

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR KALIUM DALAM
SAMPEL POHON JATI MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM DI BALAI
PENGKAJIAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP)
YOGYAKARTA**

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



Disusun Oleh :

**Wanda Mulyana
NIM : 18231038**

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

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR KALIUM DALAM
SAMPEL POHON JATI MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM DI BALAI
PENGKAJIAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP)
YOGYAKARTA**

**VALIDATION OF DETERMINATION METHOD OF
POTASSIUM LEVELS IN TEAK TREE SAMPLES USING
ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER AT BALAI
PENGKAJIAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP)
YOGYAKARTA**



Disusun Oleh :

**Wanda Mulyana
NIM : 18231038**

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

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE PENENTUAN KALIUM DALAM SAMPEL POHON JATI MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM DI BALAI PENGAKAJIAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP) YOGYAKARTA

Dipersiapkan dan disusun oleh :

Wanda Mulyana
NIM : 18231038

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Program Studi DIII Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 1 Juli 2021

Menyetujui,

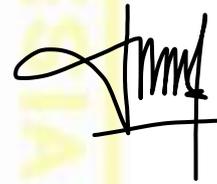
Ketua Program Studi



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

NIK : 132311102

Pembimbing



Kuntari, S.Si., M.Sc.

NIK : 162310401

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE PENENTUAN KALIUM DALAM SAMPEL POHON JATI MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM DI BALAI PENGAKAJIAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP) YOGYAKARTA

Dipersiapkan dan disusun oleh :

Wanda Mulyana
NIM : 18231038

Telah dipertahankan didepan Tim Penguji pada tanggal

Susunan Tim Penguji

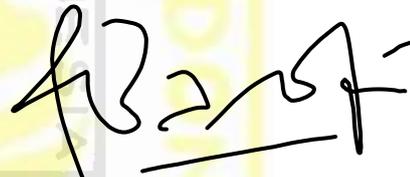
Pembimbing/Penguji



Kuntari, S.Si., M.Sc.

NIK: 162310401

Penguji 1



Reni Banowati, S.Si., M.Sc.

NIK: 052316002

Penguji 2



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

NIK: 052316003

Mengetahui,

Dekan Fakultas MIPA UII



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

NIK. 006120101

HALAMAN PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelas lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 1 Juli 2021
Penulis,



Wanda Mulyana



HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil'alamin puji dan syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, taburan kasih sayang-Mu telah memberi kekuatan. Terima kasih atas karunia yang Kau berikan, akhirnya penulisan tugas akhir ini dapat terselesaikan tepat waktunya. Sholawat serta salam selalu terlimpahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW yang telah membawa dari jaman kegelapan ke jaman yang terang benderang seperti sekarang ini. Saya persembahkan karya ini kepada semua orang yang sayangi dan cintai:

Bapak Mulyono dan Ibu Partinah selaku orang tua saya, sebagai tanda bakti, hormat dan rasa terima kasih yang tiada terhingga, saya persembahkan karya ini untuk bapak dan ibu yang telah memberikan kasih dan sayang, dukungan, serta cinta kasih yang diberikan yang tak terhingga yang tidak mungkin terbalas dengan selembar kata cinta dan persembahan ini. Semoga ini menjadi langkah awal untuk membuat bapak dan ibu Bahagia. Aamiin.

Teruntuk dosen Analisis Kimia, Staff dan Almamater yang saya sayangi dan Banggakan. Terimakasih banyak atas ilmu dan pengalaman yang telah diberikan, baik ilmu maupun nasihat. Ilmu yang akan berguna untuk didunia dan InsyaAllah di akhirat nanti. Terimakasih telah menuntun dalam meraih cita-cita sehingga saya menjadi orang yang berilmu dan mempunyai pandangan luas untuk menuju langkah selanjutnya. Pengalaman yang saya dapatkan di masa perjuangan 3 tahun ini tidak akan pernah terlupakan.

Teruntuk teman-teman seperjuangan, terimakasih telah memberi banyak warna selama 3 tahun ini selama kuliah di D3 Analisis Kimia UII. Suka, duka, canda, tawa, sedih dan tangis telah kita lewati bersama-sama, tetap semangat teman-temanku karena perjuangan masih panjang, semoga Allah SWT selalu mempermudah jalan kita. Aamiin.

Teruntuk teman-teman PKL, terimakasih Soraya dan Sherlyn, teman seperjuangan dari SMK 2 Depok Yogyakarta dan IPB, dan juga analis laboratorium Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta yang telah memberi pelajaran dan ilmu yang belum saya ketahui sebelumnya. Terimakasih telah membantu saya dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan laporan ini.

Teruntuk sahabatku, terimakasih untuk Eilien, Elsa, Nafiska, Sari dan mbak Hening yang sudah menjadi sahabat yang tidak pernah berhenti mendorong untuk selalu bersemangat, yang selalu menjadi tempat saya mengadu segala hal yang saya lewati selama ini. Sukses untuk kalian semua semoga Allah SWT memudahkan jalan kedepannya. Aamiin.



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Alhamdulillah, puji saya haturkam kehadiran Allah SWT atas segala Rahmat dan Karunia-Nya yang telah diberikan sehingga dengan ijin-Nya penulisan Laporan Tugas Akhir yang berjudul “Validasi Metode Penentuan Kalium dalam Sampel Pohon Jati Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom di Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta” dapat diselesaikan dengan tepat waktu. Sholawat serta salam tak lupa tucurahkan kepada Nabi yang terkahir, yakni Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing umatnya dengan suri tauladan dan akhlakul kharimah.

Laporan Tugas Akhir ini merupakan salah satu syarat agar memperoleh derajat Ahli Madya D III Analisis Kimia (A.Md.Si) Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta. Laporan ini dapat digunakan untuk mengaplikasikan validasi metode analisis kimia dengan baik dan benar sesuai dengan parameter unsur kalium dalam sampel tanaman. Selama proses penyusunan laporan ini penulis telah mendapatkan bantuan dan bimbingan serta pengarahan dari berbagai pihak. Penulis mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah mendukung dan membantu dalam penyusunan laporan ini, antara lain :

1. Bapak Prof Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si., selaku ketua Program Studi D III Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia.
3. Ibu Kuntari, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan yang telah memberikan banyak perhatian, bimbingan, saran dan nasihat.
4. Bapak Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik
5. Bapak Widada, A.Md., selaku Deputi Manager Teknis Laboratorium Tanah Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta serta selaku Pembimbing Instansi Praktik Kerja Lapangan.
6. Bapak/Ibu Sri Widodo, Ardian Trihastuti A.Md., A.K., Niken Pawesti, A.Md., Gunawan Ari K, A.Md., selaku pembimbing instansi Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta.

Penyusun menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna, oleh karena itu penyusun mengharapkan bimbingan, krikritir serta saran yang membangun demi terciptanya laporan yang lebih baik untuk kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penyusun maupun semua pihak yang terkait.

Wassalamu'alaikum warahmatullahi wabarakhatuh

Yogyakarta, 14 April 2021

Penulis



Wanda Mulyana



DAFTAR ISI

LAPORAN TUGAS AKHIR	i
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
INTISARI	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	3
BAB II TUJUAN PUSTAKA	4
2.1 Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP)	4
2.1.1 Profil instansi	4
2.1.2 Visi dan misi BPTP Yogyakarta	5
2.1.3 Bidang usaha BPTP	5
2.1.4 Tugas dan fungsi BPTP	6
2.2 Tanaman	6
2.3 Unsur Hara Kalium (K)	8
2.4 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	9
2.4.1 Pengukuran serapan atom pada SSA	10
2.4.2 Instrumen SSA	10
2.4.3 Kelebihan dan kekurangan SSA	14
2.5 Destruksi Basah	15
2.6 Pengecekan Antara Timbangan	15
2.7 Kadar Air	16
2.8 Validasi Metode	16
2.8.1 Linieritas	17
2.8.2 Presisi	18
2.8.3 <i>Limit of Detection</i> (LOD).....	19

2.8.4	<i>Limit of Quantification</i> (LOQ)	20
2.8.5	Akurasi	21
2.8.6	Estimasi ketidakpastian pengukuran	22
BAB III METODE		24
3.1	Alat	24
3.2	Bahan	24
3.3	Prosedur Kerja	24
3.3.1	Pembuatan larutan standar kalium 100 mg/L	24
3.3.2	Pembuatan deret standar kalium	24
3.3.3	Pengecekan antara	25
3.3.3.1	Pengecekan antara anak timbangan 1 gram	25
3.3.3.2	Pengecekan antara anak timbangan 200 mg	25
3.3.4	Penentuan kadar air	25
3.3.5	Preparasi sampel	25
3.3.6	Validasi metode	26
3.3.6.1	Penentuan linieritas	26
3.3.6.2	Penentuan presisi	26
3.3.6.3	Penentuan LOD dan LOQ	27
3.3.6.4	Penentuan akurasi	27
3.3.6.5	Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran	28
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		35
4.1	Hasil Uji Pengecekan Antara Timbangan	35
4.2	Hasil Penentuan Kadar Air	37
4.3	Hasil Penentuan Kadar Kalium (K) dalam Sampel Tanaman	38
4.4	Validasi Metode	42
4.4.1	Hasil penentuan linieritas	42
4.4.2	Hasil penentuan presisi	43
4.4.3	Hasil penentuan <i>Limit of Detection</i> (LOD)	44
4.4.4	Hasil penentuan <i>Limit of Quantification</i> (LOQ)	46
4.4.5	Hasil penentuan akurasi	46
4.4.6	Hasil penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran	47
BAB V KESIMPULAN		50
5.1	Kesimpulan	50
5.2	Saran	51
DAFTAR PUSTAKA		52
LAMPIRAN		55

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Prinsip Kerja Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	11
Gambar 2.2 Instrumen Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	11
Gambar 4.1 Kurva Hasil Pengecekan Antara Timbangan dengan berat 0,2 gram	36
Gambar 4.2 Kurva Hasil Pengecekan Antara Timbangan dengan berat 1 gram ..	37
Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Larutan Deret Standar Kalium (K)	41
Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan	48



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Persyaratan % <i>Recovery</i>	22
Tabel 4.1 Hasil Pengecekan Antara Timbangan dengan Berat 0,2 gram	36
Tabel 4.2 Hasil Pengecekan Antara Timbangan dengan Berat 1 gram	36
Tabel 4.3 Hasil Penentuan Kadar Air	38
Tabel 4.4 Absorbansi Larutan Deret Standar Kalium (K)	40
Tabel 4.5 Hasil Kadar Kalium (K) dalam Sampel Tanaman	41
Tabel 4.6 Hasil Penentuan Presisi	43
Tabel 4.7 Hasil Penentuan <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantification</i> (LOQ) Intrumen	45
Tabel 4.8 Hasil Penentuan <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantification</i> (LOQ) Metode	45
Tabel 4.9 Hasil Penentuan Akurasi	47
Tabel 4.10 Hasil Estimasi Ketidakpastian Pengukuran	48



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Penentuan Kadar Air	55
Lampiran 2. Penentuan Kadar Kalium (K) dalam Sampel Tanaman	58
Lampiran 3. Penentuan Linieritas	59
Lampiran 4. Penentuan Presisi	60
Lampiran 5. Penentuan <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantification</i> (LOQ)	62
Lampiran 6. Penentuan Akurasi	64
Lampiran 7. Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran	67
Lampiran 8. Data Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	74



**VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR KALIUM DALAM
SAMPEL POHON JATI MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM DI BALAI
PENGAKAJIAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP)
YOGYAKARTA**

Wanda Mulyana

Program Studi DIII Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
E-mail: 18231038@students.uui.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan validasi metode penentuan kadar kalium dalam sampel pohon jati yang dilakukan menggunakan spektrofotometer serapan atom di Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini yaitu tanaman pohon jati (bubuk) sebanyak 0,5 gram. Metode analisis yang digunakan yaitu destruksi basah, bahan yang digunakan yaitu asam nitrat (HNO_3) 65% dan asam perklorat (HClO_4) 60%. Hasil ekstrak yang diperoleh diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang (λ) 766,9 nm. Parameter validasi yang digunakan antara lain yaitu linieritas, presisi, *Limit of Detection* (LOD), *Limit of Quantification* (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran. Berdasarkan hasil yang diperoleh kadar kalium dengan pengulangan sebanyak 7 kali sebesar 0,70%; koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9849; koefisien korelasi (r) sebesar 0,9924; LOD sebesar 0,0045 mg/L dan 2,5814 mg/L; LOQ sebesar 0,0149 mg/L dan 8,6048 mg/L; %RSD sebesar 0,93% dengan $2/3 \text{ CV Horwitz}$ 629 (%RSD < $2/3 \text{ CV Horwitz}$); %Recovery sebesar 88,30% dan estimasi ketidakpastian pengukuran yang diperoleh sebesar $0,70 \pm 0,14\%$. Berdasarkan hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa analisis penetapan kadar kalium dalam sampel tanaman menggunakan spektrofotometer serapan atom dapat dikatakan kurang valid.

Kata kunci : Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), destruksi basah, kadar kalium, parameter validasi.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tanaman adalah suatu makhluk hidup yang memiliki ciri-ciri yaitu bertumbuh dan berkembang. Tanaman biasanya akan melakukan pertumbuhan dan perkembangan dengan cara yang berbeda-beda. Pertumbuhan yaitu bertambah besarnya suatu sel yang akan menyebabkan bertambah besar pula jaringan, organ yang ada dalam tanaman dan akhirnya menjadi keseluruhan makhluk hidup. Pertumbuhan juga merupakan penambahan atau perkembangan elemen-elemen yaitu antara lain tinggi pohon dan diameter batang pohon sampai dengan waktu tertentu (Ruchaemi, 2013).

Berbagai macam tanaman salah satunya yaitu tanaman pohon jati. Jati (*Rectona grandis Linn.f.*) adalah jenis tanaman yang sangat populer sebagai bahan baku untuk industri per kayu karena memiliki kualitas dan nilai jual yang sangat tinggi. Kekuatan dan keindahan seratnya merupakan faktor yang menjadikan kayu jati sebagai pilihan utama (Sukmadjaja dan Mariska, 2003). Pohon jati adalah salah satu jenis kayu tropis yang sangat berperan penting dalam perpasaran kayu internasional. Pohon jati memiliki kelebihan dan merupakan jenis kayu yang sangat bernilai untuk tanaman (Bermejo *et all*, 2004).

Tanaman membutuhkan unsur hara, unsur hara atau disebut juga dengan nutrisi dalam tanaman yaitu unsur-unsur (elemen) yang dibutuhkan tanaman untuk melangsungkan proses fisiologis agar tanaman tersebut dapat hidup dengan baik (Rai dan Wayan, 2010). Unsur hara dalam suatu tanaman digolongkan menjadi unsur makro, sekunder dan mikro. Unsur hara makro meliputi nitrogen (N), pospor (P), kalium (K), karbon (C), hydrogen (H) dan oksigen (O). Sedang unsur hara sekunder meliputi kalsium (Ca), magnesium (Mg), dan sulfur (S) dan unsur hara mikro antara lain besi (Fe), mangan (Mn), seng (Zn), tembaga (Cu) , boran (B), molibdenium (Mo) dan chlor (Cl) (Mukhlist, 2017).

Uji unsur hara K (kalium) yang memegang peran relatif cukup banyak dan penting pada pertumbuhan dan perkembangan tanaman. Uji unsur hara ini dapat dilakukan dengan banyak metode yang terus berkembang. Salah satunya pengujian unsur kalium ini dilakukan dengan metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

Sampel yang digunakan dalam analisis unsur hara kalium ini berbentuk larutan. Prinsip dari analisis dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) yaitu didasarkan pada proses penyerapan energi yang dilakukan oleh atom-atom yang berada pada tingkat tenaga dasar (*ground state*). Penyerapan energi yang dilakukan oleh atom-atom tersebut akan mengakibatkan terjadinya eksitasi elektron pada kulit atom ke tingkat tenaga yang lebih tinggi (*excited state*). Akibat dari proses penyerapan radiasi elektron yang dilakukan dari atom-atom bebas tersebut, maka terjadinya eksitasi ini tidak stabil dan akan menyebabkan kembali ke keadaan seperti semula disertai dengan memancarkan energi radiasi dengan panjang gelombang tertentu dan karakteristik untuk setiap unsur (Widyatama, 2014).

Metode analisis yang digunakan penting dilakukannya proses validasi, metode ini dilakukan pada laboratorium BPTP Yogyakarta karena merupakan analisis rutin yang dilakukan setiap satu tahun sekali untuk mencegah terjadinya hasil analisis yang menyimpang dari kadar yang telah ditetapkan. Validasi metode bertujuan untuk menjamin suatu metode uji yang dihasilkan akurat, spesifik, *reproducible*, dan tahan pada kisaran analit yang akan dilakukan analisis (Yustiasari, 2010). Parameter yang divaliasi yang diuji meliputi linieritas, presisi, *Limit of Detection* (LOD), *Limit of Quantification* (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang permasalahan yang ada, maka diperoleh beberapa rumusan masalah antara lain :

1. Berapa kadar kalium yang terdapat dalam sampel tanaman pohon jati?
2. Bagaimana hasil validasi metode penentuan kadar kalium yang terdapat dalam sampel tanaman pohon jati dengan parameter linieritas, presisi, *Limit of Detection* (LOD), *Limit of Quantification* (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran yang dilakukan menggunakan instrument Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)?

1.3 Tujuan

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah yang ada, maka analisis ini bertujuan untuk:

1. Mengetahui seberapa besar kadar kalium yang terdapat dalam sampel tanaman pohon jati
2. Mengetahui hasil validasi penentuan kadar kalium yang terdapat dalam sampel tanaman pohon jati dengan parameter linieritas, presisi *Limit of Detection* (LOD), *Limit of Quantification* (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran yang dilakukan menggunakan instrument Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

1.4 Manfaat

Manfaat dari pengujian validasi metode penetapan kadar kalium dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom dengan menggunakan beberapa parameter antara lain linieritas, presisi, *Limit of Detection* (LOD), *Limit of Quantification* (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran. Hasil validasi metode tersebut dapat dijadikan referensi pada pengujian penentuan kadar kalium pada sampel tanaman pohon jati.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP)

2.1.1 Profil instansi

Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta mulai dirintis sejak tahun 1985 sebagai proyek informasi pertanian Yogyakarta. Pada tahun 1992, proyek tersebut dilembagakan menjadi Balai Informasi Pertanian (BIP) Yogyakarta. Lembaga ini merupakan balai penyuluhan pertanian tingkat provinsi Yogyakarta di bawah Badan Diklat Pertanian.

Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta adalah unit pelaksana Teknis Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian, Departemen Pertanian yang berada dibawah dan bertanggung jawab kepada Kepala Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian dan dalam pelaksana sehari-hari dikoordinasikan oleh Kepala Balai Besar Teknologi Spesifik Lokasi, mempercepat dan memperlancar diseminasi hasil Pengkajian dan Pengembangan Teknologi Pertanian (BBP2TP).

