SD}{X} \times 100\% = \frac{0,01639}{0,7274} \times 100\% = 2,33 \%$$

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

$$C = \text{Konsentrasi rata-rata (mg/L)} \times 10^{-6}$$

$$\text{CV Horwitz} = 2^{1 - 0,5(\log 0,7274 \times 10^{-6})}$$

$$\text{CV Horwitz} = 16,79\%$$

$$2/3 \text{ CV Horwitz} = 11,19\%$$

Hail %RSD ≤ %2/3 CV Horwitz, menunjukkan hasil yang baik

Pengukuran *Repeatability* Konsentrasi Rendah

No	Absorbansi	Xi (mg P/L)	Xi-X	(Xi-X) ²
1	0,115	0,1897	-0,00245	0,000006025
2	0,118	0,1946	0,00246	0,000006025
3	0,114	0,1880	-0,00409	0,000016736
4	0,118	0,1946	0,00246	0,000006025
5	0,113	0,1864	-0,00573	0,000032803
6	0,114	0,1880	-0,00409	0,000016736
7	0,117	0,1929	0,00082	0,000000067
8	0,119	0,1962	0,00409	0,000016736
9	0,122	0,2011	0,00900	0,000081003
10	0,115	0,1897	-0,00245	0,000006025
X		0,1921		
Σ				0,000188784

$$y = 0,6111x - 0,0009$$

Perhitungan konsentrasi contoh uji

$$\text{Konsentrasi contoh uji (x)} = \frac{0,115 + 0,0009}{0,6111} = 0,1897 \text{ mg P/L}$$

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{\Sigma(Xi-X)^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0,000268492}{10-1}} = 0,00458$$

$$\begin{aligned} \%RSD &= \frac{SD}{X} \times 100\% \\ &= \frac{0,00458}{0,1921} \times 100\% = 2,38\% \end{aligned}$$

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

$$C = \text{Konsentrasi rata-rata (mg/L)} \times 10^{-6}$$

$$\text{CV Horwitz} = 2^{1-0,5(\log 0,1921 \times 10^{-6})}$$

$$\text{CV Horwitz} = 20,51\%$$

$$2/3 \text{ CV Horwitz} = 13,67\%$$

Hasil %RSD \leq 2/3 CV Horwitz, menunjukkan hasil yang baik

Pengukuran Presisi Antara Tinggi Analisis 1

No	Absorbansi	Xi	Xi-X	(Xi-X) ²
1	0,457	0,7493	0,02193	0,000006025
2	0,434	0,7117	-0,01571	0,000006025
3	0,456	0,7477	0,02029	0,000016736
4	0,434	0,7117	-0,01571	0,000006025
5	0,435	0,7133	-0,01407	0,000032803
6	0,453	0,7428	0,01538	0,000016736
7	0,436	0,7149	-0,01244	0,000000067
8	0,445	0,7297	0,00229	0,000016736
9	0,434	0,7117	-0,01571	0,000081003
10	0,452	0,7411	0,01375	0,000006025
X		0,7274		
∑				0,002416432
SD				0,0164
%RSD				2,33
%2/3 CV Horwitz				11,19

Pengukuran Presisi Antara Tinggi Analisis 2

No	Absorbansi	Xi (mg P/L)	Xi-X	(Xi-X) ²
1	0,437	0,7166	-0,0091638	0,00008398
2	0,453	0,7428	0,0170185	0,000289629
3	0,438	0,7182	-0,0075274	0,000056619
4	0,457	0,7493	0,0235641	0,000555265
5	0,432	0,7084	-0,0173458	0,000300876
6	0,434	0,7117	-0,0140729	0,000198049
7	0,433	0,7100	-0,0157094	0,000246785
8	0,459	0,7526	0,0268369	0,000720217
9	0,437	0,7166	-0,0091638	0,00008398
10	0,446	0,7313	0,0055637	0,00003055
X		0,7557		
∑				0,002566388
SD				0,0169
%RSD				2,33
%2/3 CV Horwitz				11,19

$$\text{Nilai Zscore} = \frac{SD1 - SD2}{\sqrt{\frac{SD1^2}{n1} + \frac{SD2^2}{n2}}} = \frac{0,0164 - 0,0169}{\sqrt{\frac{0,0164^2}{10} + \frac{0,0169^2}{10}}} = -0,09664$$

