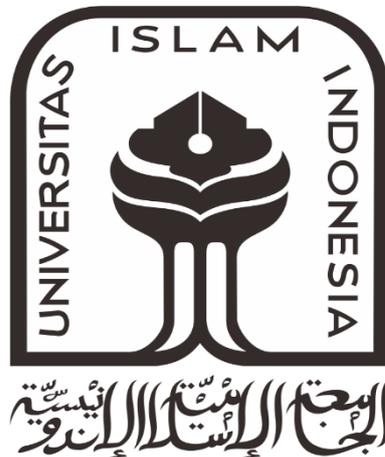


LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM Zn DAN
Ni MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN
ATOM (SSA) DALAM LIMBAH ABU LAYANG DI
PUSLABFOR POLRI JAKARTA**

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



Disusun oleh :

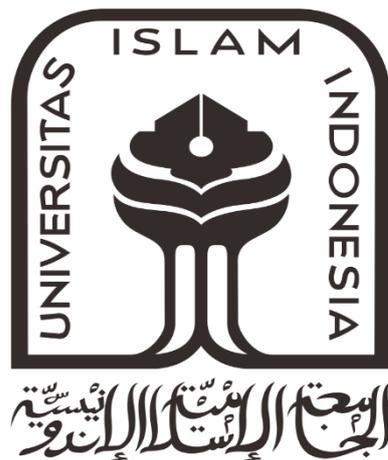
Suci Aprilia

17231043

**PROGRAM STUDI D III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2022**

LAPORAN TUGAS AKHIR
VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM Zn DAN
Ni MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN
ATOM (SSA) DALAM LIMBAH ABU LAYANG DI
PUSLABFOR POLRI JAKARTA

METHODS VALIDATION TO DETERMINE THE Zn AND Ni CONTENT
USING ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY (AAS) IN FLY
ASH WASTE AT PUSLABFOR POLRI JAKARTA



Disusun oleh :

Suci Aprilia

17231043

PROGRAM STUDI DIII ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2022

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR
VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM Zn DAN
Ni MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN
ATOM (SSA) DALAM LIMBAH ABU LAYANG DI
PUSLABFOR POLRI JAKARTA

Dipersiapkan dan disusun oleh

Suci Aprilia

17231043

Telah disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir

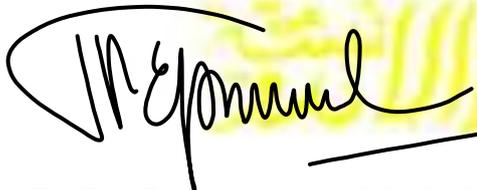
Program Studi D III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 26 April 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 KADAR LOGAM Zn DAN
Ni MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN
ATOM (SSA) DALAM LIMBAH ABU LAYANG DI
PUSLABFOR POLRI JAKARTA

Dipersiapkan dan disusun oleh :

Suci Aprilia

17231043

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 26 April 2021

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji



Kuntari, S.Si., M.Sc.
NIK. 162310401

Penguji I



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

Penguji II



Febi Indah Fajarwati, S. Si., M.Sc
NIK. 156121311

Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UII




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



HALAMAN PERNYATAAN

Saya sebagai penulis menyatakan bahwa penulisan Laporan Tugas Akhir ini yang berjudul “Validasi Metode Penentuan Kadar Logam Zn dan Ni Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Dalam Limbah Abu Layang Di Puslabfor Polri Jakarta” berdasarkan hasil penelitian yang penulis lakukan dan yang penulis tahu penulisan ini tidak ditemukan pada laporan tugas akhir lainnya. Jika terdapat karya tulis yang telah dilakukan oleh orang lain, maka akan penulis cantumkan sumber tersebut pada daftar pustaka.

Yogyakarta, 26 April 2021

Penyusun,



Suci Aprilia

KATA PERSEMBAHAN

“Rahasia kecerdasan bukanlah terletak pada mempelajari apa yang disenangi, tetapi menyenangkan apa yang sedang dipelajari.”

“Hidup adalah kegelapan jika tanpa hasrat dan keinginan. Dan hasrat – keinginan adalah buta, jika tidak disertai pengetahuan. Dan pengetahuan adalah hampa jika tidak diikuti pelajaran. Dan setiap pembelajaran akan sia-sia jika tidak disertai kasih sayang (Kahlil Gibran)”

Kupersembahkan tugas akhir ini kepada kedua orang tuaku yang berjuang untuk hidup dan masa depanku, terima kasih atas segala pengorbanan dan limpahan kasih sayang, yang terkasih dalam hidupku, yang akan selalu menjadi bagian jiwaku, terima kasih atas segala pengertian serta kesabaran tiada bata

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum warohmatullahi wabarokatuhu

Alhamdulillah, puji dan syukur serta kehadiran Allah *Subhanahu Wa Ta'ala* yang telah memberikan rahmat serta hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan tugas akhir yang berjudul Validasi Metode Penentuan Kadar Logam Zn Dan Ni Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Dalam Limbah Abu Layang Di Puslabfor Polri Jakarta.

Laporan Tugas Akhir ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Selama proses menyelesaikan laporan tugas akhir ini penulis menyadari banyak berbagai pihak yang membantu, mengarahkan, dan membimbing penulis agar dapat menyusun Laporan Tugas Akhir ini dengan baik. Oleh karena itu, pada kesempatan baik ini dengan penuh keikhlasan dan segala hormat penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Prof. Fathul Wahid, S.T., M.Sc., Ph.D. selaku Rektor Universitas Islam Indonesia
2. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., P.hD. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
3. Tri Esti Purbaningtiyas, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
4. Kuntari, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing yang telah sabar memberikan waktu, tenaga dan pikiran untuk memberikan dan mengarahkan penulis demi sempurnanya laporan ini
5. Kopol Faizal Rachmad, S.T selaku Kepala Subbidang Toksikologi Lingkungan Pusat Laboratorium Forensik Polri sekaligus pembimbing lapangan yang telah memberikan pengarahan dan pembelajaran, serta pemahaman mengenai penelitian yang penulis lakukan dan anggota Subbidang Toksikologi Lingkungan Pusat Laboratorium Forensik Polri yaitu Azhar Darlan, M.Si., Iptu Helmiady, S.Si., Eti Susanti, A.Md. Farm.,

dan Briptu Mulla Rahardja yang telah memberikan bantuan berupa pengetahuan serta membantu ketika pelaksanaan Praktik Kerja Lapangan dan kepada pihak Pusat Laboratorium Forensik Polri yang telah memberikan kesempatan bagi penulis untuk melaksanakan Praktik Kerja Lapangan dan melakukan penelitian.

6. Teman-teman dan semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan laporan yang tidak bisa penulis sebut satu persatu.

Penulis menyadari bahwa penyusunan Laporan Tugas Akhir ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan arahan, bimbingan dan kritik serta saran yang membangun guna penyusunan laporan yang lebih baik. Semoga laporan ini bermanfaat bagi semua pihak dan penulis sendiri.

Wassalamualaikum Warohmatullahi Wabarokatuhu.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
KATA PERSEMBAHAN.....	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
INTISARI.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Pusat Laboratorium Forensik Polri	5
2.2 Abu Layang.....	9
2.3 Logam Zn.....	10
2.4 Logam Ni	11
2.5 <i>Toxicity Characteristics Leaching Procedures (TCLP)</i>	11
2.6 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	12
2.7 Validasi Metode	16
2.8 Ketidakpastian Pengukuran	20
BAB III METODE PENELITIAN.....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	25
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	41
LAMPIRAN.....	46

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Abu Layang	10
Gambar 2. 2 Instrumentasi Alat Spektrofotometri Serapan Atom.....	14
Gambar 4. 1 Kurva Kalibrasi Standar Zn.....	29
Gambar 4. 2 Kurva Kalibrasi Deret Standar Ni	29
Gambar 4. 3 Diagram Tulang Ikan Penentuan Kadar Logam Zn	36
Gambar 4. 4 Diagram Tulang Ikan Penentuan Kadar Logam Ni.....	37

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Hasil Penentuan Kadar Logam Zn	27
Tabel 4. 2 Hasil Penentuan Kadar Logam Ni	27
Tabel 4. 3 Hasil Pengukuran Deret Kurva Kalibrasi Standar	28
Tabel 4. 4 Penentuan Presisi Sampel	30
Tabel 4. 5 Penentuan Akurasi Sampel Zn.....	32
Tabel 4. 6 Penentuan Akurasi Sampel Ni	32
Tabel 4. 7 Penentuan LOD dan LOQ Zn	34
Tabel 4. 8 Penentuan LOD dan LOQ Ni.....	34
Tabel 4. 9 Pengukuran Estimasi Ketidakpastian.....	38
Tabel 4. 10 Persentase Kontribusi Ketidakpastian Zn	39
Tabel 4. 11 Persentase Kontribusi Ketidakpastian Ni.....	39

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan Larutan Standar	47
Lampiran 2 Linieritas Zn dan Ni.....	50
Lampiran 3 Penentuan Kadar Logam Zn dan Ni dalam Sampel	52
Lampiran 4 Penentuan Nilai LOD dan LOQ	54
Lampiran 5 Penentuan Presisi Sampel.....	56
Lampiran 6 Penentuan Akurasi Sampel.....	58
Lampiran 7 Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran.....	59
Lampiran 8 Perhitungan Persentase Ketidakpastian	65
Lampiran 9 Perhitungan Volume HNO ₃	66

**VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM Zn DAN Ni
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM DALAM
LIMBAH ABU LAYANG DI PUSLABFOR POLRI JAKARTA**

Suci Aprilia

Program Studi Diploma III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Jln. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta 55571

Email: icusaprae@gmail.com

INTISARI

Telah dilakukan validasi metode penentuan kadar seng dan nikel menggunakan spektrofotometri serapan atom dalam limbah abu layang. Abu layang adalah limbah sisa pembakaran batubara yang mengandung logam berat yang berbahaya bagi manusia dan menyebabkan pencemaran lingkungan. Pengujian dilakukan dengan preparasi sampel dengan metode *toxicity characteristic leaching procedure* dan destruksi basah yang mengacu pada US EPA dan SNI menggunakan spektrofotometri serapan atom. Hasil pengujian diperoleh parameter validasi meliputi linieritas, limit deteksi, limit kuantitasi, presisi dan akurasi. Konsentrasi seng dan nikel yang terdapat pada limbah abu layang dengan ketidakpastiannya diperoleh $0,5454 \text{ mg/L} \pm 0,1978 \text{ mg/L}$ dan $0,3716 \text{ mg/L} \pm 0,1168 \text{ mg/L}$. Hasil validasi untuk seng pada parameter linieritas diperoleh koefisien determinasi (R^2) 0,9964; nilai LOD 0,1279 mg/L; nilai LOQ 0,4265 mg/L; nilai presisi diperoleh 16,92%; dan nilai akurasi diperoleh 130,49%. Hasil validasi untuk logam nikel pada parameter linieritas diperoleh koefisien determinasi (R^2) 0,9991; nilai LOD 0,1903 mg/L; nilai LOQ 0,6345 mg/L; nilai presisi diperoleh 5,28%; dan nilai akurasi diperoleh 86,03%. Berdasarkan hasil pengujian dapat disimpulkan bahwa validasi metode penentuan kadar Ni layak digunakan sebagai pengujian rutin di pusat laboratorium forensik karena memiliki linieritas, limit deteksi, limit kuantitasi, presisi, dan akurasi yang baik sedangkan validasi metode penentuan kadar Zn memiliki nilai akurasi yang kurang baik sehingga perlu divalidasi ulang untuk dapat digunakan sebagai pengujian rutin di laboratorium forensik.

Kata kunci: abu layang, logam, seng, nikel, SSA, validasi metode

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang terkenal dengan sumber daya alamnya, salah satunya yaitu batu bara. Batu bara berasal dari bahan bakar fosil yang juga merupakan salah satu jenis batuan sedimen yang dapat terbakar dan dibentuk oleh sisa endapan material organik jutaan tahun lalu. Berdasarkan laporan kerja Direktorat Jenderal Mineral dan Batubara (2018) diketahui produksi batubara di Indonesia mencapai 461 juta ton pada tahun 2017. Batu bara adalah sumber energi terpenting untuk pembangkit listrik yaitu sebagai bahan bakar. Selain itu, batu bara berfungsi juga sebagai bahan bakar untuk industri produksi semen dan baja. Hasil pembakaran tersebut menghasilkan limbah industri. Limbah sisa pembakaran batu bara tersebut ialah polutan padat yang berupa abu dasar (*bottom ash*) dan abu layang (*fly ash*), yang mana 10-20% adalah abu dasar dan 80-90% adalah abu layang (Hudhiyantoro dan Hariyadi, 2012). Umumnya abu layang dimanfaatkan sebagai tanah penimbun sehingga menyebabkan pencemaran lingkungan.

Berdasarkan Peraturan Pemerintah Nomor : 101 Tahun 2014 tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3), abu layang (*fly ash*) termasuk dalam limbah B3. Namun pemerintah mengeluarkan kebijakan baru yaitu Peraturan Pemerintah Nomor : 22 Tahun 2021 tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan yang mana abu layang masuk dalam kategori limbah non B3. Kendati demikian abu layang tetap memiliki kewajiban untuk memenuhi standar dan persyaratan teknis yang ditetapkan dan tercantum dalam persetujuan dokumen lingkungan. Sehingga perlu dilakukan penanganan sesuai. Abu layang merupakan partikel abu kecil yang berukuran 0-300 μm dan mengandung logam berat sehingga dianggap berbahaya bila terhirup manusia manusia dan

menyebabkan pencemaran terhadap lingkungan karena adanya sifat-sifat dari logam berat yang tidak terurai (*undegradable*) dan mudah diabsorpsi.

Menurut (Julharmito, dkk, 2015) abu layang mengandung beberapa logam berat yang berbahaya yaitu Fe, Zn, Mn, Cd, Cu, dan Ni. Logam berat adalah unsur-unsur kimia dengan bobot jenis lebih dari 5 gr/cm³ dan telah teridentifikasi sebagian unsur-unsur kimia yang ada di muka bumi adalah logam berat. Menurut beberapa literatur logam berat dibagi menjadi 2 jenis yaitu logam berat esensial dan logam berat non esensial. Logam berat esensial adalah logam dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh organisme, tetapi dalam jumlah berlebihan akan menjadi beracun bagi tubuh contohnya Fe, Zn, Cu, Mn dan sebagainya. Logam berat non esensial adalah logam yang keberadaannya didalam tubuh belum diketahui manfaatnya atau bisa saja bersifat racun contohnya Hg, Cr, Ni, Pb dan Cd.

