

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN SUHU, pH DAN NITRIT  
(NO<sub>2</sub>-N) PADA AIR BERSIH DI KANTOR PUSAT  
PENGENDALIAN PEMBANGUNAN EKOREGION JAWA**

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



Disusun oleh :

**Cahyaning Rahayu  
NIM: 18231010**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
YOGYAKARTA  
2021**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN SUHU, pH DAN NITRIT  
(NO<sub>2</sub>-N) PADA AIR BERSIH DI KANTOR PUSAT  
PENGENDALIAN PEMBANGUNAN EKOREGION JAWA**

***METHOD VERIFICATION OF DETERMINING  
TEMPERATURE, pH, NITRITE (NO<sub>2</sub>-N) IN CLEAN WATER IN  
THE OFFICE JAVA ECOREGION DEVELOPMENT CONTROL  
CENTER***



Disusun oleh :

**Cahyaning Rahayu**  
**NIM: 18231010**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
YOGYAKARTA  
2021**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN SUHU, PH DAN NITRIT  
(NO<sub>2</sub>-N) PADA AIR BERSIH DI KANTOR PUSAT  
PENGENDALIAN PEMBANGUNAN EKOREGION JAWA**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

**Cahyaning Rahayu  
NIM: 18231010**

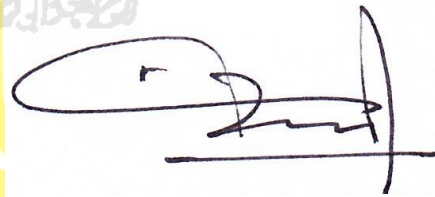
Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir  
Program Studi DIII Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
pada tanggal 12 Juli 2021

**Menyetujui,**

**Ketua Program Studi D III Analis Kimia      Pembimbing**



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



**Dr. Tatang Shabur Julianto, M.Si.**  
NIK. 016120102

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN SUHU, pH DAN NITRIT  
(NO<sub>2</sub>-N) PADA AIR BERSIH DI KANTOR PUSAT  
PENGENDALIAN PEMBANGUNAN EKOREGION JAWA**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

**Cahyaning Rahayu**  
**NIM : 18231010**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 23 Juli 2021

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/Penguji**



**Dr. Tatang Shabur Julianto, M.Si.**

**NIK. 016120102**

**Penguji I**



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

**NIK. 052316003**

**Penguji II**



**Muhaimin, S.Si., M.Sc.**

**NIK. 156141305**

**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia**



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

**NIK. 006120101**

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa pada Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Sains atau gelar lainnya di Perguruan Tinggi manapun dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis ataupun 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, 23 Juli 2021  
Penulis,



Cahyaning Rahayu

## **MOTTO**

Kamu tau kemampuanmu, lakukan yang terbaik sesuai versimu, jangan lelah berharap, berusaha menjadi orang yang bermanfaat dan jangan lupa selalu libatkan Allah di setiap langkahmu.

Allah lebih tau yang terbaik untukmu dan yang lebih kamu butuhkan.

Jangan lupa bersyukur hari ini <3 ;)



## HALAMAN PERSEMBAHAN

*Bismillahirrahmanirrahim*

- ♥ Puji syukur kehadiran Allah yang Maha Esa, berkat rahmat serta hidayah-Nya saya dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir ini. Terimakasih Allah selalu memberi keyakinan kepada saya bahwa setiap persoalan pasti ada penyelesaiannya. Terimakasih Allah sudah memberikan kesabaran dan selalu mengajarkan mengenai sabar kepada saya. Tanpa keyakinan, tanpa kekuatan, tanpa kesabaran, tanpa keikhlasan dalam menjalani semua ini dan terutama tanpa Engkau mungkin semua tak akan berjalan seindah ini.
- ♥ Terimakasih untuk diriku sendiri, yang sudah mau berusaha melawan rasa ngantuk yang sering datang, yang sudah berjuang melawan kemageran, yang sudah berjuang untuk sabar ketika laptop maupun Wi-Fi tak berjalan sesuai yang sudah direncanakan (dan ini sering terjadi). Terimakasih sudah mau dan mampu melewati semua proses ini.
- ♥ Terimakasih untuk Mamak dan almarhum Bapak yang tidak pernah menuntut anaknya untuk menjadi seperti apa, tapi tetap di bimbing dan hal tersebut yang membuat saya sadar akan sesuatu yang dinamakan tanggung jawab tak harus dipaparkan tetapi untuk disadari. Terimakasih juga untuk Mba Isma yang sudah sabar, sudah berjuang untuk keluarga selama ini dan sudah memberikan dukungan bagi saya agar cepat menyelesaikan Tugas Akhir.
- ♥ Terimakasih untuk Pak Tatang, dosen di FMIPA khususnya di prodi DIII analisis kimia dan staff di FMIPA yang sudah membantu saya selama menjalani perkuliahan di UII. Semoga kebaikan dan ilmu yang diberikan dibalas oleh Allah dengan rencana-Nya yang indah (aamiin)
- ♥ Mba Zizah, Allah baik banget udah ngehadirin Mba Zii. Mba Zii yang sering ngajakin nge zoom bahas laporan Tugas Akhir, Mba Zii yang sering ngajarin maupun ngasih banyak saran makasih banget pokoknya dan makasih udah sabaaaaar banget ngajarinnyaa
- ♥ Danis, makasih sudah dan teramat sering meningkatkan buat ngerjai Tugas Akhir, kalau aku males ngerjain dia tiba-tiba nge *video call* sambil bilang “lek wes garapen, tak kancani”. Makasiiiih poll niiiiis, semangat berjuang disana !
- ♥ Ajeng dan Bella yang udah mengingatkan dan suruh cepet-cepet sidang. Makasih sudah sabar menghadapi diriku selama ini wkwk
- ♥ Teman-teman seperjuangaaan Elisa, Tenti, Devi, Milati, Desya, Devi, Eilien, yang selalu ada kalau lagi butuh bantuan tentang masalah kuliah maupun masalah apapun, miss you and thanks for all gengss
- ♥ Terimakasih banyak untuk setiap orang yang sudah memberikan dukungan secara langsung maupun tidak langsung yang saya tidak dapat sebutkan satu per satu. Semoga Allah selalu memudahkan urusan kita semua (aamiin)

## KATA PENGANTAR

*Bismillahirrahmanirrahim*

*Assalammu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh*

*Alhamdulillahirobbil'alamin*, puji syukur kehadiran Allah *Subhanahu Wa Ta'ala* karena berkat rahmat-Nya, hidayah-Nya dan tiada daya maupun upaya tanpa adanya ridho dari Allah *Subhanahu Wa Ta'ala* sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul “Verifikasi Metode Penentuan Suhu, pH Dan Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) pada Air Bersih Di Kantor Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa”. Shalawat serta salam juga penulis panjatkan kepada Nabi Muhammad *Shallallahu 'Alaihi Wassalam*.

Laporan Tugas Akhir disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) di Program Studi Diploma III Analisis Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia. terselesaikannya Laporan Tugas Akhir ini tidak akan berjalan dengan baik tanpa adanya bimbingan, bantuan, saran maupun nasihat dari berbagai pihak yang terkait. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Kepala Program Studi Diploma III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
3. Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Akademik.
4. Bapak Dr. Tatang Shabur Julianto, M.Si. selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir yang telah memberikan bimbingan, saran maupun nasihat hingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir.
5. Dosen dan Staff yang terdapat di Program Studi Diploma III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
6. Ibu Dr. Ir. Dwi Hastuti, MP selaku Plh Kepala Pusat di Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa.



7. Ibu Atik Suryaningsih, S.H selaku Kepala Subbidang Uji Kualitas Lingkungan yang telah memberikan kesempatan penulis untuk melaksanakan Praktik Kerja Lapangan.
8. Bapak KPC Ediyanto selaku staff administrasi, Ibu Dina M. Abdat, S.Si, M.Si selaku penanggungjawab manager mutu, Ibu Astuti Tri P., S.Si selaku penyelia sampling, Bapak Kukuh Tri H., SE selaku petugas pengambil contoh, Ibu Ninik Puji Astuti S.Si, M.Ling selaku penyelia pengujian, Bapak Alfianto Agribiliono, ST selaku analis yang telah memberikan bimbingan, arahan dan meteri selama melaksanakan PKL.
9. Rosyid Ulil Nuha, A.Md selaku analis di Laboratorium Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa yang telah membantu penulis dengan memberikan arahan, nasihat, bimbingan dan bantuan selama melaksanakan PKL.
10. Orang tua, saudara, teman-teman dan semua pihak yang telah memberikan dukungan baik moral maupun spiritual dan yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan Laporan Tugas Akhir ini yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa pada Laporan Tugas Akhir ini masih jauh dari kata sempurna, maka dari itu penulis menerima kritik maupun saran yang membangun supaya kedepannya dapat menjadi laporan yang lebih baik lagi. Semoga laporan yang penulis buat dapat bermanfaat bagi penulis maupun bagi pihak yang terkait.

*Wa'alaikumussalam Warahmatullahi Wabarakatuh*

Yogyakarta, 23 Juli 2021

Penulis

## DAFTAR ISI

|  |      |
|--|------|
| HALAMAN JUDUL.....   | i    |
| HALAMAN PENGESAHAN.....  | iii  |
| HALAMAN PERNYATAAN .....                                       | v    |
| MOTTO .....  | vi   |
| HALAMAN PERSEMBAHAN .....                                      | vii  |
| KATA PENGANTAR .....   | viii |
| DAFTAR ISI.....  | x    |
| DAFTAR TABEL.....  | xiii |
| DAFTAR GAMBAR .....  | xiv  |
| DAFTAR LAMPIRAN.....   | xv   |
| INTISARI.....  | xvii |
| BAB I PENDAHULUAN.....   | 1    |
| 1.1 Latar Belakang.....  | 1    |
| 1.2 Rumusan Masalah .....                                      | 4    |
| 1.3 Tujuan Pengujian.....                                      | 4    |
| 1.4 Manfaat Pengujian.....                                     | 4    |
| BAB II DASAR TEORI .....                                       | 6    |
| 2.1 Profil Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa ..... | 6    |
| 2.2 Air Tanah.....   | 7    |
| 2.3 Suhu.....  | 9    |
| 2.4 pH .....   | 10   |
| 2.5 Nitrit (NO <sub>2</sub> -N) .....                          | 10   |
| 2.6 Spektrofotometer UV-Vis .....                              | 11   |
| 2.7 Verifikasi Metode.....                                     | 12   |
| 2.7.1 Penentuan Linieritas.....                                | 12   |
| 2.7.2 Penentuan <i>Limit Of Linearity</i> (LOL) .....          | 13   |
| 2.7.3 Limit Deteksi (LOD) dan Limit kuantifikasi (LOQ) .....   | 14   |
| 2.7.4 Penentuan Presisi (%RSD).....                            | 14   |

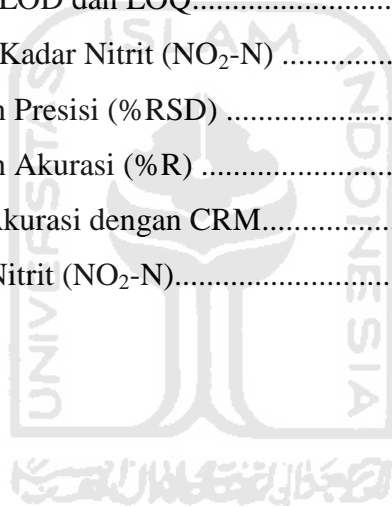
|  |           |
|--|-----------|
| 2.7.5 Penentuan akurasi (%R).....                                | 15        |
| 2.7.6 Penentuan Estimasi Ketidakpastian .....                    | 16        |
| <b>BAB III METODELOGI .....</b>                                  | <b>18</b> |
| 3.1 Alat dan Bahan .....   | 18        |
| 3.1.1 Alat.....  | 18        |
| 3.1.2 Bahan .....  | 18        |
| 3.2 Prosedur Kerja.....  | 18        |
| 3.2.1 Pengujian Suhu .....                                       | 18        |
| 3.2.2 Pengujian pH.....  | 18        |
| 3.2.3 Pengujian Nitrit (NO <sub>2</sub> -N).....                 | 19        |
| <b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>                         | <b>22</b> |
| 4.1 Penentuan Suhu .....   | 22        |
| 4.1.1 Hasil Penentuan Suhu .....                                 | 22        |
| 4.1.2 Penentuan Ketidakpastian Suhu .....                        | 23        |
| 4.2 Penentuan pH.....  | 24        |
| 4.2.1 Penentuan Presisi .....                                    | 24        |
| 4.2.3 Penentuan Akurasi .....                                    | 26        |
| 4.2.4 Penentuan Ketidakpastian pH .....                          | 26        |
| 4.3 Penentuan Nitrit (NO <sub>2</sub> -N).....                   | 28        |
| 4.3.1 Linieritas Kurva Kalibrasi.....                            | 29        |
| 4.3.2 <i>Limit of Linearity</i> (LoL).....                       | 30        |
| 4.3.3 Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantifikasi (LOQ) .....     | 32        |
| 4.3.4 Penentuan Kadar Nitrit (NO <sub>2</sub> -N).....           | 32        |
| 4.3.5 Penentuan Presisi .....                                    | 33        |
| 4.3.6 Penentuan Akurasi .....                                    | 35        |
| 4.3.7 Penentuan Kontrol Akurasi dengan CRM .....                 | 36        |
| 4.3.8 Penentuan Ketidakpastian Nitrit (NO <sub>2</sub> -N) ..... | 37        |
| <b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>                           | <b>39</b> |
| 5.1 Kesimpulan.....  | 39        |
| 5.2 Saran .....  | 40        |
| <b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>                                      | <b>41</b> |

|   |    |
|---|----|
| LAMPIRAN .....  | 45 |
| Lampiran 1. Pengujian suhu .....                            | 45 |
| Lampiran 2. Pengujian pH.....                               | 47 |
| Lampiran 3. Pengujian Nitrit (NO <sub>2</sub> -N).....      | 49 |
| Lampiran 4. Sertifikat Kalibrasi Termometer .....           | 65 |
| Lampiran 5. Sertifikat Kalibrasi pH Meter.....              | 67 |
| Lampiran 4. Sertifikat CRM pH.....                          | 69 |
| Lampiran 8. Sertifikat CRM Nitrit (NO <sub>2</sub> -N)..... | 71 |



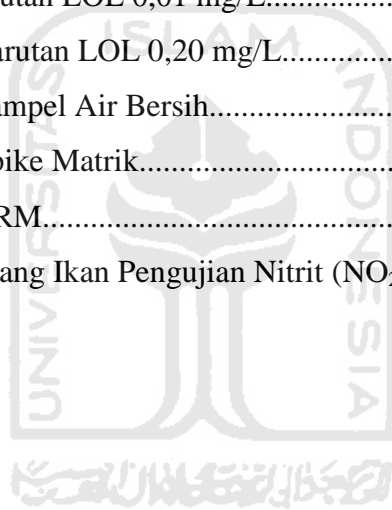
## DAFTAR TABEL

|   |    |
|---|----|
| Tabel 2.1 Nilai $F_{\text{tabel}}$ untuk $\alpha = 0,01$ (LP KLH 2010)..... | 13 |
| Tabel 4.1 Data Penentuan Suhu pada Air Bersih.....                          | 22 |
| Tabel 4.2 Data ketidakpastian Pengujian Suhu.....                           | 24 |
| Tabel 4.3 Data Penentuan Presisi (%RSD) .....                               | 25 |
| Tabel 4.4 Data Penentuan Akurasi (%T) .....                                 | 26 |
| Tabel 4.5 Data ketidakpastian pH.....                                       | 27 |
| Tabel 4.6 Data Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi.....                    | 31 |
| Tabel 4.7 Data Penentuan <i>Limit of Linearity</i> .....                    | 31 |
| Tabel 4.8 Data Penentuan LOD dan LOQ.....                                   | 32 |
| Tabel 4.9 Data Penentuan Kadar Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) .....      | 33 |
| Tabel 4.10 Data Penentuan Presisi (%RSD) .....                              | 34 |
| Tabel 4.11 Data Penentuan Akurasi (%R) .....                                | 35 |
| Tabel 4.12 Data Kontrol Akurasi dengan CRM.....                             | 36 |
| 4.13 Data ketidakpastian Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ).....             | 38 |



## DAFTAR GAMBAR

|  |    |
|--|----|
| Gambar 4.1 Pengujian Suhu .....  | 22 |
| Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan Pengujian Suhu.....                           | 23 |
| Gambar 4.3 Pengujian pH pada Air Bersih.....                                 | 25 |
| Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan Pengujian pH.....                             | 26 |
| Gambar 4.5 Reaksi Nitrit dengan Sulfanilamida dan HCl .....                  | 28 |
| Gambar 4.6 Reaksi Senyawa Diazonium dengan NED dihidroklorida.....           | 28 |
| Gambar 4.7 Deret Larutan Standar.....  | 29 |
| Gambar 4.8 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit (NO <sub>2</sub> -N) ..... | 30 |
| Gambar 4.9 Pengujian Larutan LOL 0,01 mg/L.....                              | 31 |
| Gambar 4.10 Pengujian Larutan LOL 0,20 mg/L.....                             | 31 |
| Gambar 4.11 Pengujian Sampel Air Bersih.....                                 | 33 |
| Gambar 4.12 Pengujian Spike Matrik.....                                      | 35 |
| Gambar 4.13 Pengujian CRM.....   | 36 |
| Gambar 4.14 Diagram Tulang Ikan Pengujian Nitrit (NO <sub>2</sub> -N) .....  | 37 |



## DAFTAR LAMPIRAN

|  |    |
|--|----|
| Lampiran 1. Pengujian suhu.....                              | 37 |
| Lampiran 2. Pengujian pH.....                                | 38 |
| Lampiran 3. Pengujian Nitrit (NO <sub>2</sub> -N).....       | 52 |
| Lampiran 4. Sertifikat Larutan Penyangga pH 4.....           | 65 |
| Lampiran 5. Sertifikat Larutan Penyangga pH 7.....           | 67 |
| Lampiran 6. Sertifikat Larutan Penyangga pH 9.....           | 69 |
| Lampiran 7. Sertifikat CRM pH.....                           | 71 |
| Lampiran 8. Sertifikat CRM Nitrit (NO <sub>2</sub> -N) ..... | 73 |



# **VERIFIKASI METODE PENENTUAN SUHU, pH DAN NITRIT (NO<sub>2</sub>-N) PADA AIR BERSIH DI KANTOR PUSAT PENGENDALIAN PEMBANGUNAN EKOREGION JAWA**

Cahyaning Rahayu  
NIM: 18231010

Program Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia  
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta  
Email : [ccahyaning.rahayu@gmail.com](mailto:ccahyaning.rahayu@gmail.com)

## **INTISARI**

Verifikasi metode pengujian air bersih dilakukan di Kantor Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa . Tujuan dari pengujian adalah untuk mengetahui kualitas air bersih berdasarkan parameter suhu, pH, dan nitrit (NO<sub>2</sub>-N), serta untuk mengetahui hasil verifikasi metode pengujian suhu, pH, dan nitrit (NO<sub>2</sub>-N). Verifikasi metode pengujian digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium dapat melakukan metode standar dan digunakan untuk menjamin mutu dari hasil pengujian. Pengujian suhu dilakukan berdasarkan SNI 06-6989.23-2005 menggunakan alat termometer. Pengujian pH dilakukan berdasarkan SNI 06-6989.1-2004 menggunakan alat pH meter. Pengujian nitrit (NO<sub>2</sub>-N) dilakukan berdasarkan SNI 06-6989.9-2004 menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis. Pengujian suhu mendapatkan hasil rata-rata suhu sebesar  $27 \pm 5,6924^{\circ}\text{C}$  dan nilai presisi sebesar 0,00%. Pengujian pH mendapatkan hasil rata-rata pH sebesar  $6,87 \pm 0,1374$  dan nilai presisi sebesar 0,17%. Pengujian nitrit (NO<sub>2</sub>-N) mendapatkan hasil rata-rata kadar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) sebesar  $0,0002 \pm 0,0019$  mg/L, nilai linieritas sebesar 0,9999, nilai LOL sebesar 6,28, nilai LOD sebesar 0,0026 mg/L, nilai LOQ sebesar 0,0086 mg/L, nilai presisi sebesar 34,44%, nilai % CV Horwitz sebesar 58,62%, nilai akurasi sebesar 98,54% dan nilai kontrol akurasi dengan CRM sebesar 105,34%. Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 32 Tahun 2017 Tentang Standar Baku Mutu Kesehatan Lingkungan dan Persyaratan Kesehatan Air Untuk Keperluan Higiene Sanitasi, Kolam Renang, Solus Per Aqua, dan Pemandian Umum dapat disimpulkan bahwa air bersih di Kantor Pusat Pengendalian



Pembangunan Ekoregion Jawa memenuhi persyaratan baku mutu dan dapat dimanfaatkan sesuai dengan peruntukannya.