Nilai Zscore $-1,96 \leq Zscore \leq 1,96$ (diterima)

Pengukuran Presisi Antara Rendah Analisis 1

No	Absorbansi	Xi (mg P/L)	Xi-X	(Xi-X) ²
1	0,115	0,1897	-0,00245	0,000006025
2	0,118	0,1946	0,00246	0,000006025
3	0,114	0,1880	-0,00409	0,000016736
4	0,118	0,1946	0,00246	0,000006025
5	0,113	0,1864	-0,00573	0,000032803
6	0,114	0,1880	-0,00409	0,000016736
7	0,117	0,1929	0,00082	0,000000067
8	0,119	0,1962	0,00409	0,000016736
9	0,122	0,2011	0,00900	0,000081003
10	0,115	0,1897	-0,00245	0,000006025
X		0,1921		
∑				0,000188784
SD				0,0046
%RSD				2,38
%2/3 CV Horwitz				13,67

Pengukuran Presisi Antara Rendah Analisis 2

No	Absorbansi	Xi (mg P/L)	Xi-X	(Xi-X) ²
1	0,119	0,1962	0,002455	0,000006025
2	0,121	0,1995	0,005727	0,000032803
3	0,115	0,1897	-0,00409	0,000016736
4	0,119	0,1962	0,002455	0,000006025
5	0,115	0,1897	-0,00409	0,000016736
6	0,118	0,1946	0,000818	0,000000669
7	0,114	0,1880	-0,00573	0,000032802
8	0,113	0,1864	-0,00736	0,000054225
9	0,123	0,2027	0,009	0,000081003
10	0,118	0,1946	0,000818	0,000000669
X		0,1937		
∑				0,000247695
SD				0,0052
%RSD				2,71
%2/3 CV Horwitz				13,66

$$\text{Nilai Zscore} = \frac{SD1 - SD2}{\sqrt{\frac{SD1^2}{n1} + \frac{SD2^2}{n2}}} = \frac{0,0046 - 0,0052}{\sqrt{\frac{0,0046^2}{10} + \frac{0,0052^2}{10}}} = -0,3024$$

Nilai Zscore $-1,96 \leq Zscore \leq 1,96$ (diterima)

6. Pengukuran akurasi

%Trueness Konsentrasi Tinggi

No	Absorbansii	Konsentrasi sebenarnya (mg P/L)	Konsentrasi terukur (mg P/L)	%Trueness
1	0,583	1,00	0,9555	95,55
2	0,585		0,9588	95,88
3	0,575		0,9424	94,24
4	0,579		0,9489	94,89
5	0,588		0,9637	96,37
6	0,584		0,9571	95,71
7	0,570		0,9342	93,42
8	0,586		0,9604	96,04
9	0,582		0,9539	95,39
10	0,568		0,9309	93,09
Rata-rata	0,580		0,9506	95,06

Perhitungan:

$$y = 0,6111x - 0,0009$$

contoh perhitungan konsentrasi contoh uji

$$\text{Konsentrasi contoh uji (x)} = \frac{0,580 + 0,0009}{0,6111} = 0,9555 \text{ mg P/L}$$

$$\% \text{Trueness} = \frac{\text{konsentrasi terukur}}{\text{konsentrasi sebenarnya}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,9506 \text{ mg/L}}{1,0 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

$$= 95,06\%$$

%Trueness Konsentrasi Rendah

No	Absorbansii	Konsentrasi sebenarnya (mg P/L)	Konsentrasi terukur (mg P/L)	%Trueness
1	0,116	0,20	0,1913	95,65
2	0,117		0,1929	96,47
3	0,119		0,1962	98,10
4	0,114		0,1880	94,01
5	0,118		0,1946	97,28
6	0,113		0,1864	93,19
7	0,114		0,1880	94,01
8	0,113		0,1864	93,19
9	0,116		0,1913	95,65
10	0,117		0,1929	96,47
Rata-rata	0,1157		0,1908	95,40