Banyaknya logam berat dari abu layang yang digunakan sebagai penimbun atau pun abu layang yang memang hanya menumpuk begitu saja akan tersebar secara alami ke lingkungan dan berpotensi masuk ke dalam rantai makanan. Beberapa logam berat (Zn dan Ni) memiliki toksisitas yang cukup tinggi bagi manusia. Oleh sebab itu, penentuan kadar logam berat menjadi penting untuk menjaga kesehatan manusia. Penentuan kadar Zn dan Ni dalam limbah abu layang batubara dilakukan karena termasuk 2 jenis logam B3. Penentuan logam biasanya ditentukan melalui proses *toxicity characteristics leaching procedures* (TCLP) kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA). Pengujian dengan metode ini merupakan salah satu metode uji yang cukup rutin digunakan di pusat laboratorium forensik Jakarta dan mengacu pada *United States Environmental Protection Agency* (US EPA) metode 1311 *toxicity characteristics leaching procedures* (TCLP). *Toxicity characteristics leaching procedures* (TCLP) merupakan pengujian untuk menentukan karakteristik sifat racun untuk mengetahui pencemar dalam suatu limbah. Cairan hasil akhir TCLP yang disebut dengan *TCLP extract* kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometri serapan atom. Dalam penelitian

ini menggunakan dua preparasi sampel yaitu destruksi asam tertutup dengan menggunakan *microwave digestion* dan *toxicity characteristics leaching procedures* (TCLP). Dengan metode *microwave digestion* sampel akan membuat logam menjadi larut karena penggunaan gelombang mikro dalam prosesnya.

Oleh sebab itu, penentuan kadar logam Zn dan Ni dalam limbah abu layang batu bara dengan dua preparasi sampel menggunakan spektrofotometri serapan atom perlu dilakukan validasi metode. Pentingnya dilakukan validasi metode adalah untuk membuktikan parameter kinerjanya cukup untuk mengatasi masalah analisis tertentu serta untuk menjamin bahwa metode analisis tersebut akurat, spesifik, reproduibel, dan tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis (Rohman, 2009).

Validasi metode adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, yang didasarkan pada percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut telah memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004). Parameter validasi metode yang dilakukan pada penelitian ini meliputi linieritas, akurasi, presisi, ketidakpastian pengukuran, LOD dan LOQ.

1.2 Rumusan masalah

Berdasarkan latar belakang yang ada, maka dalam penelitian ini diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

1. Berapa kadar seng dan nikel dalam sampel limbah abu layang?
2. Bagaimana hasil pengujian validasi penentuan kadar seng dan nikel dalam sampel limbah abu layang yang meliputi linieritas, LOD, LOQ, akurasi, presisi, dan ketidakpastian pengukuran?

1.3 Tujuan penelitian

Berdasarkan perumusan masalah tersebut, tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui berapa kadar seng dan nikel dalam sampel abu layang
2. Untuk mengetahui hasil validasi metode penentuan kadar logam dalam sampel abu layang menggunakan spektrofotometri serapan atom

1.4 Manfaat penelitian

Manfaat yang diperoleh dengan melakukan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Menambah ilmu pengetahuan tentang pengujian limbah, khususnya pengujian Zn dan Ni
2. Menambah ilmu dan wawasan mengenai validasi metode khususnya pengujian limbah dengan metode spektrofotometri serapan atom di pusat laboratorium forensik

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pusat Laboratorium Forensik Polri

2.1.1 Sejarah Pusat Laboratorium Forensik Polri

Pusat Laboratorium Forensik (Puslabfor) Polri memiliki gedung kantor sementara yang berada di Jalan Inpeksi Tarum Barat Kav. Agraria BLOK E No.5 Jakarta Timur 13620. Sejarah penting yang terjadi mengenai Pusat Forensik adalah sebagai berikut:

1) Periode 1954 – 1959

Laboratorium forensik berdiri tidak lepas dengan sejarah berdirinya NCB/Interpol. Bulan Mei 1952 sidang ke-21 Majelis Umum ICPO/Interpol yang dihadiri oleh dua utusan dari Kejaksaan Agung dan Djawatan Kepolisian Negara (DKN) sebagai peninjau dan pada tahun yang sama Indonesia memutuskan untuk masuk menjadi anggota ICPO/Interpol. Syarat Polri menjadi anggota Interpol yaitu salah satunya Indonesia harus sudah menerapkan atau menggunakan Ilmu Forensik. Oleh sebab itu, tanggal 15 Januari 1954 berdasarkan order Kepala Kepolisian Negara Nomor :1/ VIII / 1954, dibentuklah Seksi Interpol dan Seksi Laboratorium, di bawah Dinas Reserse Kriminil. Seksi Laboratorium saat itu bertugas melakukan pemeriksaan surat-surat/dokumen dan pemeriksaan senjata api/balistik. Kemudian tanggal 16 April 1957 didirikan Laboratorium Kriminil Cabang Surabaya berdasarkan Surat Keputusan Kepala Kepolisian Negara Nomor : 26/Lab/1957, yang mana secara administratif ditempatkan di bawah Kantor Komisariat Jawa Timur. Laboratorium kriminal cabang Surabaya bekerja sama dengan Depot Pharmasi Depkes di Surabaya dan kamar mayat di Rumah Sakit Dr. Soetomo Surabaya, maka dari itulah dimulai kegiatan-kegiatan pemeriksaan ilmiah laboratoris di bidang kimia.

2) Periode 1959 – 1963

Seksi Laboratorium lalu dipisahkan dari Dinas Reserse Kriminil Markas Besar Polisi Negara dan ditempatkan langsung di bawah Komando dan Pengawasan Menteri Muda Kepolisian dengan nama Laboratorium

Departemen Kepolisian atas dasar peraturan Menteri Muda Kepolisian Nomor: 1/PRT/MMK/1960 tanggal 20 Januari 1960. Maksud dari hal tersebut adalah agar semua dinas operasional di dalam lingkungan Kepolisian Negara dapat memanfaatkan jasa-jasa Laboratorium Kriminil.

3) Periode 1963-1964

Laboratorium Departemen Kepolisian digabung dengan Direktorat Identifikasi menjadi Lembaga Laboratorium dan Identifikasi Departemen Kepolisian atas dasar Instruksi Menteri / Kepala Staf Angkatan Kepolisian No. Pol : 4/Instruksi/1963 tanggal 25 Januari 1963.

4) Periode 1964-1970

Berdasarkan Surat Keputusan Menteri / Panglima Angkatan Kepolisian No. Pol: 11/SK/MK/1964 tanggal 14 Februari 1964, Lembaga Laboratorium dan Identifikasi dipecah kembali menjadi Direktorat Laboratorium Kriminil dan Direktorat Identifikasi. Hal ini disebabkan semakin meningkatnya kualitas dan kuantitas kegiatan.

5) Periode 1970-1977

Berdasarkan Surat Keputusan Menteri Pertahanan Keamanan/Panglima Angkatan Bersenjata Nomor: Skep/A/385/VIII/1970, Direktorat Laboratorium Kriminil yang bermula dibawah oleh Kepala Kepolisian berubah menjadi dibawah oleh Komando Utama Pusat Reserse dengan nama Laboratorium Kriminil Koserse. Tahun 1972 Pimpinan Polri mempercayai Laboratorium Kriminil Koserse untuk melaksanakan Operasi Narkotik "B", dimana terlihat, bahwa Laboratorium Kriminil tidak hanya dibebani dengan tugas bantuan teknik penyidikan (represif), tetapi juga diberikan tugas dalam bidang preventif dan pembinaan masyarakat. Pada tahun yang sama dibentuklah Labforcab Medan yang melayani Aceh, Sumut, Padang, dan Riau.

6) Periode 1977-1984

Berdasarkan Surat Keputusan MENHANKAM/PANGAB Nomor : SKEP/15/IV/1977 dan Surat Keputusan KAPOLRI No. Pol.: SKEP/50/VII/1977, sejak tanggal 1 Juli 1977 Laboratorium Kriminil

ditetapkan sebagai Badan Pelaksana Pusat di Tingkat Mabes Polri yang berkedudukan langsung di bawah Kapolri. Kemudian tanggal 9 Desember 1982 dibentuklah Labforcab Semarang yang melayani Jawa Tengah dan Yogyakarta serta diberikan tugas khusus sebagai *teaching laboratory* bagi taruna Akpol dan pendidikan sejenis yang lainnya.

7) Periode 1984-1992

Perubahan tentang kedudukan Laboratorium Kriminal Polri terjadi tahun 1984 yaitu dari berkedudukan langsung di bawah Kapolri menjadi berkedudukan di dalam Direktorat Reserse, tetapi di tahun yang sama Laboratorium Kriminal Polri kembali menjadi berkedudukan di bawah Kapolri, yang diberi tugas untuk membina Fungsi Khusus Kriminalistik, dan menyelenggarakan serta melaksanakan fungsi tersebut dalam rangka mendukung pelaksanaan tugas fungsi Reserse Kepolisian dan fungsi-fungsi operasional lainnya serta pelayanan umum Polri. Kemudian pada tahun 1985 dibentuklah Labforcab Makassar yang bertugas melayani Sulawesi, Maluku, dan Irian Jaya.

8) Periode 1992-2001

Berdasarkan Surat Keputusan Pangab No. Kep/11/X/1992, tanggal 5 Oktober 1992 terjadi perubahan nama yaitu dari Laboratorium Kriminil berubah menjadi Pusat Laboratorium Forensik. Pada tanggal 3 Maret 1999 berdasarkan Keputusan Kapolri No. Pol : Kep/11/III/1999 dibentuk dan disahkan Laboratorium Forensik Cabang Palembang dan Denpasar.

9) Periode 2001-2010

Berdasarkan Surat Keputusan Kapolri No. Pol. : Kep/9/V/2001, tanggal 25 Mei 2001 tentang Organisasi dan Tata Kerja Mabes Polri, Pusat Laboratorium Forensik kembali menjadi bagian dari Korserse Polri dan atas dasar Surat Keputusan Kapolri No. Pol. : Kep/53/X/2002 dengan perubahan Korserse menjadi Bareskrim, maka hingga sekarang Pusat Laboratorium Forensik berkedudukan di bawah Bareskrim Polri atau menjadi Pusat Laboratorium Forensik Bareskrim Polri.

10) Periode 2010 – sekarang

Berdasarkan Peraturan Kapolri nomor 21 tahun 2010 tentang Organisasi dan Tata Kerja Mabes Polri, kedudukan Pusat Laboratorium Forensik tetap berada dibawah struktur Bareskrim Polri bersama dengan Pusinafis dan Pusiknas. Kemudian terdapat perubahan dan penambahan dalam organisasi baru antara lain penambahan bidang baru yaitu bidang Narkobafor, penambahan subbid Komputer Forensik serta beberapa perubahan nomenklatur dan titelturnya.

2.1.2 Tugas Pusat Laboratorium Forensik Bareskrim Polri

Pelaksanaan tugas pokok, fungsi dan peran Puslabfor antara lain didasarkan pada kewenangan formal sebagai berikut (Locard, 2010):

- 1) UU No. 8 tahun 1981 tentang Hukum Acara Pidana
- 2) UU No. 2 tahun 2002 tentang Kepolisian Negara Republik Indonesia
- 3) Keputusan Menteri Kesehatan RI No. 173/Menkes/SK/X/1998 tentang Penunjukan Laboratorium pemeriksaan Narkoba dan Psikotropika
- 4) Surat Edaran Jaksa Agung RI No. 5/KRI/2598 perihal penunjukan Puslabfor untuk pemeriksaan tulisan
- 5) Surat Ketua Mahkamah Agung RI No. 808/XII/1983 perihal penunjukan Puslabfor sebagai pemeriksaan barang bukti kasus pidana umum
- 6) Surat Edaran Jaksa Agung RI No. SE/00/SA/2/1984 tentang keterangan ahli mengenai tanda tangan dan tulisan sebagai alat bukti
- 7) Peraturan Kapolri Nomor 10 tahun 2009 tentang Tata Cara Permintaan Bantuan kepada Labfor Polri
- 8) Peraturan Kapolri Nomor 21 tahun 2010 tentang Susunan Organisasi dan Tata Kerja Mabes Polri

Puslabfor memiliki tugas untuk dapat membina dan menyelenggarakan fungsi laboratorium forensik sebagai pendukung penyidikan yang dilaksanakan oleh seluruh jajaran polri, dengan fungsi diantaranya yaitu:

- 1) Penyiapan kebijakan Kabareskrim yang berkaitan dengan fungsi laboratorium forensik dan termasuk bahan masukan untuk penyusunan perencanaan strategis Polri
- 2) Penyusunan perencanaan strategis dan program kerja laboratorium forensik serta pelaksanaannya
- 3) Pembinaan dan pengembangan kemampuan sumber daya laboratorium forensik yang meliputi sistem/metode, personel, instrumen analisis, dan pengembangan ilmu forensik serta aplikasinya dalam rangka mencapai mutu pemeriksaan sesuai dengan standar yang berlaku
- 4) Penyelenggaraan pemeriksaan laboratoris kriminalistik barang bukti dan pemeriksaan teknis kriminalistik TKP dalam rangka pembuktian ilmiah pada proses penyelidikan/penyidikan
- 5) Pembinaan teknis fungsi laboratorium forensik kepada seluruh jajaran Polri dan pelayanan umum fungsi laboratorium forensik kepada masyarakat dalam rangka mewujudkan *Forensic Mindness*
- 6) Koordinasi dan kerja sama dengan instansi terkait dalam Polri ataupun di luar Polri demi kelancaran tugas serta peningkatan profesionalitas
- 7) Pengawasan, pengendalian, analisis, evaluasi pelaksanaan pembinaan, dan operasional fungsi laboratorium forensik

Pemberian pertimbangan saran kepada Kabareskrim Polri mengenai hal-hal yang berhubungan dengan bidang tugasnya.

2.2 Abu Layang

Abu layang adalah hasil pemisahan sisa pembakaran yang halus dari pembakaran batu bara yang dialirkan dari ruang pembakaran melalui ketel berupa semburan asap. Sekitar 75-90% abu yang keluar dari cerobong asap dapat ditangkap sistem elektrostatis presipitator. Sisa yang lain terdapat di dasar tungku (disebut *bottom ash*) (Rochmanto, 2019). Abu layang memiliki titik lebur sekitar 1300°C dan berdasarkan uji komposisi kimia yang dilakukan terhadap abu layang, abu layang mengandung CAS ($\text{CO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$) dalam jumlah besar yang merupakan pembentuk utama dari *network*

glass. Abu layang (*fly ash*) memiliki densitas (kerapatan massa) antara 2,0 – 2,5 g/cm³ (Bienias, 2003).



Gambar 2. 1 Abu layang

Secara kimia abu layang merupakan mineral alumina silikat yang banyak mengandung unsur Ca, K, dan Na serta mengandung sejumlah kecil unsur C dan N. Bahan nutrisi dalam abu layang yang diperlukan dalam tanah diantaranya adalah B, P dan unsur lainnya seperti Se, Cu, Mo, Mn dan Zn. Abu layang (*fly ash*) dapat bersifat sangat asam (pH 3-4) tetapi biasanya bersifat basa (pH 10-12). Secara fisika limbah abu layang dari batu bara tersusun dari partikel yang berukuran silt yang memiliki karakteristik kapasitas air dari sedang sampai tinggi (Damayanti, 2006).