**Kata Kunci** : Air bersih, Suhu, pH, Nitrit (NO<sub>2</sub>-N), Spektrofotometer UV-Vis.



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Air merupakan senyawa kimia karena air tersusun dari dua jenis atom yaitu atom hidrogen dan atom oksigen. Atom hidrogen dan atom oksigen jika berada di alam tidak lagi berbentuk atom tetapi akan berbentuk molekul yang terbentuk karena adanya ikatan kovalen berdasarkan struktur Lewis. Reaksi pembentukan molekul air yaitu :  $2\text{H}_2 + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$  (Zumdahl dan Zumdahl, 2007). Air juga merupakan sumber daya alam yang sangat berperan penting bagi kehidupan manusia, tumbuhan, dan binatang. Air dapat dimanfaatkan untuk keperluan higiene sanitasi. Higiene sanitasi adalah air yang dapat digunakan sebagai air baku, air minum dan juga dapat digunakan untuk memenuhi keperluan sehari-hari seperti mencuci pakaian, sayuran atau bahan pangan, peralatan rumah tangga (Permenkes RI No. 32 Tahun 2017).

Air bersih atau air untuk keperluan higiene harus memenuhi persyaratan kuantitas maupun persyaratan kualitas, karena air bersih sangat dibutuhkan untuk memenuhi kebutuhan hidup sehari-hari (Asmadi, Khayan and Kasjono, 2011). Persyaratan kuantitas pada pengujian air untuk keperluan higiene sanitasi adalah banyaknya air baku yang dapat tersedia dan dapat digunakan untuk memenuhi kebutuhan hidup. Persyaratan kualitas dari air untuk keperluan higiene sanitasi terdapat pada Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 32 Tahun 2017 Tentang Standar Baku Mutu Kesehatan Lingkungan dan Persyaratan Kesehatan Air Untuk Keperluan Higiene Sanitasi, Kolam Renang, Solus Per Aqua, dan Pemandian Umum.

Berdasarkan ketentuan yang terdapat dalam Peraturan Pemerintah Nomor 66 Tahun 2014 tentang Kesehatan Lingkungan, Standar Baku Mutu Kesehatan Lingkungan dan Persyaratan Kesehatan yang telah tercapai disuatu lingkungan menandakan bahwa kualitas lingkungan tersebut baik ataupun sehat. Standar Baku Mutu dan Persyaratan Kesehatan pada air harus ditetapkan karena air merupakan salah satu media lingkungan (Permenkes RI No. 32 Tahun 2017).

Parameter pengujian air untuk keperluan higiene sanitasi pada Standar Baku Mutu terdiri dari tiga parameter yaitu, parameter fisik, parameter biologi dan parameter kimia. Ketiga parameter tersebut dapat berupa parameter wajib dan parameter tambahan. Parameter wajib adalah parameter yang mengacu pada ketentuan yang terdapat pada peraturan perundang-undang dan harus diperiksa secara berkala. Parameter tambahan adalah parameter yang diperiksa jika kondisi geohidrologi menunjukkan bahwa terdapat potensi pencemaran pada air tersebut. Parameter wajib yang terdapat dalam Standar Baku Mutu pengujian air untuk keperluan higiene sanitasi adalah Kekeruhan, Warna, Zat Padat Terlarut (Total Dissolved Solid), Suhu, Rasa, Bau, Total coliform, E. coli, pH, Besi, Fluorisa, Kesadahan, Mangan, Nitrat sebagai N, Nitrit sebagai N, Sianida, Deterjen, Pestisida total dan parameter tambahan yang terdapat dalam Standar Baku Mutu pengujian air untuk keperluan higiene sanitasi adalah Air Raksa, Arsen, Kadmium, Kromium (valensi 6), Selenium, Seng, Sulfat, Timbal, Benzene, Zat organic ( $KMNO_4$ ) (Permenkes RI No. 32 Tahun 2017).

Pengujian air bersih dilakukan untuk mengetahui kualitas air tersebut dan untuk menjamin kesehatan masyarakat (pengguna). Pengujian air dilakukan di laboratorium Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa. Laboratorium di Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa merupakan laboratorium yang berfungsi sebagai laboratorium pengujian. Laboratorium pengujian adalah laboratorium yang dapat digunakan sebagai tempat pengujian, penelitian dan pelatihan dibidangnya. Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa melakukan pengujian kualitas lingkungan di seluruh pulau jawa dan pengujian yang dilakukan seperti pengujian air, tanah dan udara. Parameter pengujian kualitas air yang dapat dilakukan dan sudah terakreditasi adalah parameter suhu, ph, konduktivitas, nitrit ( $NO_2-N$ ), ortho pospat, BOD, COD.

Verifikasi metode uji didasarkan pada SNI ISO/IEC 17025 tentang Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi yang termuat pada bagian sistem manajemen mutu. Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa melakukan verifikasi metode pengujian bertujuan untuk mengetahui kemampuan analis dalam menerapkan metode standar, mengetahui

keterbatasan analisis dalam menerapkan metode standar, membuktikan bahwa laboratorium dapat melakukan metode standar, menjamin mutu dari hasil uji, melakukan perkiraan terhadap tingkat kepercayaan data dan untuk digunakan sebagai data kinerja.

Suhu pada air bersih atau air untuk keperluan higiene sebaiknya tidak terlalu tinggi atau terlalu panas dikarenakan jika suhu pada air bersih tinggi maka dapat membantu pelarutan zat kimia yang ada pada saluran pipa air maupun pada wadah penampungan air (Sudibyo, 1999). Suhu air yang baik menurut standar baku mutu adalah  $\pm 3^{\circ}\text{C}$  dari suhu udara (Permenkes RI No. 32 Tahun 2017). Faktor yang dapat mempengaruhi perubahan suhu antara lain adalah pefphonan, air buangan atau air limbah (Chin, 2006), cuaca, suhu udara, iklim dan radiasi dari sinar matahari (Boyd, 2015). Salah satu pengaruh suhu pada perairan adalah, jika suhu air terlalu tinggi maka dapat menyebabkan menurunnya kadar  $\text{CO}_2$ .

Tingkat keasaman atau pH merupakan salah satu parameter wajib yang harus di uji pada air dan air limbah. pH digunakan untuk mengetahui tingkat keasaman dan kebasaan pada air atau sebuah larutan. pH memiliki skala dari 1 sampai 14, untuk pH asam adalah pH dibawah 7, pH netral terdapat pada pH 7 dan pH basa atau alkali adalah pH diatas 7. Standar baku mutu pH untuk air bersih adalah 6.5-8.5mg/L (Permenkes RI No. 32 Tahun 2017). pH yang rendah atau kurang dari 7 dapat menyebabkan terjadinya proses korosi. Semakin rendah pH maka semakin tinggi sifat korosi tersebut dan dapat menyebabkan logam Fe larut dalam air membentuk ferro dan ferri. Air yang mengandung ferri akan menjadi berwarna, berbau dan berasa. (Putra, A. Y. dan Mairizki, F 2019).

Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) yang terdapat pada air dapat digunakan untuk mengetahui adanya pencemaran air oleh bahan organik. Air sudah tercemar oleh bahan organik akan menyebabkan kadar amonia pada air tersebut meningkat dan menyebabkan juga kadar nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) di air mengalami peningkatan. Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) yang terdapat pada air dapat juga digunakan untuk menunjukkan adanya proses perombakan bahan organik yang memiliki kadar oksigen terlarut rendah (Azizah, 2017). Standar baku mutu kadar maksimum nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) pada air untuk keperluan higiene sanitasi adalah 1mg/L. Air yang memiliki kadar nitrit

(NO<sub>2</sub>-N) yang tinggi dapat menyebabkan methaemoglobin pada bayi usia dibawah 3bulan. Methaemoglobin adalah keadaan hemoglobin (Hb) darah akan diikat oleh nitrit (NO<sub>2</sub>-N) dan ikatan hemoglobin (Hb) dengan oksigen akan dihalang oleh nitrit (NO<sub>2</sub>-N). Nitrit juga dapat menyebabkan pelebaran pembuluh darah (*vasodilatasi*). Pelebaran pembuluh darah (*vasodilatasi*) dapat mengakibatkan penurunan tekanan darah, hal ini dapat disebabkan karena adanya perubahan nitrit menjadi natrium monoksida (NO) di dalam pembuluh darah vena maupun pembuluh darah arteri yang mengakibatkan penurunan tekanan darah.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Adapun rumusan masalah pada pengujian ini adalah :

1. Bagaimana kualitas air bersih berdasarkan parameter suhu, pH, dan nitrit (NO<sub>2</sub>-N) di Kantor Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa ?
2. Bagaimana hasil verifikasi metode pada pengujian suhu, pH, dan nitrit (NO<sub>2</sub>-N) di Kantor Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa ?

## **1.3 Tujuan Pengujian**

Adapun tujuan pada pengujian ini adalah :

1. Mengetahui kualitas air bersih berdasarkan parameter suhu, pH, dan nitrit (NO<sub>2</sub>-N) di Kantor Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa.
2. Mengetahui hasil verifikasi pada pengujian suhu, pH, dan nitrit (NO<sub>2</sub>-N) di Kantor Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa.

## **1.4 Manfaat Pengujian**

Manfaat yang diharapkan dapat diambil pada pengujian ini adalah :

1. Bagi mahasiswa  
Pengujian ini diharapkan dapat menambahkan wawasan mengenai pengujian kualitas air bersih dan menambah ilmu pengetahuan terkait verifikasi metode pada pengujian suhu, pH, dan nitrit (NO<sub>2</sub>-N).
2. Bagi instansi

Pengujian ini diharapkan dapat berguna untuk mengetahui kualitas air bersih dan memantau kualitas air bersih dan menjamin kesehatan masyarakat (pengguna) di kantor Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa.



## **BAB II**

### **DASAR TEORI**

#### **2.1 Profil Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa**

Sejarah adanya Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa (P3EJ) diawali dengan dibentuknya Pusat Pengelolaan Lingkungan Hidup (PPLH) Regional Jawa pada 12 September 2005 oleh Menteri Lingkungan Prof.Dr. Ir. Rachmat Witoelar. Pusat Pengelolaan Lingkungan Hidup (PPLH) Regional Jawa dipimpin oleh seorang Kepala Pusat dan merupakan unsur pelaksana sebagaimana tugas dan fungsi Kementerian Lingkungan Hidup yang berada di bawah dan bertanggung jawab kepada Menteri Negara Lingkungan Hidup dan dikoordinasikan oleh Sekretaris Menteri Negara Lingkungan Hidup sesuai dengan Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 1 Tahun 2005 tentang Organisasi dan Tata Kerja Kementerian Negara RI.

Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 1 Tahun 2005 tentang Organisasi dan Tata Kerja Kementerian Negara RI mengalami pembaruan menjadi Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 16 tahun 2010 tentang Organisasi dan Tata Kerja Kementerian Lingkungan Hidup, yang menyatakan bahwa Pusat Pengelolaan Lingkungan Hidup (PPLH) Regional Jawa mengalami perubahan nomenklatur menjadi Pusat Pengelolaan Ekoregion Jawa (PPEJ). Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 16 tahun 2010 disempurnakan lagi dengan dibuatnya Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 18 Tahun 2012 tentang Perubahan Atas Peraturan Menteri Lingkungan Hidup.

Tanggal 21 Januari 2015 Presiden Joko Widodo menggabungkan lembaga Kementerian Lingkungan Hidup dan Kementerian Kehutanan menjadi Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan yang di muat dalam Peraturan Presiden Nomor 16 Tahun 2015 tentang Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan, kemudian dikeluarkan lagi Peraturan Menteri Lingkungan Hidup dan Kehutanan Nomor 18 Tahun 2015 tentang Organisasi dan Tata Kerja Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan. Tanggal 14 April 2015 setelah dikeluarkannya Peraturan Menteri Lingkungan Hidup dan Kehutanan Nomor 18 Tahun 2015

tentang Organisasi dan Tata Kerja Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan, Pusat Pengelolaan Ekoregion Jawa (PPEJ) mengalami perubahan nomenklatur dari Pusat Pengelolaan Ekoregion Jawa (PPEJ) menjadi Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa (P3EJ). Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa (P3EJ) memiliki dua peran sebagai unsur penunjang pelaksanaan tugas kementerian yang berada di bawah dan bertanggung jawab langsung kepada menteri melalui Sekretaris Jendral yaitu dengan melaksanakan dukungan manajemen dan melaksanakan tugas teknis. Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa (P3EJ) berkantor di Jl. Ringroad Barat No. 100 Sleman Yogyakarta 55292.

## **2.2 Air Tanah**

Air bersih atau air untuk keperluan higiene digunakan oleh manusia untuk memenuhi kebutuhan hidupnya. Di perkotaan terdapat lima sumber air yang dapat dimanfaatkan sebagai air bersih yaitu : air hujan, air tanah, air permukaan, air dari desalinasi air laut atau air payau dan air dari hasil pengelolaan air limbah atau air buangan (Nace, 1976).

Air tanah merupakan air yang terdapat pada batuan di bawah permukaan tanah atau air yang menepati pori-pori batuan dan berada di dalam lapisan tanah (Santosa dan Adji, 2014). Air tanah dapat ditemukan hampir di seluruh Bumi, bahkan air tanah dapat ditemukan di bawah lapisan es yang membeku (Asdak, 1995). Terdapat tiga jenis air tanah yaitu :

### **1. Air Tanah Dangkal**

Air tanah dangkal adalah air tanah yang terletak diatas lapisan kedap air yang tidak jauh dari permukaan tanah. Air tanah dangkal dapat berasal dari air hujan, air dari proses resapan, air yang diikat akar oleh pohon. Pencemaran lingkungan sangat rentan mengenai atau mencemari air tanah dangkal. Melalui sumur yang dangkal, air tanah dangkal dimanfaatkan untuk sumber air minum. (Parulian, 2009).

### **2. Air Tanah Dalam**

Air tanah dalam adalah air tanah yang berada pada kedalaman antara 100-300 meter. Air tanah dalam terdapat di bawah lapisan akuifer atau diantara



lapisan akuifer dengan lapisan akuifer terkekang. Pengambilan air tanah dalam menggunakan pengeboran. Kualitas dari air tanah dalam tergantung pada lingkungan diatas air tanah dalam. Air tanah dalam lebih jernih daripada air tanah dangkal (Kumalasari dan Satoto, 2011).

### 3. Mata air

Todd and Mays (2005) menyebutkan bahwa arus air yang mengalir ke permukaan tanah atau air yang keluar dengan sendirinya ke permukaan tanah disebut dengan mata air. Mata air merupakan salah satu sumber air bersih yang dimanfaatkan manusia. Kualitas dari mata air tidak dipengaruhi oleh musim.

Air tanah dapat berasal dari sumur bor, sumur pantek dan sumur gali. Sumur gali adalah salah satu sumur yang paling umum dipergunakan oleh masyarakat dalam mengambil air tanah. Sumur gali dibuat dengan peralatan sederhana oleh manusia (Chandra, 2007). Sumur bor adalah sumur yang dibuat untuk menemukan air tanah dengan cara pengeboran dengan alat khusus secara mekanis maupun manual. Sumur pantek adalah sumur yang dibuat dengan cara pengeboran dengan alat sederhana. Terdapat beberapa faktor pencemaran air tanah yang ada dilingkungan sakitar. Faktor pencemaran air tanah tersebut dapat disebabkan oleh :

#### 1. Tingkat kepadatan penduduk

Bertambahnya jumlah penduduk dapat menyebabkan meningkatnya pencemaran air tanah, dikarenakan semakin banyak limbah rumah tangga yang akan di buang ke lingkungan (Trisnawulan et.al,2007).

#### 2. Kondisi sanitasi lingkungan

Sanitasi lingkungan sangat mempengaruhi kualitas air tanah. Suatu lingkungan yang memiliki sanitasi lingkungan yang tidak baik maka kualitas air tanah juga akan buruk, karena air tanah akan tercemar oleh bakteri maupun cemaran lain seperti logam terlarut, limbah domestic dan lainnya. Terlebih jika lingkungan tersebut dekat dengan industry yang tidak memiliki system pengendalian pencemaran air, sehingga limbah industry tersebut dimungkinkan dapat mencemari lingkungan.

3. Tidak adanya pengolahan limbah cair

Masyarakat seringkali mengabaikan pengolahan limbah cair yang dihasilkan dari kegiatan rumah tangga maupun kegiatan lainnya. Limbah cair tersebut sering di buang secara langsung atau sembarangan ke lingkungan tanpa diberi perlakuan khusus sebelum di buang. Pengolahan limbah cair domestic dapat dilakukan dengan membuat system pengolahan air limbah atau SPALD. Pengolahan limbah cair sebelum dibuang ke lingkungan berguna untuk menjaga lingkungan dari cemaran-cemaran yang dapat merusak lingkungan dan berguna untuk menjaga kesehatan masyarakat (Achmadi, 2001).

### **2.3 Suhu**

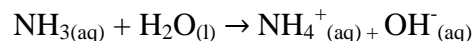
Suhu merupakan salah satu parameter wajib yang harus di uji pada air dan air limbah. Pengujian suhu dilakukan berdasarkan pada SNI 06-6989.23-2005. Alat yang digunakan untuk mengukur suhu adalah termometer (Lakitan, 2002). Cara kerja dari termometer adalah memanfaatkan sifat termometrik yang ada pada benda. Sifat termometrik adalah sifat dimana struktur zat pada sebuah benda berubah ketika adanya perubahan suhu (kenaikan suhu ataupun penurunan suhu). Benda yang digunakan dalam pembuatan termometer adalah benda yang memiliki sifat termometrik teratur. Sifat termometrik teratur adalah sifat dimana benda tersebut akan mengalami perubahan struktur zat secara tetap atau linier sesuai dengan perubahan suhu, yang bertujuan untuk memudahkan dalam peneraan skala dari termometer, suhu pada suatu benda dapat dinyatakan secara kuantitatif dan memudahkan dalam pembacaan atau ketelitian dalam pembacaan skala termometer. Terdapat empat skala pada termometer yaitu Celcius, Reamur, Fahrenheit, dan Kelvin. Penetapan skala pada termometer untuk titik tetap bawah pada umumnya dipilih dari titik beku air murni pada tekanan normal (suhu campuran antara es dan air murni pada tekanan normal) dan untuk penetapan skala termometer untuk titik tetap atas umumnya dipilih dari titik didih air murni (suhu ketika air murni mendidih pada tekanan normal) (Kreith, 1991).

## 2.4 pH

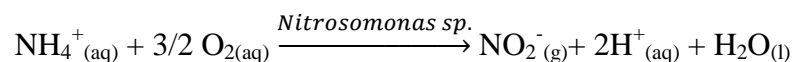
pH atau potensial hydrogen sering disebut sebagai tingkat keasaman dan kebasaan pada air atau sebuah larutan. Alat pengukur pH adalah pH meter (Bleam, 2017). Pengujian pH dilakukan berdasarkan pada SNI 06-6989.1-2004. Prinsip dari penentuan pH didasarkan pada pengukuran dari aktifitas atau konsentrasi dari ion hidrogen secara potensiometri ataupun elektrometri dengan alat pH meter. pH meter memiliki dua elektroda yaitu, elektroda kaca dan elektroda referensi. Prinsip kerja dari elektroda kaca adalah terjadinya pertukaran ion positif ( $H^+$ ) pada permukaan blub kaca(kaca berbentuk bulat) dengan larutan yang sedang diukur. Blub kaca di isi dengan larutan HCl ( $0,1 \text{ mol/dm}^3$ ) yang didalamnya terdapat sebuah kawat berbahan perak (Ag) dan di dalam blub kaca juga terjadi kesetimbangan pada permukaan kawat (Ag) dengan larutan HCl sehingga membentuk senyawa AgCl. Jumlah larutan HCl pada bulb kaca yang konstan menyebabkan elektrode Ag/AgCl memiliki nilai potensial stabil. Elektroda referensi berfungsi untuk memberikan nilai potensial yang stabil supaya menghasilkan pembacaan yang benar. pH merupakan salah satu parameter wajib yang harus di uji pada air dan air limbah.