Perhitungan:

$$y = 0,6111x - 0,0009$$

contoh perhitungan konsentrasi contoh uji

$$\text{Konsentrasi contoh uji (x)} = \frac{0,1157 + 0,0009}{0,6111} = 0,1908 \text{ mg P/L}$$

$$\begin{aligned} \%Trueness &= \frac{\text{konsentrasi terukur}}{\text{konsentrasi sebenarnya}} \times 100\% \\ &= \frac{0,9506 \text{ mg/L}}{1,0 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 95,40\% \end{aligned}$$

Penentuan Nilai %Recovery

No	Absorbansi	Konsentrasi Spike (mg P/L)	Konsentrasi Contoh uji (mg P/L)	%Recovery
1	0,343	0,5628	0,1897	93,26
2	0,346	0,5677	0,1946	93,27
3	0,342	0,5611	0,1880	93,28
4	0,346	0,5677	0,1946	93,27
5	0,341	0,5595	0,1864	93,27
6	0,342	0,5611	0,1880	93,28
7	0,345	0,5660	0,1929	93,28
8	0,348	0,5709	0,1962	93,68
9	0,354	0,5808	0,2011	94,91
10	0,343	0,5628	0,1897	93,26
Rata-rata		0,5660	0,1921	93,48

Perhitungan:

$$y = 0,6111x - 0,0009$$

Contoh perhitungan

$$\text{Konsentrasi contoh uji yang dispike} = \frac{0,343 + 0,0009}{0,6111} = 0,5628 \text{ mg P/L}$$

$$\text{konsentrasi target} = \frac{\text{konsentrasi standar} \times \text{volume standar yang dipipet}}{\text{volume total}}$$

$$= \frac{10 \frac{\text{mg P}}{\text{L}} \times 2,0 \text{ mL}}{50 \text{ mL}}$$

$$= 0,4 \text{ mg P/L}$$

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

$$= \frac{0,5660 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,1921 \frac{\text{mg}}{\text{L}}}{0,4 \text{ mg P/L}} \times 100\%$$

$$= 93,48\%$$

7. Pengukuram IDL

Pengukuran Nilai IDL

No	Absorbansi	Konsentrasi blanko (Xi)	Xi-X	(Xi-X) ²
1	0,001	0,0031	0	0
2	0,000	0,0015	-0,00164	0,0000027
3	0,001	0,0031	0	0
4	0,001	0,0031	0	0
5	0,003	0,0064	0,00327	0,0000107
6	0,000	0,0015	-0,00164	0,0000027
7	0,002	0,0047	0,00164	0,0000027
8	0,001	0,0031	0	0
9	0,000	0,0015	-0,00164	0,0000027
10	0,001	0,0031	0	0
Rata-rata		0,0031		
Jumlah				0,00002142

Perhitungan:

$$y = 0,6111x - 0,0009$$

contoh perhitungan konsentrasi contoh uji

$$\text{Konsentrasi contoh uji (x)} = \frac{0,001+0,0009}{0,6111} = 0,0031 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} SD &= \sqrt{\frac{\sum (Xi-X)^2}{n-1}} \\ &= \sqrt{\frac{0,00002142}{10-1}} = 0,001543 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{LOQ} &= 3 \times SD \\ &= 3 \times 0,001543 \\ &= 0,0046 \text{ mg P/L} \end{aligned}$$

8. Pengukuran MDL dan LOQ

Nilai T Tabel

df\p	0,40	0,25	0,10	0,05	0,025	0,01	0,005	0,0005
1	0,324920	1,000000	3,077684	6,313752	12,70620	31,82052	63,65674	636,6192
2	0,288675	0,816497	1,885618	2,919986	4,30265	6,96456	9,92484	31,5991
3	0,276671	0,764892	1,637744	2,353363	3,18245	4,54070	5,84091	12,9240
4	0,270722	0,740697	1,533206	2,131847	2,77645	3,74695	4,60409	8,6103
5	0,267181	0,726687	1,475884	2,015048	2,57058	3,36493	4,03214	6,8688
6	0,264835	0,717558	1,439756	1,943180	2,44691	3,14267	3,70743	5,9588
7	0,263167	0,711142	1,414924	1,894579	2,36462	2,99795	3,49948	5,4079
8	0,261921	0,706387	1,396815	1,859548	2,30600	2,89646	3,35539	5,0413
9	0,260955	0,702722	1,383029	1,833113	2,26216	2,82144	3,24984	4,7809
10	0,260185	0,699812	1,372184	1,812461	2,22814	2,76377	3,16927	4,5869
11	0,259556	0,697445	1,363430	1,795885	2,20099	2,71808	3,10581	4,4370
12	0,259033	0,695483	1,356217	1,782288	2,17881	2,68100	3,05454	4,3178
13	0,258591	0,693829	1,350171	1,770933	2,16037	2,65031	3,01228	4,2208
14	0,258213	0,692417	1,345030	1,761310	2,14479	2,62449	2,97684	4,1405
15	0,257885	0,691197	1,340606	1,753050	2,13145	2,60248	2,94671	4,0728