Balai pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta adalah salah satu balai yang dibentuk berdasarkan SK Menteri Pertanian Nomor 350/Kpts/210/6/2001 tanggal 14 Juni 2001. Penyempurna organisasi dan tata kerja Balai tertuang dalam Menteri Pertanian Nomor 16/Permentan/OT.140/3/2006 tanggal 1 Maret 2006. Balai pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta merupakan suatu teknis badan penelitian dan perkembangan dibidang pertanian. Departemen pertanian yang berada di bawah dan bertanggung jawab kepada Kepala Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian dan dalam pelaksanaan sehari-hari dikoordinasikan oleh Kepala Balai Besar Pengkajian Teknologi Pertanian.

Berdasarkan surat keputusan Menteri Nomor 96 Tahun tentang organisasi dan cara kerja, perubahan organisasi Balai Infomasi Pertanian (BIP) menjadi Badan Litbang Pertanian, Badan Informasi Pertanian digabungkan dengan unit kerja penelitian Tanah dan Agroklimat serta Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta dengan alamat di Dusun Karang Sari, Kelurahan Wedomartani, Kecamatan Ngemplak, Kabupaten Sleman, Provinsi

Daerah Istimewa Yogyakarta dengan alamat surat Jalan Rajawali No. 28, Demangan Baru, Yogyakarta. Jarak kantor BPTP Yogyakarta dengan Ibu kota Provinsi ± 7 km. Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta terletak di ketinggian 115 mdpl. Tanaman yang cocok dibudidayakan di wilayah ini sangat beragam antara lain yaitu palawija, padi, tanaman horticultural dan sayuran.

2.1.2 Visi dan misi BPTP Yogyakarta

Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta memiliki visi yakni menjadikan BPTP sebagai institusi penghasil teknologi pertanian spesifik lokasi yang sesuai dengan kebutuhan di wilayah Provinsi Daerah Istimewa Yogyakarta (DIY) dan sesuai dengan dinamika pasar. Sedangkan misi yang dimiliki oleh Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta yaitu antara lain :

1. Merekayasa dan mengembangkan inovasi pertanian spesifik lokasi yang diperluas dan dimanfaatkan oleh petani, stakeholder, dan sesuai dengan permintaan pasar.
2. Meningkatkan percepatan diseminasi inovasi pertanian spesifik lokasi
3. Meningkatkan percepatan diseminasi inovasi dengan lembaga penelitian internasional, nasional maupun pihak swasta
4. Mengembangkan kapasitas kelembagaan Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) dalam rangka meningkatkan pelayanan prima

2.1.3 Bidang usaha BPTP

Laboratorium Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta memiliki jasa yakni melayani analisis tanah, pupuk, tanaman serta air. Selain dalam lingkup BPTP Yogyakarta dan juga melayani masyarakat, pemerintah daerah, swasta, perguruan tinggi, mahasiswa dan petani. Layanan di laboratorium Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta meliputi analisis secara kimia maupun fisika.

2.1.4 Tugas dan fungsi BPTP

Berdasarkan Peraturan Menteri Pertanian, Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) memiliki tugas pokok yaitu melaksanakan pengkajian dan perakitan teknologi tepat guna spesifik lokasi dan juga beberapa fungsi diantaranya adalah melaksanakan inventarisasi dan identifikasi kebutuhan teknologi pertanian tepat guna spesifik lokasi, melaksanakan penelitian yang ada, pengkajian dan perakitan teknologi pertanian tepat guna spesifik lokasi, melaksanakan pengembangan teknologi dan diseminasi hasil dari pengkajian serta perakitan materi penyuluhan, menyiapkan kerja sama antar kelompok berupa informasi dan dokumentasi, serta menyebarluaskan dan mendayagunakan hasil pengkajian, perakitan dan pengembangan teknologi pertanian tepat guna spesifik lokasi, memberikan pelayanan teknik kegiatan pengkajian, perakitan dan pengembangan teknologi pertanian tepat guna spesifik lokasi, serta melaksanakan urusan tata usaha dan rumah tangga balai.

2.2 Tanaman

Tanaman merupakan suatu makhluk hidup yang dapat tumbuh diberbagai tempat seperti tumbuh didarat maupun di air. Tanaman juga biasanya disebut sebagai tumbuhan. Tumbuhan dan tanaman memiliki persamaan hanya pada karakteristik yang dimilikinya yang berbeda. Tanaman maupun tumbuhan dapat diartikan sebagai organisme hidup, tanaman dan tumbuhan termasuk dalam kerajaan *plantae* dengan berbagai ciri dan karakteristik yang berbeda-beda. Kamus Besar Bahasa Indonesia (KBBI) mendefinisikan tanaman dibagi dalam dua bentuk, yaitu tumbuhan yang biasanya ditanam oleh orang dan dari hasil menanam yang di ditanam atau pendaman.

Tanaman yang dapat tumbuh maka dinamakan dengan pertumbuhan. Pertumbuhan yaitu memiliki artian yang sempit yaitu pembelahan sel atau peningkatan jumlah dan pembesaran sel atau bisa disebut sebagai peningkatan ukuran. Kedua proses ini merupakan proses yang tidak dapat berbalik (*irreversible*). Pertumbuhan tanaman sering diartikan sebagai bertambahnya ukuran, karena organisme multisel tumbuh dari zigot. Pertambahan yang terjadi pada tanaman tidak hanya pada volumenya tetapi juga dalam bobot, jumlah sel, banyaknya protoplasma yang dihasilkan dan tingkat kerumitan. Selama terjadinya

pertumbuhan dalam tanaman akan menghasilkan atau membentuk berbagai macam organ. Organ tanaman dibedakan menjadi dua, yaitu organ vegetatif dan organ generatif. Akar, batang serta daun tergolong dalam organ vegetatif. Sedangkan organ yang termasuk generatif yaitu bunga, buah dan biji. Organ-organ vegetatif akan terbentuk lebih awal dibandingkan dengan organ-organ generatif (Kusumawati, 1993).

Tanaman seperti makhluk hidup pada umumnya yang memerlukan nutrisi yang cukup memadai, tanaman juga memerlukan nutrisi yang seimbang agar tanaman dapat tumbuh dan berkembang dengan baik. Tanaman atau tumbuhan memerlukan unsur hara yang penting untuk menunjang pertumbuhan dan perkembangan agar optimal. Penunjang kelangsungan hidup tanaman memerlukan dua jenis unsur hara yaitu unsur hara mikro dan unsur hara makro. Unsur hara makro adalah unsur-unsur hara yang dimana dalam kebutuhan memerlukan jumlah yang relative besar. Jenis-jenis yang termasuk unsur hara makro antara lain yaitu fosfor atau phosphor (P), nitrogen (N), kalsium (Ca), kalium (K), magnesium (Mg) dan sulfur (S). Sedangkan unsur hara mikro adalah unsur-unsur yang dimana dalam kebutuhan pada tanaman memerlukan jumlah sedikit. Walaupun unsur hara mikro hanya diserap dalam jumlah kecil, tetapi berperan amat penting untuk menunjang keberhasilan proses-proses dalam tumbuh dan berkembang tanaman tersebut. Unsur hara mikro antara lain yaitu boron (B), besi (Fe), tembaga (Cu), mangan (Mn), seng (Zn), cobalt (Co), molybdenum (Mo), khlor (Cl), natrium (Na), silicone (Si) dan niken (Ni) (Mukhlis, 2017).

Menurut kuantitas yang dibutuhkan pada tanaman, ada cara-cara lain dalam pengelompokan yang menggunakan dengan dasar yang berbeda yaitu seperti Mengel dan Kirkby (1982), pengkelompokkan unsur hara tanaman menjadi 4 kelompok menurut sifat biokimia dan fungsi fisiologi mereka yaitu kelompok 1 (satu) terdiri dari C, H, O, N dan S. Unsur yang terdiri dalam kelompok 1 (satu) ini merupakan penyusun utama bahan organik dalam proses enzimatik dan reaksi-reaksi dalam oksidasi-reduksi. Kelompok 2 (dua) hanya terdiri dari dua unsur yaitu P dan B. Unsur yang terdiri dalam kelompok 2 (dua) ini terlibat dalam reaksi untuk transfer energi dan esterifikasi dengan gugus-gugus alkohol di dalam tanaman. Kelompok 3 (tiga) terdiri dari K, Ca, Mg, Mn dan Cl. Unsur dari kelompok 3 (tiga) ini berperan dalam osmotik dan keseimbangan ion. Kelompok 3 (tiga) juga

memiliki fungsi-fungsi yang spesifik dalam mengkonfirmasi enzim dan katalisis. Terakhir yaitu kelompok 4 (empat) terdiri dari Fe, Cu, Zn dan Mo. Unsur dari kelompok 4 (empat) ini hadir sebagai *chelate structural*, dan memungkinkan terjadinya transportasi electron-elektron yang dilakukan melalui dari perubahan valensi (Rai dan Wayan, 2010). Selain itu, pengelompokan unsur-unsur hara dalam tanaman juga dapat menjadi kelompok metal/logam seperti K, Ca, Mn, Mg, Zn, Fe, Cu dan Mo serta kelompok dari non metal seperti N, P, S, B an Cl (Jones *et all*, 1991).

2.3 Unsur Hara Kalium (K)

Kalium sebagai unsur hara esensial yang dibutuhkan tanaman dalam jumlah yang cukup banyak. Meskipun diperlukan dalam jumlah banyak, unsur kalium (K) yang terdapat dalam tanaman bukan penyusun utama senyawa organik, melainkan kalium berperan sebagai ion yang sebagian besar ion tersebut berada dalam cairan sel yang terdapat pada tanaman (Mengel dan Kirkby, 1993).

Peran kalium (K) pada tanaman dapat berkaitan erat dengan proses biofisika dan biokimia. Dalam proses biofisika, kalium dapat berperan penting untuk mengatur tekanan osmosis dan turgor, yang pada gilirannya akan mempengaruhi pertumbuhan dan perkembangan sel serta membuka dan menutup stomata. Gangguan pada pembukaan dan penutupan stomata akibat dari tanaman kahat (*deficiency*), kalium akan melakukan penurunan aktivitas fotosintesis karena terjadi gangguan pada saat pemasukan CO₂ ke dalam daun. Tanaman yang memiliki cukup kalium dapat mempertahankan kandungan air dalam jaringannya, karena mampu menyerap lengas dari tanah dan mengikat air sehingga tanaman tahan terhadap cekaman kekeringan (Beringer, 1980).

Proses biokimia dalam unsur kalium berkaitan erat dengan 60 macam enzimatis, diantaranya enzim untuk metabolisme karbohidrat dan protein. Penyediaan kalium yang cukup sangat diperlukan dalam proses perubahan tenaga surya menjadi tenaga kimia (ATP atau senyawa organik). Apabila tanaman kekurangan kalium (K), maka pada saat pengangkutan (*translocation*) karbohidrat dari daun ke organ lainnya terhambat sehingga hasil proses fotosintesis terakumulasi pada daun dan akan menurunkan kecepatan fotosintesis (Howeler, 1985).

Peran penting hara kalium dalam penentuan kualitas pada produk pertanian akan berkaitan dengan komposisi kimia dan tampilan fisik. Pada tanaman yang kekurangan kalium, maka pada proses pembentukan protein akan mengalami gangguan sehingga kadar N protein akan menurun dan kadar N-bukan protein akan terjadi peningkatan. Apabila pada tanaman kekurangan kalium sudah sampai pada tingkat yang serius, maka jaringan tanaman yang banyak mengandung nitrat dan amonium bebas, amida, dan asam-asam *organic* yang akan menurunkan kualitas tanaman tersebut (Beringer, 1980).

Tanaman yang mengandung cukup kalium akan lebih tahan terhadap hama atau serangan penyakit. Pengaruh yang positif untuk unsur kalium pada ketahanan tanaman terhadap serangan penyakit akan terjadi melalui sebuah peningkatan dalam pembentukan senyawa fenol yang bersifat fungisida dan menurunnya kandungan N organik dalam jaringan pada tanaman (Supandi, 2013).

2.4 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometer merupakan sebuah alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer dapat menghasilkan sinar, sinar tersebut berasal dari spektrum dan spektrometer dapat juga menghasilkan panjang gelombang tertentu, sedangkan fotometer yaitu alat yang digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi, maka spektrofotometer adalah alat yang digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang (Khopkar, 1990).

Spektrofotometri adalah suatu metode analisis kuantitatif yang didasarkan pada banyaknya radiasi yang dihasilkan atau diserap oleh spesi atom atau molekul analit. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) merupakan suatu metode analisis unsur secara kuantitatif yang didasarkan pada penyerapan cahaya dengan menggunakan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Kusuma dan Andrianti, 2019).

Metode spektrofotometri serapan atom (SSA) berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Pada metode ini, atom-atom akan menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung sifat dari unsur masing-masing. Kalium akan menyerap cahaya pada panjang gelombang (λ) 766,9 nm. Cahaya yang

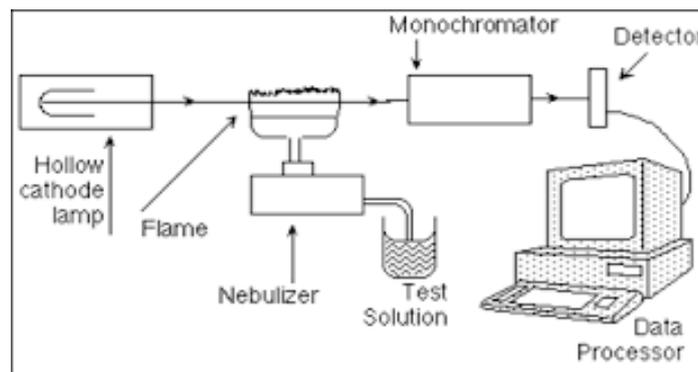
dihasilkan pada panjang gelombang ini memiliki cukup energi untuk melakukan penguraian pada tingkat elektronik suatu atom. Transisi elektronik dari suatu unsur akan bersifat spesifik. Dengan memiliki absorpsi energi, maka hasil energy yang diperoleh akan lebih banyak, sehingga suatu atom yang berada pada keadaan dasar akan dinaikkan energinya ke tingkat eksitasi yang lebih tinggi. Dengan adanya peristiwa yang terjadi ini, maka dapat memilih anantara hasil dari panjang gelombang unsur yang menghasilkan garis spektrum yang tajam dan dengan intensitas maksimum. Garis inilah yang dikenal dengan garis resonansi (Khopkar, 1990).

2.4.1 Pengukuran serapan pada spektrofotometri serapan atom

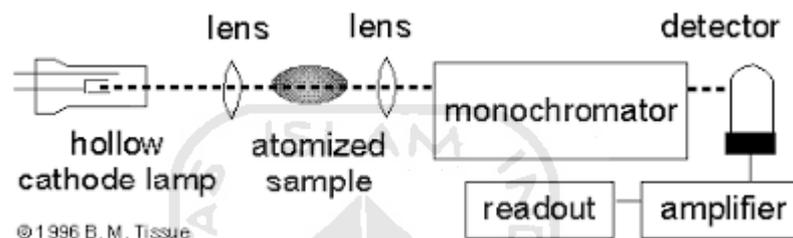
Metode analisis yang berdasarkan pengukuran serapan (absorbansi) atom mempunyai sifat spesifik yang tinggi ini disebabkan karena adanya garis-garis spectrum atom yang muncul sangat sempit dan energi-energi transisi atom yang dihasilkan sangat khas (untuk masing-masing unsur berde). Kecilnya lebar garis spektrum serapan atom yang dihasilkan menimbulkan masalah pada pengukuran serapannya. Dilihat dari hubungan antara konsentrasi dengan serapan, maka hukum Lambert-Beer dapat digunakan jika sumbernya adalah sinar monokromatis. Pada spektrofotometri serapan atom, panjang gelombang garis absorpsi resonansi identik dengan garis-garis emisinya. Hal ini disebabkan karena serasinya proses transisi. Untuk bekerja pada panjang gelombang ini, diperlukan suatu monokromator dengan celah yang dapat menghasilkan lebar puncak sekitar 0,002-0,005 nm. Jelas bahwa spektrofotometri serapan atom diperlukan suatu sumber radiasi yang mengemisikan sinar pada panjang gelombang yang tepat sama dengan panjang gelombang emisinya, yakni menggunakan sumber sinar lampu katoda berongga (Rohman, 2007).

2.4.2 Instrumen spektrofotometri serapan atom

Prinsip kerja dan instrumentasi spektrofotometri serapan atom dapat dilihat pada gambar 2.1 dan 2.2 berikut ini :



**Gambar 2.1 Prinsip Kerja Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
(Haswell,1991)**



**Gambar 2.2 Instrumen Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
(Manuhutu, 2009)**

a. Sumber sinar

Sumber sinar yang biasanya dipakai yaitu lampu katoda berongga atau *Hollow Cathode Lamp* (HCL). Lampu ini terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Katoda berbentuk silinder berongga yang terbuat dari logam atau dilapisi dengan logam tertentu. Isi dari tabung logam ini yaitu gas mulia seperti neon atau argon dengan tekanan rendah antara 10-15 torr. Jika antara katoda dan anoda diberi selisih tegangan yang tinggi yaitu sebesar 600 volt, maka katoda akan memancarkan sinar atau berkas-berkas elektron yang akan bergerak menuju anoda dengan kecepatan dan energinya yang sangat tinggi. Elektron-elektron dengan energi tinggi ini dalam perjalanannya menuju ke anoda akan mengalami tabrakan dengan gas-gas mulia yang berada dalam tabung (Rohman, 2007).

Tabrakan yang terjadi mengakibatkan unsur-unsur gas mulia dalam tabung akan kehilangan electron, maka akan menjadi ion dengan muatan positif. Ion-ion yang dihasilkan dari gas mulia dengan muatan positif ini kemudian akan bergerak ke katoda dengan kecepatan yang tinggi pula. Sebagaimana

disebutkan di atas, dalam katoda terdapat unsur-unsur yang sesuai dengan unsur yang akan dianalisis. Unsur-unsur ini dalam katoda akan menabrakan dengan ion-ion positif gas mulia. Akibat dari tabrakan ini, unsur-unsur yang tertabrak tadi akan terlempar ke luar dari permukaan katoda. Atom-atom unsur dari katoda ini kemudian akan mengalami eksitasi ke tingkat energi-energi elektron yang lebih tinggi dan akan menghasilkan pancaran spectrum, pancaran dari unsur yang sama dengan unsur yang akan dianalisis (Rohman, 2007).

b. Tempat sampel

Sampel yang akan dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) harus diuraikan menjadi atom-atom netral terlebih dahulu yang masih dalam keadaan dasar. Ada beberapa macam alat yang dapat digunakan untuk mengubah suatu sampel menjadi uap atom-atom antara lain yaitu :

1. Nyala (*flame*)

Nyala digunakan untuk mengubah sampel yang berupa padatan atau cairan menjadi bentuk uap atomnya, dan juga nyala berfungsi sebagai atomisasi. Suhu yang dapat dicapai oleh nyala tergantung pada gas-gas yang digunakan, misalnya untuk gas batu bara-udara, suhu yang digunakan kira-kira 1800°C, gas alam-udara yaitu kira-kira 1700°C, asetilen-udara yaitu 2200°C, dan gas asetilen-dinitrogen oksidasi (N₂O) yaitu sebesar 3000°C. Pemilihan macam-macam bahan pembakar dan gas pengoksidasi serta komposisi perbandingan sangat mempengaruhi suhu nyala. Efek emisi nyala dapat dikurangi dengan cara menggunakan keping pemotong radiasi atau chopper. Campuran asetilen adalah sumber nyala yang paling banyak digunakan, campuran asetilen ini digunakan sebagai bahan pembakar dan udara sebagai pengoksidasi. Tipe nyala yang diperlukan untuk penetapan unsur kalium (K) pada panjang gelombang (λ) 766,9 nm adalah udara-asetilen (Rohman, 2007).