## 2.5 Nitrit ( $NO_2-N$ )

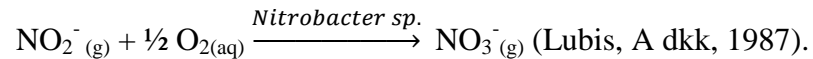
Nitrit ( $NO_2-N$ ) yang terdapat pada air bersih kadarnya sangat kecil dan nitrit ( $NO_2-N$ ) memiliki sifat yang tidak stabil, karena nitrit ( $NO_2-N$ ) akan segera dioksidasikan menjadi nitrat. Adanya nitrit ( $NO_2-N$ ) pada air berawal dari adanya ammonia yang larut dalam air dan berubah menjadi senyawa ammonium. Senyawa ammonium tersebut memiliki kecenderungan mengikat oksigen. Reaksi yang terjadi yaitu :



Senyawa ammonium dan oksigen akan mengalami oksidasi dengan bantuan mikroba *Nitrosomonas sp* sehingga dari proses oksidasi tersebut akan membentuk nitrit dan dari proses reduksi tersebut akan menghasilkan nitrogen bebas ( $N_2$ ) di udara (Hastuti, 2011). Reaksi yang terjadi yaitu :



Ion nitrit ( $\text{NO}_2^-$ ) yang dihasilkan akan di oksidasi menjadi ion nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) dengan bantuan mikroba *Nitrobacter*. Reaksi yang terjadi yaitu :



Penentuan nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) terdapat pada SNI 06-6989.9-2004 dan metode yang digunakan dalam penentuan nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) adalah metode spektrofotometer *UV-Visible*. Senyawa nitrit dalam contoh uji air dan berada dalam suasana asam pada pH 2,0 – 2,5 akan bereaksi dengan sulfanilamida dan menghasilkan senyawa diazonium. Jumlah senyawa diazonium yang dihasilkan sebanding dengan banyaknya senyawa nitrit yang terdapat di dalam contoh uji. Senyawa diazonium yang dihasilkan akan bereaksi dengan *N-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride* dihidroklorida dan membentuk senyawa azo berwarna merah keunguan. Senyawa azo yang terbentuk sebanding dengan banyaknya senyawa diazonium dan sebanding dengan banyaknya nitrit di dalam contoh uji. Warna yang terbentuk kemudian di ukur absorbansinya dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 543 nm.

## 2.6 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri adalah metode analisis instrumental yang didasarkan pada interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan materi. Sinar ultraviolet mempunyai panjang gelombang antara 400-1 nm dan sinar visible mempunyai panjang gelombang antara 750-400 nm. Prinsip kerja alat spektrofotometri adalah terdapat sumber sinar yang bersifat polikromatis yaitu dari lampu deuterium maupun wolfram. Sumber sinar tersebut dikenakan ke monokromator. Monokromator tersebut akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis. Sinar monokromatis akan dibagi menjadi dua dengan intensitas yang sama dan akan dipantulkan oleh cermin supaya sinar monokromatis tersebut dapat mengenai sampel dan *reference*. Sinar monokromatis yang mengenai sampel ada yang akan di serap (di absorpsi) dan ada yang diteruskan. Detektor akan membaca sinar yang diteruskan atau yang diterima dan detector juga akan mengetahui banyaknya cahaya yang di serap. Sinar yang di serap oleh sampel sebanding dengan konsentrasi zat dalam sampel, sehingga alat spektrofotometer

dapat digunakan untuk analisis kuantitatif dengan mengetahui konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel (Sastrohamidjojo, 1991).

## **2.7 Verifikasi Metode**

Verifikasi metode digunakan untuk memastikan ketepatan suatu metode standar atau metode baku dalam suatu pengujian dan digunakan sebagai uji kinerja pada metode standar untuk penyajian bukti bahwa persyaratan mutu pada pengujian telah dipenuhi. Verifikasi metode dilakukan sebelum metode standar tersebut diterapkan dalam pengujian di laboratorium dan verifikasi metode dilakukan pada jarak waktu tertentu secara berkala seperti verifikasi metode dilakukan secara berkala, minimal satu tahun sekali atau maksimal dua tahun sekali (Gandjar dan Rohman, 2007). Verifikasi metode juga berguna untuk membuktikan bahwa laboratorium dapat melakukan pengujian dengan hasil yang baik, dikarenakan setiap laboratorium memiliki kondisi yang berbeda mulai dari kemampuan ataupun kompetensi dari personil dan kemampuan peralatan yang berbeda (Utami, 2012). Parameter yang dilakukan pada saat melakukan verifikasi metode adalah uji linieritas, uji presisi, uji akurasi, batas deteksi (*Limit of Detection / LOD*) dan batas kuantifikasi (*Limit of Quantity / LOQ*) dan minimal parameter yang harus ada dalam melakukan verifikasi metode pengujian adalah presisi dan akurasi (Sa'adah dan Winata, 2010).

### **2.7.1 Penentuan Linieritas**

Linieritas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon yang linier antara konsentrasi analit dalam sampel dengan absorbansi (Harmita, 2004). Penentuan linieritas digunakan sebagai persyaratan mengetahui nilai korelasi atau regresi linier dan dapat digunakan untuk melakukan prediksi dari hasil data sampel yang didapatkan (Azwar, 2000).

Nilai linieritas yang baik adalah jika nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) tidak kurang dari 0,997 atau mendekati nilai 1 dan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) tidak kurang dari 0,995 atau mendekati nilai 1 (Harmita, 2004). Hasil pengujian yang sudah memenuhi persyaratan dari nilai linieritas yang baik membuktikan bahwa kurva kalibrasi yang dihasilkan tersebut linier.

### 2.7.2 Penentuan *Limit Of Linearity* (LOL)

*Level of linearity* merupakan batas kadar tertinggi yang dapat dihasilkan dari proses pengujian pada suatu metode pengujian tertentu. Uji linieritas perlu dilakukan secara statistik menggunakan data kurva kalibrasi untuk membuktikan hubungan linieritas antara konsentrasi larutan standar atau larutan kerja dengan respon yang diberikan oleh instrumen. Pengujian secara statistika dilakukan dengan mencari nilai  $F_{hitung}$  yang didapatkan dari membandingkan hasil dari simpangan baku(SD) larutan kerja yang yang memiliki kadar terrendah dan kadar tertinggi.  $F_{hitung}$  kemudian dibandingkan dengan  $F_{tabel}$  pada tingkat kepercayaan 99% untuk mengetahui garis yang terbentuk merupakan garis yang linier (Apriyanti dkk, 2013). Rumus dari uji F adalah :

$$F_{hitung} = \frac{sd_1^2}{sd_2^2} \quad (1)$$

Catatan : bahwa  $sd_1 > sd_2$

Keteranagn :

$F_{hitung}$  = hasil uji F berdasarkan perhitungan

$Sd_1$  = simpangan baku yang memiliki nilai lebih besar

$Sd_2$  = simpangan baku yang memiliki nilai lebih kecil

Hasil perhitungan  $F_{hitung}$  dibandingkan dengan F Tabel. Nilai LOL yang baik adalah nilai  $F_{hitung} < F_{tabel}$ . Nilai dari  $F_{tabel}$  dapat dilihat pada Tabel 2.1

**Tabel 2.1 Nilai  $F_{tabel}$  untuk  $\alpha = 0,01$  (LP KLH 2010)**

| df2/df1 | 3      | 4      | 5      | 6      | 7      |
|---------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 3       | 29.457 | 28.710 | 28.237 | 27.911 | 27.672 |
| 4       | 16.694 | 15.977 | 15.522 | 15.207 | 14.976 |
| 5       | 12.060 | 11.392 | 10.967 | 10.672 | 10.456 |
| 6       | 9.780  | 9.148  | 8.746  | 8.466  | 8.260  |
| 7       | 8.451  | 7.847  | 7.460  | 7.191  | 6.993  |

### 2.7.3 Limit Deteksi (LOD) dan Limit kuantifikasi (LOQ)

*Limit Of Detection* (LOD) atau batas deteksi adalah batas konsentrasi terendah dari analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi oleh alat dan *Limit Of Quantification* (LOQ) adalah jumlah konsentrasi terendah dari analit dalam sampel yang ditentukan secara kuantitatif dengan presisi dan akurasi oleh alat. Hasil dari limit kuantifikasi dapat diterima jika hasil limit kuantifikasi dibawah kondisi yang telah disepakati (Kantasubrata, 2008).

Terdapat tiga cara yang dapat digunakan untuk menentukan limit deteksi dan limit kuantifikasi yaitu signal to noise, penentuan blanko dan kurva kalibrasi (Riyanto, 2014). Penentuan limit deteksi dan limit kuantifikasi pada pengujian nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) ditentukan dari hasil garis linier dan kurva kalibrasi yang dihasilkan dari pengujian, sedangkan hasil simpangan baku blanko sama dengan hasil simpangan baku residual (Harmita, 2004). Rumus dari penentuan nilai LOD dan LOQ adalah :

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

$$LoD = \frac{3 \times S_y/x}{slope} \quad (3)$$

$$LoQ = \frac{10 \times S_y/x}{slope} \quad (4)$$

Keterangan :

$S_y/x$  = standar deviasi residual

n = pengulangan pengujian

### 2.7.4 Penentuan Presisi (%RSD)

Presisi adalah kedekatan hasil pengukuran yang dilakukan secara berulang dalam suatu kondisi yang sama. Nilai presisi yang baik apabila  $\leq 2\%$  (Harmita, 2004). Nilai presisi yang melebihi 2% maka dibandingkan dengan uji statistika yaitu dengan nilai %CV Horwitz dan nilai %RSD harus  $\leq$  %CV Horwitz. Terdapat tiga jenis presisi yaitu :

1. *Reproducibility*, dilakukan di laboratorium yang berbeda, tetapi menggunakan metode yang sama.

2. *Intermediate precision*, dilakukan pada hari yang berbeda, dengan analisis yang berbeda, menggunakan peralatan yang berbeda, tetapi menggunakan metode dan laboratorium yang sama.
3. *Repeatability*, dilakukan menggunakan metode yang sama, dilakukan oleh analisis yang sama, dengan peralatan yang sama dan dilakukan pada interval waktu yang pendek.

Nilai presisi jika menggunakan dua kali pengulangan maka, nilai presisi dinyatakan dengan RPD (*Relative Percent Difference*). Rumus dari penentuan nilai RPD adalah :

$$\%RPD = \frac{x_1 - x_2}{\left(\frac{x_1 + x_2}{2}\right)} \times 100 \quad (5)$$

keterangan :

$x_1$  = Nilai pengujian tertinggi

$x_2$  = Nilai pengujian terendah

Nilai presisi jika menggunakan lebih dari 2 kali pengulangan maka, nilai presisi dinyatakan dengan RSD (*Relative Standard Deviation*). Rumus dari penentuan nilai RSD adalah :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (6)$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (7)$$

keterangan :

SD = standar deviasi atau simpangan baku

n = jumlah pengulangan

### 2.7.5 Penentuan akurasi (%R)

Akurasi atau persen perolehan kembali (*Recovery*) adalah kedekatan dari hasil kadar pengujian dengan hasil sebenarnya. Standar yang digunakan dalam pengujian harus memenuhi persyaratan seperti, larutan standar memiliki kemurnian yang tinggi, larutan standar memiliki matriks yang sama dengan sampel yang sedang di uji dan kelarutan dari larutan standar hampir sama dengan kelarutan dari sampel. Rentang keberterimaan akurasi atau perolehan kembali dari suatu senyawa dalam matriks adalah rentang antara 90-110% dari kadar yang sebenarnya (Harmita, 2004). Rumus dari penentuan nilai akurasi adalah



$$\%R = \frac{(E-F) \times 100\%}{G} \quad (8)$$

$$G \text{ atau } C \text{ target} = \frac{y \times z}{v} \quad (9)$$

Keterangan :

E = Kadar spike (mg/L)

F = Kadar non spik atau sampel (mg/L)

G = Kadar standar yang ditambahkan atau target value (mg/L)

y = Volume larutan baku yang ditambahkan (mL)

z = Kadar larutan baku (mg/L)

v = Volume akhir contoh uji yang di spike (mL)

### 2.7.6 Penentuan Estimasi Ketidakpastian

Ketidakpastian pengukuran adalah ukuran dari sebaran yang masih dapat dikaitkan dengan hasil dari nilai terukur. Ketidakpastian pengukuran digunakan untuk memberikan rentang kesalahan yang dimungkinkan dapat terjadi pada hasil nilai terukur. Sumber-sumber yang dapat menyebabkan adanya ketidakpastian dalam pengukuran adalah preparasi sampel, efek matriks, kurva kalibrasi, peralatan, nilai acuan, dan prosedur. Perhitungan dari ketidakpastian didapatkan dari sumber-sumber kesalahan yang terlibat dan digambar dalam bentuk diagram tulang ikan. Menurut Riyanto (2014) terdapat dua katrgori atau dua tipe dalam penentuan estimasi ketidakpastian, yaitu :

1. Ketidakpastian pengukuran tipe A yaitu, ketidakpastian yang ditentukan berdasarkan eksperimental dan dihitung dari rangkaian berulang. Rumus dari ketidakpastian tipe A adalah :

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (10)$$

Keterangan :

$\mu$  = ketidakpastian

s = simpangan baku

n = jumlah pengamatan

2. Ketidakpastian pengukuran tipe B yaitu, ketidakpastian yang ditentukan berdasarkan informasi yang dapat dipercaya, seperti : sertifikat. Rumus dari ketidakpastian tipe B adalah :

- Distribusi normal dengan tingkat kepercayaan 95% menggunakan rumus :

$$M(x) = \frac{s}{2} \quad (11)$$

- Distribusi normal dengan tingkat kepercayaan 99% menggunakan rumus :

$$M(x) = \frac{s}{3} \quad (12)$$

- Distribusi *rectangular* menggunakan rumus :

$$M = \frac{s}{\sqrt{3}} \quad (13)$$

- Distribusi *triangular* menggunakan rumus :

$$M = \frac{s}{\sqrt{6}} \quad (14)$$



## **BAB III**

### **METODELOGI**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam verifikasi suhu adalah termometer air raksa yang memiliki skala sampai 110°C dan gelas piala 250 mL. Peralatan yang digunakan dalam verifikasi pH meliputi pH meter dan gelas piala 250 mL. Peralatan yang digunakan dalam verifikasi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) meliputi timbangan analitik, spatula, kaca arloji, gelas piala 50; 250; 500; 1000 mL, erlenmeyer 250 mL, *pro*-pipet, labu ukur 50; 500; 1000 mL, pipet ukur 1; 2; 25; 50 mL, pipet tetes, corong gelas, dan spektrofotometer *UV-Vis* Perkin Elmer lamda 25.

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam verifikasi suhu adalah sampel air bersih. Bahan-bahan yang digunakan dalam verifikasi pH meliputi sampel air bersih, larutan penyangga pH 4, larutan penyangga pH 7, larutan penyangga pH 9, CRM pH, dan aquades steril. Bahan-bahan yang digunakan dalam verifikasi Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) adalah sampel air bersih, CRM Nitrit (NO<sub>2</sub>-N), SRM Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 1000mg/L, *N-1-naphthylethylenediamine dihydrochloride* 97% ERA, sulfanilamida 97%, HCl pekat, akuades, kertas saring ukuran pori 0,4 µm.

#### **3.2 Prosedur Kerja**

##### **3.2.1 Pengujian Suhu**

Termometer yang akan digunakan dalam pengujian adalah termometer yang sudah terkalibrasi. Termometer tersebut dapat digunakan langsung dalam pengujian dengan cara dicelupkan ke dalam sampel air bersih dan dibiarkan 2 menit sampai dengan 5 menit sampai termometer menunjukkan nilai yang tetap ataupun stabil.

##### **3.2.2 Pengujian pH**

pH-meter sebelum digunakan dalam pengujian hendaknya dikalibrasi dahulu dengan larutan penyangga pH 4, larutan penyangga pH 7, larutan penyangga pH 9 dan CRM pH sesuai instruksi kerja alat sebelum digunakan untuk pengujian. pH meter yang telah dikalibrasi dibilas dengan air suling, kemudian

dikeringkan dengan kertas tisu. pH meter langsung dapat digunakan dengan cara elektroda pada pH meter dibilas dengan sampel air bersih, kemudian dicelupkan elektroda pada pH meter ke dalam sampel air bersih sampai pH meter menunjukkan pembacaan yang tetap ataupun stabil.

### **3.2.3 Pengujian Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)**

#### **3.2.3.1 Persiapan Contoh Uji**

Pengambilan sampel air bersih dilakukan di kantor Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa pada titik koordinat S 07°45'38.3" dan E 110°20'16.9". Sampel air bersih yang digunakan dalam pengujian diambil dari sumur bor yang dimanfaatkan sebagai sumur produksi.

#### **3.2.3.2 Cara pengambilan sampel air bersih**

Sampel air bersih diambil dari sumur produksi dengan cara membuka kran pada sumur produksi dan dibiarkan air tersebut mengalir selama 1-2menit, kemudian sampel air bersih yang akan digunakan sebagai sampel pada pengujian dialirkan pada wadah botol plastic (*polyethylene, PP*).

#### **3.2.3.3 Pengawetan dan Penyimpanan Contoh Uji**

Sampel uji pada pengujian tidak memerlukan pengawetan tetapi sampel uji sebaiknya segera dianalisis, tetapi untuk pengujian NO<sub>2</sub>-N sampel uji dapat disimpan di lemari pendingin pada suhu 4°C ± 2°C dan untuk lama penyimpanan sampel uji disimpan tidak lebih dari 48 jam atau 2 hari. Lama penyimpanan pada pengujian suhu dan pengujian pH maksimum adalah 2 jam.

#### **3.2.3.4 Pembuatan Larutan Sulfanilamida**

Sulfanilamida ditimbang sebanyak 5 gram. Dilarutkan dengan campuran 300 mL air suling dan 50 mL HCl pekat, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500mL dan ditambahkan dengan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

#### **3.2.3.5 Pembuatan Larutan NED Dihidroklorida**

*N-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride* (NED Dihidroklorida) ditimbang sebanyak 500 mg, kemudian dilarutkan dengan air suling. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 500mL dan ditambahkan dengan aquades sampai

tanda batas dan dihomogenkan. Simpan dalam botol kimia gelap dan ditempatkan pada *refrigerator*.

#### **3.2.3.6 Pembuatan Larutan Baku Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,5 mg/L**

Larutan induk nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 1000 mg/L dipipet sebanyak 0,5 mL. Dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, kemudian ditambahkan dengan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

#### **3.2.3.7 Pembuatan Larutan Standar Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)**

Larutan baku nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,5 mg/L dipipet sejumlah 0; 1; 2; 5; 10; 15; dan 20 mL masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan air suling sampai tanda batas. Diperoleh kadar nitrit sebesar 0,00; 0,01; 0,02; 0,05; 0,10; 0,15 dan 0,20 mg/L.

#### **3.2.3.8 Pembuatan Kurva Kalibrasi**

Alat spektrofotometer dioptimasi sebelum digunakan untuk pengujian sesuai dengan petunjuk penggunaan alat. Larutan standar ditambahkan dengan 1 mL larutan sulfanilamida, kemudian dikocok dan didiamkan selama 2-8 menit. Ditambahkan lagi dengan 1 mL *N-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride* (NED Dihidroklorida), kemudian dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Absorbansi pada larutan standar dibaca pada panjang gelombang 543 nm.

#### **3.2.3.9 Pengujian *Limit of Linearity* (LoL) pada larutan baku 0,01 mg/L**

Larutan baku nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,5 mg/L dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, kemudian ditambahkan dengan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan didiamkan selama 2-8 menit. Sampel ditambahkan lagi dengan 1 mL larutan *N-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride* (NED Dihidroklorida), kemudian dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Absorbansi pada larutan dibaca pada panjang gelombang 543 nm.

#### **3.2.3.10 Pengujian *Limit of Linearity* (LoL) pada larutan baku 0,2 mg/L**

Larutan baku nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,5 mg/L dipipet sebanyak 20 mL dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, kemudian ditambahkan dengan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan didiamkan selama 2-8 menit. Sampel ditambahkan lagi dengan 1 mL larutan *N-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride*

(NED Dihidroklorida), kemudian dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Absorbansi pada larutan dibaca pada panjang gelombang 543 nm.

#### **3.2.3.11 Pengujian Sampel Air Bersih di Kantor P3EJ**

Sampel contoh uji atau sampel air bersih dipipet sebanyak 50 mL dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer. Sampel contoh uji atau sampel air bersih kemudian ditambahkan dengan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan didiamkan selama 2-8 menit. Sampel ditambahkan lagi dengan 1 mL larutan *N*-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride (NED Dihidroklorida), kemudian dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Absorbansi pada larutan dibaca pada panjang gelombang 543 nm.

#### **3.2.3.12 Pembuatan Spike Matrix**

Sampel contoh uji dipipet sebanyak 40 mL dan ditambahkan 10 mL larutan baku NO<sub>2</sub>-N 0,5 mg/L, kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer. Spike matrix ditambahkan dengan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan didiamkan selama 2-8 menit. Sampel ditambahkan lagi dengan 1 mL larutan *N*-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride (NED Dihidroklorida), kemudian dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Absorbansi pada larutan dibaca pada panjang gelombang 543 nm.