Pengukuran MDL dan LOQ

No	Absorbansi	Xi	Xi-X	(Xi-X) ²
1	0,062	0,1029	-0,00213	0,000004525
2	0,065	0,1078	0,002782	0,000007739
3	0,066	0,1095	0,004418	0,00001952
4	0,062	0,1029	-0,00213	0,000004525
5	0,065	0,1078	0,002782	0,000007739
6	0,062	0,1029	-0,00213	0,000004525
7	0,064	0,1062	0,001145	0,000001312
8	0,061	0,1013	-0,00376	0,00001417
9	0,064	0,1062	0,001145	0,000001312
10	0,062	0,1029	-0,00213	0,000004525
Rata-rata		0,1051		
Jumlah				0,00006989

Perhitungan:

$$y = 0,6111x - 0,0009$$

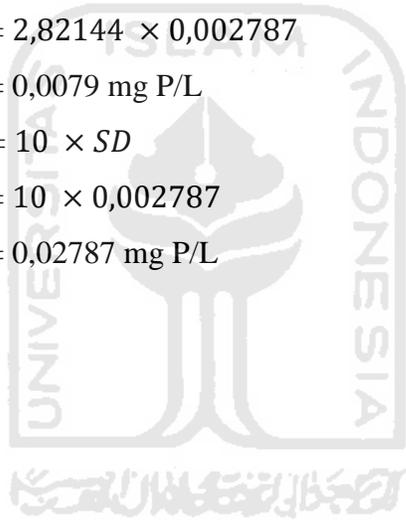
contoh perhitungan konsentrasi contoh uji

$$\text{Konsentrasi contoh uji (x)} = \frac{0,062+0,0009}{0,6111} = 0,1029 \text{ mg P/L}$$

$$\begin{aligned} \text{SD} &= \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \\ &= \sqrt{\frac{0,00006989}{10-1}} = 0,002787 \end{aligned}$$

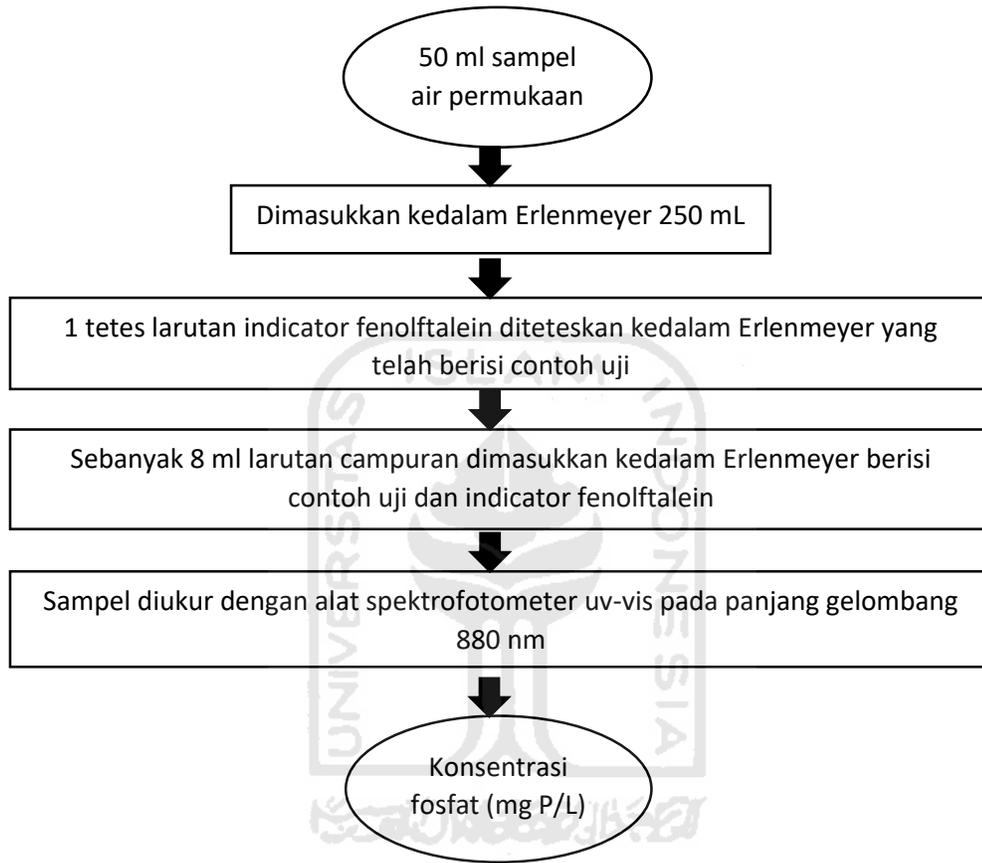
$$\begin{aligned} \text{MDL} &= T_{\text{Students}}(0,01; n-1) \times \text{SD} \\ &= 2,82144 \times 0,002787 \\ &= 0,0079 \text{ mg P/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{LOQ} &= 10 \times \text{SD} \\ &= 10 \times 0,002787 \\ &= 0,02787 \text{ mg P/L} \end{aligned}$$