2. Tanpa nyala (*flameless*)

Teknik atomisasi dengan menggunakan nyala dikira kurang peka karena atom akan gagal mencapai nyala, tetesan sampel kurang masuk ke dalam nyala yang terlalu besar, dan proses atomisasi kurang sempurna. Oleh

karena itu, muncullah suatu teknik atomisasi baru yakni atomisasi tanpa nyala. Pengatoman dapat dilakukan dalam tungku dari grafit seperti tungku yang dikembangkan oleh Masmann (Rohman, 2007).

Proses atomisasi dapat dilakukan baik dengan menggunakan nyala maupun dengan menggunakan tungku. Mengubah metalik menjadi uap atau hasil disosiasi diperlukan energi panas. Suhu yang harus benar-benar terkendali atau terjaga dengan sangat hati-hati agar menghasilkan proses atomisasinya yang sempurna. Ionisasi harus dihindari karena dapat terjadi pada suhu yang terlalu tinggi (Khopkar, 1990).

c. Monokromator

Monokromator yang terdapat pada Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) digunakan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Monokromator tidak hanya sebagai optik, didalam monokromator tersebut juga terdapat suatu alat yang berfungsi untuk memisahkan antara radiasi resonansi dan kontinyu, alat tersebut disebut dengan *chopper* (Rohman, 2007).

d. Detektor

Detektor berfungsi untuk mengukur suatu intensitas cahaya, pengukuran ini dilakukan dengan melalui tempat pengatoman. Pengukuran intensitas cahaya ini dilakukan dalam tabung pengganda foton atau *photomultiplier tube*. Ada 2 cara yang dapat digunakan dalam sistem deteksi yaitu yang memberikan respon terhadap radiasi resonansi dan radiasi kontinyu dan yang memberikan respon terhadap radiasi resonansi (Rohman, 2007).

Cara pertama, *output* yang dihasilkan dari radiasi *resonan* dan radiasi kontinyu disalurkan pada sistem galvanometer dan setiap perubahan yang disebabkan oleh radiasi resonansi akan menyebabkan perubahan *output*. Cara kedua, *output* berasal dari radiasi resonansi dan radiasi kontinyu yang dipisahkan. Dalam hal ini, sistem penguat harus yang digunakan cukup selektif untuk dapat membedakan radiasi. Cara terbaik yang digunakan dalam sistem deteksi yaitu dengan menggunakan detektor yang hanya akan peka terhadap radiasi resonansi yang termodulasi (Rohman, 2007).

e. *Amplifier*

Amplifier adalah suatu alat yang terdapat pada Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) digunakan untuk menguatkan tegangan listrik pada alat spektrofotometri serapan atom.

f. *Readout*

Readout adalah suatu alat yang digunakan sebagai penunjuk atau dapat juga diartikan sebagai sistem pencatat hasil yang diperoleh. Pencatatan hasil tersebut dilakukan dengan menggunakan alat yang telah terkalibrasi untuk pembacaan suatu transmisi atau absorpsi. Hasil yang diperoleh dari pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva suatu *recorder* yang menggambarkan serapan atau intensitas emisi (Rohman, 2007).

2.4.3 Kelebihan dan kekurangan spektrofotometri serapan atom

Kelebihan dari menggunakan instrument spektrofotometri serapan atom adalah kecepatan analisisnya, dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi semua unsur pada konsentrasi runtu atau dengan ketelitian sampai tingkat tinggi, dan sebelum melakukan pengukuran tidak perlu memisahkan unsur yang ditentukan, ini mempermudah melakukan analisis karena kemungkinan penentuan satu unsur dengan kehadiran unsur lain dapat dilakukan jika lampu katoda berongga yang diperlukan tersedia. Kekurangan dari instrument spektrofotometri serapan atom itu sendiri yaitu kurangnya sensitifitas untuk pengukuran sampel yang bukan logam dan akan muncul adanya gangguan-gangguan (*interference*), gangguan yang muncul ini disebabkan karena peristiwa-peristiwa yang menyebabkan pembacaan serapan unsur yang dianalisis menjadi lebih kecil atau lebih besar dari nilai yang sesuai dengan konsentrasinya dalam sampel. Gangguan-gangguan yang mungkin terjadi dalam melakukan analisis menggunakan instrument spektrofotometer serapan atom antara lain yaitu :

1. Gangguan yang berasal dari matriks sampel itu sendiri, yang mana gangguan tersebut dapat mempengaruhi banyak atau tidaknya sampel yang mencapai nyala.
2. Gangguan kimia yang dapat mempengaruhi jumlah atau banyaknya atom yang terjadi di dalam nyala akibat dari disosiasi senyawa-senyawa yang tidak sempurna dan dari ionisasi atom-atom di dalam nyala.

3. Gangguan oleh serapan yang disebabkan bukan karena serapan atom yang dianalisis; yakni karena serapan oleh molekul-molekul yang tidak terdisosiasi di dalam nyala.
4. Gangguan oleh penyerapan non-atomatik (*non-atomic absorption*). (Khopkar, 1990).

2.5 Destruksi Basah

Destruksi basah yaitu suatu proses perombakan logam organik yang dilakukan dengan menggunakan asam kuat, baik asam kuat tunggal maupun asam kuat campuran, kemudian dilakukan oksidasi menggunakan zat oksidator sehingga dapat menghasilkan logam anorganik bebas. Destruksi basah sangat sesuai untuk analisis dengan unsur-unsur yang mudah menguap. Dipilih destruksi basah karena sangat sesuai untuk penentuan unsur-unsur logam yang mudah menguap. Kedua pelarut tersebut yang dapat digunakan untuk destruksi basah yaitu HNO_3 dan HClO_4 . Pelarut-pelarut tersebut dapat digunakan secara tunggal maupun campuran. Kesempurnaan dari proses destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada dalam larutan tersebut telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Senyawa-senyawa garam yang terbentuk setelah destruksi adalah senyawa garam yang stabil dan disimpan selama beberapa hari. Umumnya destruksi basah dilakukan dengan metode kjeldhal. Destruksi basah digunakan lebih baik dari destruksi kering, disebabkan karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Disamping itu destruksi basah biasanya dilakukan untuk memperbaiki destruksi kering yang biasanya memerlukan waktu yang cukup lama (Anif, 2017).

2.6 Pengecekan Antara Timbangan

Neraca analitik adalah jenis timbangan yang dirancang untuk mengukur volume massa dalam rentang sub-miligram. Fungsi neraca analitik adalah untuk mengukur massa suatu zat. Pada neraca analitik terdapat piringan pengukur yang berada pada kotak transparan berpintu kaca, sehingga tidak akan berdebu dan tidak akan mempengaruhi proses penimbangan. Anak timbangan adalah suatu standar dengan beragam berat dan ukuran yang digunakan untuk mengkalibrasi alat timbangan.

Anak timbangan yang digunakan untuk melakukan pengecekan antara tidak boleh disentuh secara langsung oleh tangan. Sisa minyak yang menempel pada tangan dapat menambah berat nilai anak timbangan tersebut. Anak timbangan dengan berat terkecil dapat dilakukan dengan menggunakan pinset dan anak timbangan yang berukuran besar dapat diangkat menggunakan sarung tangan. Anak timbangan harus disimpan pada suhu ruang yang konstan. Pengecekan antara timbangan terdapat beberapa parameter penting untuk mengetahui bahwa timbangan tersebut memiliki kesalahan, diantaranya adalah pengecekan *drift*, pengecekan *precision*, pengecekan *accuracy* dan pengecekan *eccentricity*.

2.7 Kadar Air

Kadar air yaitu hilangnya berat sampel pada saat dikeringkan sesuai dengan metode tertentu. Metode dan prosedur yang dilakukan untuk pengujian kadar air pada sampel tanaman dengan beberapa komoditi tanaman pohon telah tertulis secara jelas. Akan tetapi ada beberapa yang lain belum diatur termasuk sampel tanaman. Komoditi sampel tanaman yang prosedur pengujian kadar airnya belum diatur secara jelas umumnya menggunakan metode oven dengan suhu rendah meskipun demikian permintaan dengan suhu tinggi konstan tetap dapat dilakukan bila diperlukan walaupun bersifat tidak wajib (ISTA rules, 2017). Hal ini memungkinkan banyak metode dapat dikembangkan. Beberapa peneliti telah melakukan uji kadar air pada tanaman seperti menggunakan oven suhu rendah ($110 \pm 125^\circ\text{C}$) selama 24 jam dalam keadaan sampel udah di haluskan. Kadar air dapat ditentukan dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{\text{kehilangan bobot (g)}}{\text{bobot contoh asal (g)}} \times 100\%$$

dari hasil kadar air yang diperoleh dapat digunakan untuk menentukan Faktor Koreksi (FK), dengan rumus :

$$\text{Faktor Koreksi (FK)} = \frac{100}{(100 - \% \text{ kadar air})}$$

2.8 Validasi Metode

Validasi metode merupakan suatu proses penilaian terhadap parameter tertentu yang berdasarkan pada pengujian laboratorium sebagai upaya pembuktian bahwa parameter yang digunakan tersebut telah memenuhi syarat untuk penggunaan

(Holilah, 2016). Validasi metode sangat diperlukan karena beberapa alasan antara lain yaitu validasi merupakan elemen penting dari kontrol kualitas dan membantu memberikan jaminan bahwa pengukuran yang dilakukan akan dapat diandalkan (Riyanto, 2014).

Tujuan validasi dilakukan untuk menjamin suatu metode uji akurat, spesifik, reproduisible, dan tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis (Yutiasari, 2010). Menurut EURACHEM (2000), validasi metode dilakukan untuk mengetahui sejauh mana penyimpangan terjadi yang tidak dapat dihindari dari suatu metode pada kondisi normal dimana seluruh elemen terkait telah dilakukan dengan baik dan benar sesuai dengan metode yang digunakan. Adapun beberapa tujuan validasi metode uji antara lain:

1. Untuk menerima sampel dari individu sebagai anggota dari populasi yang akan diteliti
2. Untuk mengakui bahwa sampel pada proses pengukuran
3. Untuk meminimalkan pernyataan tentang keaslian sampel yang akan diteliti
4. Penggunaan metode pengujian yang benar sangat diperlukan untuk mengetahui tingkat akurasi dan presisi yang diperoleh dari suatu hasil pengujian
5. Laboratorium harus melakukan validasi metode yang tidak baku, metode yang didesain untuk dikembangkan oleh laboratorium tersebut, dan memodifikasi dari metode baku untuk mengkonfirmasi bahwa metode tersebut telah sesuai untuk penggunaan
6. Untuk mengetahui sejauh mana penyimpangan yang terjadi dari suatu metode yang digunakan pada kondisi normal, dimana seluruh elemen yang terkait telah dilakukan dengan baik dan benar.

Parameter yang digunakan dalam validasi metode antara lain yaitu linieritas, presisi, *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantification* (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

2.8.1 Linieritas

Linieritas merupakan salah satu parameter dari validasi metode yang menunjukkan koefisien korelasi antara larutan standar baku dengan absorbansi yang diperoleh dengan digambarkan dengan satu garis lurus (Prihatin, 2016). Kemampuan menggunakan metode analisis ini bertujuan untuk memberikan respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematika yang baik

dan proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Uji linieritas dapat dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi yang menghasilkan persamaan garis regresi serta nilai koefisien determinasi yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan baku yang digunakan dengan nilai absorbansi yang dihasilkan.

Data yang diperoleh dari kurva kalibrasi yaitu koefisien korelasi (r) pada regresi linier dinyatakan dengan persamaan $y = ax + b$, dimana a merupakan slope yang menunjukkan kepekaan analisis yang merujuk pada instrument yang digunakan, sedangkan b merupakan intersep. Nilai koefisien korelasi (r) $> 0,99$ sangat diharapkan untuk suatu metode analisis yang baik, sehingga diperoleh hubungan linier yang ideal (Harmita, 2004).

2.8.2 Presisi

Presisi adalah suatu ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang diukur melalui penyebaran hasil individu dari hasil rata-rata, jika prosedur ditetapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi juga merupakan kedekatan dari suatu rangkaian pengukuran yang dilakukan secara berulang-ulang satu sama lain. Keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau biasanya disebut sebagai simpangan baku relatif (koefisien variasi) dan dinyatakan sebagai keterulangan. Keterulangan merupakan keseksamaan metode jika dilakukan secara berulang kali oleh analis yang sama, pada kondisi yang sama, dan dalam interval waktu yang pendek (Gandjar dan Rohman, 2007).

Presisi menggambarkan kesalahan acak suatu metode ataupun hasil pengukuran yang berasal dari pengaruh-pengaruh yang tidak dapat diperkirakan, bervariasi terhadap ruang dan sifat sementara. Factor yang menyebabkan kesalahan acak antara lain yaitu instrument ukur yang digunakan, peralatan contoh yang digunakan, prosedur maupun lingkungan untuk melakukan analisis (Prihatin, 2016). Penentuan presisi dapat dilakukan dengan cara yaitu :

a. *Repeatability* (keterulangan)

Repeatability atau keterulangan merupakan ukuran presisi di bawah kondisi operasi yang sama selama interval waktu yang singkat. Keterulangan memberikan hasil ukuran yang sama pada kondisi yang normal karena hasil

ini dinilai melalui pelaksanaan penetapan terpisah lengkap terhadap sampel-sampel identic yang terpisah dari tempat yang sama.

b. *Intermediate precision*

Intermediate precision didefinisikan sebagai variasi dalam laboratorium yang sama tetapi pengujian dilakukan pada hari yang berbeda, pengujian dilakukan dengan analisis yang berbeda dan menggunakan pereaksi serta peralatan yang berbeda pula.

c. *Reproducibility* (ketertiruan)

Reproducibility atau ketertiruan merupakan suatu kegiatan yang mengukur presisi antara laboratorium seperti dalam studi kolaboratif dengan pereaksi, peralatan, Analisis dan pelarut yang berbeda.

Presisi dinyatakan sebagai simpangan baku *relative* (koefisien variasi) atau simpangan baku dari suatu seri pengukuran (Sumardi, 2002). Presisi tersebut dapat ditentukan dengan rumus :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(Xi - \bar{X})^2}{n - 1}}$$
$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

Keterangan :

X_i = Nilai data pengukuran yang didapat

\bar{X} = Rata-rata pengukuran yang didapat

n = Jumlah pengulangan pengukuran yang dilakukan

RSD menunjukkan ketelitian dari metode uji yang digunakan. Hasil RSD yang baik dengan syarat < 2%. Uji presisi memperoleh hasil nilai semakin kecil maka uji tersebut dapat tergolong ke teliti atau dengan kata lain uji presisi tersebut bagus.

2.8.3 *Limit of Detection* (LOD)

Limit of Detection (LOD) atau biasanya disebut batas deteksi merupakan konsentrasi dari analit terendah dalam suatu sampel yang dapat terdeteksi dan akan memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blangko (Holilah, 2016). Analisis penentuan *Limit of Detection* (LOD) dapat menggunakan instrument ataupun tidak (Khopkar, 1990). *Limit of Detection* adalah parameter yang digunakan untuk menguji batas dan dapat ditentukan

dengan tiga cara antara lain yaitu, *signal-to-noise*, penentuan dengan menggunakan blanko, dan menggunakan kurva kalibrasi. *Limit of Detection* (LOD) yang tidak menggunakan instrument atau secara konvensional dapat ditentukan dengan melakukan pengenceran bertingkat pada larutan sampel, sedangkan *Limit of Detection* yang menggunakan instrument ditentukan dengan cara mengukur respon blanko beberapa kali kemudian dihitung simpangan baku terhadap blanko (Prihatin, 2016).

Limit of Detection (LOD) dapat dihitung secara sistematis dengan menggunakan persamaan garis linier yang didapat dari kurva kalibrasi. persamaan garis linier $y = ax + b$, dimana a merupakan nilai pengukuran, sedangkan simpangan baku residual ($S_{y/x}$) sama dengan simpangan baku blanko, *Limit of Detection* (LOD) dapat ditentukan dengan menggunakan rumus :

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(Y_i - Y_c)^2}{n - 2}}$$

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

atau

$$LOD = 3 \times SD$$

Keterangan :

- Y_i = Nilai absorbansi yang didapat atau intensitas hasil pengukuran
- Y_c = Nilai absorbansi atau intensitas perhitungan dalam persamaan regresi
- n = Jumlah pengulangan yang dilakukan
- $S_{y/x}$ = Simpangan baku residual garis regresi

2.8.4 *Limit of Quantification* (LOQ)

Limit of Quantification (LOQ) merupakan salah satu parameter dalam validasi metode yang menunjukkan analit dari jumlah terkecil yang terkandung dalam sampel yang dapat dikuantifikasi secara presisi dan akurat. *Limit of Quantification* (LOQ) berfungsi untuk melakukan pengujian secara kuantitatif dengan jumlah yang relative kecil yang terkandung dalam sampel, *Limit of Quantification* (LOQ) juga digunakan untuk pengukuran cemaran dan produk

degradasi. *Limit of Quantification* (LOQ) dapat ditentukan dengan menggunakan rumus :

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\Sigma(Y_i - Y_c)^2}{n - 2}}$$

$$LOD = \frac{(10 \times S_{y/x})}{slope}$$

atau

$$LOD = 10 \times SD$$

Keterangan :

Y_i = Nilai absorbansi yang didapat atau intensitas hasil pengukuran

Y_c = Nilai absorbansi atau intensitas perhitungan dalam persamaan regresi

n = Jumlah pengulangan yang dilakukan

$S_{y/x}$ = Simpangan baku residual garis regresi

2.8.5 Akurasi

Akurasi atau kecermatan merupakan kemampuan kesesuaian dari hasil analisis dengan nilai sebenarnya analit atau nilai acuan analit yang dapat diterima. Penentuan akurasi dapat ditentukan dengan 3 cara yaitu :

a. *Certifikat Reference Material* (CRM)

Certifikat Reference Material atau CRM dilakukan material standar yang dilakukan dengan cara membandingkan hasil uji akurasi yang diperoleh dengan cuplikan acuan standar CRM.

b. Metode baku

Metode baku dilakukan dengan cara membandingkan hasil dari analisis analit dengan metode yang telah tervalidasi terhadap hasil uji dengan metode standar.

c. Perolehan kembali (*Recovery*)

Perolehan kembali atau standar adisi dapat dilakukan dengan cara menambahkan sejumlah analit yang sebelumnya telah diketahui seberapa besar konsentrasinya kedalam matriks sampel yang akan dilakukan analisis.

Uji perolehan kembali atau *recovery* paling sering digunakan dalam validasi metode, selain biaya yang dikeluarkan relative lebih murah, uji perolehan kembali lebih mudah dilakukan. *Recovery* dilakukan untuk

mengukur ketepatan dari hasil uji yang telah dilakukan. Penentuan *recovery* dapat dilakukan dengan dua perlakuan dengan mengambil dari satu sampel yang sama, satu untuk sampel yang ditambahkan jumlah analit dengan mengetahui konsentrasinya sebenarnya dan satunya digunakan untuk membuat larutan blanko yaitu sampel tanpa dilakukan penambahan standar.