#### **3.2.3.13 Pembuatan Kontrol Akurasi dengan *Sertified Reference Material* (CRM)**

Pembuatan kontrol akurasi dengan CRM dilakukan dengan larutan CRM dipipet sebanyak 5 mL. Dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Diambil sebanyak 2,5 mL dari larutan yang dibuat untuk dimasukkan ke dalam labu 50mL, kemudian ditambahkan dengan aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan. Larutan dipindahkan ke dalam erlenmeyer untuk kemudian ditambahkan dengan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan didiamkan selama 2-8 menit. Sampel ditambahkan lagi dengan 1 mL larutan *N*-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride (NED Dihidroklorida), kemudian dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Absorbansi pada larutan dibaca pada panjang gelombang 543 nm.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Penentuan Suhu

#### 4.1.1 Hasil Penentuan Suhu

Penentuan suhu pada pengujian air bersih menggunakan alat termometer air raksa yang memiliki skala sampai 110°C. Pengujian suhu dapat dilihat pada gambar 4.1 dan hasil pengujian suhu pada air bersih dapat dilihat pada Tabel 4.1



**Gambar 4.1 Pengujian Suhu**

**Tabel 4.1 Data Penentuan Suhu pada Air Bersih**

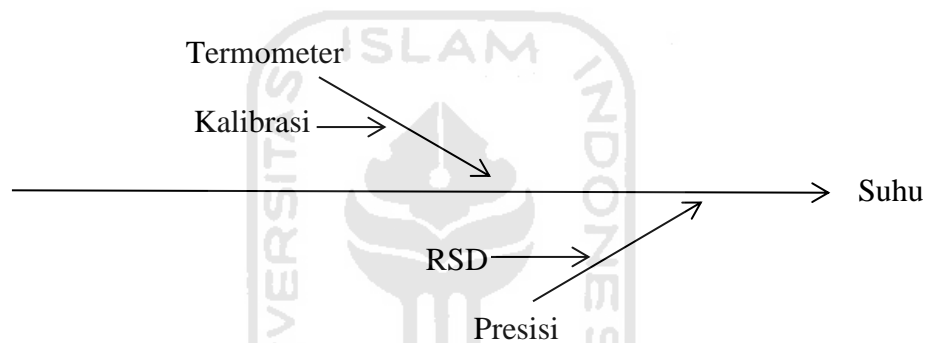
| Pengulangan | Suhu (°C) | Waktu Pengujian | SD   | %RSD |
|-------------|-----------|-----------------|------|------|
| 1           | 27        | 9,34            |      |      |
| 2           | 27        | 9,36            |      |      |
| 3           | 27        | 9,38            |      |      |
| 4           | 27        | 9,40            | 0,00 | 0,00 |
| 5           | 27        | 9,42            |      |      |
| 6           | 27        | 9,44            |      |      |
| 7           | 27        | 9,46            |      |      |

Hasil pengujian menunjukkan bahwa rata-rata suhu pada pengujian air bersih adalah 27°C. Kadar maksimum untuk parameter suhu pada Standar Baku Mutu air untuk keperluan hygiene sanitasi adalah  $\pm 3^{\circ}\text{C}$  dari suhu udara dan suhu udara pada saat pengujian suhu pada air bersih adalah 29°C. Disimpulkan bahwa suhu pada pengujian air bersih di Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa memenuhi

persyaratan Standar Baku Mutu air untuk keperluan hygiene sanitasi. Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai presisi (%RSD) sebesar 0,00%. Hasil dari nilai presisi tersebut dinyatakan baik karena memenuhi syarat keberterimaan dari nilai presisi yaitu  $\leq 2\%$  (Harmita, 2004).

#### 4.1.2 Penentuan Ketidakpastian Suhu

Ketidakpastian pengukuran adalah ukuran dari sebaran yang masih dapat dikatikan dengan hasil dari nilai terukur. Perhitungan dari ketidakpastian didapatkan dari sumber-sumber kesalahan yang terlibat dan digambar dalam bentuk diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan dari pengujian suhu dapat dilihat pada Gambar 4.2



**Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan Pengujian Suhu**

Gambar 4.2 merupakan identifikasi dari sumber-sumber ketidakpastian yang dimungkinkan dapat mempengaruhi hasil dari pengujian suhu. Sumber ketidakpastian yang terdapat pada pengujian suhu yaitu, kalibrasi dari termometer dan nilai RSD dari penentuan presisi.

Kalibrasi termometer pada pengujian suhu merupakan salah satu penyumbang dari ketidakpastian pengujian. Hasil dari nilai ketidakpastian kalibrasi termometer adalah 0,3000. Nilai ketidakpastian pengujian suhu menggunakan ketidakpastian tipe B dengan tingkat kepercayaan 95%. Rumus dari penentuan ketidakpastian kalibrasi termometer adalah :

$$\mu = \frac{s}{k} \text{ atau } \mu = \frac{s}{2}$$

Presisi pada pengujian suhu juga merupakan salah satu penyumbang dari ketidakpastian pengujian. Hasil dari nilai ketidakpastian presisi adalah 0,0000. Ketidakpastian gabungan merupakan hasil gabungan dari ketidakpastian dari



sumber-sumber penyumbang ketidakpastian. Hasil ketidakpastian gabungan sebesar 2,8462 Hasil dari estimasi ketidakpastian pengujian dapat dilihat pada Tabel 4.2

Rumus dari estimasi ketidakpastian gabungan adalah :

$$\mu_{gabungan} = C \times \sqrt{\left(\frac{\mu_{kalibrasi}}{kalibrasi}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{presisi}}{presisi}\right)^2}$$

Rumus dari estimasi ketidakpastian diperluas adalah :

$$\mu_{diperluas} = \mu_{gabungan} \times K$$

keterangan :

$$K = 2$$

**Tabel 4.2 Data ketidakpastian Pengujian Suhu**

| Parameter ketidakpastian | satuan | nilai (x) | $\mu(x)$ | $\mu(x)/(x)$ | $(\mu(x)/(x))^2$ |
|--------------------------|--------|-----------|----------|--------------|------------------|
| Termometer               | °C     | 27        | 0,3000   | 0,0111       | 0,0111           |
| Presisi                  | %      | 0.00      | 0,0000   | 0,0000       | 0,0000           |
| $\sum(\mu(x)/(x))^2$     | 0,0111 |           |          |              |                  |
| $\mu_{gabungan}$         | 2,8462 |           |          |              |                  |
| $\mu_{diperluas}$        | 5,6924 |           |          |              |                  |

Hasil estimasi ketidakpastian diperluas pada pengujian suhu sebesar  $27 \pm 5,6924^\circ\text{C}$ .

## 4.2 Penentuan pH

### 4.2.1 Penentuan Presisi

Presisi merupakan ukuran keterulangan metode analisis atau biasa disebut simpangan baku relatif (*Relative Standar Deviation, RSD*) (Abdul, 2014). Presisi juga merupakan kedekatan hasil pengukuran yang dilakukan secara berulang dalam suatu kondisi yang sama. Pengujian sampel air bersih dapat dilihat pada Gambar 4.3 dan hasil dari penentuan presisi dapat dilihat pada Tabel 4.3



**Gambar 4.3 Pengujian pH pada Air Bersih**

**Tabel 4.3 Data Penentuan Presisi (%RSD)**

| Pengulangan Pengukuran | pH Sampel | SD   | RSD (%) |
|------------------------|-----------|------|---------|
| 1                      | 6,86      |      |         |
| 2                      | 6,86      |      |         |
| 3                      | 6,86      |      |         |
| 4                      | 6,87      | 0,01 | 0,17    |
| 5                      | 6,88      |      |         |
| 6                      | 6,87      |      |         |
| 7                      | 6,89      |      |         |

Hasil pengujian menunjukkan bahwa rata-rata pH pada pengujian air bersih adalah 6,87. Kadar maksimum untuk parameter pH pada Standar Baku Mutu air untuk keperluan hygiene sasanitasi adalah pH 6,5 – 8,5. Disimpulkan bahwa pH pada pengujian air bersih di Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa memenuhi persyaratan Standar Baku Mutu air untuk keperluan hygiene sanitasi. Hasil pengujian juga menunjukkan bahwa nilai presisi (%RSD) sebesar 0,17%. Hasil dari nilai presisi tersebut dinyatakan baik karena memenuhi syarat keberterimaan dari nilai presisi yaitu  $\leq 2\%$ .

### 4.2.3 Penentuan Akurasi

Akurasi atau persen perolehan kembali (*Recovery*) adalah kedekatan dari hasil kadar pengujian dengan hasil sebenarnya. Hasil dari penentuan akurasi dapat dilihat pada Tabel 4.4

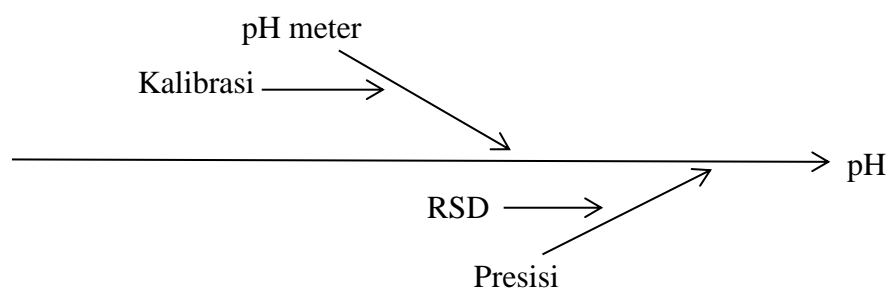
**Tabel 4.4 Data Penentuan Akurasi (%T)**

| Pengulangan Pengukuran | pH CRM | SD   | Presisi (RSD%) | Akurasi (%T) | Bias (%) |
|------------------------|--------|------|----------------|--------------|----------|
| 1                      | 6,95   |      |                |              |          |
| 2                      | 6,93   |      |                |              |          |
| 3                      | 6,93   |      |                |              |          |
| 4                      | 6,92   | 0,01 | 0,00           | 99,39        | 0,61     |
| 5                      | 6,92   |      |                |              |          |
| 6                      | 6,92   |      |                |              |          |
| 7                      | 6,92   |      |                |              |          |

Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai akurasi sebesar 99,39%. Rentang keberterimaan akurasi adalah 90-110% dari kadar yang sebenarnya. Disimpulkan bahwa nilai akurasi pada pengujian pH menggunakan CRM pH dinyatakan baik. Hasil bias metode dari pengujian akurasi sebesar 0,61%.

### 4.2.4 Penentuan Ketidakpastian pH

Ketidakpastian pengukuran adalah ukuran dari sebaran yang masih dapat dikatikan dengan hasil dari nilai terukur. Perhitungan dari ketidakpastian didapatkan dari sumber-sumber kesalahan yang terlibat dan digambar dalam bentuk diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan dari pengujian pH dapat dilihat pada Gambar 4.4



**Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan Pengujian pH**

Gambar 4.4 merupakan identifikasi dari sumber-sumber ketidakpastian yang dimungkinkan dapat mempengaruhi hasil dari pengujian pH. Sumber ketidakpastian yang terdapat pada pengujian pH yaitu, kalibrasi dari pH meter dan nilai RSD dari penentuan presisi.

Kalibrasi pada pengujian pH merupakan salah satu penyumbang dari ketidakpastian pengujian. Hasil dari nilai ketidakpastian kalibrasi pH meter adalah 0,0016. Nilai ketidakpastian pengujian pH menggunakan ketidakpastian tipe B dengan tingkat kepercayaan 95%. Rumus dari penentuan ketidakpastian kalibrasi pH meter adalah :

$$\mu = \frac{s}{k} \text{ atau } \mu = \frac{s}{2}$$

Presisi pada pengujian suhu juga merupakan salah satu penyumbang dari ketidakpastian pengujian. Hasil dari nilai ketidakpastian presisi adalah 0,0000. Ketidakpastian gabungan merupakan hasil gabungan dari ketidakpastian dari sumber-sumber penyumbang ketidakpastian. Hasil ketidakpastian gabungan sebesar 0.0687. Hasil dari estimasi ketidakpastian pengujian dapat dilihat pada Tabel 4.5

Rumus dari estimasi ketidakpastian gabungan adalah :

$$\mu \text{ gabungan} = C \times \sqrt{\left(\frac{\mu \text{ kalibrasi}}{\text{kalibrasi}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ presisi}}{\text{presisi}}\right)^2}$$

Rumus dari estimasi ketidakpastian diperluas adalah :

$$\mu \text{ diperluas} = \mu \text{ gabungan} \times K$$

keterangan :

$$K = 2$$

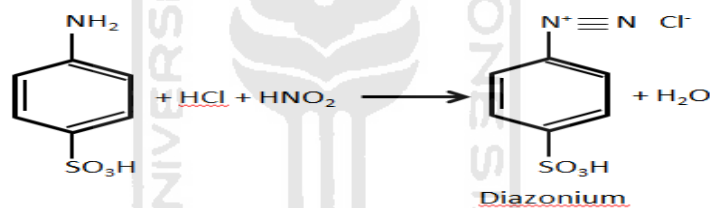
**Tabel 4.5 Data ketidakpastian pH**

| Parameter ketidakpastian | Satuan | nilai (x) | $\mu(x)$ | $\mu(x)/(x)$ | $(\mu(x)/(x))^2$ |
|--------------------------|--------|-----------|----------|--------------|------------------|
| pH meter                 | -      | 6,87      | 0,0016   | 0,0002       | 0,0000           |
| Presisi                  | %      | 0,17      | 0,0017   | 0,0100       | 0,0001           |
| $\sum(\mu(x)/(x))^2$     |        | 0,0001    |          |              |                  |
| $\mu$ gabungan           |        | 0,0687    |          |              |                  |
| $\mu$ diperluas          |        | 0,1374    |          |              |                  |

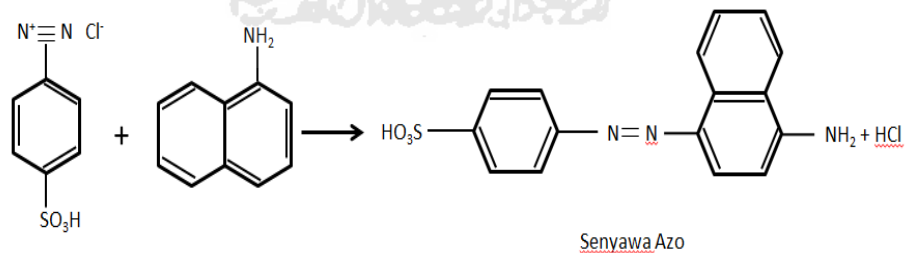
Hasil estimasi ketidakpastian diperluas pada pengujian suhu sebesar  $6,87 \pm 0.1374$ .

### 4.3 Penentuan Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ )

Penentuan nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) pada air bersih di Kantor Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa menggunakan metode Spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 543 nm yang didasarkan pada SNI 06-6989.9-2004. Pereaksi yang digunakan dalam pengujian nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) adalah larutan sulfanilamida dan larutan *N*-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride (NED Dihidroklorida). Larutan sulfanilamida berfungsi sebagai pengompleks dan larutan *N*-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride (NED Dihidroklorida) berfungsi sebagai katalis. Reaksi yang terjadi dalam pengujian nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) adalah reaksi diazotasi yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 dan Gambar 4.6



Gambar 4.5 Reaksi Nitrit dengan Sulfanilamida dan HCl

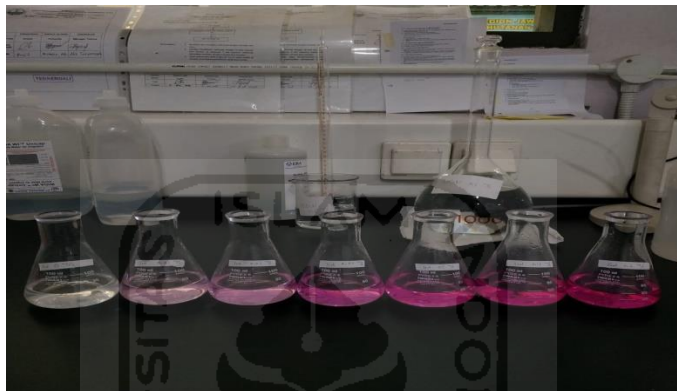


Gambar 4.6 Reaksi Senyawa Diazonium dengan NED dihidroklorida

Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) yang terdapat pada contoh uji akan bereaksi dengan larutan sulfanilamida membentuk senyawa intermediet azo dan senyawa intermediet akan bereaksi dengan *N*-(1-naphthyl)-ethylene diamine dihydrochloride (NED Dihidroklorida) membentuk senyawa azo.

### 4.3.1 Linieritas Kurva Kalibrasi

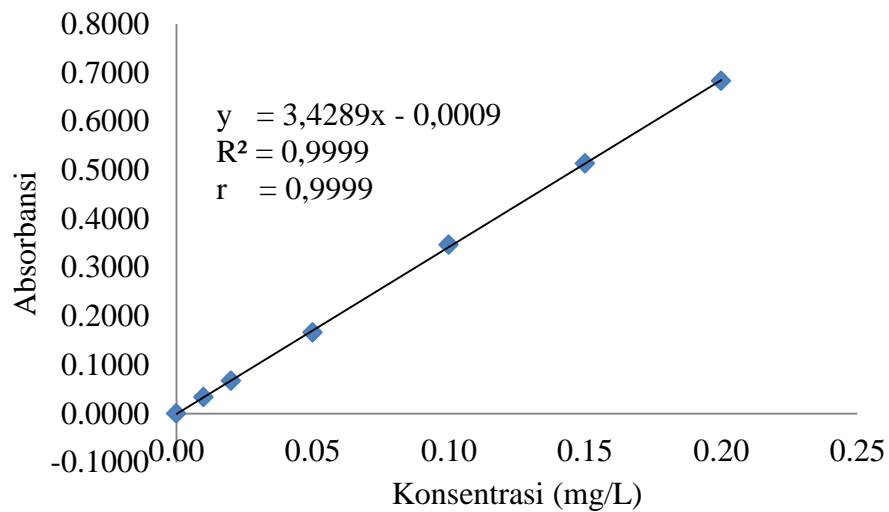
Linieritas kurva kalibrasi diperoleh dengan membuat larutan standar nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) dengan konsentrasi 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,15 dan 0,2 mg/L dan dibaca absorbansinya dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 543 nm. Gambar deret larutan standar dapat dilihat pada gambar 4.7, Data hasil pembuatan linieritas kurva kalibrasi dapat dilihat pada pada Gambar 4.8 dan pada Tabel 4.6



Gambar 4.7 Deret Larutan Standar

Tabel 4.6 Data Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi

| Larutan Standar                 | Konsentrasi Standar (mg/L) | Absorbansi |
|---------------------------------|----------------------------|------------|
| Std-1                           | 0,00                       | 0,0000     |
| Std-2                           | 0,01                       | 0,0335     |
| Std-3                           | 0,02                       | 0,0670     |
| Std-4                           | 0,05                       | 0,1665     |
| Std-5                           | 0,10                       | 0,3468     |
| Std-6                           | 0,15                       | 0,5136     |
| Std-7                           | 0,20                       | 0,6833     |
| Slope                           |                            | 3,4289     |
| Intersep                        |                            | -0,0009    |
| Koefisien determinasi ( $R^2$ ) |                            | 0,9999     |
| Koefisien korelasi (r)          |                            | 0,9999     |



**Gambar 4.8 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)**

Hasil tersebut menunjukkan bahwa kurva kalibrasi yang dihasilkan linier pada rentang konsentrasi yang diuji. Nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) didapatkan hasil 0,9999 dan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) didapatkan hasil 0,9999, maka dinyatakan bahwa kurva standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) memenuhi syarat keberterimaan linieritas yaitu  $\geq 0,9980$  (AOAC) atau nilai koefisien determinasi yang baik adalah 0,997 atau mendekati 1 dan untuk nilai koefisien korelasi yang baik adalah 0,995 atau mendekati 1 (Hermita, 2004).