9. Estimasi ketidakpastian

a. Prosedur penentuan konsentrasi fosfat terlarut



b. Rumus Perhitungan Kadar fosfat

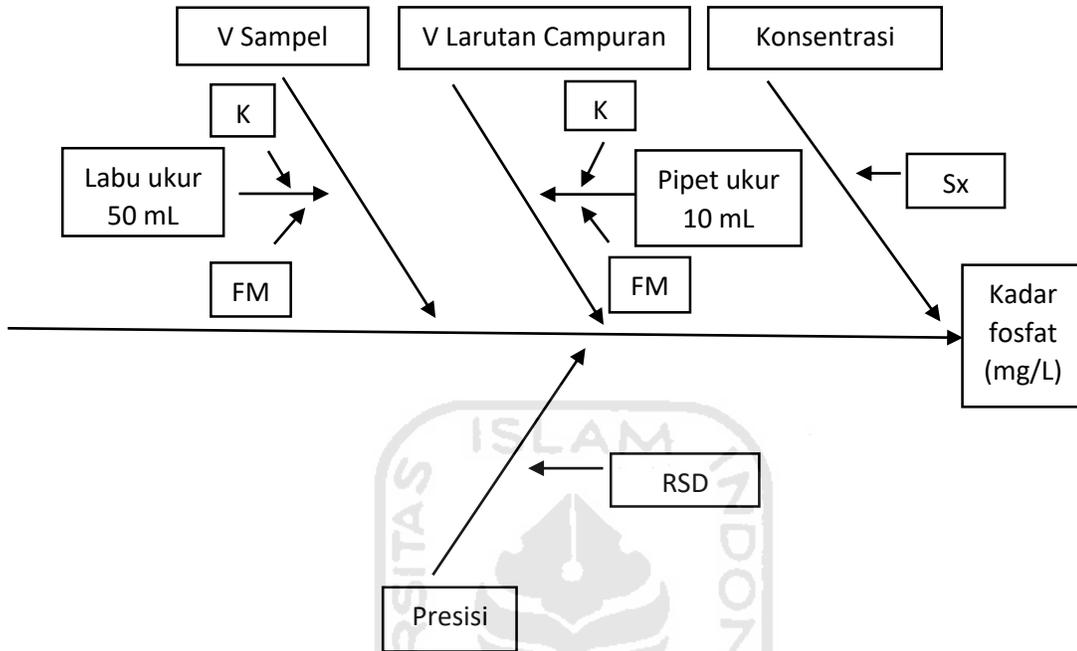
$$\text{Kadar fosfat (mg/L)} = C \times F_p$$

Keterangan

C = Kadar fosfat yang didapatkan dari hasil pengukuran (mg P/L)