2.3 Logam Zn

Seng adalah salah satu unsur kimia dengan simbol Zn dengan nomor atom 30, memiliki massa atom 65,37 g/mol, berat jenis 7,14 g/cm³ dan seng liat pada suhu 110-150°C, melebur pada suhu 410°C dan mendidih pada suhu 906°C. Seng merupakan logam berwarna putih kebiruan yang sangat mudah ditempa (Svehla dan Vogel, 1985). Logam seng memiliki sifat fisik dan kimia yaitu berwujud hablur transparan atau jarum-jarum kecil, serbuk hablur atau butir, tidak berbau, tidak berwarna dan bereaksi dengan kertas lakmus. Konsentrasi seng yang lebih besar dari 5 mg/L di dalam air menyebabkan air terasa pahit. Seng dalam air juga bisa saja dihasilkan dari sisa racun industri (POM, 1995).

Seng merupakan logam yang biasa didapat/dihasilkan dari proses industri, seperti pertambangan batu bara, limbah pembakaran dan

pengolahan baja. Toksisitas seng pada hakikatnya rendah. Seng pada tubuh manusia merupakan logam esensial yaitu logam yang dibutuhkan manusia dalam jumlah kecil atau tertentu yaitu kurang dari 100 mg per hari yang berperan pada metabolisme tubuh manusia (Mulyaningsih, 2009). Apabila terdapat unsur seng dalam jumlah/ kadar yang tinggi atau berlebih dapat bersifat racun. Zn di dalam air akan menimbulkan rasa kesat, dan menimbulkan gejala muntaber. Zn bila dimasak akan membuat air menjadi *opalescent* dan apabila dimasak akan menimbulkan endapan seperti pasir (Said, 2010).

2.4 Logam Ni

Nikel merupakan logam perak putih yang keras. Logam nikel bersifat liat, dapat ditempa, dan sedikit bersifat magnetis. Titik lebur nikel adalah 1455°C (Svehla, 1996). Nikel merupakan unsur kimia yang terletak pada Periode 4 Golongan VIII-B, dengan nomor atom 28 dan massa atom 58,71. Nikel memiliki massa jenis 8,902 g/cm³. Struktur kristal nikel adalah FCC (*face centered cubic*) dengan parameter *latticea* = 0,35243 nm (pada 25°C), jari-jari atom 0,1246 nm, dan elektronegativitas 1,8. Sebagai logam, nikel memiliki kekerasan dan kekuatan sedang, keliatan baik, daya hantar listrik baik, dan tahan korosi. Nikel merupakan logam yang banyak digunakan dalam industri pelapisan logam. Nikel mempunyai sifat tahan terhadap korosi, memiliki kekuatan dan kekerasan yang cukup, keliatan yang baik, serta memiliki daya hantar listrik yang baik.

2.5 Toxicity Characteristics Leaching Procedures (TCLP)

Toxicity Characteristics Leaching Procedures (TCLP) adalah pengujian untuk membedakan setiap karakteristik dari limbah bahan berbahaya dan beracun (B3) dan merupakan pengujian yang paling penting untuk dilakukan terhadap limbah B3 sebelum dibuang ke lingkungan. Hal tersebut diatur dalam Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 101 Tahun 2014 yang menyebutkan bahwa limbah B3 dapat diidentifikasi berdasarkan sumber, uji karakteristik dan/atau uji toksikologi. Sifat limbah B3 yaitu racun (*toxicity*), mudah terbakar (*ignitability*), mudah bereaksi

(*reactivity*), korosif (*corrosive*) dan mudah meledak. Menurut (Gailius dkk, 2010) menyebutkan bahwa uji TCLP menggunakan proses ekstraksi dimana setiap logam berat atau kontaminan akan terlepas. Tujuan uji TCLP yaitu untuk mengetahui tingkat parameter toksisitas logam berat pada limbah. Nilai ambang batas maksimum uji TCLP di Indonesia tercantum pada Tabel 2.1.

Tabel 2. 1 Lampiran I Peraturan Pemerintah No. 101 Tahun 2014

Parameter	Konsentrasi dalam ekstraksi limbah (mg/L)
Seng	50
Nikel	3,5

Uji TCLP adalah cara mengelompokkan sifat-sifat toksik pada limbah dengan cara *leaching* atau melarutkan limbah logam berat dengan larutan asam. Larutan asam yang digunakan yaitu HNO₃, HClO₄, dan H₂SO₄. Kesempurnaan ekstraksi saat proses *leaching* ditandai dengan diperolehnya larutan jernih dari larutan sampel. Larutan jernih dari sampel tersebut menunjukkan bahwa semua unsur yang ada telah larut atau bisa dikatakan perombakkan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik.

2.6 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometer adalah suatu instrumentasi dengan metode analisis kuantitatif dari hasil atau serapan radiasi suatu atom maupun molekul analit pada contoh pengujian berupa logam. Salah satu jenis spektrofotometer tersebut adalah spektrofotometer serapan atom. Spektrofotometer serapan atom digunakan untuk metode analisis unsur kuantitatif. Pengukuran dengan metode ini didasarkan penyerapan cahaya dengan panjang logam tertentu sesuai dengan sifat unsur yang dianalisis oleh atom logam dengan keadaan bebas. Suatu energi yang dapat mengubah tingkat elektronik atom yang dimiliki oleh cahaya pada panjang gelombang tersebut. Energi tersebut berasal dari sumber radiasi sehingga menyebabkan atom tereksitasi dari keadaan dasar ke tingkatan yang lebih tinggi (Khopkar, 2002).

Spektrofotometer serapan atom memiliki prinsip kerja yaitu penyerapan energi radiasi oleh atom-atom dari sumber nyala pada gelombang tertentu. Sampel yang mengandung unsur-unsur logam diaspirasikan pada suatu nyala, unsur tersebut kemudian dianalisis dalam bentuk atom bebas. Atom tersebut kemudian akan menyerap radiasi dari sumber cahaya pada lampu katoda sesuai dengan jenis unsur logam yang telah ditentukan terlebih dahulu sebelum dianalisis. Jumlah penyerapan radiasi selanjutnya diukur pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan jenisnya, sebagai contoh yaitu unsur mangan diukur pada panjang gelombang 278,9 nm. Energi radiasi dengan panjang gelombang yang dihasilkan membentuk suatu hubungan yang disebut dengan Teori Planck dengan ketetapan kecepatan cahaya sebesar $3 \cdot 10^8$ m/s (Riyanto, 2014). Persamaannya adalah sebagai berikut:

$$E = h \cdot \frac{c}{\lambda}$$

E = energi (Joule)

h = tetapan Planck ($6,63 \times 10^{-34}$)

c = kecepatan cahaya (3×10^8 m/s)

λ = panjang gelombang (nm)

Larutan sampel diaspirasikan ke dalam suatu nyala dan unsur-unsur dalam sampel diubah menjadi uap atom, sehingga nyala mengandung unsur-unsur atom yang dianalisis. Beberapa atom tersebut tereksitasi secara termal oleh atom, tetapi ada juga beberapa atom yang tetap tinggal dan dalam keadaan netral (*ground state*). Atom *ground state* ini lalu akan menyerap energi radiasi yang diberikan oleh sumber radiasi dari unsur-unsur yang bersangkutan. Panjang gelombang yang dihasilkan oleh radiasi sama dengan panjang gelombang yang diabsorpsi oleh nyala. Hukum dasar yang dikenal dalam bidang spektrofotometer serapan atom adalah hukum Lambert-Beer. Hukum Lambert menyatakan bahwa jika suatu cahaya monokromatik melewati suatu medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan akan berkurang dengan bertambahnya ketebalan dan

berbanding lurus dengan intensitas cahaya, sedangkan hukum Beer menyatakan bahwa adanya efek konsentrasi pada spesi yang menyerap sinar sehingga memberikan pengaruh terhadap transmisi maupun absorbsi cahaya (Underwood dan Day, 2002). Dari kedua hukum tersebut diperoleh persamaan:

$$I_t = I_0 \cdot e^{-(\epsilon bc)}, \text{ atau}$$

$$A = -\log_{10} \frac{I_t}{I_0} = \epsilon bc$$

I_0 = intensitas sumber sinar

I_t = intensitas sinar yang diteruskan

ϵ = absorptansi molar

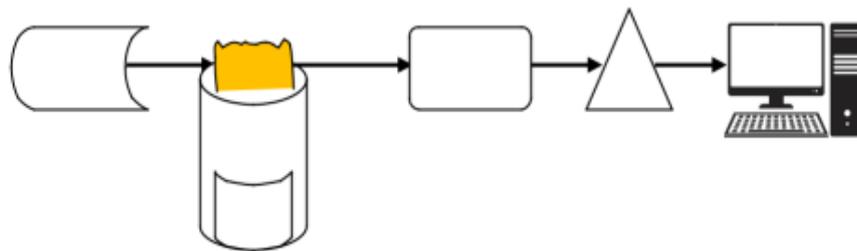
b = panjang medium

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

A = absorptansi

Berdasarkan persamaan tersebut disimpulkan bahwa absorptansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Underwood dan Day, 2002).

Instrumentasi alat spektrofotometri serapan atom secara umum adalah sebagai berikut:



Gambar 2. 2 Instrumentasi Alat Spektrofotometri Serapan Atom

Keterangan: paling kiri adalah sumber sinar, lalu ada nyala (*flame*), monokromator, *detector* dan paling kanan adalah *readout* (alat pembaca).

a. Sumber Sinar

Sumber sinar yang umum dipakai dalam alat spektrofotometri serapan atom adalah *hallow cathode lamp*. Lampu merupakan sumber radiasi dengan spektra tajam yang memancarkan gelombang monokromatis. Lampu ini sendiri terdiri dari katoda cekung yang

berongga (silindris) yang terbuat dari campuran (*alloy*) kuarsa dan anoda yang terbuat dari tungsten. Silinder gelas berisi dari gas inert yaitu argon atau neon. Neon digunakan karena memiliki intensitas pancaran lampu yang lebih rendah (1-5 torr) (Suryati, 2011).

Bagian lampu katoda adalah komponen yang berperan penting dan spesifik. Energi radiasi antara satu lampu katoda dengan lampu katoda yang lain berbeda bergantung pada jenis logam yang dianalisis. Lampu katoda memancarkan energi radiasi yang sesuai dengan energi radiasi yang diperlukan untuk transisi elektron atom.

b. Nyala (*flame*)

Nyala digunakan untuk mengubah sampel dari bentuk cair atau padatan menjadi bentuk uap atomnya dan berfungsi mengeksitasi atau memecah atom dari tingkat yang lebih tinggi atau atomisasi. Prinsip sistem atomisasi nyala yaitu larutan sampel yang mengandung logam dalam bentuk garam akan diubah menjadi aerosol halus dan dilewatkan pada nebulizer yang biasanya disebut dengan proses nebulisasi. Adanya penguapan pelarut membuat butiran aerosol menjadi padatan dan terjadi perubahan bentuk dari padatan menjadi gas. Senyawa yang ada pada sampel akan berdisosiasi menjadi atom-atom bebas.

c. Monokromator

Monokromator dalam spektrofotometer serapan atom berfungsi untuk memisahkan atau mengisolasi serta mengontrol suatu berkas radiasi yang tidak diperlukan dalam analisis dengan panjang gelombang tertentu.

d. *Detector*

Detector berguna untuk mengukur intensitas cahaya melalui tempat pengamatan (sel atom). Sinyal radiasi yang diterima diubah akan menjadi sinyal elektronik atau mengubah energi cahaya menjadi energi listrik, dimana energi listrik yang dihasilkan tersebut digunakan untuk mendapatkan data.

e. Alat pembaca

Alat pembaca pada spektrofotometer serapan atom adalah suatu alat yang telah dikalibrasi untuk pembacaan suatu transmisi atau absorpsi. Hasil dari pembacaan tersebut bisa berupa angka, gambar, maupun bentuk kurva yang menggambarkan nilai serapan atau intensitas emisi.

2.7 Validasi Metode

Validasi metode merupakan suatu tindakan penilaian terhadap suatu metode tertentu berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa metode tersebut dapat memenuhi persyaratan untuk penggunaannya, sehingga dapat memberikan hasil yang sesuai dan konsisten dengan spesifikasi yang sudah ditetapkan (Gandjar, 2007). Validasi metode merupakan proses untuk memastikan bahwa prosedur yang memenuhi standar reliabilitas, akurasi, dan presisi sesuai dengan tujuan yang diharapkan (Ahuja dan Dong, 2005).

Ada 8 parameter dalam validasi metode analisis yaitu spesifitas, ketelitian atau presisi, ketepatan atau akurasi, kisaran, linieritas, limit deteksi, limit kuantitas dan ketanggungan. Parameter tersebut dipilih tergantung dari jenis dan metode pengujian yang akan divalidasi.

2.7.1 Presisi

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan kedekatan antara hasil pengujian satu dengan yang lainnya pada serangkaian pengujian. Presisi dapat ditentukan dengan beberapa cara diantaranya yaitu dengan simpangan baku, simpangan rata-rata atau kisaran yang menunjukkan selisih antara hasil pengukuran yang terbesar dan terkecil (Khopkar, 2002). Suatu nilai ketelitian (presisi) dapat dinyatakan dalam *relative standar deviation* (%RSD). Nilai RSD menggambarkan tingkat ketelitian seorang analis, semakin kecil nilai %RSD yang dihasilkan maka semakin tinggi tingkat ketelitiannya (Riyanto, 2014). Uji akurasi juga dapat ditentukan dengan analisis duplo yang dinyatakan sebagai *relative percent different* (%RPD). Presisi dengan penentuan %RSD ditentukan dengan melakukan

pengulangan 7-10 kali. Apabila nilai % RSD yang diperoleh >2%, maka nilai presisi dapat dihitung dengan perhitungan CV Horwitz (*Coefficient Variance Horwitz*) dengan rumus :

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

Dimana C tersebut adalah rata-rata konsentrasi larutan standar yang dikali 10^{-6} (konversi ppm ke persen). Apabila $\%RSD \leq 2/3\%CV$ horwitz maka nilai presisi dapat dikatakan baik (Puspita, 2018)

Menurut Yuwono dan Indrayanto (2005) penentuan presisi dapat dibagi menjadi tiga kategori yaitu keterulangan (*repeatability*), presisi antara (*intermediate precision*), dan ketertiruan (*reproducibility*). Keterulangan merupakan ketepatan yang ditentukan kepada laboratorium yang sama oleh satu analis serta menggunakan peralatan dan dilakukan pada hari yang sama. Presisi antara merupakan ketepatan pada kondisi pengujian pada laboratorium yang sama oleh analis, peralatan, reagen, dan kolom yang berbeda. Ketertiruan sendiri mempresentasikan presisi hasil yang bisa dilakukan pada tempat pengujian yang lain dengan tujuan untuk memverifikasi bahwa metode akan menghasilkan hasil pengujian yang sama pada fasilitas tempat yang berbeda.