#### 4.3.2 *Limit of Linearity (LoL)*

Uji linieritas perlu dilakukan secara statistik menggunakan data kurva kalibrasi untuk membuktikan hubungan linieritas antara konsentrasi larutan standar atau larutan kerja dengan respon yang diberikan oleh instrumen. Pengujian secara statistika dilakukan dengan mencari nilai  $F_{hitung}$ . Gambar larutan standar 0,01 mg/L untuk pengujian LOL dapat dilihat pada Gambar 4.9, gambar larutan standar 0,20 mg/L untuk pengujian LOL dapat dilihat pada Gambar 4.10 dan data hasil pembuatan *Limit of Linearity (LoL)* dapat dilihat pada pada Tabel 4.7



**Gambar 4.9 Pengujian Larutan LOL 0,01 mg/L**



**Gambar 4.10 Pengujian Larutan LOL 0,20 mg/L**

**Tabel 4.7 Data Penentuan *Limit of Linearity***

| Pengulangan | Absorbansi Larutan Standar 0,01mg/L | Absorbansi Larutan Standar 0,2mg/L |
|-------------|-------------------------------------|------------------------------------|
| 1           | 0,0358                              | 0,7260                             |
| 2           | 0,0339                              | 0,7265                             |
| 3           | 0,0342                              | 0,7292                             |
| 4           | 0,0352                              | 0,7171                             |
| 5           | 0,0372                              | 0,7254                             |
| 6           | 0,0368                              | 0,7236                             |
| 7           | 0,0381                              | 0,7216                             |
| SD          | 0,0016                              | 0,0039                             |
| SD2         | 0,0000                              | 0,0000                             |
| F hitung    | 6,2803                              |                                    |



Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai  $F_{hitung}$  sebesar 6,28. Hasil dari nilai  $F_{hitung}$  tersebut kemudian dibandingkan dengan nilai  $F_{tabel}$  yang terdapat pada Tabel 2.1 dan hasil dari nilai  $F_{hitung}$  harus lebih kecil dari nilai  $F_{tabel}$ . Hasil pengujian  $F_{hitung}$  sebesar 6,28 kurang daripada nilai  $F_{tabel}$  yaitu sebesar 10,967. Disimpulkan bahwa garis yang terbentuk pada kurva kalibrasi Nitrit ( $NO_2-N$ ) merupakan garis yang linier.

#### 4.3.3 Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantifikasi (LOQ)

Limit deteksi (LOD) dan limit kuantifikasi (LOQ) bertujuan untuk mengetahui batas konsentrasi terendah yang dapat deteksi atau dibaca dan batas konsentrasi terendah yang dapat dikuantifikasikan (Riyanto, 2014). Penentuan LOD dan LOQ didapatkan dari kurva kalibrasi. Hasil dari penentuan LOD dan LOQ dapat dilihat pada Tabel 4.8

**Tabel 4.8 Data Penentuan LOD dan LOQ**

| Konsentrasi Standar (mg/L) | Absorbansi | $y_i$   | $s_{y/x}$ | LOD    | LOQ    |
|----------------------------|------------|---------|-----------|--------|--------|
| 0,00                       | 0,0000     | -0,0009 |           |        |        |
| 0,01                       | 0,0335     | 0,0334  |           |        |        |
| 0,02                       | 0,0670     | 0,0677  |           |        |        |
| 0,05                       | 0,1665     | 0,1705  | 0,0029    | 0,0026 | 0,0086 |
| 0,10                       | 0,3468     | 0,3420  |           |        |        |
| 0,15                       | 0,5136     | 0,5134  |           |        |        |
| 0,20                       | 0,6833     | 0,6849  |           |        |        |

Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai limit deteksi (LOD) sebesar 0,0026 mg/L dan nilai limit kuantifikasi sebesar 0,0086 mg/L. Disimpulkan bahwa instrument tidak akan bisa membedakan kadar blanko maupun analit lain pada konsentrasi dibawah nilai LOD yaitu 0,0026 mg/L. Kadar analit yang terukur oleh metode jika hasilnya kurang dari nilai LOQ yaitu 0,0086 mg/L, maka menyebabkan pengukuran tidak akurat karena sinyal yang dihasilkan kurang baik.

#### 4.3.4 Penentuan Kadar Nitrit ( $NO_2-N$ )

Penentuan kadar nitrit ( $NO_2-N$ ) pada sampel air bersih dilakukan dengan 7 kali pembacaan. Gambar sampel air bersih yang akan dianalisis dapat dilihat pada

Gambar 4.11, dan kadar nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) pada air bersih di Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa diperoleh hasil pada Tabel 4.9



**Gambar 4.11 Pengujian Sampel Air Bersih**

**Tabel 4.9 Data Penentuan Kadar Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ )**

| Pengulangan Sampel | Absorbansi | Kadar (mg/L) | Kadar Rata-Rata (mg/L) |
|--------------------|------------|--------------|------------------------|
| 1                  | -0,0002    | 0,0002       |                        |
| 2                  | -0,0003    | 0,0002       |                        |
| 3                  | -0,0007    | 0,0001       |                        |
| 4                  | -0,0004    | 0,0001       | 0,0002                 |
| 5                  | -0,0002    | 0,0002       |                        |
| 6                  | -0,0001    | 0,0002       |                        |
| 7                  | -0,0001    | 0,0002       |                        |

Hasil pengujian menunjukkan bahwa rata-rata kadar nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) pada sampel air bersih adalah 0,0002 mg/L. Kadar maksimum untuk parameter nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) pada Standar Baku Mutu air untuk keperluan hygiene sasanitasi adalah 1 mg/L. Disimpulkan bahwa kadar nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) pada air bersih di Pusat Pengendalian Ekoregion Jawa memenuhi persyaratan Standar Baku Mutu air untuk keperluan hygiene sanitasi.

#### **4.3.5 Penentuan Presisi**

Presisi merupakan ukuran keterulangan metode analisis atau biasa disebut simpangan baku relatif (*Relative Standar Deviation, RSD*) (Abdul, 2014). Presisi

juga merupakan kedekatan hasil pengukuran yang dilakukan secara berulang dalam suatu kondisi yang sama. Hasil dari penentuan presisi dapat dilihat pada Tabel 4.10

**Tabel 4.10 Data Penentuan Presisi (%RSD)**

| Pengulangan Sampel | Kadar Sampel (mg/L) | SD     | %RSD  | %CV HORWITZ |
|--------------------|---------------------|--------|-------|-------------|
| 1                  | 0,0002              |        |       |             |
| 2                  | 0,0002              |        |       |             |
| 3                  | 0,0001              |        |       |             |
| 4                  | 0,0001              | 0,0001 | 34,44 | 58,62       |
| 5                  | 0,0002              |        |       |             |
| 6                  | 0,0002              |        |       |             |
| 7                  | 0,0002              |        |       |             |

Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai presisi (%RSD) sebesar 34,44%. Nilai presisi yang baik yaitu  $\leq 2\%$ , jika melebihi 2% maka hasil presisi tersebut dibandingkan dengan nilai % CV Horwitz dan hasil dari nilai %RSD harus lebih kecil dari nilai % CV Horwitz. Presisi hasil pengujian (%RSD) sebesar 34,44% lebih kecil daripada nilai % CV Horwitz sebesar 58,62% maka, dapat disimpulkan bahwa presisi pada pengujian dinyatakan baik karena nilai presisi (%RSD) masih memenuhi syarat keberterimaan.

Hasil pengujian memiliki nilai presisi yang tidak baik dikarenakan beberapa faktor yaitu :

1. Kadar sampel air bersih yang diuji lebih kecil dari batas deteksi alat (LOD) sehingga alat kurang dapat membaca kadar dalam sampel air bersih dengan tepat.
2. Kurang telitinya analis dalam membaca skala pada saat pemipetan atau pada saat preparasi sampel.
3. Nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) yang berada dalam sampel sudah teroksidasi oleh bakteri *Nitrobakter sp.* menjadi nitrat.

#### 4.3.6 Penentuan Akurasi

Akurasi atau persen perolehan kembali (*Recovery*) adalah kedekatan dari hasil kadar pengujian dengan hasil sebenarnya. Gambar pengujian spike matrik dapat dilihat pada Gambar 4.12 dan hasil dari penentuan akurasi dapat dilihat pada Tabel 4.11



Gambar 4.12 Pengujian Spike Matrik

Tabel 4.11 Data Penentuan Akurasi (%R)

| Pengulangan | Kadar Sampel<br>(mg/L) | Kadar Spike<br>(mg/L) | Kadar Target<br>(mg/L) | %R    |
|-------------|------------------------|-----------------------|------------------------|-------|
| 1           | 0,0002                 | 0,0988                |                        |       |
| 2           | 0,0002                 | 0,0982                |                        |       |
| 3           | 0,0001                 | 0,0995                |                        |       |
| 4           | 0,0001                 | 0,0980                | 0,1000                 | 98,54 |
| 5           | 0,0002                 | 0,0991                |                        |       |
| 6           | 0,0002                 | 0,0991                |                        |       |
| 7           | 0,0002                 | 0,0983                |                        |       |

Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai akurasi (%R) sebesar 98,54%. Rentang keberterimaan akurasi atau perolehan kembali adalah 90-110% dari kadar yang sebenarnya (Harmita, 2004). Disimpulkan bahwa nilai akurasi pada pengujian nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) di air bersih menggunakan metode spektrofotometer *UV-*

*Visible* memasuki rentang keberterimaan nilai akurasi dan akurasi pada pengujian dinyatakan baik.

#### 4.3.7 Penentuan Kontrol Akurasi dengan CRM

Akurasi digunakan untuk mengetahui apakah larutan CRM yang digunakan memiliki nilai akurasi yang baik atau tidak. Gambar pengujian control akurasi dengan CRM dapat dilihat pada Gambar 4.13 dan hasil dari penentuan kontrol akurasi dapat dilihat pada Tabel 4.12



**Gambar 4.13 Pengujian CRM**

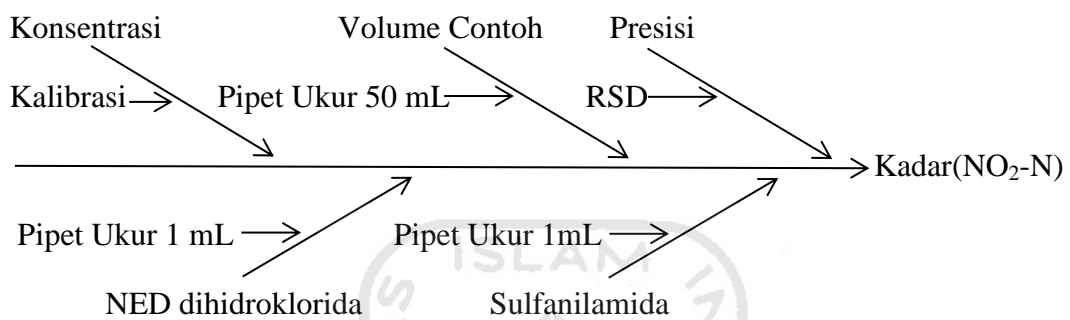
**Tabel 4.12 Data Kontrol Akurasi dengan CRM**

| Pengulangan CRM | Absorbansi | Kadar(mg/L) | C*fp   | rata-rata(mg/L) | %T     | Bias (%) |
|-----------------|------------|-------------|--------|-----------------|--------|----------|
| 1               | 0,5035     | 0,1471      | 2,9421 |                 |        |          |
| 2               | 0,5214     | 0,1523      | 3,0465 |                 |        |          |
| 3               | 0,5279     | 0,1542      | 3,0844 |                 |        |          |
| 4               | 0,5258     | 0,1536      | 3,0721 | 3,0549          | 105,34 | 5,34     |
| 5               | 0,5252     | 0,1534      | 3,0686 |                 |        |          |
| 6               | 0,5309     | 0,1551      | 3,1019 |                 |        |          |
| 7               | 0,5252     | 0,1534      | 3,0686 |                 |        |          |

Hasil pengujian menunjukkan bahwa nilai akurasi sebesar 105,34%. Rentang keberterimaan akurasi adalah 90-110% dari kadar yang sebenarnya. Disimpulkan bahwa nilai akurasi pada pengujian CRM menggunakan metode spektrofotometer *UV-Visible* masih dinyatakan baik. Hasil bias metode dari pengujian akurasi sebesar 5,34%.

#### 4.3.8 Penentuan Ketidakpastian Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

Ketidakpastian pengukuran adalah ukuran dari sebaran yang masih dapat dikaitkan dengan hasil dari nilai terukur. Perhitungan dari ketidakpastian didapatkan dari sumber-sumber kesalahan yang terlibat dan digambarkan dalam bentuk diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan dari pengujian nitrit (NO<sub>2</sub>-N) dapat dilihat pada Gambar 4.14



**Gambar 4.14 Diagram Tulang Ikan Pengujian Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)**

Gambar 4.14 merupakan identifikasi dari sumber-sumber ketidakpastian yang dimungkinkan dapat mempengaruhi hasil dari pengujian nitrit (NO<sub>2</sub>-N). Sumber ketidakpastian yang terdapat pada pengujian nitrit (NO<sub>2</sub>-N) yaitu, kurva kalibrasi, alat ukur yang digunakan dalam pengujian dan nilai RSD dari penentuan presisi.

Ketidakpastian dari alat ukur didasarkan pada ketidakpastian tipe B dengan distribusi *rectangular*. Rumus penentuan ketidakpastian kalibrasi alat ukur adalah :

$$\mu_{\text{kalibrasi}} = \frac{S}{\sqrt{3}}$$

Kurva kalibrasi pada pengujian nitrit (NO<sub>2</sub>-N) merupakan salah satu penyumbang dari ketidakpastian pengujian. Hasil dari nilai ketidakpastian kurva kalibrasi nitrit (NO<sub>2</sub>-N) adalah 0,0009. Rumus dari penentuan ketidakpastian kurva kalibrasi nitrit (NO<sub>2</sub>-N) adalah :

$$\mu_{\text{kurva kalibrasi}} = \frac{Sy/x}{\text{Slope}} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(y \text{ rata-rata sampel} - y \text{ rata-rata standar})^2}{\sum(x_i - x)^2}}$$

Presisi pada pengujian nitrit (NO<sub>2</sub>-N) juga merupakan salah satu penyumbang dari ketidakpastian pengujian. Hasil dari nilai ketidakpastian presisi

adalah 0,3444. Ketidakpastian gabungan merupakan hasil gabungan dari ketidakpastian dari sumber-sumber penyumbang ketidakpastian. Hasil ketidakpastian gabungan sebesar 0.0009. Hasil dari estimasi ketidakpastian pengujian dapat dilihat pada Tabel 4.13. Rumus dari estimasi ketidakpastian diperluas adalah :

$$\mu \text{ diperluas} = \mu \text{ gabungan} \times K$$

keterangan :

$$K = 2$$

#### 4.13 Data Ketidakpastian Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

| Parameter ketidakpastian  | Satuan | nilai (x) | $\mu(x)$ | $\mu(x)/(x)$ | $(\mu(x)/(x))^2$ |
|---------------------------|--------|-----------|----------|--------------|------------------|
| Konsentrasi               | mg/L   | 0,0002    | 0,0009   | 5,1994       | 27,0341          |
| Volume contoh             | mL     | 50        | 0,0558   | 0,0011       | 0,0000           |
| Volume sulfanilamide      | mL     | 1         | 0,0067   | 0,0067       | 0,0000           |
| Volume NED dihidroklorida | mL     | 1         | 0,0067   | 0,0067       | 0,0000           |
| Presisi                   | %      | 34.44     | 0,3444   | 0,0100       | 0,0001           |
| $\sum(\mu(x)/(x))^2$      |        | 27,0343   |          |              |                  |
| $\mu$ gabungan            |        | 0,0009    |          |              |                  |
| $\mu$ diperluas           |        | 0,0019    |          |              |                  |

Hasil estimasi ketidakpastian diperluas pada pengujian nitrit (NO<sub>2</sub>-N) sebesar 0,0002±0,0019.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil pengujian suhu, pH, dan nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) yang telah dilaksanakan di Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Pengujian air bersih digunakan untuk mengetahui kualitas air bersih dan parameter yang di uji adalah suhu, pH, dan nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ). Hasil kualitas air bersih di Kantor Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa yaitu, rata-rata hasil pengujian suhu sebesar  $27^\circ\text{C}$ , rata-rata hasil pengujian pH sebesar 6.87 dan rata-rata kadar hasil pengujian nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) sebesar 0.0002 mg/L. Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 32 Tahun 2017 Tentang Standar Baku Mutu Kesehatan Lingkungan dan Persyaratan Kesehatan Air Untuk Keperluan Higiene Sanitasi, Kolam Renang, Solus Per Aqua, dan Pemandian Umum dapat disimpulkan bahwa air bersih di Kantor Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa memenuhi persyaratan baku mutu dan dapat dimanfaatkan sesuai dengan peruntukannya.
2. Hasil verifikasi metode yang didapatkan dari pengujian air bersih yaitu, pengujian suhu mendapatkan hasil rata-rata suhu sebesar  $27 \pm 5,6924^\circ\text{C}$  dan nilai presisi sebesar 0,00%. Pengujian pH mendapatkan hasil rata-rata pH sebesar  $6,87 \pm 0,1374$  dan nilai presisi sebesar 0,17%, akurasi sebesar 99,39% dan bias sebesar 0,61. Pengujian nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) mendapatkan hasil rata-rata kadar nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) sebesar  $0,0002 \pm 0,0019$  mg/L, nilai linieritas sebesar 0,9999, nilai LOL sebesar 6,28, nilai LOD sebesar 0,0026 mg/L, nilai LOQ sebesar 0,0086 mg/L, nilai presisi sebesar 34,44%, nilai % CV Horwitz sebesar 58,62%, nilai akurasi sebesar 98,54% dan nilai kontrol akurasi dengan CRM sebesar 105,34% dan nilai bias sebesar 5,34%.



## 5.2 Saran

Saran dari pengujian yang telah dilakukan adalah untuk pengujian nitrit ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) sebaiknya dilakukan perbandingan metode pengujian, adanya analisis lebih lanjut mengenai parameter amonia dan menentukan ketertelurusan melalui estimasi ketidakpastian.



## DAFTAR PUSTAKA

- Ahmadi.2001. *Ilmu Usahatani*. Penebar Swadaya : Jakarta
- Asdak, C., (1995), *Hidrologi dan Pengelolaan Daerah Aliran Sungai*. Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Asmadi, Khayan, Kasjono H.S. 2011. *Teknologi Pengolahan Air Minum*. Yogyakarta: Gosyen Publishing
- Apriyanti, D., Vera Indira S., dan Yusraini Dian I.S., Pengkajian Metode Analisis Amonia dalam Air dengan Metode Salicylate Test Kit. *Ecolab* Vol. 7. (2): 49-108
- Azizah, Diana. 2017. Kajian Kualitas Lingkungan Perairan Teluk Tanjungpinang Provinsi Kepulauan Riau. *Research paper* Vol. 6. (1): 47-52
- Azwar, S. 2000. *Asumsi-asumsi dalam Inferensi Statistika*. Fakultas Psikologi. Yogyakarta
- Bleam, W., 2017. *Soil and Environmental Chemistry (Second Edition)*. Academic Press
- Boyd CE. 2015. *Water Quality*. Switzerland: Springer.
- Chandra, budiman. 2007. *Pengantar kesehatan lingkungan*. Jakarta: Penerbit buku kedokteran EGC
- Chin DA. 2006. *Water-Quality Engineering in Natural Systems*. New Jersey: John Wiley and Sons, Inc.
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian. 2004; 1(3): 117-35.
- Kantasubrata, J. 2008, Jaminan Mutu Data Hasil Pengujian : Kontrol Sampel dan Aplikasinya. RC Chem Learning Centre. Bandung.
- Kreith, Frank. 1991. *Prinsip-Prinsip Perpindahan Panas Edisi Ketiga*. Jakarta: Erlangga.
- Kumalasari F., Satoto Y. 2011. *Teknik Praktis Mengolah Air Kotor Menjadi Air Bersih*. Bekasi: Laskar Aksara
- Lakitan, Benyamin. 2002. *Dasar-Dasar Klimatologi*. Jakarta: Raja Grafindo Persada.

- Lubis, A dkk, 1987."Amonium dalam Air Sumur Penduduk". Buletin Penelitian Kesehatan, Volume 15
- Nace, R.L. 1976. Hydrology, in Handbook of Water Resources and Pollution Control. New York: Van Nostrand Rinhold Company Inc.
- Parulian, A. (2009). *Monitoring dan Analisis Kadar Aluminium (Al) dan Besi (Fe) Pada Pengolahan Air Minum PDAM Tirtana di Sunggal* . Medan: Pasca Sarjana Universitas Sumatera Utara (USU) .
- Permenkes No. 32 Tahun 2017 tentang Standar Baku Mutu Kesehatan Lingkungan Dan Persyaratan Kesehatan Air Untuk Keperluan Higiene Sanitasi, Kolam Renang, Solus Per Aqua dan Pemandian Umum
- Putra, A. Y. dan Mairizki, F., Analisis Warna, Derajat Keasaman dan Kadar Logam Besi Air Tanah Kecamatan Kubu Babussalam, Rokan Hilir, Riau. J. Katalisator, 4(1): 9–14 (2019).
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi*. Deepublish: Yogyakarta
- Riyanto. 2017. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*. CV Budi Utama. Yogyakarta.
- Rohman, A., dan Gandjar, I. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Belajar. Yogyakarta.
- Sa'adah, E., dan Winata, A.S., 2010, Validasi Metode Pengujian Logam Tembaga pada Produk Air Minum dalam Kemasan Secara Spektrofotometri Serapan Atom Nyala, BIOPROPAL INDUSTRI, Vol. 1 (2) : 31–37.
- Santosa, L.W. dan Adji, T. N., (2014), Karakteristik Akuifer dan Potensi Airtanah Graben Bantul, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta
- Sastrohamidjojo, H, 1991, Kromatografi, Edisi II, hal 26-36, Liberty, Yogyakarta
- Sudibyoy, H.R., 1999, Penyimpangan Parameter Fisika dan Kimia Air terhadap Kesehatan
- Todd.D.K and Mays (2005). *Grounwater Hydrology Third Edition*. New York: John Wiley and Sons.
- Trisnawulan,A.M.,Wayan,B.S dan Ketut,S.,2007. *Analisis Kualitas Air Sumur Gali di Kawasan Pariwisata Sanur*.Denpasar:Ecotropic Journal,Volume 2.