F_p = Faktor pengenceran

c. Diagram Tulang Ikan



Keterangan

K = Kalibrasi

FM = Faktor Muai

Sx = ketidakpastian kurva kalibrasi

d. Penentuan estimasi ketidakpastian

a) Ketidakpastian volume contoh uji

Ketidakpastian baku pipet volume 50 mL ± 0,01 mL, 20°C dengan tingkat kepercayaan 95% (k = 2)

$$\begin{aligned}\mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,01 \text{ mL}}{2} \\ &= 0,005 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu_{\text{muai}} &= \frac{\text{volume pipet} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{50 \text{ ml} \times (30^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C}) \times 0,00021}{\sqrt{3}} \\ &= 0,0606 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu_{\text{G}} &= \sqrt{(\mu_{\text{Kalibrasi}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} \\ &= \sqrt{0,005^2 + 0,0606^2} \\ &= 0,0608 \text{ mL}\end{aligned}$$

b) Ketidakpastian Larutan campuran

Ketidakpastian larutan campuran (pipet ukur 10 mL ± 0,05 mL 20°C)

$$\begin{aligned}\mu_{\text{Kalibrasi}} &= \frac{s}{k} \\ &= \frac{0,05 \text{ mL}}{\sqrt{6}} \\ &= 0,0204 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu_{\text{muai}} &= \frac{\text{volume pipet} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{10 \text{ ml} \times (30^\circ\text{C} - 20^\circ\text{C}) \times 0,00021}{\sqrt{3}} \\ &= 0,01212 \text{ mL}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\mu_{\text{G}} &= \sqrt{(\mu_{\text{Kalibrasi}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} \\ &= \sqrt{0,0204^2 + 0,01212^2} \\ &= 0,02374 \text{ mL}\end{aligned}$$

c) Ketidakpastian kurva kalibrasi

Konsentrasi tinggi

No	Xi	(Xi-X)	Yi	Yc	(Yi-Yc) ²	Ysampel
1	0,0	0,25	0,000	-0,0009	0,00000081	0,457
2	0,2	0,09	0,119	0,12132	0,00000538	0,434
3	0,4	0,01	0,240	0,24354	0,00001253	0,456
4	0,6	0,01	0,376	0,36576	0,00010486	0,434
5	0,8	0,09	0,483	0,48798	0,0000248	0,435
6	1,0	0,25	0,610	0,61020	0,00000004	0,453
7						0,436
8						0,445
9						0,434
10						0,452
Rerata	0,5	0,7	0,3047			0,4436
Jumlah					0,0001482	

Perhitungan

$$\text{Slope} = 0,6111$$

$$\text{Intersep} = -0,0009$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(y_i - y_c)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{0,0001482}{6-2}} = 0,006091 \text{ mg P/L}$$

$$\mu F = \frac{S_{y/x}}{\text{Slope}} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(y_{\text{sampel}} - y_{\text{standar}})^2}{\text{slope}^2 \times \sum(x_i - x)^2}}$$

$$= \frac{0,006091}{0,6111} \times \sqrt{\frac{1}{10} + \frac{1}{6} + \frac{(0,4436 - 0,3047)^2}{0,6111^2 \times 0,7}} = 0,005817 \text{ mg P/L}$$

Keterangan

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

m = jumlah pengulangan contoh uji

n = jumlah pengulangan larutan standar

X_i = konsentrasi larutan standar

X = rata-rata konsentrasi larutan standar

Y_i = absorbansi larutan standar

Y_c = absorbansi dari persamaan regresi linier

Konsentrasi rendah

No	Xi	Xi-X	Yi	Yc	Yi-Yc	Ysampel
1	0,0	0,25	0,000	-0,0009	0,00000081	0,115
2	0,2	0,09	0,119	0,12132	0,00000538	0,118
3	0,4	0,01	0,240	0,24354	0,00001253	0,114
4	0,6	0,01	0,376	0,36576	0,00010486	0,118
5	0,8	0,09	0,483	0,48798	0,0000248	0,113
6	1,0	0,25	0,610	0,61020	0,00000004	0,114
7						0,117
8						0,119
9						0,122
10						0,115
Rerata	0,5	0,7	0,3047			0,1165
Jumlah					0,0001482	