2.7.2 Akurasi

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya dan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan.

Akurasi merupakan ketepatan metode analisis atau kedekatan antara nilai terukur dengan nilai yang diterima baik nilai konvensi, nilai sebenarnya, atau nilai rujukan. Akurasi diukur untuk menunjukkan banyaknya analit yang diperoleh kembali pada suatu pengukuran dengan melakukan *spiking* suatu sampel (Gandjar, 2007).

Penentuan akurasi dilakukan dengan menggunakan CRM (*Certified Reference Material*) dan adisi standar. *Certified Reference Material* (CRM) mempunyai nilai tertelusur SI dan dapat dijadikan sebagai nilai acuan untuk nilai yang sebenarnya. Syarat CRM yang dapat digunakan

adalah memiliki matriks yang cocok dengan sampel. Metode adisi standar dilakukan dengan menggunakan bahan-bahan yang mirip dengan sampel yang diperkaya dengan analit yang memiliki kemurnian tinggi. Analit dalam matriks sampel harus dilarutkan atau dibebaskan sebelum diukur karena analit tidak boleh hilang selama proses agar hasil pengujian akurat maka efisiensi pelarutan harus 100%. Apabila CRM tidak tersedia dalam laboratorium maka dapat digunakan larutan standar dengan konsentrasi tertentu.

Menurut (Riyanto, 2014) akurasi dapat dibagi menjadi *%trueness* dan *%bias*. *Trueness* merupakan perbandingan antara nilai rata-rata hasil pengulangan dalam pengujian dengan nilai benar yang dinyatakan dalam persen, sedangkan *bias* digambarkan dalam nilai mutlak yang merupakan perbandingan nilai rata-rata hasil pengulangan pengujian dengan nilai benar. Bila hasil *bias* 0% dan *trueness* 100% maka pengulangan pengujian yang dilakukan memiliki akurasi yang baik. Akurasi juga dapat ditentukan dengan melakukan perhitungan *%recovery*. Perhitungan dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan berikut :

$$\%Recovery = \frac{[C]_{s\text{ampel}+s\text{pike}} - [C]_{s\text{ampel}}}{[C]_{s\text{pike}}} \times 100\%$$

$$[C]_{s\text{pike}} = \frac{V_{\text{standar}}(\text{mL}) \times C_{\text{standar}}(\text{mL})}{V_{\text{akhir}}(\text{mL})}$$

2.7.3 Linieritas

Linieritas menandakan kemampuan suatu metode analisis untuk memperoleh hasil pengujian yang sesuai dengan konsentrasi analit yang ada pada sampel pada kisaran konsentrasi tertentu, sedangkan rentang metode pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan keseksamaan, kecermatan dan linieritas yang dapat diterima. Rentang dapat dilakukan dengan cara membuat kurva kalibrasi dari beberapa deret larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya (Ermer dan Miller, 2006). Linieritas dapat diukur dengan pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda-beda. Data yang diperoleh kemudian

diproses dengan metode kuadrat terkecil, untuk selanjutnya dapat ditentukan nilai kemiringan (*slope*), intersep, dan koefisien korelasi (Gandjar, 2007).

Linieritas dapat dilihat melalui kurva kalibrasi yang menunjukkan hubungan antara respon konsentrasi analit pada seri larutan baku. Dari kurva kalibrasi tersebut kemudian akan ditemukan regresi liniernya yang berupa persamaan $y=bx+a$, yang mana x adalah konsentrasi, y adalah respon, a adalah intersep y yang sebenarnya dan b adalah *slope* yang sebenarnya. Regresi dibuat dengan tujuan untuk menentukan estimasi terbaik untuk *slope* dan intersep y sehingga akan mengurangi *residual error*, yaitu perbedaan nilai pada hasil percobaan dengan nilai yang diprediksi melalui persamaan regresi linier (Harvey, 2000).

2.7.4 Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi

Limit deteksi diartikan sebagai konsentrasi terendah analit yang masih dapat dideteksi meski tidak selalu dapat dikuantifikasi, sedangkan batas kuantifikasi diartikan sebagai konsentrasi terendah analit dalam sampel yang masih dapat ditentukan dengan akurasi dan presisi pada kondisi analisis yang digunakan (Yuwono dan Indrayanto, 2005).

Limit deteksi merupakan konsentrasi atau jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi, tetapi tidak perlu diukur sesuai dengan nilai yang sebenarnya. Limit kuantitas merupakan jumlah analit terkecil yang terdapat pada sampel yang dapat ditentukan secara kuantitatif pada tingkat ketelitian dan ketepatan yang baik. Limit kuantitas merupakan parameter untuk pengujian kuantitatif untuk konsentrasi analit berjumlah rendah dalam tetapi dalam matriks yang kompleks dan digunakan untuk menentukan adanya pengotor atau degradasi produk. Penentuan limit deteksi dan kuantitasi dapat dilakukan dengan 3 cara yaitu *signal to noise*, penentuan blanko, dan kurva kalibrasi (Riyanto, 2014). Dari kurva kalibrasi diperoleh persamaan garis linier. Nilai limit deteksi dan limit kuantitasi dapat ditentukan dengan rumus berikut:

$$LOD/LOQ = \frac{k \times SD}{slope}$$

Keterangan:

LOD = limit deteksi

LOQ = limit kuantitasi

SD = standar deviasi

Slope = kemiringan kurva linier

k = tetapan (3 untuk LOD dan 10 untuk LOQ)

2.8 Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran merupakan ukuran sebaran yang secara layak dikaitkan dengan nilai terukur yang diperoleh dari suatu proses yang memberikan rentang terpusat pada nilai terukur di dalam rentang yang diperkirakan nilai benar berada. Dokumen standar “Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi” ISO/IEC 17025:2005 tertulis bahwa laboratorium wajib memiliki prosedur dan menerapkan prosedur untuk mengestimasi ketidakpastian pengukuran. Estimasi ketidakpastian pengukuran harus wajar (*reasonable*) dan harus didasarkan pada pengetahuan atas metode kerja dan harus menggunakan data yang diperoleh dari pengalaman sebelumnya serta validasi metode (Riyanto, 2014).

Ketidakpastian pengukuran menurut (Pramono, 2014) merupakan parameter yang menentukan rentang nilai yang diperkirakan dalam menentukan nilai benar (*true value*). Ketidakpastian pengukuran dapat dievaluasi berdasarkan metode statistik dari suatu rangkaian pengamatan pengukuran. Ketidakpastian tersebut dikategorikan sebagai ketidakpastian tipe A. sementara itu, ketidakpastian tipe B ketidakpastian yang dievaluasi tidak berdasarkan metode statistik, ketidakpastian tipe B didasarkan pada penetapan secara ilmiah dengan menggunakan informasi yang tersedia, seperti bahan acuan yang bersertifikat, sertifikat kalibrasi, spesifikasi peralatan yang digunakan ketika pengukuran, kemurnian bahan kimia yang digunakan, handbook, dan catalog atau literatur (Hadi, 2019).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat-alat gelas, neraca analitik Fujitsu FS-AR210, spektrofotometer serapan atom (SSA) Thermo Scientific iCE 3300, *rotary agitator Dragonlab RE-100pro*, *microwave digestion Speedwave® Entry*, Kertas pH universal Merck, spatula, pro pipet, dan tisu.

3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah abu layang (*fly ash*), air suling, NaOH, asam nitrat 65% (HNO_3), kertas saring nomor 42 (Whatman), asam asetat glasial.

3.3 Prosedur kerja

3.3.1 Pembuatan Larutan Asam nitrat 4 N

Sebanyak 27,70 mL asam nitrat (HNO_3) dipipet ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan ditera dan dihomogenkan.

3.3.2 Pembuatan Larutan NaOH 1N

Sebanyak 4 gram NaOH ditimbang dan dilarutkan dengan akuades. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan ditera sampai tanda batas, kemudian diseka dan digojog hingga homogen. Larutan disimpan di botol kaca gelap yang sudah bersih dan kering.

3.3.3 Pembuatan Reagen

3.3.3.1 Pembuatan reagen A

Akuades sebanyak 500 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Asam asetat glasial dipipet sebanyak 5,70 mL. Sebanyak 64,30 mL 1N NaOH ke dalam labu ukur. Larutan ditera, diseka dan digojog hingga homogen. Larutan disimpan di botol kaca yang bersih dan kering.

3.3.3.2 Pembuatan reagen B

Akuades sebanyak 500 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Sebanyak 5,70 mL asam asetat glasial dipipet ke dalam labu ukur 1000 mL. Larutan ditepatkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan ditera dan dihomogenkan. Larutan disimpan di botol kaca yang kering dan bersih.

3.3.4 Persiapan Contoh Uji

3.3.4.1 Toxicity characteristic leaching procedure (TCLP)

Sebanyak 10 g sampel dimasukkan ke dalam piala gelas dan dilarutkan dengan akuades hingga 50 mL. Sampel di cek pH menggunakan kertas pH universal. Apabila pH sampel <5 maka ditambahkan reagen A. Apabila pH sampel >5 maka ditambahkan reagen B. Sampel ditambahkan 5 mL HNO₃ pekat. Sampel di-*shaker* selama 18 jam.

3.3.4.2 Destruksi

Sampel hasil dari TCLP selanjutnya didestruksi. Sebanyak 50 mL sampel dipipet dan dimasukkan ke dalam botol destruksi. Sebanyak 5 mL HNO₃ pekat ditambahkan ke dalam botol destruksi. Sampel didestruksi menggunakan *microwave digestion* selama 24 menit. Sampel didiamkan hingga dingin. Sampel disaring menggunakan kertas saring dan diambil filtratnya.

3.3.5 Pengujian Nikel (Ni)

3.3.5.1 Pembuatan Larutan Standar Ni 50 mg/L

Sebanyak 5 mL larutan induk Ni 1000 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan ditepatkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan ditera dan dihomogenkan.

3.3.5.2 Pembuatan kurva kalibrasi

Larutan kerja logam Ni dibuat dengan konsentrasi 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; dan 6,0 mg/L dari larutan standar Ni 50 mg/L. Larutan kerja ditambahkan HNO₃ 4N sebanyak 5% dari volume labu yang dibutuhkan. Larutan ditepatkan hingga tanda batas dengan akuades, ditera dan dihomogenkan. Larutan kerja logam Ni diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer serapan atom. Setelah diukur, maka kurva akan terbentuk.

3.3.5.3 Penentuan akurasi

Penentuan akurasi dilakukan dengan metode penambahan standar. Larutan standar Ni 50 ppm sebanyak 2 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditepatkan dengan akuades sampai tanda batas. Sampel diukur menggunakan spektrofotometri serapan atom dengan pengukuran absorbansi 2 kali pengulangan pada panjang gelombang optimal (λ 232,0 nm).

3.3.5.4 Penentuan presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan menggunakan sampel yang sama dengan dua kali pengulangan. Perlakuan pada penentuan presisi sama dengan prosedur persiapan contoh uji dan diukur serapan panjang gelombang dengan menggunakan SSA.

3.3.5.5 Penetapan kadar logam dalam sampel

Sampel diaspirasikan ke dalam spektrofotometri serapan atom (SSA) dengan pengukuran absorbansi 2 kali pengulangan pada panjang gelombang optimal (λ 232,0 nm).

3.3.6 Pengujian Logam Seng (Zn)

3.3.6.1 Pembuatan larutan standar logam Zn 30 mg/L

Sebanyak 3 mL larutan induk Zn 1000 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan ditepatkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan ditera dan dihomogenkan.

3.3.6.2 Pembuatan kurva kalibrasi

Larutan kerja logam Zn dibuat dengan konsentrasi 0; 0,3; 0,6; 0,9; 1,2; 1,5; dan 1,8 mg/L dari larutan standar Zn 30 mg/L. Larutan kerja ditambahkan HNO₃ 4N sebanyak 5% dari volume labu yang dibutuhkan. Larutan ditepatkan hingga tanda batas dengan akuades, ditera dan dihomogenkan.

3.3.6.3 Penentuan akurasi

Penentuan akurasi dilakukan dengan metode penambahan standar. Larutan standar Zn 30 ppm sebanyak 2 mL dimasukkan ke dalam labu ukur

50 mL, kemudian ditepatkan dengan akuades sampai tanda batas. Sampel diukur dengan menggunakan SSA.

3.3.6.4 Penentuan presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan menggunakan sampel yang sama dengan dua kali pengulangan. Perlakuan pada penentuan presisi sama dengan prosedur persiapan contoh uji dan diukur serapan panjang gelombang dengan menggunakan SSA.

3.3.6.5 Penetapan kadar logam Zn dalam sampel

Sampel diaspirasikan ke dalam spektrofotometri serapan atom (SSA) dengan pengukuran absorbansi 2 kali pengulangan pada panjang gelombang 213,9 nm.

3.3.7 Penentuan Ketidakpastian Pengukuran

Penentuan estimasi ketidakpastian pada penentuan kadar logam pada limbah abu layang batu bara dapat dilakukan dengan membuat langkah kerja, mencatat informasi penting mengenai ketertelusuran alat-alat yang digunakan selama pengujian, menentukan rumus, menentukan ketidakpastian baku, ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi sampel

Penentuan kadar logam pada sampel abu layang dipreparasi menggunakan dua metode yaitu *toxicity characteristic leaching procedure* (TCLP) dan destruksi asam tertutup yang disebut juga *microwave digestion*. *Toxicity characteristic leaching procedure* (TCLP) merupakan pengujian yang paling penting terhadap limbah B3 sebelum dibuang ke lingkungan untuk membedakan setiap karakteristik dari limbah B3. Prinsip dari metode TCLP adalah penentuan kadar dalam sampel menggunakan proses ekstraksi selama 18 jam dengan larutan asam dan kemudian larutan hasil ekstraksi disaring sampai jernih. Proses ekstraksi tersebut menggunakan alat berupa *rotary agitator*. *Microwave digestion* atau destruksi asam tertutup merupakan metode destruksi basah yang paling direkomendasikan untuk menganalisis logam berat. Destruksi asam tertutup adalah reaksi pemecahan dan pelarutan yang dilakukan dalam wadah tertutup, sehingga proses penguapan dan pemuaihan bahan lebih aman. Destruksi asam tertutup dengan *microwave digestion* adalah metode dengan penggunaan gelombang mikro dalam proses destruksi tersebut. Dalam metode ini sampel terlebih dahulu ditambahkan larutan asam nitrat untuk memecah ikatan senyawa organologam dalam sistem tertutup yang menyebabkan terjadinya peningkatan suhu dan tekanan. Peningkatan suhu dan tekanan yang terjadi serta kondisi pH yang rendah pada sampel menyebabkan peningkatan kecepatan dekomposisi teral sehingga logam anorganik bebas dapat terukur.