- Utami, Y. P. 2012. *Verifikasi Metode Penetapan kadar Vitamin B2 dalam Sereal Bubur bayi Secara Liquid Chromatography Tandem Mass Spectrofotometry (LC-MSMS)*. Politeknik Kesehatan kemenkes. Jakarta II.
- Zumdahl, S dan Zumdahl, A (2007). *Chemistry Seventh Edition*. New York. Houghton Mifflin Company



# LAMPIRAN



## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Pengujian suhu

#### 1. Hasil penentuan presisi

| Pengulangan | Suhu Air Bersih °C (x) | ( $\bar{x}$ ) | (x- $\bar{x}$ ) | (x- $\bar{x}$ ) <sup>2</sup> | $\sum(x-\bar{x})^2$ |
|-------------|------------------------|---------------|-----------------|------------------------------|---------------------|
| 1           | 27                     |               | 0,00            | 0,00                         |                     |
| 2           | 27                     |               | 0,00            | 0,00                         |                     |
| 3           | 27                     |               | 0,00            | 0,00                         |                     |
| 4           | 27                     | 27            | 0,00            | 0,00                         | 0,00                |
| 5           | 27                     |               | 0,00            | 0,00                         |                     |
| 6           | 27                     |               | 0,00            | 0,00                         |                     |
| 7           | 27                     |               | 0,00            | 0,00                         |                     |

#### A. Simpangan baku

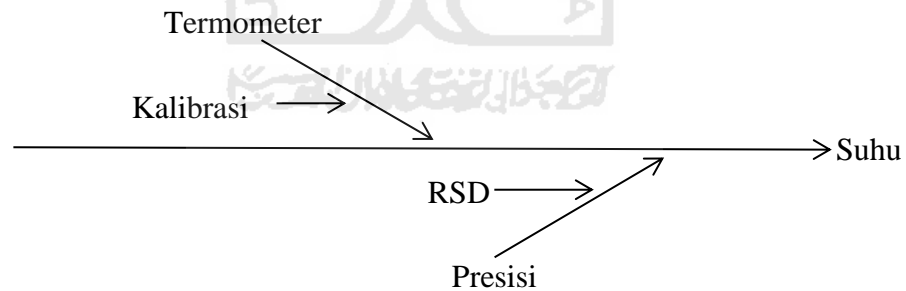
$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{0,00}{7 - 1}} = 0,00$$

#### B. Presisi

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0,00}{27} \times 100\% = 0,00\%$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} = \frac{0,00}{27} = 0,00$$

#### 2. Penentuan ketidakpastian suhu



| Parameter ketidakpastian | satuan | nilai (x) | $\mu(x)$ | $\mu(x)/(x)$ | $(\mu(x)/(x))^2$ |
|--------------------------|--------|-----------|----------|--------------|------------------|
| Termometer               | °C     | 27        | 0,3000   | 0,0111       | 0,0111           |
| Presisi                  | %      | 0.00      | 0,0000   | 0,0000       | 0,0000           |
| $\sum(\mu(x)/(x))^2$     |        | 0,0111    |          |              |                  |
| $\mu$ gabungan           |        | 2,8462    |          |              |                  |
| $\mu$ diperluas          |        | 5,6924    |          |              |                  |

A. Ketidakpastian kalibrasi

Menggunakan ketidakpastian tipe B dengan tingkat kepercayaan 95%.

Rumus ketidakpastian kalibrasi :

$$\mu = \frac{s}{k}$$

Keterangan :

s = nilai estimasi ketidakpastian dari termometer (0,6°C)

k = 2

Dijawab :

$$\mu \text{ kalibrasi} = \frac{s}{k} = \frac{0,6^\circ\text{C}}{2} = 0,3^\circ\text{C}$$

B. Ketidakpastian presisi

$$\mu \text{ presisi} = \frac{RSD (\%)}{100} = \frac{0,00}{100} = 0,0000$$

C. Ketidakpastian gabungan

$$\mu \text{ gabungan} = C \times \sqrt{\left(\frac{\mu \text{ kalibrasi}}{\text{kalibrasi}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ presisi}}{\text{presisi}}\right)^2}$$

$$\mu \text{ gabungan} = 27 \times \sqrt{\left(\frac{0,3000}{27}\right)^2 + \left(\frac{0,0000}{0,0000}\right)^2}$$

$$\mu \text{ gabungan} = 2,8462^\circ\text{C}$$

D. Ketidakpastian diperluas

$$\mu \text{ diperluas} = \mu \text{ gabungan} \times K$$

keterangan :

K = 2

$$\mu \text{ diperluas} = 2,8462 \times 2$$

$$\mu \text{ diperluas} = 5,6924^\circ\text{C}$$

## Lampiran 2. Pengujian pH

### 1. Hasil penentuan presisi

| Pengulangan | Hasil Pengukuran (x) | ( $\bar{x}$ ) | $x - \bar{x}$ | $(x - \bar{x})^2$ | $\sum(x - \bar{x})^2$ |
|-------------|----------------------|---------------|---------------|-------------------|-----------------------|
| 1           | 6,86                 |               | -0,01         | 0,00              |                       |
| 2           | 6,86                 |               | -0,01         | 0,00              |                       |
| 3           | 6,86                 |               | -0,01         | 0,00              |                       |
| 4           | 6,87                 | 6,87          | 0,00          | 0,00              | 0,00                  |
| 5           | 6,88                 |               | 0,01          | 0,00              |                       |
| 6           | 6,87                 |               | 0,00          | 0,00              |                       |
| 7           | 6,89                 |               | 0,02          | 0,00              |                       |

#### A. Simpangan baku

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{0,00}{7 - 1}} = 0,01$$

#### B. Presisi

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0,01}{6,87} \times 100\% = 0,17\%$$

### 2. Hasil penentuan akurasi

Rumus akurasi pada CRM :

$$akurasi (\%T) = \frac{\text{kadar hasil pengujian}}{\text{Kadar CRM pH}} \times 100\%$$

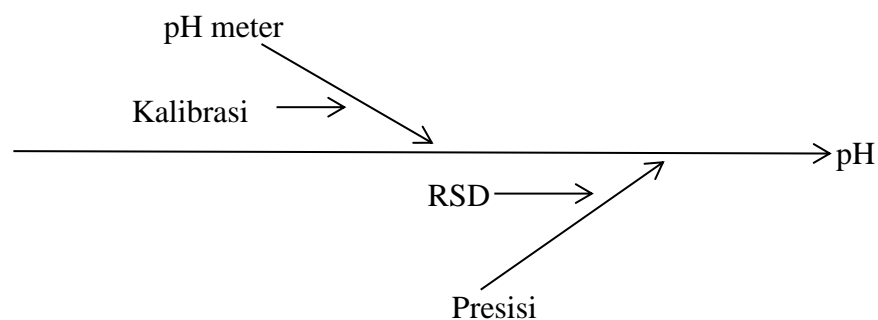
Keterangan :

Kadar hasil pengujian = 6,93

Kadar CRM pH = 6,97

$$akurasi = \frac{6,93}{6,97} \times 100\% = 99,39\%$$

### 3. Hasil penentuan ketidakpastian pH





| Parameter ketidakpastian | satuan | nilai (x) | $\mu(x)$ | $\mu(x)/(x)$ | $(\mu(x)/(x))^2$ |
|--------------------------|--------|-----------|----------|--------------|------------------|
| pH meter                 | -      | 6,87      | 0,0016   | 0,0002       | 0,0000           |
| Presisi                  | %      | 0,17      | 0,0017   | 0,0100       | 0,0001           |
| $\sum(\mu(x)/(x))^2$     |        | 0,0001    |          |              |                  |
| $\mu$ gabungan           |        | 0,0687    |          |              |                  |
| $\mu$ diperluas          |        | 0,1374    |          |              |                  |

#### A. Ketidakpastian kalibrasi

Menggunakan ketidakpastian tipe B dengan tingkat kepercayaan 95%.

Rumus ketidakpastian kalibrasi :

$$\mu = \frac{s}{k}$$

Keterangan :

s = nilai estimasi ketidakpastian dari pH meter (0,0032)

k = 2

Dijawab :

$$\mu \text{ kalibrasi} = \frac{s}{k} = \frac{0,0032}{2} = 0,0016$$

#### B. Ketidakpastian presisi

$$\mu \text{ presisi} = \frac{RSD (\%)}{100} = \frac{0,17}{100} = 0,0017$$

#### C. Ketidakpastian gabungan

$$\mu \text{ gabungan} = C \times \sqrt{\left(\frac{\mu \text{ kalibrasi}}{\text{kalibrasi}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ presisi}}{\text{presisi}}\right)^2}$$

$$\mu \text{ gabungan} = 6,87 \times \sqrt{\left(\frac{0,0017}{6,87}\right)^2 + \left(\frac{0,0016}{0,17}\right)^2}$$

$$\mu \text{ gabungan} = 0,0687$$

#### D. Ketidakpastian diperluas

$$\mu \text{ diperluas} = \mu \text{ gabungan} \times K$$

keterangan :

$$K = 2$$

$$\mu \text{ diperluas} = 0,0687 \times 2$$

$$\mu \text{ diperluas} = 0,1374$$

### Lampiran 3. Pengujian Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

#### 1. Larutan Baku Nitrit (NO<sub>2</sub>-N) dan Larutan Standar Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

##### A. Pembuatan larutan baku nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,5 mg/L dari larutan induk nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

1000 mg/L

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,5 \text{ mg/L} \times 1000 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ mg/L} \times 1000 \text{ mL}}{1000 \text{ mg/L}}$$

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

##### B. Pembuatan larutan standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

###### 1) Larutan standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0 mg/L

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

$$0,5 \text{ mg/L} \times V_1 = 0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ mg/L}}$$

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

###### 2) Larutan standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,01 mg/L

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

$$0,5 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,01 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,01 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ mg/L}}$$

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

###### 3) Larutan standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,02 mg/L

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

$$0,5 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,02 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,02 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ mg/L}}$$

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

###### 4) Larutan standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,05 mg/L

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

$$0,5 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,05 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,05 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ mg/L}}$$

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

5) Larutan standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,1 mg/L

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

$$0,5 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,1 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,1 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ mg/L}}$$

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

6) Larutan standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,15 mg/L

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

$$0,5 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,15 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,15 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 15 \text{ mL}$$

7) Larutan standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) 0,20 mg/L

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

$$0,5 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,20 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,20 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ mg/L}}$$

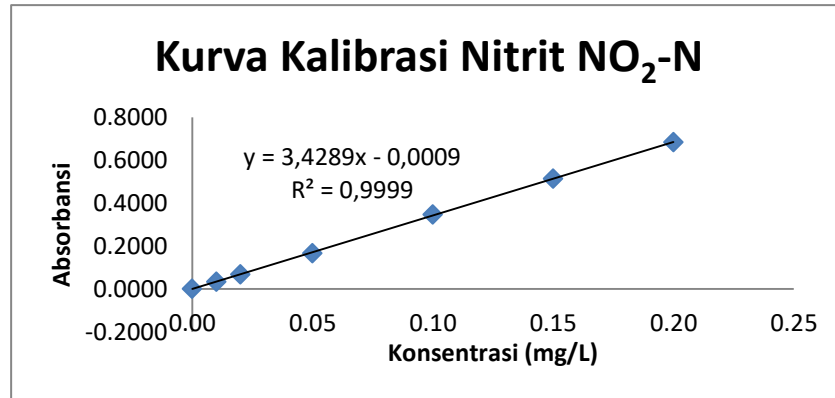
$$V_1 = 20 \text{ mL}$$

## 2. Pembuatan Kurva Kalibrasi

### A. Deret larutan standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N)

| Larutan Standar | Konsentrasi Standar (mg/L) | Absorbansi |
|-----------------|----------------------------|------------|
| Std-1           | 0,00                       | 0,0000     |
| Std-2           | 0,01                       | 0,0335     |
| Std-3           | 0,02                       | 0,0670     |
| Std-4           | 0,05                       | 0,1665     |
| Std-5           | 0,10                       | 0,3468     |
| Std-6           | 0,15                       | 0,5136     |
| Std-7           | 0,20                       | 0,6833     |

B. Kurva kalibrasi larutan standar nitrit (NO<sub>2</sub>-N)



Diketahui :

Slope : 3,4289  
 Intersep : -0,0009  
 Koefisien determinasi (R<sup>2</sup>) : 0,9999  
 Koefisien korelasi (r) : 0,9999

3. Penentuan LoL

| Pengulangan | Absorbansi Larutan Standar 0,01mg/L | Absorbansi Larutan Standar 0,2mg/L |
|-------------|-------------------------------------|------------------------------------|
| 1           | 0,0358                              | 0,7260                             |
| 2           | 0,0339                              | 0,7265                             |
| 3           | 0,0342                              | 0,7292                             |
| 4           | 0,0352                              | 0,7171                             |
| 5           | 0,0372                              | 0,7254                             |
| 6           | 0,0368                              | 0,7236                             |
| 7           | 0,0381                              | 0,7216                             |
| SD          | 0,0016                              | 0,0039                             |
| SD2         | 0,0000                              | 0,0000                             |

Rumus dari uji F :

$$F_{hitung} = \frac{sd_1^2}{sd_2^2}$$

Catatan : bahwa  $sd_1 > sd_2$

Keteranagn :

$F_{hitung}$  = hasil uji F berdasarkan perhitungan

$Sd_1$  = simpangan baku yang memiliki nilai lebih besar

$Sd_2$  = simpangan baku yang memiliki nilai lebih kecil

$$F_{hitung} = \frac{0.0000}{0.0000} = 6,28$$

Nilai  $F_{tabel}$  untuk  $\alpha = 0,01$  (LP KLH 2010) sebagai berikut :

| df2/df1 | 3      | 4      | 5      | 6      | 7      | 8      | 9      | 10     | 12     | 15     | 20     | 30     | INF    |
|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 3       | 29,457 | 28,710 | 28,237 | 27,911 | 27,672 | 27,489 | 27,345 | 27,229 | 27,052 | 26,872 | 26,690 | 26,505 | 26,125 |
| 4       | 16,694 | 15,977 | 15,522 | 15,207 | 14,976 | 14,799 | 14,659 | 14,546 | 14,374 | 14,198 | 14,020 | 13,838 | 13,463 |
| 5       | 12,060 | 11,392 | 10,967 | 10,672 | 10,456 | 10,289 | 10,158 | 10,051 | 9,888  | 9,722  | 9,553  | 9,379  | 9,020  |
| 6       | 9,780  | 9,148  | 8,746  | 8,466  | 8,260  | 8,102  | 7,976  | 7,874  | 7,718  | 7,559  | 7,396  | 7,229  | 6,880  |
| 7       | 8,451  | 7,847  | 7,460  | 7,191  | 6,993  | 6,840  | 6,719  | 6,620  | 6,469  | 6,314  | 6,155  | 5,992  | 5,650  |
| 8       | 7,591  | 7,006  | 6,632  | 6,371  | 6,178  | 6,029  | 5,911  | 5,814  | 5,667  | 5,515  | 5,359  | 5,198  | 4,859  |
| 9       | 6,992  | 6,422  | 6,057  | 5,802  | 5,613  | 5,467  | 5,351  | 5,257  | 5,111  | 4,962  | 4,808  | 4,649  | 4,311  |
| 10      | 6,552  | 5,994  | 5,636  | 5,386  | 5,200  | 5,057  | 4,942  | 4,849  | 4,706  | 4,558  | 4,405  | 4,247  | 3,909  |
| 11      | 6,217  | 5,668  | 5,316  | 5,069  | 4,886  | 4,744  | 4,632  | 4,539  | 4,397  | 4,251  | 4,099  | 3,941  | 3,602  |
| 12      | 5,953  | 5,412  | 5,064  | 4,821  | 4,640  | 4,499  | 4,388  | 4,296  | 4,155  | 4,010  | 3,858  | 3,701  | 3,361  |
| 15      | 5,417  | 4,893  | 4,556  | 4,318  | 4,142  | 4,004  | 3,895  | 3,805  | 3,666  | 3,522  | 3,372  | 3,214  | 2,868  |
| 20      | 4,938  | 4,431  | 4,103  | 3,871  | 3,699  | 3,564  | 3,457  | 3,368  | 3,231  | 3,088  | 2,938  | 2,778  | 2,421  |
| 30      | 4,510  | 4,018  | 3,699  | 3,473  | 3,304  | 3,173  | 3,067  | 2,979  | 2,843  | 2,700  | 2,549  | 2,386  | 2,006  |
| F       | 3,782  | 3,319  | 3,017  | 2,802  | 2,639  | 2,511  | 2,407  | 2,321  | 2,185  | 2,039  | 1,878  | 1,696  | 1,000  |

Mendapatkan nilai kritis dari tabel F dengan cara mencari derajat kebebasan untuk kedua simpangan baku  $sd_1$  dan  $sd_2$  yang didasarkan pada :

$$df_1 = n_1 - 1$$

$$df_2 = n_2 - 1$$

Derajat kebebasan  $df_1 = df_2 = 5$  dan tingkat kepercayaan 99%  $\alpha = 0,01$  maka diperoleh tabel  $F_{tabel} = F_{(0,01;5;5)} = 10,967$

#### 4. Penentuan LOD dan LOQ

| Konsentrasi Standar (mg/L) | y      | yi      | y-yi    | (y-yi) <sup>2</sup> | $\Sigma (y-yi)^2$ |
|----------------------------|--------|---------|---------|---------------------|-------------------|
| 0,00                       | 0,0000 | -0,0009 | 0,0009  | 0,0000              |                   |
| 0,01                       | 0,0335 | 0,0334  | 0,0001  | 0,0000              |                   |
| 0,02                       | 0,0670 | 0,0677  | -0,0007 | 0,0000              |                   |
| 0,05                       | 0,1665 | 0,1705  | -0,0040 | 0,0000              | 0,0000            |
| 0,10                       | 0,3468 | 0,3420  | 0,0048  | 0,0000              |                   |
| 0,15                       | 0,5136 | 0,5134  | 0,0002  | 0,0000              |                   |
| 0,20                       | 0,6833 | 0,6849  | -0,0016 | 0,0000              |                   |

$$\frac{Sy}{x} = \sqrt{\frac{\sum(y - yi)^2}{n - 2}} = \sqrt{\frac{0,0000}{7 - 2}} = 0,0029\text{mg/L}$$

$$LOD = \frac{3 \times Sy/x}{slope} = \frac{3 \times 0,0029\text{mg/L}}{3,4289} = 0,0026\text{mg/L}$$

$$LOQ = \frac{10 \times Sy/x}{slope} = \frac{10 \times 0,0029\text{mg/L}}{3,4289} = 0,0086\text{mg/L}$$

5. Penentuan kadar blanko, kadar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) dalam sampel dan kadar spike matriks

| Keterangan    | Pengulangan | Absorbansi |         |
|---------------|-------------|------------|---------|
| Blanko        | 1           | 0,0000     |         |
|               | 1           | -0,0002    |         |
|               | 2           | -0,0003    |         |
|               | 3           | -0,0007    |         |
|               | Sampel      | 4          | -0,0004 |
|               |             | 5          | -0,0002 |
|               |             | 6          | -0,0001 |
| 7             |             | -0,0001    |         |
| Spike Matriks | 1           | 0,3379     |         |
|               | 2           | 0,3358     |         |
|               | 3           | 0,3404     |         |
|               | 4           | 0,3352     |         |
|               | 5           | 0,3388     |         |
|               | 6           | 0,3389     |         |
|               | 7           | 0,3362     |         |

Rumus penentuan kadar :

$$y = ax + b$$

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

Keterangan :

y = absorbansi sampel

a = slope (3,4289)

x = konsentrasi atau kadar sampel (mg/L)

b = intersep (-0,0009)

A. Penentuan kadar blanko

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

$$x = \frac{0,0000 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,0003\text{mg/L}$$

B. Penentuan kadar nitrit (NO<sub>2</sub>-N) dalam sampel

1) Pengulangan ke-1

$$x = \frac{y-b}{a}$$
$$x = \frac{(-0,0002)-(-0,0009)}{3,4289}$$
$$x = 0,0002mg/L$$