Perhitungan

$$\text{Slope} = 0,6111$$

$$\text{Intersep} = -0,0009$$

$$\begin{aligned} \text{Sy/x} &= \sqrt{\frac{\sum(yi-yc)^2}{n-2}} \\ &= \sqrt{\frac{0,0001482}{6-2}} \\ &= 0,006091 \text{ mg P/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \mu F &= \frac{\text{Sy/x}}{\text{Slope}} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(\text{ysampel}-\text{ystandar})^2}{\text{slope}^2 \times \sum(xi-x)^2}} \\ &= \frac{0,006091}{0,6111} \times \sqrt{\frac{1}{10} + \frac{1}{6} + \frac{(0,1165-0,3047)^2}{0,6111^2 \times 0,7}} \\ &= 0,006321 \text{ mg P/L} \end{aligned}$$

d) Ketidakpastian Presisi

Konsentrasi Fosfat tinggi

Pengulangan	Konsentrasi
1	0,7493
2	0,7117
3	0,7477
4	0,7117
5	0,7133
6	0,7428
7	0,7149
8	0,7297
9	0,7117
10	0,7411
Rata-rata	0,7274
SD	0,0164
%RSD	2,25
% 2/3 CV Horwitz	11,19

Perhitungan

$$\mu_{\text{presisi}} = \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{0,0164}{\sqrt{10}} = 0,0052$$

Konsentrasi rendah

pengulangan	Konsentrasi
1	0,1897
2	0,1946
3	0,1880
4	0,1946
5	0,1864
6	0,1880
7	0,1929
8	0,1962
9	0,2011
10	0,1897
Rata-rata	0,1921
SD	0,0046
% RSD	2,38
% 2/3 CV Horwitz	13,67

Perhitungan

$$\mu_{\text{presisi}} = \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{0,0046}{\sqrt{10}} = 0,0015$$

e) Ketidakpastian gabungan

Konsentrasi fosfat tinggi

$$\begin{aligned}\mu G &= C \times \sqrt{\left(\frac{\mu V \text{ sampel}}{V \text{ sampel}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V \text{ larutan campuran}}{V \text{ larutan Campuran}}\right)^2 + \left(\frac{\mu F}{C_{\text{standar}}}\right)^2 + \left(\frac{\mu P}{C_{\text{sampel}}}\right)^2} \\ &= 0,7274 \times \sqrt{\left(\frac{0,0608 \text{ mL}}{50 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,02374 \text{ mL}}{8 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,005817 \text{ mg/L}}{0,5 \text{ mg/l}}\right)^2 + \left(\frac{0,0052 \text{ mg/L}}{0,7274 \text{ mg/L}}\right)^2} \\ &= 0,0102 \text{ mg P/L}\end{aligned}$$

Konsentrasi fosfat rendah

$$\begin{aligned}\mu G &= C \times \sqrt{\left(\frac{\mu V \text{ sampel}}{V \text{ sampel}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V \text{ larutan standar}}{V \text{ larutan standar}}\right)^2 + \left(\frac{\mu F}{C_{\text{standar}}}\right)^2 + \left(\frac{\mu P}{C_{\text{sampel}}}\right)^2} \\ &= 0,1921 \text{ mg P/L} \times \sqrt{\left(\frac{0,0608 \text{ mL}}{50 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,02374 \text{ mL}}{8 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,00632 \text{ mg/L}}{0,5 \text{ mg/L}}\right)^2 + \left(\frac{0,0015 \text{ mg/L}}{0,1921 \text{ mg/L}}\right)^2} \\ &= 0,0029 \text{ mg P/L}\end{aligned}$$

f) Ketidakpastian diperluas

Pada tingkat kepercayaan 95% k=2

Konsentrasi tinggi

$$\begin{aligned}\mu &= \mu_{\text{Gabungan}} \times k \\ &= 0,0102 \text{ mg P/L} \times 2 \\ &= 0,0204 \text{ mg P/L}\end{aligned}$$

Contoh uji fosfat konsentrasi tinggi sebesar $0,7274 \pm 0,0204 \text{ mg P/L}$

Konsentrasi rendah

$$\begin{aligned}\mu &= \mu_{\text{Gabungan}} \times k \\ &= 0,0029 \text{ mg P/L} \times 2 \\ &= 0,0058 \text{ mg P/L}\end{aligned}$$

Contoh uji fosfat konsentrasi rendah sebesar $0,1921 \pm 0,0059 \text{ mg P/L}$