Penentuan akurasi dapat ditentukan dengan mencari persentase perolehan kembali (*%Recovery*) dari analit yang ditambahkan kedalam sampel. Analisis akurasi dengan mencari persen perolehan kembali dapat dikatakan baik jika nilai persentase perolehan kembali (*%Recovery*) yang dihasilkan dari suatu standar masuk kedalam rentang 80-110% (Sumardi, 2002). Penentuan akurasi dengan menggunakan persen perolehan kembali (*%Recovery*) dapat ditentukan dengan rumus :

$$\%Recovery = \frac{\text{Konsentrasi terukur}}{\text{Konsentrasi sebenarnya}} \times 100\%$$

atau

$$\%Recovery = \frac{(C_{\text{sampel}} + C_{\text{spike}}) - (C_{\text{sampel}})}{(C_{\text{spike}})} \times 100\%$$

Tabel 2.1 Persyaratan *%Recovery*

Konsentrasi Analit dalam Sampel	Batasan (%)
100% (1/1)	98-102
10% (1/10)	98-102
1% (1/100)	97-103
1/1000	95-105
1/10.000	90-107
1/100.000	80-110
1/1.000.000 (1 ppm)	80-110
1/10.000.000 (0,1 ppm)	80-110
1/100.000.000 (0,01 ppm)	60-115
1/1.000.000.000 (1 ppb)	40-120

Sumber: AOAC (1998)

2.8.6 Estimasi ketidakpastian pengukuran

Ketidakpastian (μ) merupakan rentang nilai yang menyatakan perkiraan nilai besar hasil penelitian atau pengujian yang dilakukan. Hasil nilai ketidakpastian juga menyatakan mutu hasil pengukuran atau pengujian.

Semakin kecil hasil nilai ketidakpastian maka hasil penelitian atau pengujian yang dilakukan semakin baik (Sunardi *et all*, 2007).

Ketidakpastian yaitu suatu parameter yang dimana menetapkan rentang nilai yang didalamnya terdapat nilai benar (*true value*). Ketidakpastian menggabungkan dari semua kesalahan yang dilakukan pada saat penelitian atau pengujian yang diketahui menjadi suatu rentang tunggal. Nilai dari ketidakpastian biasanya ditunjukkan dengan tanda \pm . Contoh suatu hasil pengukuran dari ketidakpastian dinyatakan dengan $x \pm u$, maka hasil rentang pengukuran yang didapatkan tersebut $x - u$ sampai $x + u$ (Pramono, 2014).

Sumber-sumber ketidakpastian banyak asalnya, dapat berasal dari pengambilan sampel, preparasi sampel, peralatan yang digunakan, instrumen, maupun kesalahan acak dan sistematis, serta personil yang melakukan pengujian. Estimasi ketidakpastian dalam analisis kimia dapat ditentukan dengan cara *fishbone* (Pramono, 2014).

Estimasi ketidakpastian pengukuran yaitu salah satu indikator yang biasanya digunakan untuk menentukan kehandalan atau kapabilitas suatu laboratorium pengujian atau kalirasi. Ketidakpastian dapat menunjukkan bahwa laboratorium tersebut sudah memperhitungkan factor kesalahan dalam penentuan nilai benar (*true value*). Ketidakpastian pengukuran juga dapat digunakan sebagai bahan mengevaluasi unjuk kerja suatu laboratorium yang ikut serta dalam uji profisiensi (Kusumaningtyas, 2016).

BAB III

METODE

3.1 Alat

Alat yang digunakan untuk penentuan kadar kalium dalam sampel tanaman antara lain yaitu, pipet ukur 1; 2; 5; 10 mL (iwaki), gelas beaker 10; 50; 500; 1000 mL (iwaki), pipet tetes, rak tabung reaksi, tabung reaksi, labu ukur 50; 100 mL (iwaki), pro pipet, neraca analitik (ohaus), spatula, cawan, block degestor, vortex (genius 3), oven (memmert), botol plastic, botol semprot, kertas saring, Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) (Aglient Technologies 200 Series AA).

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan untuk penentuan kadar kalium dalam sampel tanaman antara lain yaitu, sampel tanaman (bubuk), asam nitrat (HClO_4) p.a 60%, asam perklorat (HNO_3) p.a 65%, larutan standar induk kalium (K) 1000 mg/L, akuades.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan larutan standar kalium 100 mg/L

Pembuatan larutan standar kalium 100 mg/L dilakukan dengan memipet sebanyak 1 mL larutan standar induk kalium 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas, labu ukur di seka menggunakan kertas saring dan digojog hingga homogen.

3.3.2 Pembuatan deret standar kalium 2,5; 5; 10; 15; 20; 25 mg/L

Pembuatan deret standar kalium dilakukan dengan memipet masing-masing 1,25; 2,5; 5; 7,5; 10; 12,5 mL larutan standar kalium 100 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas, labu ukur diseka menggunakan kertas saring dan digojog hingga homogen.

3.3.3 Pengecekan Antara

3.3.3.1 Pengecekan antara anak timbangan 1 gram

Pengulangan antara anak timbangan 1 gram dilakukan dengan menimbang menggunakan anak timbangan dengan berat 1 gram menggunakan neraca analitik. Penimbangan dilakukan dengan letak anak timbang di tengah lempengan neraca. Penimbangan dilakukan pengulangan sebanyak 5 kali pengulangan. Penimbangan pengulangan antara anak timbang 1 gram dilakukan selama 10 hari untuk mendapatkan hasil yang konstan.

3.3.3.2 Pengecekan antara anak timbangan 200 mg

Pengulangan antara anak timbangan 200 mg dilakukan dengan menimbang menggunakan anak timbangan dengan berat 200 mg menggunakan neraca analitik. Penimbangan dilakukan dengan letak anak timbang di tengah lempengan neraca. Penimbangan dilakukan pengulangan sebanyak 5 kali pengulangan. Penimbangan pengulangan antara anak timbang 200 mg dilakukan selama 10 hari untuk mendapatkan hasil yang konstan.

3.3.4 Penentuan kadar air

Penentuan kadar air dapat dilakukan dengan menimbang cawan kosong kemudian menimbang sebanyak 1 g sampel tanaman. Sampel tersebut dipanaskan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 4 jam, setelah selesai kemudian diinginkan semalam. Kemudian ditimbang kembali sampel dan cawan tersebut. Penentuan kadar air dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan.

3.3.5 Preparasi sampel

Preparasi sampel dilakukan dengan menyiapkan sampel pohon jati daun dan ranting kemudian dikeringkan menggunakan sinar matahari (secara tidak langsung), hingga sampel tersebut kering. Sampel kemudian ditumbuk hingga setengah halus, kemudian diblender hingga halus. Sampel yang sudah halus kemudian diayak dan diperoleh sampel berbentuk serbuk.

3.3.6 Validasi Metode

3.3.6.1 Penentuan linieritas

Penentuan linieritas dilakukan dengan mengukur larutan deret standar kalium dengan konsentrasi 2,5; 5; 10; 15; 20; 25 mg/L. Pembacaan absorbansi setiap larutan deret standar dilakukan dengan menggunakan instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang (λ) 766,9 nm sebanyak 3 kali pengulangan.

3.3.6.2 Penentuan presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan menimbang sampel tanaman sebanyak 0,5 gram dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, sampel tersebut ditambahkan larutan asam nitrat (HNO_3) p.a 65% sebanyak 5,5 mL dan ditambahkan larutan asam perklorat (HClO_4) p.a 60% sebanyak 0,5 mL. Larutan tersebut kemudian didiamkan selama semalam. Larutan tersebut didestruksi pada suhu 50°C selama 1 jam, setelah 1 jam kemudian suhu dinaikan menjadi 100°C dan didestruksi kembali selama 1 jam. Suhu dinaikan kembali menjadi 150°C dan didestruksi selama 1 jam, setelah 1 jam suhu dinaikan menjadi 170°C selama 1 jam. Jika larutan tidak mengalami perubahan warna dari warna kekuningan menjadi tidak berwarna (bening) maka suhu dinaikan kembali menjadi 170°C dan didestruksi selama ± 1 jam kembali. Diamati larutan tersebut hingga tidak berwarna (bening), jika sudah tidak berwarna (bening) maka destruksi telah selesai. Larutan tersebut diencerkan hingga tanda batas. Labu ukur di seka menggunakan kertas saring dan digojog hingga homogen. Larutan tersebut dipipet 10 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL (10 kali pengenceran), kemudian diencerkan hingga tanda batas, diseka dan digojog larutan tersebut. Pembacaan absorbansi dilakukan dengan menggunakan instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang (λ) 766,9 nm sebanyak 7 kali pengulangan.

3.3.6.3 Penentuan *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantification* (LOQ) menurut instrumen

Penentuan LOD dan LOQ dilakukan dengan memipet larutan deret standar terkecil yaitu 2,5 mg/L sebanyak 1 mL dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL (50 kali pengenceran), kemudian diencerkan larutan tersebut menggunakan akuades hingga tanda batas. Labu ukur di seka menggunakan kertas saring dan digojog hingga homogen. Blangko dipipet sebanyak 2 mL, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL (100 kali pengenceran) dan diecerkan dengan akuades. Labu ukur di seka menggunakan kertas saring dan digojog hingga homogen. Pembacaan absorbansi dilakukan dengan menggunakan instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang (λ) 766,9 nm sebanyak 7 kali pengulangan.

3.3.6.4 Penentuan akurasi

Penentuan akurasi dilakukan dengan minimbang sampel tanaman sebanyak 0,5 gram dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, sampel tersebut ditambahkan larutan standar induk kalium (K) 1000 mg/L sebanyak 0,5 mL, asam nitrat (HNO_3) p.a 65% sebanyak 5,5 mL dan ditambahkan larutan asam perklorat (HClO_4) p.a 60% sebanyak 0,5 mL. Larutan tersebut kemudian didiamkan selama semalam. Larutan tersebut didestruksi pada suhu 50°C selama 1 jam, setelah 1 jam kemudian suhu dinaikan menjadi 100°C dan didestruksi kembali selama 1 jam. Suhu ditambah menjadi 150°C dan didestruksi selama 1 jam, setelah 1 jam suhu dinaikan menjadi 170°C selama 1 jam. Jika larutan tidak mengalami perubahan warna dari warna kekuningan menjadi tidak berwarna (bening) maka suhu dinaikan kembali menjadi 170°C dan didestruksi selama \pm 1 jam kembali. Diamati larutan tersebut hingga tidak berwarna (bening), jika sudah tidak berwarna (bening) maka destruksi telah selesai. Larutan tersebut diencerkan hingga tanda batas. Labu ukur di seka menggunakan kertas saring dan digojog hingga homogen. Larutan tersebut dipipet 10 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL

(10 kali pengenceran), kemudian diencerkan hingga tanda batas, diseka dan di gojog larutan tersebut. Pembacaan absorbansi dilakukan dengan menggunakan instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang (λ) 766,9 nm sebanyak 7 kali pengulangan.

Penentuan akurasi dengan *spike* dilakukan dengan memipet 0,5 mL larutan standar induk kalium (K) 1000 mg/L, kemudian ditambahkan asam nitrat (HNO₃) p.a 65% sebanyak 5,5 mL dan ditambahkan larutan asam perklorat (HClO₄) p.a 60% sebanyak 0,5 mL. Larutan tersebut kemudian didiamkan selama semalam. Larutan tersebut didestruksi pada suhu 50°C selama 1 jam, setelah 1 jam kemudian suhu dinaikan menjadi 100°C dan didestruksi kembali selama 1 jam. Suhu dinaikan kembali menjadi 150°C dan didestruksi selama 1 jam, setelah 1 jam suhu dinaikan menjadi 170°C selama 1 jam. Jika larutan tidak mengalami perubahan warna dari warna kekuningan menjadi tidak berwarna (bening) maka suhu dinaikan kembali menjadi 170°C dan didestruksi selama \pm 1 jam kembali. Diamati larutan tersebut hingga tidak berwarna (bening), jika sudah tidak berwarna (bening) maka destruksi telah selesai. Larutan tersebut diencerkan hingga tanda batas. Labu ukur di seka menggunakan kertas saring dan digojog hingga homogen.

3.3.6.5 Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran

Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran kadar kalium dalam sampel tanaman ditentukan dengan menghitung nilai ketidakpastian pengukuran menggunakan rumus:

3.3.6.5.1 Ketidakpastian konsentrasi contoh (μX)

$$\mu X = \frac{Sy/x}{Slope} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(X_{sampel} - \bar{X})^2}{\Sigma(Xi - \bar{X})^2}}$$

dengan, Sy/x merupakan simpangan baku, slope hasil yang diperoleh dari linieritas, p merupakan jumlah pengulangan sampel, n merupakan larutan standar yang digunakan, X_{sampel} merupakan rata-rata dari konsentrasi sampel yang

diperoleh, \bar{X} merupakan rata-rata dari konsentrasi standar yang digunakan dan X_i merupakan konsentrasi setiap standar.

3.3.6.5.2 Ketidakpastian volume ekstrak (μV)

$\mu(V)$

$$= \sqrt{\left(\frac{\mu LU 100 mL}{LU}\right)^2 + \left(\frac{\mu PU 1 mL}{PU 1 mL}\right)^2 + \left(\frac{\mu PU 10 mL}{PU 10 mL}\right)^2}$$

a. Ketidakpastian labu ukur 100 mL

Faktor kalibrasi:

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

dengan, S merupakan ketidakpastian yang terdapat pada alat dan K menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Faktor muai:

$$\mu muai = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{2}$$

dengan, V merupakan ketidakpastian yang terdapat pada alat, β merupakan koefisien muai alat ($0,00021 / ^\circ C$), ΔT merupakan selisih antara temperature ruang dengan temperature alat dan 2 menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Ketidakpastian gabungan:

$$\mu(LU) = \sqrt{(\mu kal)^2 + (\mu muai)^2}$$

b. Ketidakpastian pipet ukur 10 mL

Faktor kalibrasi:

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

dengan, S merupakan ketidakpastian yang terdapat pada alat dan K menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Faktor muai:

$$\mu \text{ muai} = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{2}$$

dengan, V merupakan ketidakpastian yang terdapat pada alat, β merupakan koefisien muai alat ($0,00021 \text{ } ^\circ\text{C}$), ΔT merupakan selisih antara temperature ruang dengan temperature alat dan 2 menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Ketidakpastian gabungan:

$$\mu (PU \ 10 \ mL) = \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 + (\mu \text{ muai})^2}$$

c. Ketidakpastian pipet ukur 1 mL

Faktor kalibrasi:

$$\mu \text{ kal} = \frac{S}{K}$$

dengan, S merupakan ketidakpastian yang terdapat pada alat dan K menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Faktor muai:

$$\mu \text{ muai} = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{2}$$

dengan, V merupakan ketidakpastian yang terdapat pada alat, β merupakan koefisien muai alat ($0,00021 \text{ } ^\circ\text{C}$), ΔT merupakan selisih antara temperature ruang dengan temperature alat dan 2 menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Ketidakpastian gabungan:

$$\mu (PU \ 1 \ mL) = \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 + (\mu \text{ muai})^2}$$

3.3.6.5.3 Ketidakpastian massa contoh (μM)

Faktor kalibrasi:

$$\mu \text{ kal} = \frac{S}{K}$$

dengan, S merupakan ketidakpastian yang terdapat pada neraca dan K menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Ketidakpastian massa contoh:

$$\mu (M) = \sqrt{2 \times (\mu kal)^2}$$

3.3.6.5.4 Ketidakpastian faktor pengenceran (μ FP)

$$\mu (V) = \sqrt{\left(\frac{\mu LU 100 mL}{LU}\right)^2 + \left(\frac{\mu PU 10 mL}{PU}\right)^2}$$

a. Ketidakpastian labu ukur 100 mL

Faktor kalibrasi:

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

dengan, S merupakan ketidakpastian yang terdapat pada alat dan K menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Faktor muai:

$$\mu muai = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{2}$$

dengan, V merupakan ketidakpastian yang terdapat pada alat, β merupakan koefisien muai alat (0,00021 /°C), ΔT merupakan selisih antara temperature ruang dengan temperature alat dan 2 menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Ketidakpastian gabungan:

$$\mu (LU) = \sqrt{(\mu kal)^2 + (\mu muai)^2}$$

b. Ketidakpastian pipet ukur 10 mL

Faktor kalibrasi:

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

dengan, S merupakan ketidakpastian yang terdapat pada alat dan K menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Faktor muai:

$$\mu muai = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{2}$$

dengan, V merupakan ketidakpastian yang terdapat pada alat, β merupakan koefisien muai alat (0,00021 /°C), ΔT

merupakan selisih antara temperature ruang dengan temperature alat dan 2 menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Ketidakpastian gabungan:

$$\mu (PU 10 mL) = \sqrt{(\mu kal)^2 + (\mu muai)^2}$$

3.3.6.5.5 Ketidakpastian faktor koreksi (μFK)

μFK

$$= FK \times \sqrt{\left(\frac{\mu m. kering}{m. kering}\right)^2 + \left(\frac{\mu m. basah}{m. basah}\right)^2 + \left(\frac{\mu oven}{oven}\right)^2}$$

a. Ketidakpastian massa kering

Faktor kalibrasi:

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

dengan, S merupakan ketidakpastian yang terdapat pada neraca dan K menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Ketidakpastian massa kering:

$$\mu m. kering = \sqrt{2 \times \mu(m. kering)^2}$$

b. Ketidakpastian massa basah

Faktor kalibrasi:

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

dengan, S merupakan ketidakpastian yang terdapat pada neraca dan K menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Ketidakpastian massa kering:

$$\mu m. basah = \sqrt{2 \times \mu(m. kering)^2}$$

c. Ketidakpastian efek suhu ruang/ruang oven

Faktor kalibrasi:

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

dengan, S merupakan ketidakpastian yang terdapat pada neraca dan K menunjukkan tingkat kepercayaan yang digunakan yaitu 95%.

Ketidakpastian efek ruang:

$$\mu \text{ efek ruang} = \frac{\%KA}{suhu}$$

dengan, %KA merupakan hasil dari pengukuran kadar air dalam sampel yang diperoleh dan suhu menunjukkan suhu oven yang digunakan dalam pengukuran kadar air tersebut.

Ketidakpastian oven:

$$\mu \text{ efek suhu/ruang} = \mu \text{ kal} \times \mu \text{ efek ruang}$$

3.3.6.5.6 Ketidakpastian presisi (μP)

$$\mu (P) = \frac{\%RSD}{100}$$

dengan, %RSD merupakan hasil dari penentua presisi yang diperoleh dan 100 merupakan faktor koreksi persen.