2) Pengulangan ke-2

$$x = \frac{y-b}{a}$$
$$x = \frac{(-0,0003)-(-0,0009)}{3,4289}$$
$$x = 0,0002mg/L$$

3) Pengulangan ke-3

$$x = \frac{y-b}{a}$$
$$x = \frac{(-0,0007)-(-0,0009)}{3,4289}$$
$$x = 0,0001mg/L$$

4) Pengulangan ke-4

$$x = \frac{y-b}{a}$$
$$x = \frac{(-0,0004)-(-0,0009)}{3,4289}$$
$$x = 0,0001mg/L$$

5) Pengulangan ke-5

$$x = \frac{y-b}{a}$$
$$x = \frac{(-0,0002)-(-0,0009)}{3,4289}$$
$$x = 0,0002mg/L$$

6) Pengulangan ke-6

$$x = \frac{y-b}{a}$$
$$x = \frac{(-0,0001)-(-0,0009)}{3,4289}$$
$$x = 0,0002mg/L$$

7) Pengulangan ke-7

$$x = \frac{y-b}{a}$$
$$x = \frac{(-0,0001)-(-0,0009)}{3,4289}$$
$$x = 0,0002mg/L$$

C. Penentuan kadar spike matriks

1) Pengulangan ke-1

$$x = \frac{y-b}{a}$$
$$x = \frac{0,3379-(-0,0009)}{3,4289}$$
$$x = 0,0988mg/L$$

2) Pengulangan ke-2



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

$$x = \frac{0,3358 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,0982 \text{ mg/L}$$

3) Pengulangan ke-3

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

$$x = \frac{0,3404 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,0995 \text{ mg/L}$$

4) Pengulangan ke-4

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

$$x = \frac{0,3352 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,0980 \text{ mg/L}$$

5) Pengulangan ke-5

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

$$x = \frac{0,3388 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,0991 \text{ mg/L}$$

6) Pengulangan ke-6

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

$$x = \frac{0,3389 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,0991 \text{ mg/L}$$

7) Pengulangan ke-7

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

$$x = \frac{0,3362 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,0983 \text{ mg/L}$$



#### 6. Penentuan presisi (%RSD)

| Pengulangan Sampel | X      | Xbar   | (X-Xbar) | (X-Xbar) <sup>2</sup> | Σ (X-Xbar) <sup>2</sup> |
|--------------------|--------|--------|----------|-----------------------|-------------------------|
| 1                  | 0,0002 |        | 0,0000   | 0,0000                |                         |
| 2                  | 0,0002 |        | 0,0000   | 0,0000                |                         |
| 3                  | 0,0001 |        | -0,0001  | 0,0000                |                         |
| 4                  | 0,0001 | 0,0002 | 0,0000   | 0,0000                | 0,0000                  |
| 5                  | 0,0002 |        | 0,0000   | 0,0000                |                         |
| 6                  | 0,0002 |        | 0,0001   | 0,0000                |                         |
| 7                  | 0,0002 |        | 0,0001   | 0,0000                |                         |



$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{0,0000mg/L}{7 - 1}} = 0,0001mg/L$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0,0001mg/L}{0,0002mg/L} \times 100\% = 34,44\%$$

$$\%CV \text{ Horwitz} = 2^{(1-0,5 \log C)} = 2^{(1-0,5 \log 0,0002)} = 58,62\%$$

#### 7. Penentuan akurasi (%R)

| Keterangan    | Pengulangan | Absorbansi | Kadar  | Rata-Rata |
|---------------|-------------|------------|--------|-----------|
| Blanko        | 1           | 0,0000     | 0,0003 | 0,0003    |
|               | 1           | -0,0002    | 0,0002 |           |
|               | 2           | -0,0003    | 0,0002 |           |
|               | 3           | -0,0007    | 0,0001 |           |
|               | 4           | -0,0004    | 0,0001 |           |
|               | 5           | -0,0002    | 0,0002 |           |
|               | 6           | -0,0001    | 0,0002 |           |
| Sampel        | 7           | -0,0001    | 0,0002 | 0,0002    |
|               | 1           | 0,3379     | 0,0988 |           |
|               | 2           | 0,3358     | 0,0982 |           |
|               | 3           | 0,3404     | 0,0995 |           |
|               | 4           | 0,3352     | 0,0980 |           |
|               | 5           | 0,3388     | 0,0991 |           |
|               | 6           | 0,3389     | 0,0991 |           |
| Spike Matriks | 7           | 0,3362     | 0,0983 | 0,0987    |

Rumus penentuan akurasi :

$$\%R = \frac{(E - F) \times 100\%}{G}$$

$$G \text{ atau } C \text{ target} = \frac{y \times x \times z}{v}$$

Keterangan :

E = Kadar spike (mg/L)

F = Kadar non spik atau sampel (mg/L)

G = Kadar standar yang ditambahkan atau target value (mg/L)

y = Volume larutan baku yang ditambahkan (mL)

z = Kadar larutan baku (mg/L)

v = Volume akhir contoh uji yang di spike (mL)

#### A. Penentuan G atau kadar target

$$G \text{ atau } C \text{ target} = \frac{y \times z}{v} = \frac{10\text{mL} \times \frac{0,5\text{mg}}{L}}{50\text{mL}} = \frac{0,1\text{mg}}{L}$$

#### B. Penentuan akurasi

Rumus penentuan akurasi :

$$\%R = \frac{(E - F) \times 100\%}{G}$$

1) Pengulangan ke-1

$$\%R = \frac{(0,0988 - 0,0002) \times 100\%}{0,1\text{mg/L}} = 98,60\%$$

2) Pengulangan ke-2

$$\%R = \frac{(0,0982 - 0,0002) \times 100\%}{0,1\text{mg/L}} = 98,02\%$$

3) Pengulangan ke-3

$$\%R = \frac{(0,0995 - 0,0001) \times 100\%}{0,1\text{mg/L}} = 99,48\%$$

4) Pengulangan ke-4

$$\%R = \frac{(0,0980 - 0,0001) \times 100\%}{0,1\text{mg/L}} = 97,87\%$$

5) Pengulangan ke-5

$$\%R = \frac{(0,0991 - 0,0002) \times 100\%}{0,1\text{mg/L}} = 98,87\%$$

6) Pengulangan ke-6

$$\%R = \frac{(0,0991 - 0,0002) \times 100\%}{0,1\text{mg/L}} = 98,87\%$$

7) Pengulangan ke-7

$$\%R = \frac{(0,0983 - 0,0002) \times 100\%}{0,1\text{mg/L}} = 98,08\%$$

Rata-rata hasil presisi sampel adalah 98,54%

#### 8. Kontrol akurasi menggunakan CRM

| Pengulangan CRM | Absorbansi |
|-----------------|------------|
| 1               | 0,5035     |
| 2               | 0,5214     |
| 3               | 0,5279     |
| 4               | 0,5258     |
| 5               | 0,5252     |
| 6               | 0,5309     |
| 7               | 0,5252     |

a. Penentuan kadar CRM

Rumus penentuan kadar CRM :

$$y = ax + b$$

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

Keterangan :

y = absorbansi CRM

a = slope (3,4289)

x = konsentrasi atau kadar sampel (mg/L)

b = intersep (-0,0009)

1) Pengulangan ke-1

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

$$x = \frac{0,5035 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,1471 \text{ mg/L}$$

2) Pengulangan ke-2

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

$$x = \frac{0,5214 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,1523 \text{ mg/L}$$

3) Pengulangan ke-3

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

$$x = \frac{0,5279 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,1542 \text{ mg/L}$$

4) Pengulangan ke-4

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

$$x = \frac{0,5258 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,1536 \text{ mg/L}$$

5) Pengulangan ke-5

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

$$x = \frac{0,5252 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,1534 \text{ mg/L}$$

6) Pengulangan ke-6

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

$$x = \frac{0,5309 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,1551 \text{ mg/L}$$

7) Pengulangan ke-7

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

$$x = \frac{0,5252 - (-0,0009)}{3,4289}$$

$$x = 0,1534 \text{ mg/L}$$

b. Kadar CRM dikali faktor pengenceran

Faktor pengenceran CRM :



$$\text{Faktor pengenceran} = \frac{\text{Labu yang digunakan}}{\text{Larutan CRM yang dipipet}} = \frac{50 \text{ mL}}{2,5 \text{ mL}} = 20$$

1) Pengulangan ke-1

Rumus :

Kadar x factor pengenceran

$$0,1471 \text{ mg/L} \times 20 = 2,9421 \text{ mg/L}$$

2) Pengulangan ke-1

Rumus :

Kadar x factor pengenceran

$$0,1523 \text{ mg/L} \times 20 = 3,0465 \text{ mg/L}$$

3) Pengulangan ke-1

Rumus :

Kadar x factor pengenceran

$$0,1542 \text{ mg/L} \times 20 = 3,0844 \text{ mg/L}$$

4) Pengulangan ke-1

Rumus :

Kadar x factor pengenceran

$$0,1536 \text{ mg/L} \times 20 = 3,0721 \text{ mg/L}$$

5) Pengulangan ke-1

Rumus :

Kadar x factor pengenceran

$$0,1534 \text{ mg/L} \times 20 = 3,0686 \text{ mg/L}$$

6) Pengulangan ke-1

Rumus :

Kadar x factor pengenceran

$$0,1551 \text{ mg/L} \times 20 = 3,1019 \text{ mg/L}$$

7) Pengulangan ke-1

Rumus :

Kadar x factor pengenceran

$$0,1534 \text{ mg/L} \times 20 = 3,0686 \text{ mg/L}$$

Rata-rata kadar CRM = 3,0549 mg/L

c. Nilai Akurasi dari CRM

Rumus akurasi pada CRM :

$$akurasi (\%T) = \frac{kadar\ CRM\ hasil\ pengujian\ (\frac{mg}{L})}{Kadar\ CRM\ sebenarnya\ (\frac{mg}{L})} \times 100\%$$

Keterangan :

Kadar CRM hasil pengujian (mg/L) = 3,0549 mg/L

Kadar CRM sebenarnya (mg/L) = 2,90 mg/L

$$akurasi = \frac{3,0549\ (\frac{mg}{L})}{2,90\ (\frac{mg}{L})} \times 100\% = 105,34\%$$

9. Penentuan % Bias

Rumus :

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

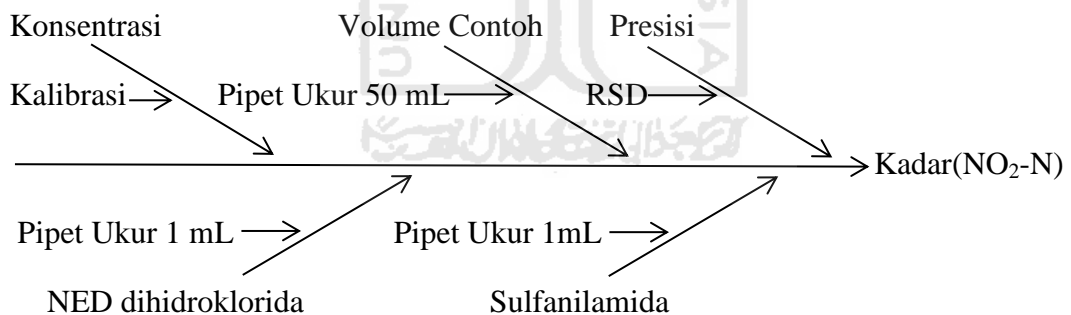
Keterangan :

$\bar{x}$  = rata-rata kadar terukur (3,0549 mg/L)

$\mu$  = nilai CRM (2,90 mg/L)

$$Bias = \frac{\bar{x} - \mu}{\mu} = Bias = \frac{3,0549\ mg/L - 2,90\ mg/L}{2,90\ mg/L} \times 100\% = 5,34\%$$

10. Hasil penentuan ketidakpastian nitrit (NO<sub>2</sub>-N)



| Konsentrasi Standar (mg/L) | y      | yi      | y-yi    | (y-yi) <sup>2</sup> | Σ (y-yi) <sup>2</sup> |
|----------------------------|--------|---------|---------|---------------------|-----------------------|
| 0,00                       | 0,0000 | -0,0009 | 0,0009  | 0,0000              |                       |
| 0,01                       | 0,0335 | 0,0334  | 0,0001  | 0,0000              |                       |
| 0,02                       | 0,0670 | 0,0677  | -0,0007 | 0,0000              |                       |
| 0,05                       | 0,1665 | 0,1705  | -0,0040 | 0,0000              | 0,0000                |
| 0,10                       | 0,3468 | 0,3420  | 0,0048  | 0,0000              |                       |
| 0,15                       | 0,5136 | 0,5134  | 0,0002  | 0,0000              |                       |
| 0,20                       | 0,6833 | 0,6849  | -0,0016 | 0,0000              |                       |
| sy/x                       | 0,0029 |         |         |                     |                       |
| Slope                      | 3,4289 |         |         |                     |                       |

| Xi   | Xbar   | (xi-xbar) <sup>2</sup> | ∑(xi-xbar) <sup>2</sup> | (xsampel-(∑(xi-xbar) <sup>2</sup> )) <sup>2</sup> |
|------|--------|------------------------|-------------------------|---|
| 0,00 |        | 0,0057                 |                         |   |
| 0,01 |        | 0,0043                 |                         |   |
| 0,02 |        | 0,0031                 |                         |   |
| 0,05 | 0,0757 | 0,0007                 | 0,0354                  | 0,0013  |
| 0,10 |        | 0,0006                 |                         |   |
| 0,15 |        | 0,0055                 |                         |   |
| 0,20 |        | 0,0154                 |                         |   |

| Parameter ketidakpastian  | satuan | nilai (x) | μ(x)   | μ(x)/(x) | (μ(x)/(x)) <sup>2</sup> |
|---------------------------|--------|-----------|--------|----------|-------------------------|
| Konsentrasi               | mg/L   | 0,0002    | 0,0009 | 5,1994   | 27,0341                 |
| Volume sampel             | mL     | 50        | 0,0558 | 0,0011   | 0,0000                  |
| Volume sulfanilamide      | mL     | 1         | 0,0067 | 0,0067   | 0,0000                  |
| Volume NED dihidroklorida | mL     | 1         | 0,0067 | 0,0067   | 0,0000                  |
| Presisi                   | %      | 34,44     | 0,3444 | 0,0100   | 0,0001                  |
| ∑(μ(x)/(x)) <sup>2</sup>  |        | 27,0343   |        |          |                         |
| μ gabungan                |        | 0,0009    |        |          |                         |
| μ diperluas               |        | 0,0019    |        |          |                         |

#### A. Ketidakpastian kalibrasi

Rumus ketidakpastian kalibrasi :

$$\mu_{kurva\ kalibrasi} = \frac{Sy/x}{Slope} \times \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{(y_{rata} - rata\ sampel - y_{rata} - rata\ standar)^2}{\sum(xi - x)^2}}$$

Keterangan :

m = jumlah pengulangan

n = jumlah data kalibrasi

$$\mu_{kurva\ kalibrasi} = \frac{0,0029}{3,4289} \times \sqrt{\frac{1}{1} + \frac{1}{7} + \frac{(0,0002\ mg/L - 0,0354)^2}{0,0354}}$$

$$\mu_{kurva\ kalibrasi} = 0,0009$$

#### B. Ketidakpastian Volume Sampel

Pipet ukur 50±0,02mL

##### a. Faktor kalibrasi

Menggunakan distribusi *rectangular*

$$\mu_{kalibrasi} = \frac{S}{\sqrt{3}}$$

$$\mu \text{ kalibrasi} = \frac{0,02}{\sqrt{3}}$$

$$\mu \text{ kalibrasi} = 0,0115 \text{ mL}$$

b. Faktor muai

$$\mu \text{ muai} = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{3}}$$

Keterangan :

V = volume alat ukur (pipet ukur)

$\Delta T$  = perbedaan temperature

$\beta$  = ketetapan (0.00021/°C)

$$\mu \text{ muai} = \frac{50 \text{ mL} \times \frac{0,00021}{^\circ\text{C}} \times (29 - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}}$$

$$\mu \text{ muai} = 0,0546 \text{ mL}$$

c. Ketidakpastian gabungan pipet ukur 50 mL

$$\mu \text{ gabungan} = \sqrt{(\mu \text{ faktor kalibrasi})^2 + (\mu \text{ faktor muai})^2}$$

$$\mu \text{ gabungan} = \sqrt{(0,0115 \text{ mL})^2 + (0,0546 \text{ mL})^2}$$

$$\mu \text{ gabungan} = 0,0558 \text{ mL}$$

C. Ketidakpastian Sulfanilamida

Pipet ukur  $1 \pm 0,006 \text{ mL}$

a. Faktor kalibrasi

Menggunakan distribusi *rectangular*

$$\mu \text{ kalibrasi} = \frac{S}{\sqrt{3}}$$

$$\mu \text{ kalibrasi} = \frac{0,006}{\sqrt{3}}$$

$$\mu \text{ kalibrasi} = 0,0035 \text{ mL}$$

b. Faktor muai

$$\mu \text{ muai} = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{3}}$$

Keterangan :

V = volume alat ukur (pipet ukur)

$\Delta T$  = perbedaan temperature

$\beta$  = ketetapan (0.00021/°C)

$$\mu \text{ muai} = \frac{1 \text{ mL} \times \frac{0,00021}{^\circ\text{C}} \times (29 - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}}$$

$$\mu \text{ muai} = 0,0011 \text{ mL}$$

c. Ketidakpastian gabungan pipet ukur 1 mL

$$\mu_{gabungan} = \sqrt{(\mu_{faktor\ kalibrasi})^2 + (\mu_{faktor\ muai})^2}$$

$$\mu_{gabungan} = \sqrt{(0,0035)^2 + (0,0011)^2}$$

$$\mu_{gabungan} = 0,0067\text{ mL}$$

D. Ketidakpastian NED dihidroklorida

Pipet ukur  $1 \pm 0,006\text{ mL}$

a. Faktor kalibrasi

Menggunakan distribusi *rectangular*

$$\mu_{kalibrasi} = \frac{S}{\sqrt{3}}$$

$$\mu_{kalibrasi} = \frac{0,006}{\sqrt{3}}$$

$$\mu_{kalibrasi} = 0,0035\text{ mL}$$

b. Faktor muai

$$\mu_{muai} = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{\sqrt{3}}$$

Keterangan :

V = volume alat ukur (pipet ukur)