Toxicity characteristic leaching procedure (TCLP) dilakukan dengan menimbang sampel dan dilarutkan menggunakan akuades. Sampel dicek pH nya menggunakan kertas pH universal. Apabila larutan menunjukkan $\text{pH} > 5$ maka ditambahkan larutan reagen B begitu juga sebaliknya apabila larutan menunjukkan $\text{pH} \leq 5$ maka ditambahkan larutan reagen A. reagen B terdiri dari asam asetat dan air. Fungsi penambahan reagen B digunakan untuk

membantu ekstraksi logam tetap yang berada pada pH tertentu ketika proses pemutaran logam pada kecepatan tertentu, dalam pengujian ini fungsi reagen B adalah untuk mempertahankan pH pada suasana asam. Sampel kemudian digoyangkan selama 18 jam dengan *rotary agitator*. Setelah 18 jam, 50 mL sampel diambil dan dimasukkan ke dalam wadah tertentu untuk kemudian di destruksi. Tujuan dari destruksi adalah untuk menghilangkan, merombak, dan memutuskan senyawa-senyawa organik dalam sampel yang dianalisis. Sebanyak 5 mL asam nitrat pekat dimasukkan ke dalam wadah untuk mempercepat proses destruksi serta berperan sebagai pengoksidator yang kuat dan dapat mendekomposisi senyawa organik dan mengoksidasi logam dalam keadaan panas, sehingga didapat logam anorganik bebas yang dapat diukur. Wadah berisi sampel kemudian didestruksi selama 24 menit. Setelah didiamkan selama 30 menit sebelum disaring untuk didapatkan filtratnya. *Microwave digestion* digunakan karena kualitas destruksinya tinggi, tidak ada unsur-unsur volatil yang hilang dan waktu yang dibutuhkan untuk proses destruksi tidak memakan waktu yang lama yaitu 20-30 menit, sedangkan destruksi konvensional yang memakan waktu lebih dari 24 jam.

4.2 Penetapan Kadar Logam Nikel dan Seng dalam Limbah Abu Layang

Penetapan kadar logam seng dan nikel dalam limbah abu layang batu bara dilakukan dengan melakukan analisis larutan sampel dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) sebanyak dua kali pengulangan. Prinsip pengujian spektrofotometer serapan atom (SSA) adalah absorpsi cahaya oleh atom. Mekanisme yang terjadi untuk penetapan kadar logam nikel dan seng dalam sampel adalah larutan sampel dari hasil preparasi diaspirasikan ke suatu nyala dan unsur-unsur dalam sampel diubah menjadi uap atom, sehingga nyala yang mengandung atom unsur-unsur yang dianalisis. Beberapa diantara atom-atom tersebut akan tereksitasi secara termal oleh nyala, tetapi ada juga yang tetap tinggal sebagai atom netral dalam keadaan dasar (*ground state*). Atom-atom dalam keadaan dasar kemudian akan menyerap energi radiasi yang terpancar dari sumber radiasi yang dihasilkan oleh sumber radiasi yang terbuat dari unsur-unsur yang

bersangkutan. Panjang gelombang yang diabsorpsi oleh atom nyala sama dengan panjang gelombang dihasilkan oleh sumber radiasi.

Tabel 4. 1 Hasil Penentuan Kadar Logam Zn

Sampel Zn	Absorbansi rata-rata	Konsentrasi sampel (mg/L)
Replika 1	0,067	0,5915
Replika 2	0,078	0,4992
Rata-rata		0,5454

Tabel 4. 2 Hasil Penentuan Kadar Logam Ni

Sampel Ni	Absorbansi rata-rata	Konsentrasi sampel (mg/L)
Replika 1	0,016	0,3912
Replika 2	0,015	0,3618
Rata-rata		0,3716

Penetapan konsentrasi sampel dilakukan untuk mengetahui kadar logam Zn dan Ni dalam limbah abu layang berdasarkan baku mutu keberterimaan peraturan pemerintah republik indonesia nomor 101 tahun 2014, sebesar <50 mg/L untuk Zn dan 3,5 mg/L untuk Ni. Berdasarkan Tabel 4.1 dan Tabel 4.2 menunjukkan bahwa nilai perolehan konsentrasi rata-rata logam pada sampel abu layang berada masih memenuhi baku mutu keberterimaan yang telah ditetapkan yaitu Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 101 tahun 2014.

4.3 Validasi metode

4.3.1 Linieritas

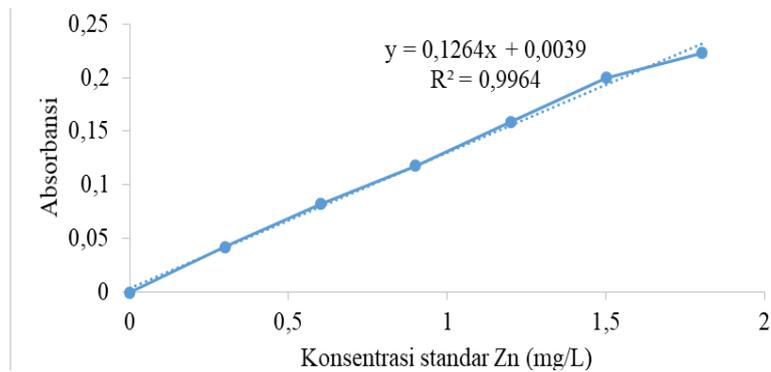
Linieritas merupakan salah satu parameter uji yang penting dilakukan ketika melakukan analisis atau melakukan suatu pengujian. Parameter linieritas dilakukan untuk mengetahui apakah variabel terikat memiliki hubungan yang linier atau tidak. Linieritas dapat ditentukan dengan kurva kalibrasi. Dari kurva kalibrasi tersebut diperoleh suatu persamaan garis linier yang menghubungkan sinyal dengan konsentrasi standar dan menunjukkan koefisien korelasi (r).

Uji linieritas pada penentuan kadar logam seng dilakukan dengan cara membuat larutan deret standar dengan variasi konsentrasi 0,0; 0,3; 0,6; 0,9; 1,2; 1,5 dan 1,8 mg/L, sedangkan untuk penentuan kadar logam dibuat larutan standar dengan variasi konsentrasi 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; dan 6,0 mg/L. Pengenceran pada larutan deret standar juga ditambahkan asam nitrat yang berfungsi sebagai pengawet. Hasil pengukuran larutan standar seng dan nikel dapat dilihat pada Tabel 4.3 berikut:

Tabel 4. 3 Hasil Pengukuran Deret Kurva Kalibrasi Standar Standar Zn Standar Ni

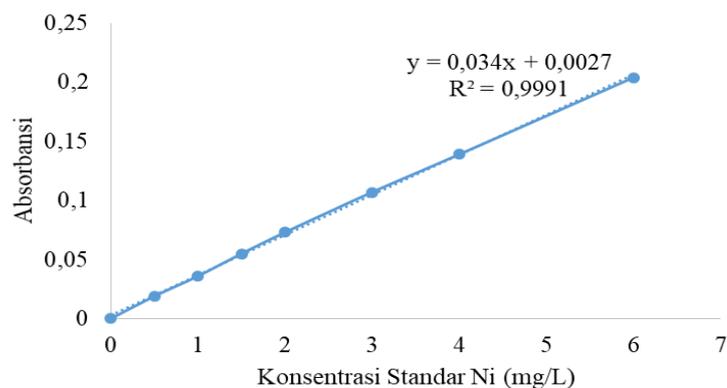
Standar Zn		Standar Ni	
Konsentrasi	Absorbansi	Konsentrasi	Absorbansi
0,0	0,000	0,0	0,000
0,3	0,042	0,5	0,019
0,6	0,082	1,0	0,036
0,9	0,118	1,5	0,055
1,2	0,159	2,0	0,073
1,5	0,200	3,0	0,107
1,8	0,223	4,0	0,139
		6,0	0,204

Hasil data yang diperoleh dari larutan standar seng dan nikel masing masing dibuar grafik kurva kalibrasi yang menghubungkan konsentrasi standar sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y, untuk mengetahui persamaan regresi yang dihasilkan grafik dapat ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4. 1 Kurva Kalibrasi Standar Zn

Berdasarkan Gambar 4.1 diperoleh persamaan kurva kalibrasi dengan persamaan $y = 0,1264x + 0,0039$ dengan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9964 dan koefisien korelasi (r) adalah 0,9982. Hasil tersebut menunjukkan bahwa hubungan linieritas antara konsentrasi standar seng dengan absorbansi memberikan hasil yang linier. Nilai koefisien korelasi yang memenuhi persyaratan yaitu $r \geq 0,99$ (Badan Standardisasi Nasional, 2005) dan nilai koefisien determinasi yaitu (R^2) $\geq 0,995$ (USEPA, 1992).



Gambar 4. 2 Kurva Kalibrasi Deret Standar Ni

Berdasarkan Gambar 4.2 diperoleh persamaan kurva kalibrasi dengan persamaan $y = 0,034x + 0,0027$ dengan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9991 dan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9995. Hasil tersebut menunjukkan bahwa hubungan linieritas antara konsentrasi standar nikel dengan absorbansi memberikan hasil yang linier. Nilai koefisien korelasi yang memenuhi persyaratan yaitu $r \geq 0,99$ (Badan Standardisasi Nasional, 2004) dan nilai koefisien determinasi yaitu (R^2) $\geq 0,995$ (USEPA, 1992).

Hasil dari persamaan regresi linier standar seng dan nikel yang diperoleh menunjukkan bahwa linieritas dari deret standar tersebut baik digunakan untuk menentukan konsentrasi seng dan nikel yang terkandung dalam sampel, karena nilai koefisien baik koefisien korelasi maupun koefisien determinasi yang dihasilkan telah memenuhi syarat.

4.3.2 Presisi

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan kedekatan antara hasil pengujian satu dengan yang lainnya pada serangkaian pengujian. Presisi penentuan logam seng dan nikel ditentukan menggunakan perhitungan *relative percent different* (%RPD). Penentuan %RPD dilakukan dengan 3 pengulangan pembacaan pada sampel simplo dan duplo. Hasil absorbansi dari pengulangan tersebut dapat dihitung nilai presisi pada sampel dan ditunjukkan pada Tabel 4.4 berikut:

Tabel 4. 4 Penentuan Presisi Sampel

Sampel	Presisi Zn		Presisi Ni	
	Absorbansi	Konsentrasi	Absorbansi	Konsentrasi
		Pengulangan (mg/L)		Pengulangan (mg/L)
Replika 1	0,079	0,5941	0,016	0,3912
	0,078	0,5862	0,016	0,3912
	0,079	0,5941	0,015	0,3618
Replika 2	0,067	0,4992	0,015	0,3618
	0,067	0,4992	0,015	0,3618
	0,067	0,4992	0,015	0,3618
Rata-rata	0,0728	0,5454	0,0153	0,3716
RPD (%)	16,92		5,28	
CV Horwitz	17,53		18,57	

Berdasarkan Tabel 4.4 hasil penentuan presisi sampel menunjukkan bahwa %RPD yang diperoleh pada sampel logam nikel menunjukkan hasil yang baik yaitu sebesar 5,28% yang artinya telah memenuhi syarat

keberterimaan yang telah ditetapkan yaitu <10%, akan tetapi tidak dengan sampel logam seng, dimana nilai %RPD sampel logam seng yang diperoleh lebih besar dari syarat keberterimaan yaitu <10% (Badan Standardisasi Nasional, 2005). Oleh sebab itu harus dibandingkan dengan nilai CV Horwitz. Tabel 4.4 menunjukkan bahwa semua sampel memperoleh nilai %RPD yang lebih kecil dari CV Horwitz, yang menunjukkan bahwa metode uji yang digunakan pada validasi metode penentuan kadar logam Zn dan Ni menggunakan spektrofotometri serapan atom dalam limbah abu layang memenuhi syarat %RPD yang diterima sehingga metode ini memiliki presisi yang baik. Adanya nilai presisi memberikan informasi bahwa metode ini dapat digunakan sebagai metode uji rutin di laboratorium.

4.3.3 Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil pengujian/analisis dengan kadar analit yang sebenarnya dan dinyatakan dalam persen perolehan kembali (*%recovery*) analit yang ditambahkan. Uji *recovery* dilakukan dengan metode penambahan standar, yaitu menambahkan bahan standar ke dalam sampel yang telah diketahui konsentrasinya. *Recovery* dilakukan dengan men-*spike* sampel dengan menambahkan larutan standar sebanyak 1,2 mL (dalam 30 mL) untuk sampel seng dan untuk sampel nikel ditambahkan larutan standar sebanyak 2 mL (dalam 50 mL). Nilai *recovery* didapatkan dari hasil perbandingan antara selisih konsentrasi dengan konsentrasi yang *dispike*, maka diperoleh hasil dalam perseratus bagian (%).

Tabel 4. 5 Penentuan Akurasi Sampel Zn

Sampel Uji	C tanpa spike		%R	C Target (mg/L)
	C spike (mg/L)	spike (mg/L)		
Replika 1	1,5040	0,5862	134,06	0,72
	1,6068	0,5941		0,72
Replika 2	1,4169	0,4992	126,91	0,72
	1,4090	0,4992		0,72
Rata-rata			135,49	

Tabel 4. 6 Penentuan Akurasi Sampel Ni

Sampel Uji	C tanpa spike		%R	C Target (mg/L)
	C spike (mg/L)	spike (mg/L)		
Replika 1	2,1265	0,3912	86,03	2
	2,0971	0,3912		2
Replika 2	2,0971	0,3618	86,03	2
	2,0676	0,3618		2
ratarata			86,03	

Sampel yang dispike dianalisis sehingga diperoleh nilai akurasi. Hasil uji akurasi yang telah ditetapkan (AOAC, 2003) yaitu 80-120%. Berdasarkan tampilan pada Tabel 4.6 diperoleh *%recovery* nikel sebesar 86,03% yang menunjukkan hasilnya cukup baik karena telah memenuhi syarat keberterimaan yang ditetapkan. Rendahnya hasil *recovery* dapat disebabkan oleh adanya adsorpsi ke dinding alat gelas, penguapan, kopresipitasi dan koekstraksi (Twyman, 2005). Hasil akurasi seng dapat dilihat pada Tabel 4.5 menunjukkan hasil *recovery* diperoleh sebesar 135,49% yang berarti melebihi syarat keberterimaan yang telah ditetapkan yaitu 80-120% (AOAC, 2003). Hal itu disebabkan karena alat/instrumen yang belum terkalibrasi secara baik ataupun instrumen yang sudah lama tidak dikalibrasi sehingga menyebabkan nilai akurasi yang kurang bagus Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi nilai akurasi misalnya

kesalahan personal seperti pemipetan dan kesalahan sistematis seperti peralatan atau pereaksi yang digunakan dalam pengujian (Riyanto, 2014). Hasil *recovery* yang ideal adalah 100%, jika hasil *recovery* kurang atau lebih dari 100% maka terjadi kesalahan ketika pengukuran sampel. Kesalahan yang ditimbulkan dapat bersifat acak. Kesalahan acak tidak dapat dihilangkan tetapi dapat dikurangi dengan melakukan penentuan berulang. Kesalahan tersebut timbul karena adanya perubahan terhadap kesalahan sistemik.