3.3.6.5.7 Ketidakpastian gabungan (μG)

$$\mu (G) = \text{Kadar } K(\%) \times \sqrt{\left(\frac{\mu X}{X}\right)^2 + \left(\frac{\mu V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu M}{M}\right)^2 + \left(\frac{\mu FP}{FP}\right)^2 + \left(\frac{\mu FK}{FK}\right)^2 + \left(\frac{\mu P}{P}\right)^2}$$

dengan, $\mu(X)$ merupakan ketidakpastian konsentrasis contoh yang didapat dari kurva kalibrasi, X merupakan rata-rata konsentrasi sampel yang diperoleh, $\mu(V)$ merupakan ketidakpastian volume ekstrak, V merupakan volume ekstrak yang dipipet, $\mu(M)$ merupakan massa contoh, M merupakan berat contoh yang digunakan, $\mu(FP)$ merupakan ketidakpastian faktor pengenceran, FP merupakan berapa kali pengenceran yang dilakukan, $\mu(FK)$ merupakan ketidakpastian faktor koreksi, FK merupakan faktor koreksi

yang didapat dari kadar air, $\mu(P)$ merupakan ketidakpasian presisi.

3.3.6.5.8 Ketidakpastia diperluas (U)

$$U = 2 \times \mu(G)$$

dengan, 2 merupakan factor kepercayaan yang digunakan yaitu 95% dan $\mu(G)$ merupakan hasil dari ketidakpastian gabungan.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

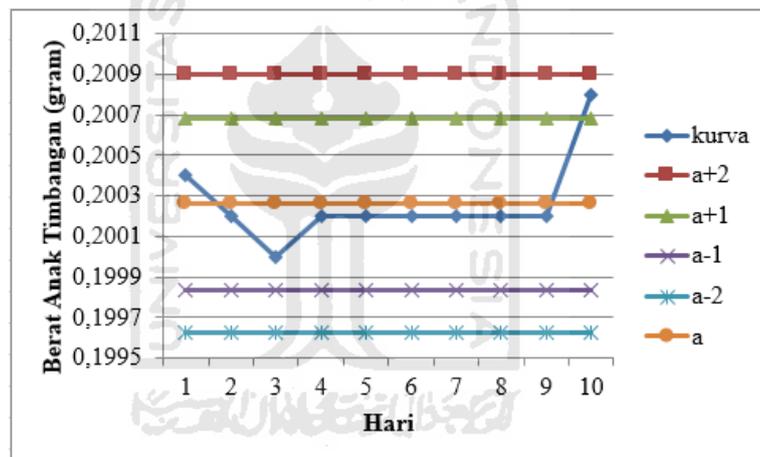
4.1 Hasil Uji Pengecekan Antara Timbangan

Pengecekan antara timbangan atau *intermediate check* diperlukan untuk memelihara kepercayaan pada status kalibrasi standar acuan primer, standar pengalihan atau standar kerja dan bahan acuan. *Intermediate check* merupakan sarana untuk mengetahui apakah terjadi penyimpangan antara nilai yang ditunjukkan oleh instrumen pengukuran dan nilai yang telah diketahui dari besaran yang diukur, selalu lebih kecil dari toleransi yang diperoleh oleh standar, peraturan atau spesifikasi khusus dalam peralatan ukur. Hasil dari pengecekan antara timbangan yang diperoleh dipakai sebagai bahan pertimbangan dalam menetapkan peralatan ukur tetap dapat dipakai, perlu distel, diperbaiki, diturunkan tingkatnya, atau tidak dapat dipakai lagi. Apabila pengecekan antara dinyatakan tidak memenuhi maka dilakukan pengulangan untuk memastikan hal tersebut bukan diakibatkan oleh variasi bahan acuan bersertifikat atau *in-house reference materials* yang berasal dari variasi pengukuran. Apabila hasil tetap tidak memenuhi maka instrumen tersebut harus dikalibrasi ulang, atau diperbaiki, atau distel sampai menunjukkan kebenaran untuk kerjanya.

Pengecekan antara timbangan ini menggunakan anak timbangan dengan berat yang terdapat diantara berat sampel tanaman yang digunakan. Berat sampel yang digunakan yaitu 0,5 gram, maka berat anak timbangan yang digunakan yaitu 0,2 gram dan 1 gram. Pengecekan anak timbangan tersebut dilakukan selama 10 kali atau selama 10 hari berturut-turut dengan waktu yang sama. Setiap anak timbangan dilakukan pengecekan sebanyak 5 kali. Tabel 4.1 adalah hasil pengecekan antara timbangan menggunakan anak timbangan dengan berat 0,2 gram dan Tabel 4.2 adalah hasil pengecekan antara timbangan menggunakan anak timbangan dengan berat 1 gram setiap harinya.

Tabel 4.1 Hasil Pengecekan Antara Timbangan dengan Berat 0,2 gram

Hari	0,2 g	a+2	a+1	a-1	a-2	A
1	0,2004	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
2	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
3	0,2000	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
4	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
5	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
6	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
7	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
8	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
9	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
10	0,2008	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
Median	0,2003					
SD	0,0002					

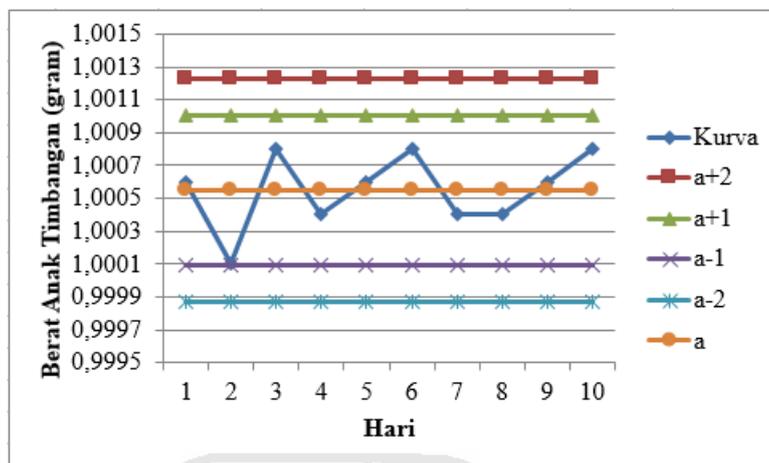


Gambar 4.1 Kurva Pengecekan Antara Timbangan dengan Berat 0,2 gram

Tabel 4.2 Hasil Pengecekan Antara Timbangan dengan Berat 1 gram

No	1 g	a+2	a+1	a-1	a-2	A
1	1,0006	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
2	1,0001	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
3	1,0008	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
4	1,0004	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
5	1,0006	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
6	1,0008	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
7	1,0004	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
8	1,0004	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
9	1,0006	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006

10	1,0008	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
Median	1,0006					
SD	0,0002					



Gambar 4.2 Kurva Pengecekan Antara Timbangan dengan Berat 1 gram

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada Gambar 4.1 dan Gambar 4.2 pengecekan antara timbangan menghasilkan hasil yang tidak konstan tetapi hasil Standar Deviasi (SD) yang diperoleh baik, menurut Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta memenuhi syarat keberterimaan yaitu $<0,41$. Dilihat Gambar 4.1 dengan anak timbangan berat 0,2 gram pada hari ke-10 garis yang dihasilkan sangat melebihi batas. Gambar 4.2 dengan anak timbangan berat 1 gram pada hari ke-2 garis yang dihasilkan melebihi batas. Dilihat pada Tabel 4.1 dengan anak timbangan berat 0,2 gram hasil SD yang diperoleh yaitu sebesar 0,0002 dan Tabel 4.2 dengan anak timbangan berat 1 gram hasil SD yang diperoleh yaitu sebesar 0,0002, maka dari kedua hasil SD tersebut dapat dikatakan baik karena memenuhi syarat keberterimaan yaitu $<0,41$.

4.2 Hasil Penentuan Kadar Air

Kadar air merupakan hilangnya berat sampel ketika dikeringkan sesuai dengan metode tertentu. Metode dan prosedur pengujian kadar air sampel tanaman pada beberapa komoditi tanaman pohon telah tertulis secara jelas. Penentuan kadar air dilakukan dengan memanaskan sampel kedalam oven,

suhu yang digunakan yaitu 105°C selama 4 jam dan sebanyak 10 kali pengulangan. Kadar air yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil Penentuan Kadar Air

Sampel	Bobot asal (gram)	kehilangan sisa (gram)	Kadar Air (%)	FK
1	1	0,95	5	1,05
2	1	0,93	7	1,08
3	1	0,95	5	1,05
4	1	0,96	4	1,04
5	1	0,96	4	1,04
6	1	0,95	5	1,05
7	1	0,96	4	1,04
8	1	0,96	4	1,04
9	1	0,95	5	1,05
10	1	0,96	4	1,04
Rata-Rata			4,7	1,05

Bedasarkan hasil kadar air dalam sampel pohon jati dengan melakukan 10 kali pengulangan yang diperoleh hasil dengan rata-rata sebesar 4,7%, hasil tersebut dapat dikatakan baik karena terbilang kadar air yang didapat kecil. Hasil dari penentuan kadar air dalam sampel pohon jati dapat digunakan untuk menentukan Faktor Koreksi (FK). Dilihat pada Tabel 4.3 hasil rata-rata faktor koreksi yang diperoleh sebesar 1,05. Faktor koreksi tersebut dapat digunakan dalam analisis penentuan kadar Kalium (K). Perhitungan perolehan kadar air dan faktor koreksi dalam sampel pohon jati dapat dilihat pada Lampiran 1.

4.3 Hasil Penentuan Kadar Kalium (K) dalam Sampel Pohon Jati

Penentuan kadar kalium dalam sampel tanaman pohon jati dilakukan dengan mengukur menggunakan instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang (λ) 766,9 nm sebanyak 7 kali pengulangan. Penggunaan metode yang tepat akan menghasilkan hasil analisis yang akurat, hasil analisis yang akurat tersebut juga didukung dengan persiapan, proses dan perlakuan yang tepat. Persiapan sampel merupakan tahap

penyediaan sampel siap timbang untuk dilakukan analisis. Sampel tanaman yang telah ditimbang kemudian didestruksi. Destruksi adalah suatu perombakan sampel menjadi materi yang dapat diukur kandungan unsur-unsur yang dapat dilakukan analisis. Percobaan ini menggunakan destruksi basah untuk analisis kalium pada sampel tanaman menggunakan pereaksi asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi menggunakan zat oksidator, sehingga akan menghasilkan senyawa organik bebas.

Penambahan larutan asam nitrat (HNO_3) p.a 65% dan asam perklorat (HClO_4) p.a 60% dimana keduanya merupakan oksidator kuat. Penambahan asam nitrat (HNO_3) p.a 65% bertujuan untuk mengoksidasi sampel dan memutus ikatan kompleks, sedangkan penambahan asam perklorat (HClO_4) p.a 60% digunakan untuk mengoksidasi bahan yang sulit teroksidasi dan membantu mempercepat proses destruksi yang dilakukan oleh asam nitrat. Selain itu asam perklorat juga berfungsi untuk menjernihkan larutan hasil destruksi. Asam nitrat memiliki sifat asam yang lebih kuat dan membantu kinerja asam perklorat dalam mengoksidasi sampel. Larutan didiamkan semalaman berfungsi agar reaksi berjalan sempurna. Kemudian larutan sampel dipanaskan pada suhu $50-170^\circ\text{C}$ dengan tujuan untuk menyempurnakan proses reaksi oksidasi yaitu dengan mempercepat pemutusan ikatan senyawa organik dengan logam pada sampel tanaman tersebut. Suhu yang digunakan tersebut relative tinggi dan lama agar hasil analisis yang diperoleh menghasilkan destruksi yang sempurna, namun lamanya waktu destruksi disesuaikan dengan banyaknya sampel yang didestruksi (Wulandari *et all*, 2015).

Proses destruksi ini akan timbul uap berwarna kuning serta letupan-letupan dari larutan yang dipanaskan. Gas tersebut merupakan gas hasil samping dari proses destruksi yang berupa gas CO_2 dan NO_2 yang terbentuk dari reaksi NO dan O_2 . Gas tersebut dapat menjadi tanda bahwa bahan organik pada sampel telah teroksidasi secara sempurna oleh asam nitrat, selain itu gas tersebut juga dapat meningkatkan tekanan pada proses destruksi berlangsung. Destruksi diakhiri dengan timbulnya uap putih pada dinding labu ukur yang digunakan dan volume ekstrak yang tersisa $\pm 0,5$

mL serta warna larutan menjadi kuning jernih (bening). Waktu yang digunakan destruksi disesuaikan dengan banyaknya sampel yang didestruksi. Semakin banyak sampel, maka waktu yang digunakan semakin lama dan semakin banyak pula asam nitrat dan asam perklorat yang digunakan.

Penentuan kadar kalium (K) dalam sampel pohon jati dilakukan dengan metode kurva kalibrasi yakni dengan membuat larutan deret standar dimana akan menghasilkan persamaan garis linier $y = ax + b$. Kadar kalium dapat dilihat pada Tabel 4.5 dan penentuan kadar kalium dapat dilakukan dengan rumus:

$$Kadar K (\%) = C \times \frac{V \text{ ekstrak}}{1000} \times \frac{100}{M \text{ contoh}} \times FP \times FK$$

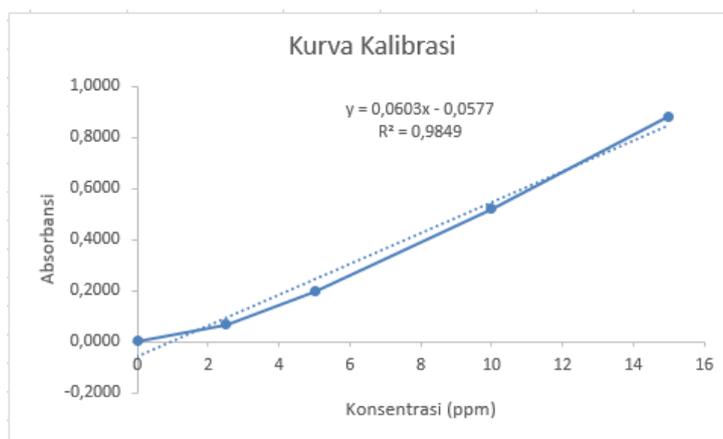
Keterangan :

- C : kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembacaannya setelah dikoreksi banko
- 100 : faktor koreksi ke %
- 1000 : faktor koreksi ke ppm
- FP : faktor pengenceran
- FK : faktor koreksi

Tabel 4.4 Absorbansi Deret Laurant Standar

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata- Rata
	1	2	3	
0	0,0026	0,0027	-0,0004	0,0016
2,5	0,0733	0,0656	0,0656	0,0682
5,0	0,2084	0,1896	0,1953	0,1978
10,0	0,5295	0,5143	0,5217	0,5218
15,0	0,8901	0,8872	0,8699	0,8824

Berdasarkan data yang diperoleh dapat dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi deret standar kalium (mg/L) dengan absorbansi seperti pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Kalium (K)

Slope	0,0603
Intersep	-0,0577
R ²	0,9849

Tabel 4.5 Kadar Kalium (K) dalam Sampel Tanaman

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	Kadar (%)
1	0,1459	33,6650	0,71
2	0,1414	32,9187	0,69
3	0,1434	33,2504	0,70
4	0,1430	33,1841	0,70
5	0,1441	33,3665	0,70
6	0,1470	33,8474	0,71
7	0,1434	33,2504	0,70
Rata-Rata			0,70

Berdasarkan hasil yang diperoleh kadar kalium dalam sampel tanaman dengan rata-rata sebesar 0,70%. Perhitungan perolehan kadar kalium dalam sampel tanaman dapat dilihat pada Lampiran 2. Hasil kadar tersebut dapat dikatakan baik karena telah memenuhi persyaratan teknis sesuai dengan SNI 19-7030-2004. Dimana standar kandungan kadar kalium pada sampel tanaman minimum 0,20% sedangkan untuk maksimum tidak ditentukan sehingga dari sampel tanaman tersebut sudah mencapai batas minimum.

4.4 Validasi Metode

Validasi metode merupakan penilaian terhadap suatu parameter tertentu yang berdasarkan pengujian laboratorium sebagai upaya pembuktian bahwa parameter yang digunakan tersebut telah memenuhi syarat untuk digunakan (Holilah, 2016). Validasi dilakukan bertujuan agar metode yang dipilihat terjamin keakuratannya, spesifik, *reproducible* dan tahan pada kisaran analit yang telah dianalisis (Yutiasari, 2010).

4.4.1 Hasil penentuan linieritas

Linieritas merupakan salah satu parameter dari validasi metode yang menunjukkan hasil koefisien korelasi antara konsentrasi larutan baku dengan absorbansi yang diperoleh dalam suatu gambar garis lurus (Prihatin, 2016). Linieritas menggambarkan bahwa alat tersebut dapat memperoleh hasil pengujian yang sebanding dengan konsentrasi analit dalam sampel pada rentang konsentrasi tertentu atau dapat dinyatakan sebagai pembuktian bahwa adanya hubungan yang linier antara konsentrasi analit dengan respon alat tersebut. Linieritas dapat ditentukan dengan mengukur minimal 5 deret standar dengan konsentrasi yang berbeda-beda, dari hasil yang diperoleh kemudian data dapat diolah dengan menggunakan regresi linier, sehingga diperoleh hasil nilai slope, intersep, koefisien korelasi dan koefisien determinasi (Harmita, 2004). Uji linieritas dalam sampel tanaman dilakukan dengan menggunakan deret standar 0-15 mg/L. Kurva deret standar dapat dilihat pada Gambar 4.3.

Persamaan garis regresi linier yang diperoleh yaitu $y = 0,0603x - 0,0577$ dengan koefisien determinasi (R^2) 0,9849 dan koefisien korelasi (r) 0,9924. Idealnya nilai intersep (b) yang diperoleh bernilai nol. Nilai kemiringan semakin besar menunjukkan metode uji tersebut memiliki sensitivitas yang lebih tinggi atau respon instrumen yang cukup kuat terhadap perubahan analit (Hazra *et al*, 2014). Menurut *International Conference on Harmonization* (ICH) suatu metode dapat dikatakan linier jika koefisien determinasi yang dihasilkan $>0,997$ dan menurut EPA hasil koefisien korelasi yang baik yaitu $>0,995$. Metode uji yang digunakan untuk penentuan kadar kalium (K) dalam sampel tanaman dapat dikatakan kurang baik karena tidak memenuhi syarat keberterimaan nilai dari nilai koefisien

determinasi dan koefisien korelasi yang diperoleh. Hal tersebut dapat disebabkan karena larutan standar yang digunakan tidak homogen atau bahkan larutan standar tersebut telah terkontaminasi.

4.4.2 Hasil penentuan presisi

Presisi merupakan suatu ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang diukur melalui penyebaran hasil individu dari hasil rata-rata yang diperoleh jika prosedur ditetapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi juga merupakan kedekatan dari suatu rangkaian pengukuran yang dilakukan secara berulang-ulang satu sama lain. Presisi dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*), presisi antara (*intermediate precision*) dan ketertiruan (*reproducibility*).