$\Delta T$  = perbedaan temperature

$\beta$  = ketetapan ( $0,00021/^\circ\text{C}$ )

$$\mu_{muai} = \frac{1\text{ mL} \times \frac{0,00021}{^\circ\text{C}} \times (29 - 20^\circ\text{C})}{\sqrt{3}}$$

$$\mu_{muai} = 0,0011\text{ mL}$$

c. Ketidakpastian gabungan pipet ukur 1 mL

$$\mu_{gabungan} = \sqrt{(\mu_{faktor\ kalibrasi})^2 + (\mu_{faktor\ muai})^2}$$

$$\mu_{gabungan} = \sqrt{(0,0035)^2 + (0,0011)^2}$$

$$\mu_{gabungan} = 0,0067\text{ mL}$$

E. Ketidakpastian presisi

$$\mu_{presisi} = \frac{RSD(\%)}{100} = \frac{34,44}{100} = 0,3444$$

F. Ketidakpastian gabungan

$$\mu_{gabungan} = C \times \sqrt{\left(\frac{\mu C\ standar}{C\ standar}\right)^2 + \left(\frac{\mu V\ sampel}{V\ sampel}\right)^2 + \left(\frac{\mu V\ Sulfanilamida}{V\ Sulfanilamida}\right)^2 + \left(\frac{\mu V\ NED\ dihidroklorida}{V\ NED\ dihidroklorida}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{presisi}}{presisi}\right)^2}$$

$$\mu_{gabungan} = 0,0002 \times \sqrt{\left(\frac{0,0009}{0,0002}\right)^2 + \left(\frac{0,0558}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,0067}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,0067}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,3444}{34,44}\right)^2}$$

$$\mu_{gabungan} = 0,0009$$



G. Ketidakpastian diperluas

$$\mu_{diperluas} = \mu_{gabungan} \times K$$

keterangan :

$$K = 2$$

$$\mu_{diperluas} = 0,0009 \times 2$$

$$\mu_{diperluas} = 0.0019$$



## Lampiran 4. Sertifikat Kalibrasi Termometer

|   |   |  |   |   |  |
|---|---|--|---|---|--|
|    |   | <b>BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI</b><br><b>BALAI BESAR KULIT, KARET DAN PLASTIK</b><br><small>Jalan Sekeloaan II No.9 Telp. (0274) 512929, 563939, Fax. (0274) 563655<br/>         YOGYAKARTA - 55166</small> |   |  |  |
| <b>SERTIFIKAT KALIBRASI</b><br><i>Calibration Certificate</i>   |   |  |   | Nomor : 528/LABKAL/XII/2020<br>Number   |  |
| <b>ALAT</b><br><i>Equipment</i>   |   |  |   |   |  |
| 1. <u>Nama</u><br>Name  | : Termometer Gelas  | 5. <u>Kapasitas/Ress</u><br>Capacity/Ress  | : (-10 - 110) °C / 0,5 °C               |   |  |
| 2. <u>Tipe/Model</u><br>Type/Model  | : Total Immersion   | 6. <u>Nomor Seri</u><br>Serial Number  | : -                                     |   |  |
| 3. <u>Merk/Buatan</u><br>Manufacturer   | : Alla France   | 7. <u>Ukuran Dalam</u><br>Internal Dimension   | : -                                     |   |  |
| 4. <u>Pengontrol Suhu</u><br>Temperature Control  | : -   |  |   |   |  |
| <b>PEMILIK</b><br><i>Owner</i>  |   |  |   |   |  |
| 1. <u>Nama</u><br>Name  | : Pusat Pengelolaan Ekoregion Jawa, Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan RI |  |   |   |  |
| 2. <u>Alamat</u><br>Address   | : Jl. Ring Road Barat 100 Nogotirto Sleman Yogyakarta                             |  |   |   |  |
| <b>STANDAR</b><br><i>Standard</i>   |   |  |   |   |  |
| 1. <u>Nama</u><br>Name  | : Termometer Gelas 'Kessler - 480774'   |  |   |   |  |
| 2. <u>Keterelusuran</u><br>Traceability   | : SI melalui LK-032-IDN   |  |   |   |  |
| <u>TANGGAL TERIMA</u><br>Date of acceptance   | : 01 Desember 2020  | <u>TANGGAL KALIBRASI</u><br>Date of calibration  | : 23 Desember 2020 s/d 28 Desember 2020 |   |  |
| <u>KONDISI LINGKUNGAN PENGUJIAN</u><br>Environment condition of testing   | : 26,0 ± 1,5°C 52 ± 8% RH   |  |   |   |  |
| <u>LOKASI KALIBRASI</u><br>Location of calibration  | : Laboratorium Kalibrasi BBKPP  |  |   |   |  |
| <u>METODE KALIBRASI</u><br>Method of calibration  | : ASTM E 77 - 2014  |  |   |   |  |
| <u>HASIL KALIBRASI DAN KETIDAKPASTIAN KALIBRASI</u><br>Result of calibration and uncertainty of calibration   | : (Tertampir)<br>(Attached)   |  |   |   |  |
| <u>DITERBITKAN TANGGAL</u><br>Published on  | : 30 Desember 2020  |  |   |   |  |
| <br>Kepala Bidang Pengujian Sertifikasi dan Kalibrasi<br>Head of Testing, Certification, and Calibration Division<br><b>Eryansyah Ella</b><br>NIP. 197609172003121004   |   |  |   |   |  |
| Keterangan : 1. Laboratorium ini diakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN) No. LK-085-IDN.<br>2. Dilarang memproduksi sertifikat ini tanpa ijin tertulis dan BBKPP kecuali memproduksi secara keseluruhan.<br>3. Hasil kalibrasi ini tidak untuk diumumkan dan hanya berlaku untuk alat yang bersangkutan. |   |  |   |   |  |
| F-KAL-06  | Rev. 2/0  | Halaman 1 dari 2   |   |   |  |

**LAMPIRAN SERTIFIKAT KALIBRASI**

*Attachment of Calibration Certificate*

Nomor Sertifikat 528/Labkal/XII/2020

Nama Alat : Termometer Gelas  
Merk / Bahan : Alla France  
Tipe / model : Total Immersion  
Tempat Kalibrasi : Laboratorium Kalibrasi BBKPP  
Tanggal Kalibrasi : 23-28 Desember 2020  
Suhu Ruangan : ( 26,0 ± 1,5 ) °C  
Kelembaban : ( 52 ± 8 ) % RH

**HASIL KALIBRASI**

| No | Penunjukan Alat<br>(°C) | Penunjukan Standar<br>(°C) | Koreksi<br>(°C) |
|----|-------------------------|----------------------------|-----------------|
| 1  | 1,0                     | 0,4                        | -0,6            |
| 2  | 20,0                    | 20,2                       | 0,2             |
| 3  | 40,0                    | 40,0                       | 0,0             |
| 4  | 60,0                    | 60,0                       | 0,0             |
| 5  | 80,0                    | 80,7                       | 0,7             |
| 6  | 100,0                   | 100,6                      | 0,6             |

Ketidakpastian pengukuran dinyatakan pada tingkat kepercayaan 95% (U95) = 0,6 °C, dengan faktor cakupan (k) = 2,0  
Alat tersebut dikalibrasi dengan standar Termometer Gelas "KESSLER - 480774" tertelusur ke SI melalui LK-032-IDN  
Metode kalibrasi : ASTM E 77 - 2014

Petugas Kalibrasi,



Eko Waluyo Jati



Menyetujui,  
Kepala Seksi Kalibrasi



Wahyu Pradana A.

## Lampiran 5. Sertifikat Kalibrasi pH Meter

|  |   |  |                            |   |                                       |
|--|---|--|----------------------------|---|---------------------------------------|
|   |   | <b>BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI</b><br><b>BALAI BESAR KULIT, KARET DAN PLASTIK</b><br><small>Jalan Sekeloa II No.9 Telp. (0274) 512929, 563939, Fax. (0274) 563655<br/>         YOGYAKARTA - 55166</small> |                            |  |                                       |
| <b>SERTIFIKAT KALIBRASI</b>  |   |  |                            |   |                                       |
| <i>Calibration Certificate</i>   |   |  |                            |   |                                       |
|  |   |  |                            |   | Nomor : 219/LABKAL/VII/2020<br>Number |
| <b>ALAT</b>  |   |  |                            |   |                                       |
| <i>Equipment</i>   |   |  |                            |   |                                       |
| 1. <b>Nama</b>   | : pH Meter  | 5. <b>Kapasitas/Ress</b>   | : 0-14 pH / 0,01 pH        |   |                                       |
|  | <i>Name</i>   |  | <i>Capacity/Ress</i>       |   |                                       |
| 2. <b>Tipe/Model</b>   | : SevenEasy   | 6. <b>Nomor Seri</b>   | : -                        |   |                                       |
|  | <i>Type/Model</i>   |  | <i>Serial Number</i>       |   |                                       |
| 3. <b>Merk/Buatan</b>  | : Mettler Toledo  | 7. <b>Ukuran Dalam</b>   | : -                        |   |                                       |
|  | <i>Manufacturer</i>   |  | <i>Internal Dimension</i>  |   |                                       |
| 4. <b>Pengontrol Suhu</b>  | : -   |  |                            |   |                                       |
|  | <i>Temperature Control</i>                                  |  |                            |   |                                       |
| <b>PEMILIK</b>   |   |  |                            |   |                                       |
| <i>Owner</i>   |   |  |                            |   |                                       |
| 1. <b>Nama</b>   | : Pusat Pengendalian Pembangunan Ekoregion Jawa             |  |                            |   |                                       |
|  | <i>Name</i>   |  |                            |   |                                       |
| 2. <b>Alamat</b>   | : Jl. Ring Road Barat No. 100 Nogotirto, Sleman 55292       |  |                            |   |                                       |
|  | <i>Address</i>  |  |                            |   |                                       |
| <b>STANDAR</b>   |   |  |                            |   |                                       |
| <i>Standard</i>  |   |  |                            |   |                                       |
| 1. <b>Nama</b>   | : Buffer Standar  |  |                            |   |                                       |
|  | <i>Name</i>   |  |                            |   |                                       |
| 2. <b>Keterelusuran</b>  | : SI melalui Merck  |  |                            |   |                                       |
|  | <i>Traceability</i>   |  |                            |   |                                       |
| <b>TANGGAL TERIMA</b>  | : 22 Juli 2020  | <b>TANGGAL KALIBRASI</b>   | : 30 Juli 2020             |   |                                       |
|  | <i>Date of acceptance</i>                                   |  | <i>Date of calibration</i> |   |                                       |
| <b>KONDISI LINGKUNGAN PENGUJIAN</b>  | : 20,6 ± 0,6°C 43 ± 3% RH                                   |  |                            |   |                                       |
|  | <i>Environment condition of testing</i>                     |  |                            |   |                                       |
| <b>LOKASI KALIBRASI</b>  | : Laboratorium Kalibrasi BBKPP                              |  |                            |   |                                       |
|  | <i>Location of calibration</i>                              |  |                            |   |                                       |
| <b>METODE KALIBRASI</b>  | : ASTM E70-07 (2015)  |  |                            |   |                                       |
|  | <i>Method of calibration</i>                                |  |                            |   |                                       |
| <b>HASIL KALIBRASI DAN KETIDAKPASTIAN KALIBRASI</b>  | : (Tertampir)   |  |                            |   |                                       |
|  | <i>Result of calibration and uncertainty of calibration</i> |  |                            |   |                                       |
|  | (Attached)  |  |                            |   |                                       |
| <b>DITERBITKAN TANGGAL</b>   | : 18 Agustus 2020   |  |                            |   |                                       |
|  | <i>Published on</i>   |  |                            |   |                                       |
| <br>Kepala Bidang Penjaminan, Sertifikasi dan Kalibrasi<br>Head of Testing, Certification, and Calibration Division<br>E.lla<br>NIP. 198006 2003121004   |   |  |                            |   |                                       |
| Keterangan : 1. Laboratorium ini diakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN) No. LK-085-IDN.<br>2. Dilarang memproduksi sertifikat ini tanpa ijin tertulis dari BBKPP kecuali memproduksi secara keseluruhan.<br>3. Hasil kalibrasi ini tidak untuk diumumkan dan hanya berlaku untuk alat yang bersangkutan. |   |  |                            |   |                                       |
| F-KAL-06   | Rev. 20   | Halaman 1 dari 2   |                            |   |                                       |

**LAMPIRAN SERTIFIKAT KALIBRASI**

*Attachment of Calibration Certificate*

Nomor Sertifikat 219/Labkal/VII/2020

Nama Alat : pH Meter  
Merk / Buatan : Mettler Toledo  
Tipe / model : SevenEasy  
Tempat Kalibrasi : Laboratorium Kalibrasi BBKPP  
Tanggal Kalibrasi : 30 Juli 2020  
Suhu Ruang : ( 20,6 ± 0,6 ) °C  
Kelembaban : ( 43 ± 3 ) % RH

**HASIL KALIBRASI**

| No | pH Standar (pH) | Rata-rata Penunjukan Alat (pH) | Koreksi (pH) |
|----|-----------------|--------------------------------|--------------|
| 1. | 4,002           | 4,000                          | 0,002        |
| 2. | 6,996           | 6,954                          | 0,042        |
| 3. | 10,008          | 10,050                         | -0,042       |

pH Meter menggunakan probe pH merk Mettler Toledo tipe InLab Expert Pro-ISM No. 30014096  
Ketidakpastian pengukuran dinyatakan pada tingkat kepercayaan 95% (U95) = 0,032 pH, dengan faktor cakupan (k) = 2,0  
Alat tersebut dikalibrasi dengan Buffer Standar tertelusur ke SI melalui Merck  
Metode kalibrasi : ASTM E70 - 07 (2015)

Petugas Kalibrasi,



Wahyu Pradana A.




Menyetujui,

Penyelia Kalibrasi



Eko Waluyo Jati

Lampiran 4. Sertifikat CRM pH



**ERA**  
A Waters Company

Certified Reference Material

**• Certificate of Analysis •**

---

**Product:** WatR™ Pollution pH  
**Catalog Number:** 977  
**Lot No.:** P295-977  
**Certificate Issue Date:** October 30, 2019  
**Expiration Date:** December 14, 2022  
**Revision Number:** Original

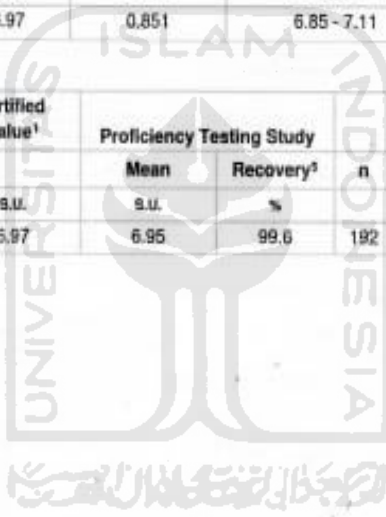
Product use instructions are included as part of the certification packet and are prepared separately from this Certificate of Analysis. Please reference the product use instructions for catalog #977 revision 090119.

**CERTIFICATION**

| Parameter | Certified Value <sup>1</sup> | Uncertainty <sup>2</sup> | QC Performance Acceptance Limits <sup>3</sup> | PT Performance Acceptance Limits <sup>4</sup> |
|-----------|------------------------------|--------------------------|---|---|
|           | S.U.                         | %                        | S.U.  | S.U.  |
| pH        | 6.97                         | 0.851                    | 6.85 - 7.11                                   | 6.77 - 7.17                                   |

**ANALYTICAL VERIFICATION**

| Parameter | Certified Value <sup>1</sup> | Proficiency Testing Study |                       |     | NIST Traceability       |          |
|-----------|------------------------------|---------------------------|-----------------------|-----|-------------------------|----------|
|           |                              | Mean                      | Recovery <sup>2</sup> | n   | SRM Number <sup>4</sup> | Recovery |
|           | S.U.                         | S.U.                      | %                     |     |                         | %        |
| pH        | 6.97                         | 6.95                      | 99.6                  | 192 | 185i                    | 99.9     |



---

Page 1 of 2 Lot: P295-977

16341 Table Mountain Pkwy • Golden, CO 80403 • T: 800.372.0122 • 303.431.8454 • [www.eraqc.com](http://www.eraqc.com)

Certified Reference Material

• Certificate of Analysis •

1. The **Certified Value** is determined by ERA analytical characterization using electrometry. The certified value reflects a reference temperature of 25.0°C. The certified value is monitored and purchasers will be notified of any significant changes resulting in recertification or withdrawal of this certified reference material during the period of validity of this certificate.

2. The **Uncertainty** represents an expanded uncertainty and approximates a 95% confidence interval. The uncertainty is based on the characterization, homogeneity and stability characteristics of the product, multiplied by a coverage factor ( $k=2$ ). The uncertainty applies to the product as supplied and does not take into account any required or optional dilution and/or preparations the laboratory may perform while using this product. The formula used to calculate the expanded uncertainty is:

$$U_{expanded} = k \cdot \text{SQRT}[(U_{char})^2 + (U_{homogen})^2 + (U_{LTS})^2 + (U_{STS})^2 + (U_{RSS})^2]$$

Where:

$U_{expanded}$  = Expanded uncertainty.

$k$  = Coverage factor.

$U_{char}$  = Combined standard uncertainty of the manufacturing and/or analytical verification assessment.

$U_{homogen}$  = Standard uncertainty of the homogeneity assessment.

$U_{LTS}$  = Standard uncertainty associated with long-term stability.

$U_{STS}$  = Standard uncertainty associated with short-term (transport) stability.

$U_{RSS}$  = Standard uncertainty associated with repeated sampling of the product (where permitted by product use instructions).

3. The **QC Performance Acceptance Limits (QC PALs™)** are based on actual historical data collected in ERA's Proficiency Testing program. The QC PALs™ reflect any inherent biases in the methods used to establish the limits and closely approximate a 95% confidence interval of the performance that experienced laboratories should achieve using accepted environmental methods. Use the QC PALs™ to realistically evaluate your performance against your peers.

4. The **PT Performance Acceptance Limits (PT PALs™)** are calculated using the regression equations and fixed acceptance criteria specified in the NELAP proficiency testing requirements. Use the PT PALs™ when analyzing this certified reference material alongside USEPA and NELAP compliant PT study materials. Please note that many PT study acceptance limits are concentration dependent (some non-linearly) and therefore, the acceptance limits of this certified reference material and any PT study material may differ relative to their difference in concentrations.

5. The **PT Performance Data** include the mean value, percent recovery and number of data points reported by laboratories in our Proficiency Testing study compared to the Certified Values. In the event this kit was not used in a proficiency testing scheme, the data displayed was generated internally by ERA.

6. Where NIST Standard Reference Materials (SRMs) are available, each analyte has been analytically traced to the NIST SRM listed. **Analytical Traceability Recovery (%) = [(% recovery ERA certified reference material) / (% recovery NIST SRM)] \* 100**. The traceability data shown were compiled by analyzing this ERA certified reference material and/or its associated stock solution(s) against the applicable NIST SRMs.

7. **Metrological Traceability.** This certified reference material is metrologically traceable to NIST mass reference materials through an unbroken chain of comparisons.

8. For additional information on this product such as intended use, storage information, instructions for use, minimum sample size, and safety information, please refer to the Product Use Instructions provided.

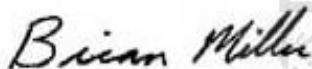
**If you have any questions or need technical assistance, please call ERA technical assistance at 1-800-372-0122 or send an email to [info@eraqc.com](mailto:info@eraqc.com).**

Certifying Officer


Brian Miller

Quality Officer

Matthew Seebeck



Lampiran 8. Sertifikat CRM Nitrit (NO<sub>2</sub>-N)



**ERA**  
A Waters Company

**Reference Materials**

**▪ Certificate of Analysis ▪**

---

Product: WatR™ Pollution Nitrite  
 Catalog Number: 770  
 Lot No. P297-770  
 Certificate Issue Date: June 28, 2019  
 Expiration Date: January 31, 2023  
 Revision Number: Original

**CERTIFICATION**

| Parameter    | Certified Value <sup>1</sup> | Uncertainty <sup>2</sup> | QC Performance Acceptance Limits <sup>3</sup> | PT Performance Acceptance Limits <sup>4</sup> |
|--------------|------------------------------|--------------------------|---|---|
|              | mg/L                         | %                        | mg/L  | mg/L  |
| Nitrite as N | 2.90                         | 2.68                     | 2.58 - 3.22                                   | 2.50 - 3.30                                   |

**ANALYTICAL VERIFICATION**

| Parameter    | Certified Value <sup>1</sup> | Proficiency Testing Study |                       |    | NIST Traceability |          |
|--------------|------------------------------|---------------------------|-----------------------|----|-------------------|----------|
|              |                              | Mean                      | Recovery <sup>3</sup> | n  | SRM Number        | Recovery |
|              | mg/L                         | mg/L                      | %                     |    |                   | %        |
| Nitrite as N | 2.90                         | 2.91                      | 100                   | 45 | -                 | -        |



Reference Materials

• Certificate of Analysis •

1. The **Certified Values** are the actual "measured" concentrations confirmed by ERA analytical verification. The certified values are monitored and purchasers will be notified of any significant changes resulting in re-certification or withdrawal of this certified reference material during the period of validity of this certificate.
2. The **Uncertainty** is the total propagated uncertainty at the 95% confidence interval. The uncertainty is based on the preparation and internal analytical verification of the product by ERA, multiplied by a coverage factor. The uncertainty applies to the product as supplied and does not take into account any required or optional dilution and/or preparations the laboratory may perform while using this product.
3. The **QC Performance Acceptance Limits (QC PALs™)** are based on actual historical data collected in ERA's Proficiency Testing program. The QC PALs™ reflect any inherent biases in the methods used to establish the limits and closely approximate a 95% confidence interval of the performance that experienced laboratories should achieve using accepted environmental methods. Use the QC PALs™ to realistically evaluate your performance against your peers.
4. The **PT Performance Acceptance Limits (PT PALs™)** are calculated using the regression equations and fixed acceptance criteria specified in the NELAP proficiency testing requirements. Use the PT PALs™ when analyzing the QC standard alongside USEPA and NELAP compliant PT standards. Please note that many PT study acceptance limits are concentration dependent (some non-linearly) and, therefore, the acceptance limits of the QC standard and any PT standard may differ relative to their difference in concentrations.
5. The **PT Data/Traceability** data include the mean value, percent recovery and number of data points reported by the laboratories in our Proficiency Testing study compared to the Certified Values. In addition, where NIST Standard Reference Materials (SRMs) are available, each analyte has been analytically traced to the NIST SRM listed. This product is traceable to the lot numbers of its starting materials. All gravimetric and volumetric measurements related to its manufacture are traceable to NIST through an unbroken chain of comparisons. Traceability Recovery (%) = (% recovery certified standard)/(% recovery NIST SRM) \* 100. The traceability data shown were compiled by analyzing the ERA standards or their associated stock solutions against the applicable NIST SRMs.
6. For additional information on this product such as intended use, instructions for use, level of homogeneity, and safety information, please refer to the provided Instruction Sheet.

**If you have any questions or need technical assistance, please call ERA technical assistance at 1-800-372-0122 or send an email to [info@eraqc.com](mailto:info@eraqc.com).**

**Certifying Officer**  
Brian Miller

**Quality Officer**  
Patrick Larson