4.3.4 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi (LOD) merupakan konsentrasi terendah analit yang masih dapat dideteksi oleh suatu instrumen dan memberikan respon yang signifikan dibandingkan pada blanko, sedangkan batas kuantitasi (LOQ) merupakan jumlah analit terkecil yang terdapat dalam sampel yang dapat dikuantifikasi dengan akurasi dan presisi. Menurut (Riyanto, 2014) penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi bisa dilakukan dengan 3 cara yaitu *signal to noise*, penentuan blanko, dan kurva kalibrasi. Pengujian penentuan logam pada limbah abu layang ini menggunakan cara kurva kalibrasi untuk menentukan batas deteksi dan batas kuantitasi, nilai batas deteksi dan batas kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis linier dan kurva kalibrasi, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual (Harmita, 2004). Pengujian batas deteksi dan batas kuantitasi penting dilakukan karena pengujian ini menentukan sensitif atau tidaknya suatu metode. Berdasarkan Tabel 4.7 data yang diperoleh menunjukkan nilai batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) berturut-turut adalah sebesar 0,1279 mg/L dan 0,4265 mg/L yang dapat dilihat pada Tabel 4.7. Hasil pada tabel tersebut menunjukkan konsentrasi terendah yang terdeteksi dan teridentifikasi oleh metode sebesar 0,1279 mg/L. Konsentrasi terendah yang terdeteksi pada sampel yang mampu dikuantitasi dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima sebesar 0,4265 mg/L, sehingga konsentrasi dalam sampel limbah abu layang yang menunjukkan <0,4265 mg/L tidak dapat dikuantitasi dengan baik.

Tabel 4. 7 Penentuan LOD dan LOQ Zn

Konsentrasi (mg/L)	(Absorbansi) y	y ₁	(y-y ₁) ²
0	0	0,0039	1,52 x 10 ⁻⁵
0,3	0,042	0,0418	3,24 x 10 ⁻⁸
0,6	0,082	0,0797	5,11 x 10 ⁻⁶
0,9	0,118	0,1176	1,16 x 10 ⁻⁷
1,2	0,159	0,1555	1,17 x 10 ⁻⁵
1,5	0,2	0,1935	4,23 x 10 ⁻⁵
1,8	0,223	0,2314	7,09 x 10 ⁻⁵
$\Sigma (y-y_1)^2$			0,000145
S _{y/x}			0,0054
LOD			0,1279
LOQ			0,4265

Data yang diperoleh menunjukkan nilai batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) berturut-turut adalah sebesar 0,1279 mg/L dan 0,4265 mg/L yang dapat dilihat pada Tabel 4.7. Hasil pada tabel tersebut menunjukkan konsentrasi terendah yang terdeteksi dan teridentifikasi oleh metode sebesar 0,1279 mg/L. Konsentrasi terendah yang terdeteksi pada sampel yang mampu dikuantitasi dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima sebesar 0,4265 mg/L, sehingga konsentrasi dalam sampel limbah abu layang yang menunjukkan <0,4265 mg/L tidak dapat dikuantitasi dengan baik. Konsentrasi seng dalam sampel limbah abu layang lebih besar dari nilai batas deteksi (LOQ) disebabkan karena adanya rentang waktu antara setelah sampel dipreparasi dengan pembacaan sampel pada instrumen.

Tabel 4. 8 Penentuan LOD dan LOQ Ni

Absorbansi (mg/L)	y	y ₁	(y-y ₁) ²
0	0	0,0027	7,3 x 10 ⁻⁶
0,5	0,019	0,0197	4,9 x 10 ⁻⁷
1	0,036	0,0367	4,9 x 10 ⁻⁷
1,5	0,055	0,0537	1,7 x 10 ⁻⁶
2	0,073	0,0707	5,3 x 10 ⁻⁶
3	0,107	0,1047	5,3 x 10 ⁻⁶
4	0,139	0,1387	9,0 x 10 ⁻⁸
6	0,204	0,2067	7,3 x 10 ⁻⁶
Jumlah			2,8 x 10 ⁻⁵
Sy/x			0,0024
LOD			0,1903
LOQ			0,6345

Data yang diperoleh menunjukkan nilai batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) berturut-turut adalah sebesar 0,1903 mg/L dan 0,6345 mg/L yang dapat dilihat pada Tabel 4.8. Hasil pada tabel tersebut menunjukkan konsentrasi terendah yang terdeteksi dan teridentifikasi oleh metode sebesar 0,1903 mg/L. Konsentrasi terendah yang terdeteksi pada sampel yang mampu dikuantitasi dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima sebesar 0,6345 mg/L.

4.4 Estimasi Ketidakpastian

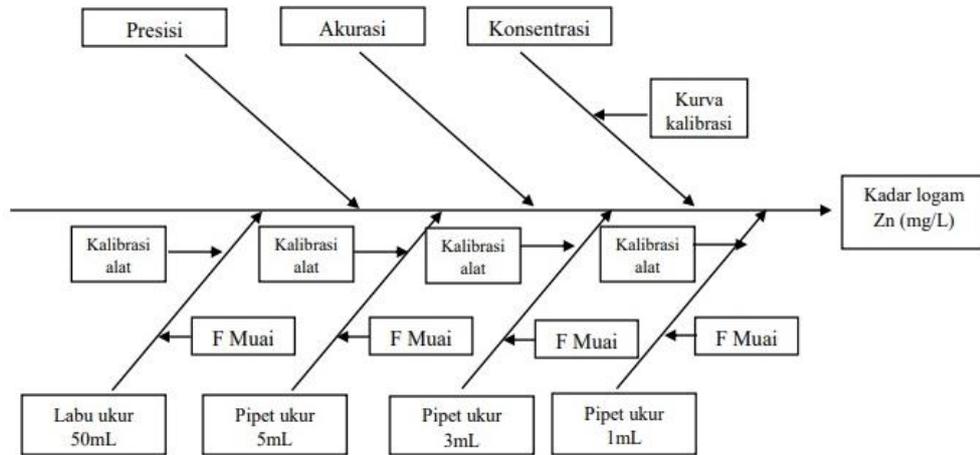
Ketidakpastian pengukuran menurut (Pramono, 2014) merupakan parameter yang menentukan rentang nilai yang diperkirakan dapat menentukan nilai benar (*true value*). Ketidakpastian pengukuran dapat dievaluasi berdasarkan metode statistik dari suatu rangkaian pengamatan pengukuran. Ketidakpastian tersebut dikategorikan sebagai ketidakpastian kategori A. sementara itu, ketidakpastian kategori B adalah ketidakpastian yang dievaluasi tidak berdasarkan metode statistik, ketidakpastian kategori B didasarkan pada penetapan secara ilmiah dengan menggunakan informasi

yang tersedia, seperti bahan acuan yang bersertifikat, sertifikat kalibrasi, spesifikasi peralatan yang digunakan ketika pengukuran, kemurnian bahan kimia yang digunakan, handbook, dan catalog atau literatur (Hadi, 2019).

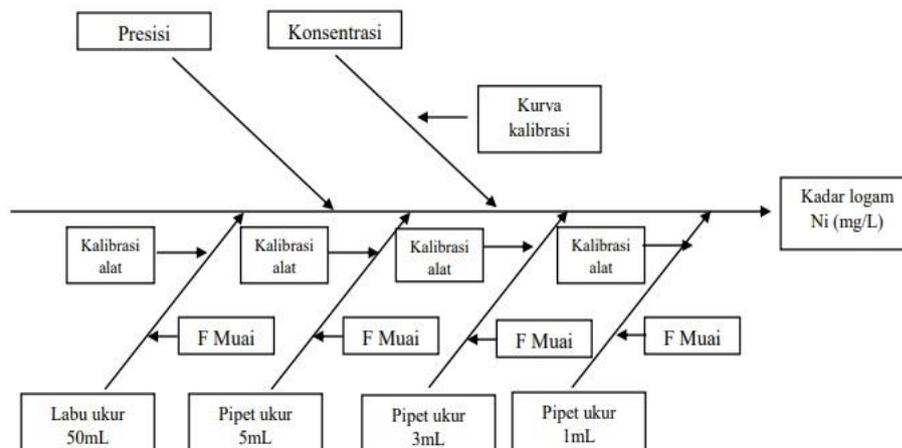
Penentuan estimasi ketidakpastian pada penentuan kadar logam pada limbah abu layang dapat dilakukan dengan membuat langkah kerja, menentukan rumus, menentukan ketidakpastian baku, ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas. Ketidakpastian pengukuran dari rumus untuk menentukan kadar logam adalah sebagai berikut:

$$\text{Kadar logam (mg/L)} = \frac{\text{Absorbansi} - \text{Intersep}}{\text{Slope}}$$

Estimasi ketidakpastian dalam analisis/pengujian berdasarkan komponen-komponen tersebut dapat dirumuskan dengan diagram tulang ikan. Dalam diagram tulang ikan dijabarkan sumber-sumber ketidakpastian dalam pengujian.



Gambar 4. 3 Diagram Tulang Ikan Penentuan Kadar Logam Zn



Gambar 4. 4 Diagram Tulang Ikan Penentuan Kadar Logam Ni

Berdasarkan Gambar 4.3 dan Gambar 4.4 terdapat beberapa faktor penyumbang sumber ketidakpastian dalam penentuan kadar logam seng dan nikel pada limbah abu layang yaitu ketidakpastian konsentrasi, ketidakpastian volume, ketidakpastian presisi dan ketidakpastian akurasi. Ketidakpastian volume didasarkan pada kalibrasi volume yang tertera pada alat, sehingga ketidakpastian ini tergolong ketidakpastian kategori B. Sumber ketidakpastian pada ketidakpastian volume adalah pipet ukur 1 mL \pm 0,006 mL, pipet ukur 3 mL \pm 0,015 mL, pipet ukur 5 mL \pm 0,015 mL dan labu ukur 50 mL \pm 0,06 mL. dari adanya pipet ukur dan labu ukur tersebut menimbulkan faktor muai alat volumetrik dan faktor kalibrasi alat. Berdasarkan faktor muai dan faktor kalibrasi alat tersebut diperoleh nilai ketidakpastian volume untuk pipet 1 mL sebesar \pm 0,0025 mL, pipet 3 mL sebesar \pm 0,0064 mL, pipet 5 mL sebesar \pm 0,0068 mL dan labu ukur 50 mL sebesar \pm 0,0390 mL. Ketidakpastian konsentrasi didasarkan pada serangkaian pengukuran yang dilakukan untuk penentuan kadar logam dalam limbah abu layang. Ketidakpastian konsentrasi tergolong ketidakpastian kategori A. ketidakpastian konsentrasi ditentukan dengan kurva kalibrasi deret standar dan diperoleh nilai konsentrasi sebesar 0,5454 mg/L. Ketidakpastian presisi dihitung dari nilai *relative percent different* (%RPD) dan diperoleh nilai ketidakpastian presisi sebesar 0,1692.

Ketidakpastian akurasi di hitung dari nilai persen perolehan kembali (*%recovery*) dan diperoleh nilai ketidakpastian sebesar 0,0469%.

Tabel 4. 9 Pengukuran Estimasi Ketidakpastian

Sumber	Nilai	satuan	Nilai μ
Pipet ukur	1	mL	0,0025
Pipet ukur	3	mL	0,0064
Pipet ukur	5	mL	0,0068
Labu ukur	50	mL	0,0390
Kurva			
Kalibrasi Zn	0,5454	mg/L	0,0355
Kurva			
Kalibrasi Ni	0,3716	mg/L	0,0550
Presisi Zn	1	-	0,1692
Presisi Ni	1	-	0,0528
Ketidakpastian gabungan		Zn	0,0989 mg/L
		Ni	0,0584 mg/L
Ketidakpastian diperluas		Zn	0,1978 mg/L
		Ni	0,1168 mg/L

Ketidakpastian gabungan diperoleh dari beberapa faktor penyumbang ketidakpastian seperti yang tertera pada Tabel 4.9 dan diperoleh hasil ketidakpastian gabungan seng sebesar 0,0989 mg/L dan nikel sebesar 0,0584 mg/L. Ketidakpastian diperluas (U) diperoleh dari nilai ketidakpastian gabungan yang dikalikan dengan nilai ketidakpastian baku gabungan terhadap faktor cakupan (k) sebesar 2 pada tingkat kepercayaan 95%. Hasil ketidakpastian diperluas dapat dihitung dengan persamaan berikut:

a. Ketidakpastian diperluas seng

$$U = \mu(C) \times k$$

$$U = 0,0989 \text{ mg/L} \times 2$$

$$U = 0,1978 \text{ mg/L}$$

b. Ketidakpastian diperluas nikel

$$U = \mu(C) \times k$$

$$U = 0,0584 \text{ mg/L} \times 2$$

$$U = 0,1168 \text{ mg/L}$$

Hasil ketidakpastian dalam pengukuran kemudian dihitung kontribusi ketidakpastian pengukurannya untuk mengetahui penyumbang terbesar dalam pengujian tersebut. Kontribusi pengukuran dihitung dalam satuan persen (%) dan dapat dihitung dengan menggunakan persamaan dibawah ini:

$$\text{Kontribusi (\%)} = \frac{(x/y)^2}{\sum (x/y)^2} \times 100\%$$

Hasil kontribusi pengukuran ketidakpastian pada pengujian ini dapat dilihat pada Tabel 4.10 dan Tabel 4.11 berikut:

Tabel 4. 10 Persentase Kontribusi Ketidakpastian Zn

Kontribusi				
Sumber	Nilai (y)	Nilai μ (x)	(x/y)²	%Kontribusi
Pipet ukur	1	0,0025	0,00000625	0,0190
Pipet ukur	3	0,0064	4,55 x 10 ⁻⁶	0,0138
Pipet ukur	5	0,0068	1,85 x 10 ⁻⁶	0,0056
Labu ukur	50	0,0390	6,08 x 10 ⁻⁷	0,0019
Kurva Kalibrasi	0,5454	0,0355	4,24 x 10 ⁻³	12,8859
Presisi	1	0,1692	2,86 x 10 ⁻²	87,0738
Jumlah			0,0329	100%