Penentuan presisi dilakukan bertujuan untuk melihat kedekatan antara hasil uji yang diperoleh secara berulang pada sampel dilakukan dengan metode keterulangan (*repeatability*), sehingga diperoleh ketetapan sistem dalam memberikan respon terhadap analit yang dideteksi. Uji presisi dilakukan berdasarkan keterulangan yang mengacu pada penggunaan prosedur analit dalam kondisi laboratorium, analisis, peralatan serta pereaksi yang sama yaitu dengan mengukur kadar kalium dalam sampel tanaman sebanyak 7 kali pengulangan. Nilai presisi dinyatakan dalam %RSD. Hasil uji yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Hasil Penentuan Presisi

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1	0,1459	33,6650
2	0,1414	32,9187
3	0,1434	33,2504
4	0,1430	33,1841
5	0,1441	33,3665
6	0,1470	33,8474
7	0,1434	33,2504
	Rata-Rata	33,3547
	SD	0,3109
	%RSD	0,93
	CV Horwitz	9,44

Berdasarkan hasil uji yang diperoleh %RSD dapat dikatakan baik karena telah memenuhi persyaratan. Syarat keberterimaan %RSD yaitu $<2\%$. Hasil uji presisi dapat dinyatakan bahwa %RSD $< 2/3$ CV Horwitz yaitu $0,93 < 6,29$. Koefisien variasi meningkat dengan menurunnya kadar analit yang ditentukan pada sampel yaitu kadar satu seper juta (ppm) %RSD kurang dari 30% (AOAC, 1998). Perolehan hasil tersebut tertera pada Lampiran 4. Membandingkan nilai %RSD yang diperoleh dengan $2/3$ CV Horwitz dapat mempertegas keterulangan dapat diterima atau tidaknya. Metode tersebut mempunyai keterulangan yang baik karena nilai %RSD yang diperoleh telah memenuhi syarat yang telah ditentukan, sehingga dapat digunakan dalam pengujian di laboratorium.

4.4.3 Hasil Penentuan *Limit of Detection* (LOD)

Analisis penentuan *Limit of Detection* (LOD) dapat menggunakan *instrument* ataupun tidak (Khopkar, 1990). Limit deteksi merupakan parameter uji batas dan dapat ditentukan dengan tiga cara antara lain yaitu, *signal-to-noise*, penentuan dengan menggunakan blanko, dan menggunakan kurva kalibrasi. Penentuan LOD yang tidak menggunakan *instrument* atau secara konvensional dapat ditentukan dengan melakukan pengenceran bertingkat pada larutan sampel, sedangkan limit deteksi yang menggunakan *instrument* ditentukan dengan cara mengukur seberapa besar respon blanko berulang kali kemudian dihitung simpangan baku terhadap blanko (Prihatin, 2016).

Penentuan *Limit of Detection* (LOD) menggunakan *instrument* dilakukan dengan mengukur larutan standar terendah (2,5 mg/L) yang telah dilakukan pengenceran 50 kali sebanyak 7 kali pengulangan. Hal tersebut dilakukan untuk mengetahui apakah larutan standar masih memberikan respon absorbansi atau tidak, sedangkan penentuan *Limit of Detection* (LOD) menggunakan metode dilakukan dengan kurva kalibrasi mencari Sy/x . Hasil dari pengukuran standar terendah dan kurva kalibrasi dapat digunakan untuk pengujian *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantification* (LOQ) yang dapat dilihat pada Tabel 4.7 dan Tabel 4.8.

Tabel 4.7 Hasil Penentuan Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantitasi (LOQ) Instrumen (2,5 mg/L Diencerkan 50 Kali)

LOD	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1	0,0008	0,9602
2	0,0007	0,9585
3	0,0009	0,9619
4	0,0009	0,9619
5	0,0009	0,9619
6	0,0007	0,9585
7	0,0008	0,9602
	Rata-rata	0,9604
	SD	0,0015
	LOD	0,0045
	LOQ	0,0149

Tabel 4.8 Hasil Penentuan Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantitasi (LOQ) Metode

Konsentrasi (ppm)	Y	Yi	(Y-Yi) ²
0,0	0,0016	-0,0577	0,0035
2,5	0,0682	0,0931	0,0006
5,0	0,1978	0,2438	0,0021
10,0	0,5218	0,5453	0,0006
15,0	0,8824	0,8468	0,0013
		$\Sigma(Y-Yi)^2$	0,0081
		Sy/x	0,0519
		LOD	2,5814
		LOQ	8,6048

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada Lampiran 5, *Limit of Detection* (LOD) menggunakan instrumen dan kurva kalibrasi penentuan kalium dalam sampel pohon jati sebesar 0,0045 mg/L dan 2,5814 mg/L. Hal ini dapat dikatakan bahwa metode penentuan kalium dengan instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) memiliki ketelitian yang baik karena nilai LOD lebih kecil dari kadar kalium yang telah diperoleh dari hasil pengujian.

4.4.4 Hasil penentuan *Limit of Quantification* (LOQ)

Limit of Quantification (LOQ) merupakan salah satu parameter dalam validasi metode yang menunjukkan jumlah terkecil dari suatu analit yang terkandung dalam sampel yang dapat dikuantifikasi secara presisi dan akurat. LOQ berfungsi untuk melakukan pengujian secara kuantitatif dengan jumlah yang relative kecil yang terkandung dalam sampel, limit kuantitasi juga digunakan untuk pengukuran cemaran dan produk degradasi. Berdasarkan hasil yang diperoleh nilai *Limit of Quantification* (LOQ) menggunakan instrumen dan kurva kalibrasi yang dapat dilihat pada Tabel 4.7 dan Tabel 4.8 yaitu sebesar 0,0149 mg/L dan 8,6048 mg/L. Hasil tersebut dapat dikatakan baik karena hasil data presisi dan akurasi yang ideal, maka konsentrasi minimal yang digunakan yaitu 0,0161 mg/L dengan instrumen dan 8,6048 mg/L dengan kurva kalibrasi. Hasil tersebut dapat dilihat pada Lampiran 5.

4.4.5 Hasil penentuan akurasi

Akurasi atau kecermatan merupakan kemampuan kesesuaian dari hasil analisis yang diperoleh dengan nilai sebenarnya analit atau nilai dari acuan analit yang dapat diterima. Akurasi dinyatakan dalam persen perolehan kembali analit yang ditambahkan. Metode penentuan akurasi pada validasi ini dilakukan dengan standar adisi. Prinsip metode standar adisi yaitu mengevaluasi besar perolehan kembali sejumlah analit yang ditambahkan secara kuantitatif kedalam matriks sampel yang sesuai. Penentuan akurasi dilakukan dengan cara menambahkan larutan *spike* 5 mg/L ke dalam sampel tanaman. Interaksi matrik dan analit yang terjadi dapat memberikan hasil ukur analit oleh metode menjadi lebih besar dari seharusnya. Kadar kalium yang di peroleh pada sampel yang ditambahkan larutan *spike* menjadi lebih besar dibandingkan dengan sampel yang tanpa penambahan larutan *spike*. Hasil penentuan akurasi dapat dilihat pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9 Hasil Penentuan Akurasi

Pengulangan	C Sampel + Spike (ppm)	C Sampel (ppm)	C Spike (ppm)	%Recovery
1	38,4245	33,6650		87,00
2	37,9270	32,9187		91,55
3	38,1758	33,2504		90,04
4	38,0763	33,1841	5,4704	89,43
5	38,0431	33,3665		85,49
6	38,4411	33,8474		83,97
7	38,2090	33,2504		90,64
Rata-Rata				88,30

Berdasarkan hasil penentuan akurasi dengan menggunakan perolehan kembali (%Recovery) dengan 7 kali pengulangan memperoleh hasil dengan rata-rata sebesar 88,30%. Hasil tersebut dapat dikatakan baik karena memenuhi syarat keberterimaan. Metode yang digunakan dalam penentuan akurasi ini dapat dianggap valid karena hasil *recovery* yang diperoleh masuk dalam rentang syarat yaitu 80-110% (Sumardi, 2002). Hasil tersebut dapat dilihat pada Lampiran 6.

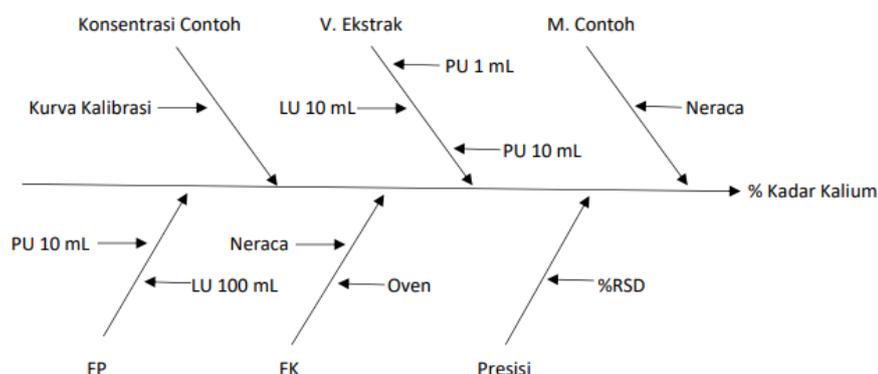
4.4.6 Hasil penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran

Estimasi ketidakpastian pengukuran yaitu suatu ukuran sebaran yang layak dihubungkan dengan nilai terukur yang didapat dari proses yang dilakukan akan memberikan rentang nilai terukur dengan rentang nilai yang sebenarnya. Penentuan ketidakpastian pengukuran ini dilakukan untuk mengetahui dan dapat dipertanggung jawabkan keabsahannya. Estimasi ketidakpastian pengukuran dapat ditentukan dengan beberapa langkah. Pertama, menentukan dengan menggunakan prosedur kerja pengujian yang dapat menunjang tindakan yang dilakukan dalam pengujian. Kedua, menentukan ketidakpastian dapat dilakukan dengan menggunakan rumus, dimana rumus yang digunakan yaitu:

$$Kadar K (\%) = C \times \frac{V_{ekstrak}}{1000} \times \frac{100}{M_{contoh}} \times FP \times FK$$

Ketiga, menentukan ketidakpastian pengukuran dilakukan berdasarkan parameter dari sumber-sumber kesalahan yang digambarkan dalam

diagram tulang ikan (*cause and effect*). Diagram yang digunakan yang digunakan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Diagram Tulang ikan

Keempat, mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian dan dibuat dari semua faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir melalui tulang ikan yang telah dibuat. Langkah selanjutnya kemudian menghitung ketidakpastian baku, ketidakpastian gabungan, dan ketidakpastian diperluas. Hasil estimasi ketidakpastian pengukuran dapat dilihat pada Tabel 4.10.

Tabel 4.10 Hasil Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Parameter Ketidakpastian	Satuan	Nilai (x)	$\mu(x)$	$\mu(x)/(x)$	$(\mu(x)/(x))^2$
Konsentrasi contoh	mg/L	33,3547	3,6102	0,1082	0,0117
Volume ekstrak	mL	10	0,0014	0,0001	0,0000
massa contoh	Gram	0,5	0,0022	0,0044	0,0000
FP	-	10	0,0008	0,0001	0,0000
FK	-	1,05	0,0101	0,0096	0,0001
Presisi	%	1,06	0,0106	0,0100	0,0001
$\Sigma(\mu(x)/(x))^2$			0,0119		
Gabungan			0,07		
Diperluas (K=2)			0,14		
Hasil			$0,70 \pm 0,14$		

Berdasarkan hasil estimasi ketidakpastian pengukuran yang diperoleh pada tabel 4.10, dapat dilihat bahwa nilai ketidakpastian yang diperoleh pada rentang $0,70 - 0,14 \%$ dan $0,70 + 0,14 \%$ atau dapat dikatakan masuk kedalam rentang 0,56% sampai 0,84%. Hasil tersebut dapat dikatakan baik

karena <30% kadar sampel yang digunakan (Riyanto, 2014). Parameter penyumbang ketidakpastian terbesar yaitu kurva kalibrasi. Penentuan ketidakpastian kurva kalibrasi memiliki sumber sumber kesalahan dari berbagai faktor, seperti kondisi alat yang digunakan terkalibrasi atau tidak dan larutan standar yang digunakan tidak homogen. Hasil perhitungan estimasi ketidakpastian pengukuran dapat dilihat pada Lampiran 7.



BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil validasi metode penentuan kadar Kalium dalam sampel pohon jati dengan instrument spektrofotometri serapan atom yang telah dilakukan dapat disimpulkan :

1. Kadar Kalium (K) dalam sampel tanaman pohon jati yang dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan diperoleh hasil sebesar 0,70%, hasil tersebut dapat dikatakan baik karena telah memenuhi persyaratan teknis sesuai dengan SNI 19-7030-2004. Dimana standar kandungan kadar kalium pada sampel tanaman minimum 0,20%.
2. Hasil validasi metode dengan parameter linieritas diperoleh hasil persamaan regresi linier $y = 0,0560x - 00336$ dengan koefisien determinasi (R^2) 0,9849 dan koefisien korelasi (r) 0,9924. Hasil linieritas tersebut dapat dikatakan kurang baik karena tidak memenuhi syarat keberterimaan untuk $R^2 > 0,997$ dan $r > 0,995$. Parameter presisi yang diperoleh 0,93%, %RSD dapat dikatakan baik karena telah memenuhi persyaratan. Syarat keberterimaan %RSD yaitu $< 2\%$. Hasil uji presisi dapat dinyatakan bahwa $\%RSD < 2/3$ CV Horwitz yaitu $0,93 < 6,29$. Parameter LOD menggunakan instrumen dan kurva kalibrasi yang diperoleh secara berturut-turut 0,0045 mg/L dan 2,5814 mg/L, LOQ menggunakan instrumen dan kurva kalibrasi yang diperoleh secara berturut-turut 0,0149 mg/L dan 8,6048 mg/L, dari hasil kedua tersebut dapat dikatakan baik karena nilai LOD lebih kecil dari kadar kalium yang telah diperoleh dari hasil pengujian. Parameter akurasi dengan menggunakan %Recovery mendapatkan hasil dengan rata-rata sebesar 88,30%. Hasil tersebut dapat dikatakan baik karena memenuhi syarat keberterimaan yaitu 80-110%. Parameter ketidakpastian pengukuran diperoleh hasil sebesar $0,70 \pm 0,14 \%$, hasil tersebut memenuhi syarat karena hasil estimasi ketidakpastian pengukuran $< 30\%$ dari kadar sampel yang diperoleh. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode analisis penentuan kadar Kalium dalam sampel pohon jati menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dapat dikatakan

kurang valid berdasarkan parameter uji yang telah ditentukan, sehingga metode tersebut harus dilakukan analisis ulang agar metode tersebut dapat diterapkan di Laboratorium Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian validasi metode penentuan kadar kalium dalam sampel pohon jati dengan instrument spektrofotometri serapan atom yang telah dilakukan di Laboratorium Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta penulis menyarankan agar:

1. Pelaksanaan validasi pada suatu metode uji harus berdasarkan literatur yang ada dan sesuai, hal tersebut dilakukan agar hasil data yang diperoleh valid, efektif serta efisien dalam melakukan pengujian.
2. Berdasarkan hasil metode validasi dengan parameter linieritas didapatkan hasil R^2 sebesar 0,9849 hasil tersebut tidak memenuhi syarat yaitu $> 0,997$, maka untuk mencapai hasil linieritas sesuai dengan syarat larutan standar yang digunakan harus dipastikan homogen dan sebelum digunakan untuk analisis harus dilakukan pengecekan di instrumen berulang kali hingga didapat hasil R^2 yang baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Anif, V. (2017). *Analisis Logam Berat*. UMP: Dep. Fakultas Farmasi.
- AOAC. (1998). *Peer Verified Methods Program, Manual on Policies and Procedures*. Arlington. Virginia. USA: AOAC INTERNATIONAL.
- Barker, A. (2007). *Handbook of Plant Nutrition*. Taylor and Francis: CRS Press.
- Beringer, H. (1980). The Role of Potassium in Crop Production. In *Proceedings of International Seminar on the Role of Potassium* (pp. 25-32). Crop Production, Pretoria, Republic of South Africa: 12-13 November 1979.
- Bermejo, I., I., C., dan A.S, M. (2004). Growth and Yield Models for Teak Plantations in Costa Rica. *Forest Ecology dan Management (189)*, 97-110.
- EURACHEM. (2000). *UK Department of Trade and Industry as Part of The National Measurement System Valid Analytical Measurement (VAM) Programme. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*.
- Gandjar, I., dan Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Harmita. (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. Majalah Ilmu Kefarmasian*. Dep. Farmasi: FMIPA-UI.
- Haswell, S. (1991). *Atomic Absorption Spectrometry*. Amsterdam: Elsevier.
- Hazra, F., P. S., dan S. M. (2014). Verifikasi Metode Uji Arsen dalam Contoh Mainan Anak dengan Spektrofotometer Serapan Atom Denerator Uap Hidrida. *Jurnal Sains Terapan*, 2(4).36-45.
- Holilah, I. (2016). *Analisis Logam Berat Merkuri dan Arsen dalam Krim Pemutih Kulit Secara Microwave Atomic Emission Spectroscopy (MP-MS)*. Bandar Lampung : FMIPA Universitas Lampung.
- Howeler, R. (1985). Potassium Nutrition of Cassava. *Potassium in Agriculture* (pp. 819-841). In Munson (Ed.): Am. Soc. Agron., Madisson, Wisconsin, USA.
- ISTA. (2017). *Internasional Rules for Seed Testing 2017. The Internasional Seed Testing Seed Testing Association*. Switzerland (CH): ISTA.
- Jones, J., dan Mills, H. (1991). *Handbook of Plant Analysis*. Mac. Micro: Publ. Athens.
- Khopkar, S. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Kusuma, E., dan Andrianti, D. (2019). Analisis Logam Cu dan Zn dalam Ekstrak Daun Sirih Merah. *Research Fair Unisri 2019*, 1-3.
- Kusumaningtyas, D., Sumarno, D., dan Purnama, P. (2016). Estimasi Ketidakpastian Pengukuran dalam Metode Penentuan Fosfat (P-PO₄) Secara Spektrofotometri. *Buletin Teknik Litkayasa*, 14.1-18.

- Kusumawati. (1993). *Fisioogi Tanaman Makanan Ternak. Program Studi Tanaman Makanan Ternak Jurusan Nutrisi dan Makanan Ternak*. Denpasar: Fakultas Peternakan Universitas Udayana.
- Manuhutu, O. (2009). *Penetapan Kadar Lidokain HCl dalam Sediaan Injeksi Secara Spektrofotometri Serapana Atom Tidak Langsung*. Universitas Sanata Dharma: Skripsi : Fakultas Farmasi.
- Mengel, K., dan Kirkby, E. (1993). *Principles of Plant Nutrition International Potash Institute*. (p. 593). Switzerland: Worblaufen-Beru.
- Mukhlis. (2017). *Unsur Hara Makro dan Mikro Dibutuhkan oleh Tanaman*. Luwu Utara: DTPHP.
- Purnomo. (2014). *Estimasi Ketidakpastian Pengukuran*. Tangerang: BMD Street Consulting.
- Rai, N., dan I Wayan Wiraatmaja. (2010). *Nutrisi Tanaman. Program Studi Agroteknologi Fakultas Pertanian UNUD*, 122 p.
- Riyanto. (2014). *Validasi dan Verifikasi Metode*. Yogyakarta: Deepublish.
- Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis. Pustaka Pelajar, Yogyakarta*, 298-322, 463-472.
- Ruchaemi, A. (2013). *Ilmu Pertumbuhan Hutan. Mulawarman University Press. Samarinda. Cetakan Pertama*, 187.
- Sukmadjaya, D., dan Mariska, I. (2003). *Perbanyakan Bibit Jati Melalui Kultur Jaringan. Balai Penelitian Bioteknologi dan Sumberdaya Genetik Pertanian*.
- Sumardi. (2002). *Validasi Metode Pengujian*. Jakarta: Pusat Standarisasi dan Akreditasi Sekretariat Jendral Departemen Pertanian.
- Sunardi, T., Susana, dan Nuraini, E. (2007). *Ketidakpastian Pengukuran pada Metode AANC untuk Analisis N, P, K, Si, Al, Cu, kedalam Cuplikan Sedimen. Prosiding PPI-PDIPTN*, 256-262.
- Supandi. (2013). *Peran dan Pengelolaan Hara Kalium Untuk Produksi Pangan di Indonesia*. Malang: Balai Penelitian Kacang-Kacangan dan Umbi-Umbian.
- Tisdale, S., dan W.L., N. (1975). *Soil Fertility and Fertilizers*. Mac Millan Publ: Co., Inc., New York.
- Torowati, Asminar, dan Rahmiati. (2008). *Analisis Unsur Pb, Ni dan Cu dalam Larutan Uranium Hasil Stripping Efluens Uranium Bidang Bahan Bakar Nuklir*. Batan: Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir.
- Widyatama. (2014). *Pentingnya Unsur Hara Mikro Bagi Pertumbuhan Tanaman*. Sukoharjo: Universitas Veteran Bangun Nusantara.

- Wulandari, A., Adi, K., dan Yuliani, D. (2015). Mercury (Hg) and Cooper (Cu) Analysis of Sea Cucumber *Paracaudina Australis* Crackers from Kenjeran Surabaya Using Atomic Absorption Spectroscopy. 1(4). 17-24.
- Yustiasari, E. (2010). *Analisis Arsen, Tembaga, Timbal dalam Daun, Batang Bayam Hijau (Amaranthus hybridus) dan Kangkung Darat (Ipomea poir) dengan Spektrofotometri Serapan Atom*. Depok: FMIPA UI.



LAMPIRAN

Lampiran 1. Penentuan Kadar Air

1. Kadar Air (suhu 105°C)

Sampel	Bobot asal (gram)	kehilangan sisa (gram)	Kadar Air (%)	FK
1	1	0,95	5	1,05
2	1	0,93	7	1,08
3	1	0,95	5	1,05
4	1	0,96	4	1,04
5	1	0,96	4	1,04
6	1	0,95	5	1,05
7	1	0,96	4	1,04
8	1	0,96	4	1,04
9	1	0,95	5	1,05
10	1	0,96	4	1,04
Rata-Rata			4,7	1,05

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{\text{contoh asal (g)} - \text{kehilangan contoh sisa (g)}}{\text{contoh asal (g)}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar Air 1(\%)} = \frac{1 \text{ g} - 0,95 \text{ g}}{1 \text{ g}} \times 100\% = 5\%$$

$$\text{Kadar Air 2(\%)} = \frac{1 \text{ g} - 0,93 \text{ g}}{1 \text{ g}} \times 100\% = 7\%$$

$$\text{Kadar Air 3(\%)} = \frac{1 \text{ g} - 0,95 \text{ g}}{1 \text{ g}} \times 100\% = 5\%$$

$$\text{Kadar Air 4(\%)} = \frac{1 \text{ g} - 0,96 \text{ g}}{1 \text{ g}} \times 100\% = 4\%$$

$$\text{Kadar Air 5(\%)} = \frac{1 \text{ g} - 0,96 \text{ g}}{1 \text{ g}} \times 100\% = 4\%$$

$$\text{Kadar Air 6(\%)} = \frac{1 \text{ g} - 0,95 \text{ g}}{1 \text{ g}} \times 100\% = 5\%$$

$$\text{Kadar Air 7(\%)} = \frac{1 \text{ g} - 0,96 \text{ g}}{1 \text{ g}} \times 100\% = 4\%$$

$$\text{Kadar Air 8(\%)} = \frac{1 \text{ g} - 0,96 \text{ g}}{1 \text{ g}} \times 100\% = 4\%$$

$$\text{Kadar Air 9(\%)} = \frac{1 \text{ g} - 0,95 \text{ g}}{1 \text{ g}} \times 100\% = 5\%$$

$$\text{Kadar Air 10(\%)} = \frac{1 \text{ g} - 0,96 \text{ g}}{1 \text{ g}} \times 100\% = 4\%$$



2. Faktor Koreksi (FK)

$$\text{Faktor Koreski (FK)} = \frac{100}{(100 - \%kadar\ air)}$$

$$\text{Faktor Koreksi 1} = \frac{100}{(100 - 5\%)} = 1,05$$

$$\text{Faktor Koreksi 2} = \frac{100}{(100 - 7\%)} = 1,08$$

$$\text{Faktor Koreksi 3} = \frac{100}{(100 - 5\%)} = 1,05$$

$$\text{Faktor Koreksi 4} = \frac{100}{(100 - 4\%)} = 1,04$$

$$\text{Faktor Koreksi 5} = \frac{100}{(100 - 4\%)} = 1,04$$

$$\text{Faktor Koreksi 6} = \frac{100}{(100 - 5\%)} = 1,05$$

$$\text{Faktor Koreksi 7} = \frac{100}{(100 - 4\%)} = 1,04$$

$$\text{Faktor Koreksi 8} = \frac{100}{(100 - 4\%)} = 1,04$$

$$\text{Faktor Koreksi 9} = \frac{100}{(100 - 5\%)} = 1,05$$

$$\text{Faktor Koreksi 10} = \frac{100}{(100 - 4\%)} = 1,04$$

Lampiran 2. Penentuan kadar kalium (K) dalam sampel pohon jati

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	Kadar (%)
1	0,1459	33,6650	0,71
2	0,1414	32,9187	0,69
3	0,1434	33,2504	0,70
4	0,1430	33,1841	0,70
5	0,1441	33,3665	0,70
6	0,1470	33,8474	0,71
7	0,1434	33,2504	0,70
Rata-Rata			0,70

$$Kadar K (\%) = C \times \frac{V \text{ ekstrak}}{1000} \times \frac{100}{M \text{ contoh}} \times FP \times FK$$

$$Kadar K 1(\%) = 33,6650 \text{ mg/L} \times \frac{10}{1000} \times \frac{100}{500} \times 10 \times 1,05 = 0,71\%$$

$$Kadar K 2(\%) = 32,9187 \text{ mg/L} \times \frac{10}{1000} \times \frac{100}{500} \times 10 \times 1,05 = 0,69\%$$

$$Kadar K 3(\%) = 33,2504 \text{ mg/L} \times \frac{10}{1000} \times \frac{100}{500} \times 10 \times 1,05 = 0,70\%$$

$$Kadar K 4(\%) = 33,1841 \text{ mg/L} \times \frac{10}{1000} \times \frac{100}{500} \times 10 \times 1,05 = 0,70\%$$

$$Kadar K 5(\%) = 33,3665 \text{ mg/L} \times \frac{10}{1000} \times \frac{100}{500} \times 10 \times 1,05 = 0,70\%$$

$$Kadar K 6(\%) = 33,8474 \text{ mg/L} \times \frac{10}{1000} \times \frac{100}{500} \times 10 \times 1,05 = 0,71\%$$

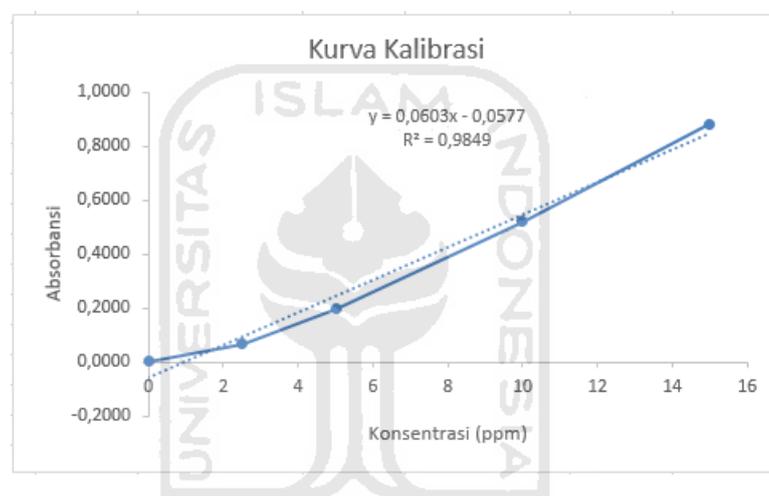
$$Kadar K 6(\%) = 33,2504 \text{ mg/L} \times \frac{10}{1000} \times \frac{100}{500} \times 10 \times 1,05 = 0,70\%$$

Lampiran 3. Penentuan Linieritas

1. Hasil Absorbansi Larutan Deret Standar Kalium

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata- Rata
	1	2	3	
0	0,0026	0,0027	-0,0004	0,0016
2,5	0,0733	0,0656	0,0656	0,0682
5,0	0,2084	0,1896	0,1953	0,1978
10,0	0,5295	0,5143	0,5217	0,5218
15,0	0,8901	0,8872	0,8699	0,8824

2. Hasil Kurva Kalibrasi



Slope	0,0603
Intersep	-0,0577
R^2	0,9849

Lampiran 4. Penentuan Presisi

Sampel	Absorbansi	akaonsentrsi (ppm) (X)	Xbar	X-Xbar) ²
1	0,1459	33,6650		0,0963
2	0,1414	32,9187		0,1900
3	0,1434	33,2504		0,0109
4	0,1430	33,1841	33,3547	0,0291
5	0,1441	33,3665		0,0001
6	0,1470	33,8474		0,2428
7	0,1434	33,2504		0,0109
$\Sigma(X-Xbar)^2$				0,5801
SD				0,3109
%RSD				0,93
CV				9,44
Horwitz				
2/3 CV				6,29
Horwitz				

1. Konsentrasi Sampel (ppm)

$$C \text{ (mg/L)} = \frac{(\text{Abs Sampel} - \text{Abs Blanko}) - \text{Intersep}}{\text{Slope}} \times FP$$

Catatan :

Absorbansi blanko : 0,0006

Faktor Pengenceran (FP) :10

$$C_1 = \frac{(0,1459 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 33,6650 \text{ mg/L}$$

$$C_2 = \frac{(0,1414 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 32,9187 \text{ mg/L}$$

$$C_3 = \frac{(0,1434 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 33,2504 \text{ mg/L}$$

$$C_4 = \frac{(0,1430 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 33,1841 \text{ mg/L}$$

$$C_5 = \frac{(0,1441 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 33,3665 \text{ mg/L}$$

$$C_6 = \frac{(0,1470 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 33,8474 \text{ mg/L}$$

$$C_7 = \frac{(0,1434 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 33,2504 \text{ mg/L}$$

2. Standar Deviasi (SD)

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,5801}{7 - 1}} = 0,3109$$

3. %RSD

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

$$\%RSD = \frac{0,3109}{33,3547} \times 100\% = 0,93\%$$

4. CV Horwitz dan 2/3 CV Horwitz

a. CV Horwitz

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

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \text{ Log } 33,3547 \times 10^{-6}} = 9,44$$

b. 2/3 CV Horwitz

$$\frac{2}{3} CV \text{ Horwitz} = \frac{2}{3} \times CV \text{ Horwitz}$$

$$2/3 CV \text{ Horwitz} = 2/3 \times 9,45 = 6,29$$

Lampiran 5. Penentuan *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantification* (LOQ)

1. Instrumen

LOD	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1	0,0008	0,9602
2	0,0007	0,9585
3	0,0009	0,9619
4	0,0009	0,9619
5	0,0009	0,9619
6	0,0007	0,9585
7	0,0008	0,9602
Rata-rata		0,9604
SD		0,0015
LOD		0,0045
LOQ		0,0149

a. *Limit of Detection* (LOD)

$$LOD = 3 \times SD$$

$$LOD = 3 \times 0,0015 = 0,0045 \text{ mg/L}$$

b. *Limit of Quantification* (LOQ)

$$LOQ = 10 \times SD$$

$$LOQ = 10 \times 0,0015 = 0,0149 \text{ mg/L}$$

2. Metode

Konsentrasi (ppm)	Y	Yi	(Y-Yi) ²
0,0	0,0016	-0,0577	0,0035
2,5	0,0682	0,0931	0,0006
5,0	0,1978	0,2438	0,0021
10,0	0,5218	0,5453	0,0006
15,0	0,8824	0,8468	0,0013
$\Sigma(Y-Y_i)^2$			0,0081
Sy/x			0,0519
LOD			2,5814
LOQ			8,6048

a. $S_{y/x}$

$$s_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(Y - Y_i)^2}{n - 2}}$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{0,0081}{5 - 2}} = 0,0519$$

b. *Limit of Detection (LOD)*

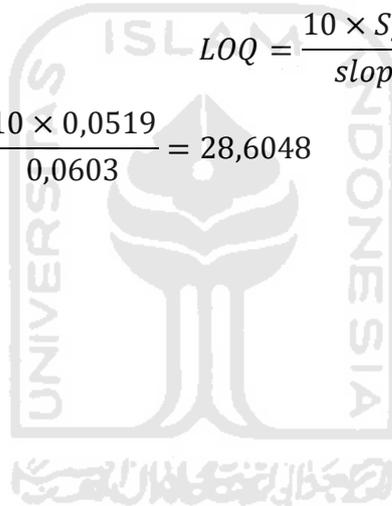
$$LOD = \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{slope}}$$

$$LOD = \frac{3 \times 0,0519}{0,0603} = 2,5814$$

c. *Limit of Quantification (LOQ)*

$$LOQ = \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{slope}}$$

$$LOQ = \frac{10 \times 0,0519}{0,0603} = 28,6048$$



Lampiran 6. Penentuan Akurasi

1. Konsentrasi Sampel + *Spike* (ppm)

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1	0,1746	38,4245
2	0,1716	37,9270
3	0,1731	38,1758
4	0,1725	38,0763
5	0,1723	38,0431
6	0,1747	38,4411
7	0,1733	38,2090
Rata-Rata		38,1853

$$C \text{ (mg/L)} = \frac{(\text{Abs Sampel} - \text{Abs Blanko}) - \text{Intersep}}{\text{Slope}} \times FP$$

Catatan :

Absorbansi blanko : 0,0006

Faktor Pengenceran (FP) : 10

$$C_1 = \frac{(0,1746 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 38,4245 \text{ mg/L}$$

$$C_2 = \frac{(0,1716 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 37,9270 \text{ mg/L}$$

$$C_3 = \frac{(0,1731 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 38,1758 \text{ mg/L}$$

$$C_4 = \frac{(0,1725 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 38,0763 \text{ mg/L}$$

$$C_5 = \frac{(0,1723 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 38,0431 \text{ mg/L}$$

$$C_6 = \frac{(0,1747 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 38,4411 \text{ mg/L}$$

$$C_7 = \frac{(0,1733 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 38,2090 \text{ mg/L}$$

2. Konsentrasi *Spike*

Spike	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)
1	0,2718	5,4544
2	0,2743	5,4959
3	0,2722	5,4610
Rata-Rata		5,4704

$$C \text{ (mg/L)} = \frac{(\text{Abs Sampel} - \text{Abs Blanko}) - \text{Intersep}}{\text{Slope}} \times FP$$

Catatan :

Absorbansi blanko : 0,0006

Faktor Pengenceran (FP) : 10

$$C_1 = \frac{(0,2718 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 5,4544 \text{ mg/L}$$

$$C_2 = \frac{(0,2743 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 5,4959 \text{ mg/L}$$

$$C_3 = \frac{(0,2722 - 0,0006) - (-0,0577)}{0,0603} \times 10 = 5,4610 \text{ mg/L}$$

3. Perolehan Kembali (%Recovery)

Pengulangan	C Sampel + Spike (ppm)	C Sampel (ppm)	C Spike (ppm)	%Recovery
1	38,4245	33,6650		87,00
2	37,9270	32,9187		91,55
3	38,1758	33,2504		90,04
4	38,0763	33,1841	5,4704	89,43
5	38,0431	33,3665		85,49
6	38,4411	33,8474		83,97
7	38,2090	33,2504		90,64
Rata-Rata				88,30

$$\%Recovery = \frac{(C_{sampel} + C_{spike}) - C_{sampel}}{C_{spike}} \times 100\%$$

$$\%Recovery\ 1 = \frac{38,4245\ mg/L - 33,6650\ mg/L}{5,4704\ mg/L} \times 100\%$$

$$= 87,00\%$$

$$\%Recovery\ 2 = \frac{37,9270\ mg/L - 32,9187\ mg/L}{5,4704\ mg/L} \times 100\%$$

$$= 91,55\%$$

$$\%Recovery\ 3 = \frac{38,1758\ mg/L - 33,2504\ mg/L}{5,4704\ mg/L} \times 100\%$$

$$= 90,04\%$$

$$\%Recovery\ 4 = \frac{38,0763\ mg/L - 33,1841\ mg/L}{5,4704\ mg/L} \times 100\%$$

$$= 89,43\%$$

$$\%Recovery\ 5 = \frac{38,0431\ mg/L - 33,3665\ mg/L}{5,4704\ mg/L} \times 100\%$$

$$= 85,49\%$$

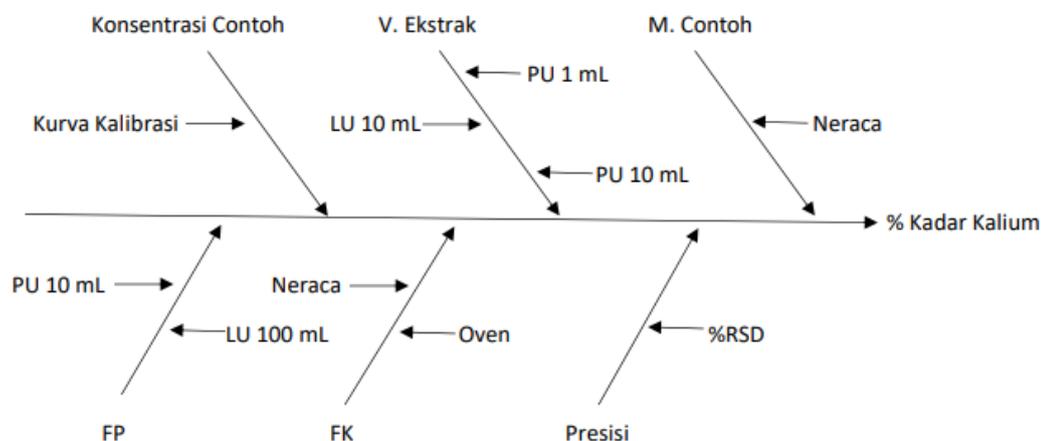
$$\%Recovery\ 6 = \frac{38,4411\ mg/L - 33,8474\ mg/L}{5,4704\ mg/L} \times 100\%$$

$$= 83,97\%$$

$$\%Recovery\ 7 = \frac{38,2090\ mg/L - 33,2504\ mg/L}{5,4704\ mg/L} \times 100\%$$

$$= 90,64\%$$

Lampiran 7. Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran



1. Ketidakpastian konsentrasi contoh (μX)

X_i	Y	Y_i	$(Y - Y_i)^2$
0	0,0016	-0,0577	0,0035
2,5	0,0682	0,0931	0,0006
5,0	0,1978	0,2438	0,0021
10,0	0,5218	0,5453	0,0006
15,0	0,8824	0,8468	0,0013
		$\Sigma(Y - Y_i)^2$	0,0081
		Sy/x	0,0519
		Slope	0,0603