Tabel 4. 11 Persentase Kontribusi Ketidakpastian Ni

Kontribusi				
Sumber	Nilai (y)	Nilai μ (x)	(x/y)²	% Kontribusi
Pipet ukur	1	0,0025	0,00000625	0,0253
Pipet ukur	3	0,0064	4,55 x 10 ⁻⁶	0,0184
Pipet ukur	5	0,0068	1,85 x 10 ⁻⁶	0,0075
Labu ukur	50	0,0390	6,08 x 10 ⁻⁷	0,0025
Kurva Kalibrasi	0,3716	0,055	0,0219	88,6630
Presisi	1	0,0528	0,0028	11,2833
Jumlah			0,0247	100%

Berdasarkan Tabel 4.10 dan Tabel 4.11 diperoleh kontribusi terbesar penyumbang nilai ketidakpastian untuk penentuan kadar logam seng dan nikel dalam limbah abu layang yaitu diperoleh dari ketidakpastian presisi

dan ketidakpastian kurva kalibrasi. Ketidakpastian faktor kurva kalibrasi ini dapat berasal dari ketidaktepatan pada saat pembuatan larutan standar yang dibuat pengenceran langsung ke dalam konsentrasi 50 mg/L lalu baru pengenceran bertingkat untuk membuat deret larutan standar serta rentang deret standar yang terlalu lebar, sedangkan ketidakpastian faktor presisi berasal dari pengulangan larutan sampel, ketidakstabilan peralatan, dan konsistensi personal/analisis. Faktor kesalahan lain yang mungkin adalah faktor personal dari ketidaktepatan ketika pembacaan karena posisi mata yang tidak tepat sehingga diperoleh larutan yang tidak tepat dengan konsentrasi target yang ingin dibuat.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil pembahasan dari pengujian yang telah dilakukan yaitu validasi penentuan logam pada limbah abu layang menggunakan spektrofotometer serapan atom adalah sebagai berikut:

1. Konsentrasi logam seng dan nikel yang terdapat pada limbah abu layang dengan ketidakpastiannya diperoleh $0,5454 \text{ mg/L} \pm 0,1978 \text{ mg/L}$ dan $0,3716 \text{ mg/L} \pm 0,1168 \text{ mg/L}$. Berdasarkan baku mutu Peraturan Pemerintah Republik Indonesia tentang pengolahan limbah bahan berbahaya dan beracun konsentrasi tersebut masih dalam cakupan kriteria yaitu sebesar $<50 \text{ mg/L}$ untuk Zn dan $3,5 \text{ mg/L}$ untuk Ni.
2. Hasil validasi metode penetapan kadar logam seng dan nikel pada limbah abu layang dengan parameter yang meliputi nilai linieritas, limit deteksi, limit kuantitasi, presisi, dan akurasi adalah sebagai berikut:
 - a. Hasil validasi untuk logam seng pada parameter linieritas diperoleh koefisien determinasi (R^2) 0,9964; nilai LOD $0,1279 \text{ mg/L}$; nilai LOQ $0,4265 \text{ mg/L}$; nilai presisi diperoleh 16,92%; dan nilai akurasi diperoleh 130,49% dengan estimasi ketidakpastian kurva kalibrasi $\pm 0,0355$; presisi $\pm 0,1692$, dan estimasi ketidakpastian gabungan $\pm 0,0989 \text{ mg/L}$.
 - b. Hasil validasi untuk logam nikel pada parameter linieritas diperoleh koefisien determinasi (R^2) 0,9991; nilai LOD $0,1903 \text{ mg/L}$; nilai LOQ $0,6345 \text{ mg/L}$; nilai presisi diperoleh 5,28%; dan nilai akurasi diperoleh 86,03% dengan estimasi ketidakpastian kurva kalibrasi $\pm 0,0550$; presisi $\pm 0,0528$, dan estimasi ketidakpastian gabungan $\pm 0,0584 \text{ mg/L}$.

5.2 Saran

Saran yang bisa penulis sampaikan yaitu pada penelitian selanjutnya yaitu melakukan pengenceran bertingkat pada pembuatan larutan standar induk dan membuat rentang kurva kalibrasi yang lebih kecil karena

sampelnya terlalu kecil dan menambahkan konsentrasi standar yang tepat pada larutan *spike* untuk mengurangi nilai akurasi yang kurang baik dan melakukan kalibrasi instrumen supaya diperoleh nilai yang tepat.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahuja, S., and Dong, W. M. (2005). *Handbook of Pharmaceutical Analysis by HPLC*. United Kingdom: Elsevier.
- AOAC. (2003). *Official Methods of Analysis of AOAC International*, Edisi ke 18. *Association of Official Analytical Chemical*.
- Badan Standardisasi Nasional. (2004). *SNI No. 06-6989.18 Sedimen - Bagian 6. Cara Uji Nikel (Ni) Secara Destruksi Asam dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- Badan Standardisasi Nasional. (2005). *SNI No. 06-6989.43 Air dan air limbah - Bagian 43 ; Cara uji kadar seng (ZN) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) secara ekstraksi*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- Bienias, D. (2003). Microstructure and Corrosion Behavior of Aluminium Fly Ash Composite Vol. 5. *Optoelectronics and Advanced Materials*, 493-502.
- Damayanti, R. (2006). Penelitian Abu Batu bara sebagai Pembena Tanah: Pengaruh Waktu Inkubasi terhadap Parameter Kualitas Tanah (Derajat Keasaman (pH-H₂O), Mn, Fe, P-Total dan P-Tersedia). *Jurnal Teknologi Minereal dari Batu bara* No. 36:9-17 ISSN 0854-7890.
- Ermer, and Miller. (2006). *Method Validation in Pharmaceutical Analysis : A guide to best practice*. New Jersey : John Wiley and Sons.
- Gailius, A., Vacenovska, B., and Drochytka, R. (2010). Hazardous Waste by Solidification/Stabilization Method. *Material Science*, 16 (2), 165-169.
- Gandjar, I. G. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Hadi, A. (2019). *Ketidakpastian Pengujian Mendukung Penerapan ISO/IEC 17025: 2017*. Bogor: PT. Penerbit IPB Press.
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1 (3) : 117-135.
- Harvey, D. (2000). *Chemistry Modern Analytical Chemistry*. Greencastle: Mc Graw Hill.
- Hudhiyantoro, dan Hariyadi. (2012). Analisis Limbah Batubara (Fly Ash) Sebagai Alternatif Semen Untuk beton Pada Perisai Sinar Pencion Cobalt-60 Ditinjau dari Segi Biaya. *Eksplorasi Jurnal Teknik Sipil Untag Surabaya*, 05, 80-89.

- Julharmito, Fadli, A., dan Drastinawati. (2015). Pemanfaatan Limbah Abu terbang (Fly Ash) Batubara Sebagai Bahan Campuran Beton Geopolimer. *JOM FTEKNIK*, 2 (2).
- Khopkar, S. M. (2002). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Lestari, I. P. (2020, Agustus 15). *Sumber Daya Batu Bara di Indonesia*. Retrieved from ForesterAct Media Kehutanan dan Lingkungan Hidup: <https://foresteract.com/sumber-daya-batu-bara-di-indonesia> (diakses pukul 00.45 WIB)
- Locard, C. E. (2010, Mei 12). *Mengenal Lebih Dekat Puslabfor Bareskrim Polri*. Retrieved Februari 02, 2020, from Warta Laboratorium Forensik: "Mengenal Lebih Dekat PUSLABFOR BARESKRIM POLRI." WARTA LABORATORIUM FORENSIK, wartalabfor.blogspot.com/2010/05/mengenal-lebih-dekat-puslabfor.html.
- Mulyaningsih, T. R. (2009). Kandungan Unsur Fe dan Zn dalam Bahan Pangan Produk Pertanian, Peternakan dan Perikanan dengan Metode k0-AANI. *Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia*, 10 (2), 71-80.
- Mulyaningsih, T. R. (2009). Kandungan Unsur Fe dan Zn Dalam Bahan Pangan Produk Pertanian, Peternakan dan Perikanan Dengan Metode k0-AANI. *Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia*, 71-80.
- Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 101 Tahun 2014. (n.d.). *Tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun*. Jakarta: Lembaran Negara Republik Indonesia Tahun 2014 Nomor 101. Retrieved Oktober 17, 2014.
- POM, D. (1995). *Farmakopee Indonesia Edisi ke IV*. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Pramono, U. (2014). *Estimasi Ketidakpastian Pengukuran*. Tangerang: BMD Street Consulting.
- Puspita, I. D. (2018). Verifikasi Metode Penentuan Besi (Fe Terlarut pada Sampel Air Filter Layer Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom Di Balai Konservasi Borobudur. *Tugas Akhir*.
- Riyanto. (2014). *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Rochmanto, D. (2019). *Campuran Beton Geopolimer dengan Binder : Fly Ash dan Gypsum*. Jepara: UNISNU PRESS.

- Rodiana, Y., Masitoh, S., Hafiz, M., dan Nurhasni, N. (2013). Pengkajian Metode Untuk Analisis Logam Berat Dalam Sedimen Menggunakan Microwave Digestion Vol.7. *Ecolab*, 49-108.
- Rohman, A. (2009). *Kromatografi untuk Analisis Obat Edisi Pertama*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Said, N. I. (2010). Metode Penghilangan Logam Berat (As, Cd, Cr, Ag, Cu, Pb, Ni dan Zn) di dalam Air Limbah Industri. *Jurnal Air Indonesia Vol. 6 (2)*, 136-148.
- Sasongko, A. (2017, Oktober). Verifikasi Metode Penentuan Logam Kadmium (Cd) dalam Air Limbah Domestik dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *6(2)*.
- Sumitro, S. (2002). Pemanfaatan Batubara dalam Pengembangan Ketenagalistrikan dan Implikasi Lingkungannya. *Jurnal Kimia Lingkungan*. Vol.3(2) .
- Suryati. (2011). Analisa Kandungan Logam Berat Pb dan Cu Dengan Metode SSA (Spektrofotometri Serapan Atom) Terhadap Ikan Baung (Hemibagrus Nemurus) Di Sungai Kampar Kanan Desa Muara Takus Kecamatan XIII Koto Kampar Kabupaten Kampar. (F. T. Keguruan, Ed.) *Skripsi*.
- Svehla, G. (1996). *Vogel's Qualitative Inorganic Analysis*. Cork: University College.
- Svehla, G., and Vogel. (1985). *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Twyman, R. M. (2005). Sample Dissolution for Elemental Analysis (Wet Digestion). *Elsevier*, 146-152.
- Underwood, dan Day, R. A. (2002). *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Jakarta: Erlangga.
- USEPA. (1992, July). Method 1311: SW-846. In *Toxicity Characteristic Leaching Procedures (TCLP)*. Washington DC, USA: Environmental Protection Agency.
- Yuwono, M., dan Indrayanto, G. (2005). Validation of Chromatographic Method of Analysis. *Profile of Drug Substances, Excipients, and Related Methodology*. 32 243-259.

LAMPIRAN-LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan Larutan Standar

1. Pembuatan Kurva Kalibrasi

a. Pembuatan Larutan Standar Induk Nikel 50 mg/L

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

$$V_1 \cdot 1000 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \cdot 50 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \cdot 50 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}}$$

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

b. Pembuatan Larutan Kerja Logam Nikel

▪ Konsentrasi 0 mg/L

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

$$V_1 \cdot 50 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \cdot 0 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \cdot 0 \text{ mg/L}}{50 \text{ mg/L}}$$

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

▪ Konsentrasi 0,5 mg/L

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

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

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

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

▪ Konsentrasi 1 mg/L

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

$$V_1 \cdot 50 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \cdot 1 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \cdot 1 \text{ mg/L}}{50 \text{ mg/L}}$$

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

▪ Konsentrasi 1,5 mg/L

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

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

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

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

- Konsentrasi 2 mg/L

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

$$V_1 \cdot 50 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \cdot 2 \text{ mg/L}}{50 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 3 mg/L

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

$$V_1 \cdot 50 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \cdot 3 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \cdot 3 \text{ mg/L}}{50 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 4 mg/L

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

$$V_1 \cdot 50 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \cdot 4 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \cdot 4 \text{ mg/L}}{50 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 6 mg/L

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

$$V_1 \cdot 50 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \cdot 6 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \cdot 6 \text{ mg/L}}{50 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

- c. Pembuatan Larutan Standar Induk Seng 30 mg/L

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

$$V_1 \cdot 1000 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \cdot 30 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \cdot 30 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}}$$

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

d. Pembuatan Larutan Kerja Logam Seng

- Konsentrasi 0 mg/L

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

$$V_1 \cdot 30 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \cdot 0 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \cdot 0 \text{ mg/L}}{30 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 0,3 mg/L

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

$$V_1 \cdot 30 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \cdot 0,3 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \cdot 0,3 \text{ mg/L}}{30 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 0,6 mg/L

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

$$V_1 \cdot 30 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \cdot 0,6 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \cdot 0,6 \text{ mg/L}}{30 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 0,9 mg/L

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

$$V_1 \cdot 30 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \cdot 0,9 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \cdot 0,9 \text{ mg/L}}{30 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 1,2 mg/L

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

$$V_1 \cdot 30 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \cdot 1,2 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \cdot 1,2 \text{ mg/L}}{30 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 1,5 mg/L

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

$$V_1 \cdot 30 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \cdot 1,5 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \cdot 1,5 \text{ mg/L}}{30 \text{ mg/L}}$$

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

- Konsentrasi 1,8 mg/L

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

$$V_1 \cdot 30 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \cdot 1,8 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \cdot 1,8 \text{ mg/L}}{30 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

Lampiran 2 Linieritas Zn dan Ni

1. Linieritas Ni

Data hasil pengukuran deret standar ni

Konsentrasi standar (x)	Absorbansi (y)
0	0
0,5	0,019
1	0,036
1,5	0,055
2	0,073
3	0,107
4	0,139
6	0,204

Persamaan Regresi Linier : $y = ax + b$

$$: y = 0,0034x + 0,0027$$

Koefisien Determinasi (R^2) = 0,9991

Koefisien Korelasi (r) = 0,9995

Slope = 0,0034

Intersep = 0,0027

2. Linieritas Zn

Data Hasil Pengukuran deret standar Zn

X	y	Y terkoreksi
-0,001	0	0
0,041	0,3	0,042
0,081	0,6	0,082
0,117	0,9	0,118
0,158	1,2	0,159
0,199	1,5	0,2
0,222	1,8	0,223

Persamaan Regresi Linier : $y = ax + b$
 $y = 0,1264x + 0,0039$

Koefisien Determinasi (R^2) = 0,9964

Koefisien Korelasi (r) = 0,9982

Slope = 0,1264

Intersep = 0,0039

Lampiran 3 Penentuan Kadar Logam Zn dan Ni dalam Sampel

1. Penentuan Kadar Logam Seng

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Rata-rata
			Konsentrasi (mg/L)
Replika 1	0,079	0,5941	0,5915
	0,078	0,5862	
	0,079	0,5941	
Replika 2	0,067	0,4992	0,4992
	0,067	0,4992	
	0,067	0,4992	

❖ Perhitungan C (mg/L) hasil seng

Diketahui : *Slope* = 0,1264
 Intersep = 0,0039
 Absorbansi = 0,079

Ditanya : C hasil (mg/L)...?