X_i	$Xbar$	$(X_i - Xbar)^2$	$\Sigma(X_i - Xbar)^2$	$(X_{sampel} - Xbar)^2$
0		42,2500		
2,5		16,0000		
5,0	6,5000	2,2500	42,2500	721,1725
10,0		12,2500		
15,0		72,2500		
			μ_x	3,6102

$$\mu X = \frac{Sy/x}{Slope} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(X_{sampel} - \bar{X})^2}{\Sigma(X_i - \bar{X})^2}}$$

$$\mu X = \frac{0,0519}{0,0603} \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{5} + \frac{721,1725}{42,2500}} = 3,6102$$

2. Ketidakpastian volume ekstrak (μV)

a. Ketidakpastian labu ukur 100 mL

Catatan :

Sertifikat ketidakpastian labu ukur 100 mL : $\pm 0,033$ mL

Selang kepercayaan : 95%

Tipe : B \rightarrow K : 2

- Faktor kalibrasi

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

$$\mu kal = \frac{0,033}{2} = 0,0165 \text{ mL}$$

- Faktor muai

$$\mu muai = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{2}$$

$$\mu muai = \frac{100 \text{ mL} \times 0,00021 / ^\circ\text{C} \times (25 - 20)^\circ\text{C}}{2} = 0,0525 \text{ mL}$$

- Ketidakpastian gabungan

$$\mu (LU) = \sqrt{(\mu kal)^2 + (\mu muai)^2}$$

$$\mu (LU) = \sqrt{(0,0165)^2 + (0,0525)^2} = 0,0550 \text{ mL}$$

b. Ketidakpastian pipet ukur 1 mL

Catatan :

Sertifikat ketidakpastian : $\pm 0,002$

Selang kepercayaan : 95%

Tipe : B \rightarrow K : 2

- Faktor kalibrasi

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

$$\mu kal = \frac{0,002}{2} = 0,0010 \text{ mL}$$

- Faktor muai

$$\mu muai = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{2}$$

$$\mu muai = \frac{1 \text{ mL} \times 0,00021 / ^\circ\text{C} \times (25 - 20)^\circ\text{C}}{2} = 0,0005 \text{ mL}$$

- Ketidakpastian gabungan

$$\mu (PU 1 mL) = \sqrt{(\mu kal)^2 + (\mu muai)^2}$$

$$\mu (PU 1 mL) = \sqrt{(0,0010)^2 + (0,0005)^2} = 0,0011 mL$$

- c. Ketidakpastian pipet ukur 10 mL

Catatan :

Sertifikat ketidakpastian : $\pm 0,067$

Selang kepercayaan : 95%

Tipe : B \rightarrow K : 2

- Faktor kalibrasi

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

$$\mu kal = \frac{0,067}{2} = 0,0034 mL$$

- Faktor muai

$$\mu muai = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{2}$$

$$\mu muai = \frac{10 mL \times 0,00021 / ^\circ C \times (25 - 20) ^\circ C}{2} = 0,0053 mL$$

- Ketidakpastian gabungan

$$\mu (PU 1 mL) = \sqrt{(\mu kal)^2 + (\mu muai)^2}$$

$$\mu (PU 1 mL) = \sqrt{(0,0034)^2 + (0,0053)^2} = 0,0062 mL$$

- d. Ketidakpastian gabungan volume ekstrak

$$\mu (V) = \sqrt{\left(\frac{\mu LU 100 mL}{LU}\right)^2 + \left(\frac{\mu PU 1 mL}{PU 1 mL}\right)^2 + \left(\frac{\mu PU 10 mL}{PU 10 mL}\right)^2}$$

$$\mu (V) = \sqrt{\left(\frac{0,0550}{100 mL}\right)^2 + \left(\frac{0,0011}{1 mL}\right)^2 + \left(\frac{0,0062}{10 mL}\right)^2} = 0,0014 mL$$

- 3. Ketidakpastian massa contoh (μM)

Catatan :

Sertifikat kalibrasi neraca : $\pm 0,0031$ gram

Selang kepercayaan : 95%

Tipe : B \rightarrow K : 2

a. Faktor kalibrasi

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

$$\mu kal = \frac{0,0031}{2} = 0,0016 \text{ gram}$$

b. Ketidakpastian baku

$$\mu (M) = \sqrt{2 \times (\mu kal)^2}$$

$$\mu (M) = \sqrt{2 \times (0,0016)^2} = 0,0022 \text{ gram}$$

4. Ketidakpastian faktor pengenceran (μ FP)

a. Ketidakpastian labu ukur 100 mL

Catatan :

Sertifikat ketidakpastian labu ukur 100 mL : $\pm 0,033$ mL

Selang kepercayaan : 95%

Tipe : B \rightarrow K : 2

- Faktor kalibrasi

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

$$\mu kal = \frac{0,033}{2} = 0,0165 \text{ mL}$$

- Faktor muai

$$\mu muai = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{2}$$

$$\mu muai = \frac{100 \text{ mL} \times 0,00021 / ^\circ\text{C} \times (25 - 20)^\circ\text{C}}{2} = 0,0525 \text{ mL}$$

- Ketidakpastian gabungan

$$\mu (LU) = \sqrt{(\mu kal)^2 + (\mu muai)^2}$$

$$\mu (LU) = \sqrt{(0,0165)^2 + (0,0525)^2} = 0,0550 \text{ mL}$$

b. Ketidakpastian pipet ukur 10 mL

Catatan :

Sertifikat ketidakpastian : $\pm 0,067$

Selang kepercayaan : 95%

Tipe : B \rightarrow K : 2

- Faktor kalibrasi

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

$$\mu kal = \frac{0,067}{2} = 0,0034 \text{ mL}$$

- Faktor muai

$$\mu muai = \frac{V \times \beta \times \Delta T}{2}$$

$$\mu muai = \frac{10 \text{ mL} \times 0,00021 / ^\circ\text{C} \times (25 - 20)^\circ\text{C}}{2} = 0,0053 \text{ mL}$$

- Ketidakpastian gabungan

$$\mu (PU \ 10 \text{ mL}) = \sqrt{(\mu kal)^2 + (\mu muai)^2}$$

$$\mu (PU \ 10 \text{ mL}) = \sqrt{(0,0034)^2 + (0,0053)^2} = 0,0062 \text{ mL}$$

- c. Ketidakpastian gabungan faktor pengenceran

$$\mu (V) = \sqrt{\left(\frac{\mu LU \ 100 \text{ mL}}{LU}\right)^2 + \left(\frac{\mu PU \ 10 \text{ mL}}{PU}\right)^2}$$

$$\mu (V) = \sqrt{\left(\frac{0,0550}{100 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,0062}{10 \text{ mL}}\right)^2} = 0,0008 \text{ mL}$$

5. Ketidakpastian faktor koreksi (μ FK)

- a. Ketidakpastian massa kering

Catatan :

Sertifikat kalibrasi neraca : $\pm 0,0031$ gram

Selang kepercayaan : 95%

Tipe : B \rightarrow K : 2

- Faktor kalibrasi

$$\mu kal = \frac{S}{K}$$

$$\mu kal = \frac{0,0031}{2} = 0,0016 \text{ gram}$$

- Ketidakpastian baku

$$\mu m. \text{ kering} = \sqrt{2 \times \mu(m. \text{ kering})^2}$$

$$\mu \text{ m. kering} = \sqrt{2 \times (0,0016)^2} = 0,0022 \text{ gram}$$

b. Ketidakpastian massa basah

Catatan :

Sertifikat kalibrasi neraca : $\pm 0,0031$ gram

Selang kepercayaan : 95%

Tipe : B \rightarrow K : 2

- Faktor kalibrasi

$$\mu \text{ kal} = \frac{S}{K}$$

$$\mu \text{ kal} = \frac{0,0031}{2} = 0,0016 \text{ gram}$$

- Ketidakpastian baku

$$\mu \text{ m. basah} = \sqrt{2 \times \mu(m. \text{ kering})^2}$$

$$\mu \text{ m. basah} = \sqrt{2 \times (0,0016)^2} = 0,0022 \text{ gram}$$

c. Ketidakpastian efek suhu/ruamh oven

Catatan :

Sertifikat kalibrasi neraca : $\pm 1,9^\circ\text{C}$

Selang kepercayaan : 95%

Tipe : B \rightarrow K : 2

- Faktor kalibrasi

$$\mu \text{ kal} = \frac{S}{K}$$

$$\mu \text{ kal} = \frac{1,9}{2} = 0,95^\circ\text{C}$$

- Ketidakpastian efek ruang

$$\mu \text{ efek ruang} = \frac{KA}{\text{suhu}}$$

$$\mu \text{ efek ruang} = \frac{4,7\%}{105^\circ\text{C}} = 0,0448 \text{ \%/}^\circ\text{C}$$

- Ketidakpastian baku

$$\mu \text{ efek suhu/ruang} = \mu \text{ kal} \times \mu \text{ efek ruang}$$

$$\mu \text{ efek suhu/ruang} = 0,95^\circ\text{C} \times 0,0448\%/^\circ\text{C} = 0,0425 \%$$

d. Ketidakpastian gabungan factor koreksi

$$\mu_{FK} = FK \times \sqrt{\left(\frac{\mu_{m.kering}}{m.kering}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{m.basah}}{m.basah}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{oven}}{oven}\right)^2}$$

$$\mu_{FP} = 1,05 \times \sqrt{\left(\frac{0,0022}{0,95}\right)^2 + \left(\frac{0,0022}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,0425}{4,7}\right)^2} = 0,0101$$

6. Ketidakpastian presisi (μP)

Catatan :

%RSD : 1,06%

$$\mu(P) = \frac{\%RSD}{100}$$

$$\mu(P) = \frac{1,06}{100} = 0,0106$$

7. Ketidakpastian gabungan kadar kalium (μG)

$$\mu(G) = \text{Kadar } K(\%) \times \sqrt{\left(\frac{\mu_X}{X}\right)^2 + \left(\frac{\mu_V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu_M}{M}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{FP}}{FP}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{FK}}{FK}\right)^2 + \left(\frac{\mu_P}{P}\right)^2}$$

$$\mu(G) = 0,70\% \times \sqrt{\left(\frac{3,61021}{33,3547}\right)^2 + \left(\frac{0,0014}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,0022}{0,5}\right)^2 + \left(\frac{0,0008}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,0101}{1,05}\right)^2 + \left(\frac{0,0106}{1,06}\right)^2}$$

$$= 0,07$$

8. Ketidakpastian diperluas (U)

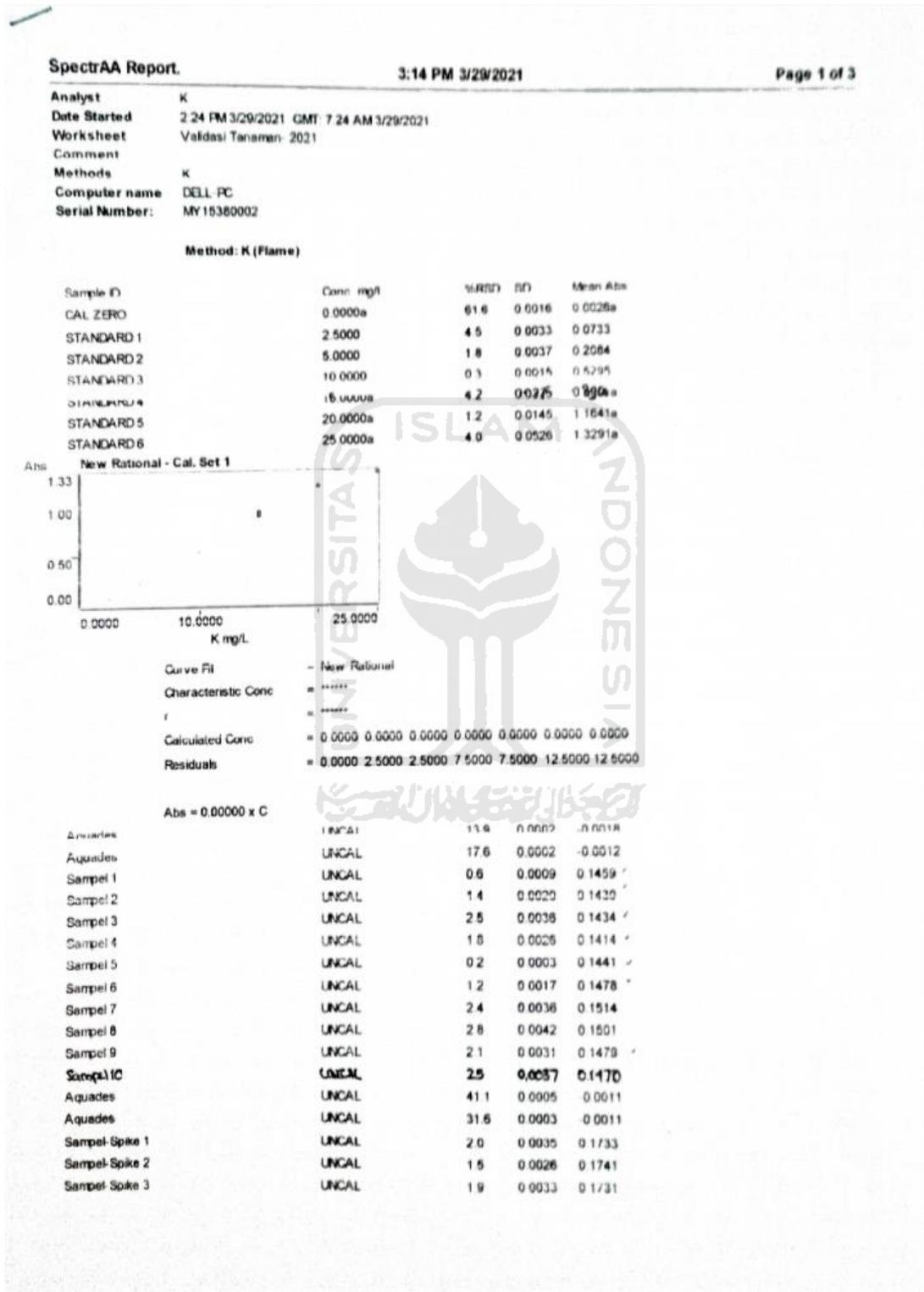
$$U = 2 \times \mu(G)$$

$$U = 2 \times 0,07\% = 0,14\%$$

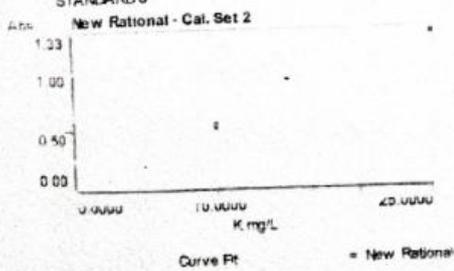
9. Hasil ketidakpastian pengukuran

Ketidakpastian yang diperoleh : $0,70 \pm 0,14\%$

Lampiran 8. Data Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)



Sampel-Spike 4	UNCAL	0.7	0.0011	0.1725
Sampel-Spike 5	UNCAL	0.9	0.0016	0.1723
Sampel-Spike 6	UNCAL	1.3	0.0032	0.1746
Sampel-Spike 7	UNCAL	0.7	0.0013	0.1737
Sampel-Spike 8	UNCAL	1.5	0.0027	0.1747
Sampel-Spike 9	UNCAL	1.6	0.0027	0.1731
Sampel-Spike 10	UNCAL	1.7	0.0029	0.1718
Aquades	UNCAL	>100	0.0002	0.0002
Aquades	UNCAL	83.7	0.0002	-0.0008
Aquades	UNCAL	97.0	0.0006	0.0006
Blangko 1	UNCAL	59.6	0.0005	0.0009
Blangko 2	UNCAL	33.6	0.0003	0.0010
Blangko 3	UNCAL	18.9	0.0001	-0.0004
Aquades	UNCAL	56.5	0.0001	0.0002
Aquades	UNCAL	0.8	0.0023	0.2718
Spike 1	UNCAL	0.8	0.0021	0.2743
Spike 2	UNCAL	1.9	0.0051	0.2722
Spike 3	UNCAL	62.7	0.0005	-0.0008
Aquades	UNCAL	64.2	0.0001	0.0002
Aquades	UNCAL	97.4	0.0003	0.0004
LOD 1	UNCAL	47.6	0.0003	0.0007
LOD 2	UNCAL	36.7	0.0003	0.0009
LOD 3	UNCAL	14.6	0.0001	0.0009
LOD 4	UNCAL	27.5	0.0002	0.0009
LOD 5	UNCAL	>100	0.0003	0.0002
LOD 6	UNCAL	83.9	0.0003	0.0008
LOD 7	UNCAL	>100	0.0006	0.0007
LOD 8	UNCAL	45.1	0.0003	0.0007
LOD 9	UNCAL	81.1	0.0004	0.0005
LOD 10	UNCAL	>100	0.0003	0.0002
Aquades	UNCAL	>100	0.0005	-0.0001
Aquades	UNCAL	>100	0.0004	0.0000
Aquades	UNCAL	30.7	0.0002	-0.0007
Aquades	UNCAL	24.9	0.0007	0.0027
CAL ZERO	0.0000	1.7	0.0011	0.0656
STANDARD 1	2.5000	1.7	0.0011	0.0656
STANDARD 2	5.0000	1.7	0.0011	0.0656
STANDARD 3	10.0000	4.8	0.0247	0.5143
STANDARD 4	15.0000a	1.4	0.0124	0.8872a
STANDARD 5	20.0000a	0.4	0.0044	1.1096a
STANDARD 6	25.0000a	1.5	0.0189	1.2668a



Characteristic Conc = *****
 r = *****
 Calculated Conc = 0.0000 0.0000 0.0000 0.0000 0.0000 0.0000 0.0000
 Residuals = 0.0000 2.5000 2.5000 7.5000 7.5000 12.5000 12.5000

Abs = 0.0000 x C

Sample ID	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs
Standar 0 ppm	UNCAL	>100	0.0004	-0.0002
Standar 2.5 ppm	UNCAL	2.2	0.0014	0.0653
Standar 5 ppm	UNCAL	1.0	0.0020	0.1907
Standar 10 ppm	UNCAL	0.1	0.0034	0.5276
Standar 15 ppm	UNCALa	0.7	0.0062	0.8554e
Standar 20 ppm	UNCALa	0.0	0.0000	1.1258e
Standar 25 ppm	UNCALa	0.0	0.0000	1.1862e
Standar 0 ppm	UNCAL	58.4	0.0003	-0.0004
Standar 2.5 ppm	UNCAL	1.8	0.0012	0.0656
Standar 5 ppm	UNCAL	3.9	0.0017	0.1953
Standar 10 ppm	UNCAL	1.7	0.0086	0.5217
Standar 15 ppm	UNCALa	0.0	0.0000	0.8699e
Standar 20 ppm	UNCALa	0.0	0.0000	1.1259e
Standar 25 ppm	UNCALa	0.0	0.0000	1.2910e