Dijawab : C (mg/L) = $\frac{\text{Absorbansi} - \text{Intersep}}{\text{Slope}}$

$$C \text{ (mg/L)} = \frac{0,079 - 0,0039}{0,1264}$$

$$C \text{ (mg/L)} = 0,5941$$

2. Penentuan Kadar Logam Seng

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Rata-rata
			Konsentrasi (mg/L)
Replika 1	0,016	0,3912	0,3912
	0,016	0,3912	
	0,015	0,3618	
Replika 2	0,015	0,3618	0,3618
	0,015	0,3618	
	0,015	0,3618	

❖ Perhitungan C (mg/L) hasil nikel

Diketahui : *Slope* = 0,034
 Intersep = 0,0027
 Absorbansi = 0,016

Ditanya : C hasil (mg/L)...?

Dijawab : $C \text{ (mg/L)} = \frac{\text{Absorbansi} - \text{Intersep}}{\text{Slope}}$

$$C \text{ (mg/L)} = \frac{0,016 - 0,0027}{0,034}$$

$$C \text{ (mg/L)} = 0,03912$$

Lampiran 4 Penentuan Nilai LOD dan LOQ

1. Penentuan Nilai LOD dan LOQ Zn

Konsentrasi (mg/L)	(Absorbansi) y	y ₁	(y-y ₁) ²
0	0	0,0039	1,52x 10 ⁻⁵
0,3	0,042	0,04182	3,24x10 ⁻⁸
0,6	0,082	0,07974	5,11x10 ⁻⁶
0,9	0,118	0,11766	1,16x10 ⁻⁷
1,2	0,159	0,15558	1,17x10 ⁻⁵
1,5	0,2	0,1935	4,23x10 ⁻⁵
1,8	0,223	0,23142	7,09x10 ⁻⁵
$\Sigma (y-y_1)^2$			0,000145
Sy/x			0,0054
LOD			0,1279
LOQ			0,4265

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\Sigma (y-y_1)^2}{n-2}}$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{0,000145}{7-2}}$$

$$S_{y/x} = 0,0054$$

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

$$\text{LOD} = \frac{3 \times 0,0054}{0,1264} = 0,1279 \text{ mg/L}$$

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

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,0054}{0,1264} = 0,4265 \text{ mg/L}$$

2. Penentuan Nilai LOD dan LOQ Ni

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (y)	y ₁	(y-y ₁) ²
0	0	0,0027	7,29x10 ⁻⁶
0,5	0,019	0,0197	4,90x10 ⁻⁷
1	0,036	0,0367	4,90x10 ⁻⁷
1,5	0,055	0,0537	1,69x10 ⁻⁶
2	0,073	0,0707	5,29x10 ⁻⁶
3	0,107	0,1047	5,29x10 ⁻⁶
4	0,139	0,1387	9,00x10 ⁻⁸
6	0,204	0,2067	7,29x10 ⁻⁶
$\Sigma (y - y_1)^2$			2,79x10 ⁻⁵
Sy/x			0,0024
LOD			0,1903
LOQ			0,6345

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\Sigma (y - y_1)^2}{n - 2}}$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{2,79 \times 10^{-5}}{8 - 2}}$$

$$S_{y/x} = 0,0024$$

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

$$\text{LOD} = \frac{3 \times 0,0024}{0,034} = 0,1903 \text{ mg/L}$$

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

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,0024}{0,034} = 0,6345 \text{ mg/L}$$

Lampiran 5 Penentuan Presisi Sampel

1. Presisi Sampel Zn

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L) (C)	Rata-rata C
Replika 1	0,079	0,5941	0,5915
	0,078	0,5862	
	0,079	0,5941	
Replika 2	0,067	0,4992	0,4992
	0,067	0,4992	
	0,067	0,4992	
Rata-rata	0,0728	0,5454	
%RPD			16,92%

❖ Perhitungan RPD (%) Zn

$$\%RPD = \frac{(\text{rata - rata C replika 1}) - (\text{rata - rata C replika 2})}{(\text{rata - rata C replika 1}) + (\text{rata - rata C replika 2})/2} \times 100$$

$$\%RPD = \frac{0,5915 - 0,4992}{0,5454} \times 100 = 16,92\%$$

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

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-(0,5 \times \log 0,5454 \cdot 10^{-6})}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-(0,5 \times -6,2633)}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-(-3,1217)}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{4,1217}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 17,53$$

%RPD < CV Horwitz, artinya presisi

16,92% < 17,53 artinya presisi

2. Presisi Sampel Ni

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Rata-rata C
Replika 1	0,016	0,3912	0,3814
	0,016	0,3912	
	0,015	0,3618	
Replika 2	0,015	0,3618	0,3618
	0,015	0,3618	
	0,015	0,3618	
ratarata	0,0153	0,3716	
%RPD			5,28%

❖ Perhitungan RPD (%) Ni

$$\%RPD = \frac{(\text{rata} - \text{rata C replika 1}) - (\text{rata} - \text{rata C replika 2})}{(\text{rata} - \text{rata C replika 1}) + (\text{rata} - \text{rata C replika 2})/2} \times 100$$

$$\%RPD = \frac{0,3814 - 0,3618}{0,3716} \times 100 = 5,28\%$$

❖ Perhitungan CV Horwitz

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

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log 0,3716 \times 10^{-6}}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5(-6,4299)}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{4,2150}$$

$$CV \text{ Horwitz} = 18,57$$

%RPD < CV Horwitz, artinya presisi

5,28% < 18,57 artinya presisi

Lampiran 6 Penentuan Akurasi Sampel

1. Akurasi Sampel Zn

Sampel Uji	C spike (mg/L)	C tanpa spike		C Target (mg/L)
		(mg/L)	%R	
Replika 1	1,5040	0,5862	134,06	0,72
	1,6068	0,5941		0,72
Replika 2	1,4169	0,4992	126,91	0,72
	1,4090	0,4992		0,72
Rata-rata			135,49	

❖ Perhitungan Konsentrasi target

$$C \text{ target (mg/L)} = \frac{\text{Konsentrasi standar Zn} \times \text{Volume standar Zn}}{\text{Volume total}}$$

$$C \text{ target (mg/L)} = \frac{30 \text{ mg/L} \times 1,2 \text{ mL}}{50 \text{ mL}} = 0,72 \text{ mg/L}$$

❖ Perhitungan %recovery

$$\%R = \frac{C_{\text{spike}} - C_{\text{tanpa spike}}}{C_{\text{target}}} \times 100$$

$$\%R = \frac{1,5040 \text{ mg/L} - 0,5862 \text{ mg/L}}{0,72 \text{ mg/L}} \times 100$$

$$\%R = 127,47$$

$$\%R = \frac{C_{\text{spike}} - C_{\text{tanpa spike}}}{C_{\text{target}}} \times 100$$

$$\%R = \frac{1,6068 \text{ mg/L} - 0,5941 \text{ mg/L}}{0,72 \text{ mg/L}} \times 100$$

$$\%R = 140,65$$

2. Akurasi Sampel Ni

Sampel Uji	C spike (mg/L)	C tanpa spike		C Target (mg/L)
		(mg/L)	%R	
Replika 1	2,1265	0,3912	86,03	2
	2,0971	0,3912		2
Replika 2	2,0971	0,3618	86,03	2
	2,0676	0,3618		2
rata-rata			86,03	

❖ Perhitungan Konsentrasi target

$$C \text{ target (mg/L)} = \frac{\text{Konsentrasi standar Ni} \times \text{Volume standar Ni}}{\text{Volume total}}$$

$$C \text{ target (mg/L)} = \frac{50 \text{ mg/L} \times 2 \text{ mL}}{50 \text{ mL}} = 2 \text{ mg/L}$$

❖ Perhitungan %recovery

$$\%R = \frac{C_{\text{spike}} - C_{\text{tanpa spike}}}{C_{\text{target}}} \times 100$$

$$\%R = \frac{2,0971 \text{ mg/L} - 0,3618 \text{ mg/L}}{2 \text{ mg/L}} \times 100$$

$$\%R = 86,76$$

Lampiran 7 Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

1. Ketidakpastian Volume

1) Ketidakpastian pipet ukur 1 mL

❖ Faktor kalibrasi pipet ukur

$$\mu(V) = \frac{V}{\sqrt{6}} = \frac{0,006 \text{ mL}}{\sqrt{6}} = 0,0025 \text{ mL}$$

❖ Faktor muai pipet ukur

$$\mu(T) = \frac{V \times \alpha \times \Delta T}{\sqrt{3}} = \frac{1 \text{ mL} \times 2,1 \times 10^{-4} \times (25 - 20)^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,0006 \text{ mL}$$

❖ Ketidakpastian gabungan pipet ukur

$$\mu_c = \sqrt{(\mu(V))^2 + (\mu(T))^2}$$

$$\mu_c = \sqrt{(0,0025)^2 + (0,0006)^2}$$

$$\mu_c = 0,0025 \text{ mL}$$

2) Ketidakpastian pipet ukur 3 mL

❖ Faktor kalibrasi pipet ukur

$$\mu(V) = \frac{V}{\sqrt{6}} = \frac{0,015\text{mL}}{\sqrt{6}} = 0,0061\text{mL}$$

❖ Faktor muai pipet ukur

$$\mu(T) = \frac{V \times \alpha \times \Delta T}{\sqrt{3}} = \frac{3\text{mL} \times 2,1 \times 10^{-4} \times (25-20)^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,0018 \text{ mL}$$

❖ Ketidakpastian gabungan pipet ukur

$$\mu_c = \sqrt{(\mu(V))^2 + (\mu(T))^2}$$

$$\mu_c = \sqrt{(0,0061)^2 + (0,0018)^2}$$

$$\mu_c = 0,0064 \text{ mL}$$

3) Ketidakpastian pipet ukur 5 mL

❖ Faktor kalibrasi pipet ukur

$$\mu(V) = \frac{V}{\sqrt{6}} = \frac{0,015\text{mL}}{\sqrt{6}} = 0,0061\text{mL}$$

❖ Faktor muai pipet ukur

$$\mu(T) = \frac{V \times \alpha \times \Delta T}{\sqrt{3}} = \frac{5\text{mL} \times 2,1 \times 10^{-4} \times (25-20)^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,0030 \text{ mL}$$

❖ Ketidakpastian gabungan pipet ukur

$$\mu_c = \sqrt{(\mu(V))^2 + (\mu(T))^2}$$

$$\mu_c = \sqrt{(0,0061)^2 + (0,0030)^2}$$

$$\mu_c = 0,0068 \text{ mL}$$

4) Ketidakpastian labu ukur 50 mL

5) Faktor kalibrasi pipet ukur

$$\mu(V) = \frac{V}{\sqrt{6}} = \frac{0,06\text{mL}}{\sqrt{6}} = 0,0245\text{mL}$$

6) Faktor muai pipet ukur

$$\mu(T) = \frac{V \times \alpha \times \Delta T}{\sqrt{3}} = \frac{50\text{mL} \times 2,1 \times 10^{-4} \times (25-20)^\circ\text{C}}{\sqrt{3}} = 0,0303 \text{ mL}$$

7) Ketidakpastian gabungan pipet ukur

$$\mu_c = \sqrt{(\mu(V))^2 + (\mu(T))^2}$$

$$\mu_c = \sqrt{(0,0245)^2 + (0,0303)^2}$$

$$\mu_c = 0,0390 \text{ mL}$$

2. Ketidakpastian Kurva Kalibrasi

1). Ketidakpastian kurva kalibrasi Zn

C std	Abs (yi)	(x- \bar{x})	(x- \bar{x}) ²	yc	(yi-yc)	(yi-yc) ²
0	0	-0,9	0,8100	0,0039	-0,0039	1,52x10 ⁻⁵
0,3	0,042	-0,6	0,3600	0,04182	0,00018	3,24x10 ⁻⁸
0,6	0,082	-0,3	0,0900	0,07974	0,00226	5,11x10 ⁻⁶
0,9	0,118	0	0,0000	0,11766	0,00034	1,16x10 ⁻⁷
1,2	0,159	0,3	0,0900	0,15558	0,00342	1,17x10 ⁻⁵
1,5	0,2	0,6	0,3600	0,1935	0,0065	4,23x10 ⁻⁵
1,8	0,223	0,9	0,8100	0,23142	-0,00843	7,09x10 ⁻⁵
$\bar{x} = 0,9$	0,1177					
Jumlah			2,5200			1,45x10 ⁻⁴

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

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{(1,45 \times 10^{-4})^2}{7-2}}$$

$$S_{y/x} = 0,0054$$

❖ Ketidakpastian gabungan kurva kalibrasi

$$\mu_c = \frac{S_{y/x}}{\text{slope}} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{y}_{\text{sampel}} - \bar{y}_{\text{standar}})^2}{\sum (x_i - \bar{x})^2}}$$

$$\mu_c = \frac{0,0054}{0,1264} \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{7} + \frac{(0,0728 \text{ mg/L} - 0,1177 \text{ mg/L})^2}{2,5200}}$$

$$\mu_c = 0,0426 \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{7} + \frac{0,0020}{2,5200}}$$

$$\mu_c = 0,0426 \times 0,8324$$

$$\mu_c = 0,0355 \text{ mg/L}$$

2). Ketidakpastian kurva kalibrasi Ni

C std	Abs (yi)	(x- \bar{x})	(x- \bar{x}) ²	yc	(yi-yc)	(yi-yc) ²
0	0	-2,25	5,0625	0,0027	-0,0027	7,29x10 ⁻⁶
0,5	0,019	-1,75	3,0625	0,0197	-0,0007	4,90x10 ⁻⁷
1	0,036	-1,25	1,5625	0,0367	-0,0007	4,90x10 ⁻⁷
1,5	0,055	-0,75	0,5625	0,0537	0,0013	1,69x10 ⁻⁶
2	0,073	-0,25	0,0625	0,0707	0,0023	5,29x10 ⁻⁶
3	0,107	0,75	0,5625	0,1047	0,0023	5,29x10 ⁻⁶
4	0,139	1,75	3,0625	0,1387	0,0003	9,00x10 ⁻⁸
6	0,204	3,75	14,0625	0,2067	-0,0027	7,29x10 ⁻⁶
2,25	0,0791			0,0792		
			28,0000			2,79x10 ⁻⁵

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

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{(2,79 \times 10^{-5})^2}{8-2}}$$

$$S_{y/x} = 0,0022$$

❖ Ketidakpastian gabungan kurva kalibrasi

$$\mu_c = \frac{S_{y/x}}{\text{slope}} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{y}_{\text{sampel}} - \bar{y}_{\text{standar}})^2}{\sum(x_i - \bar{x})^2}}$$

$$\mu_c = \frac{0,0022}{0,034} \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{8} + \frac{(0,0153 \text{ mg/L} - 0,0791 \text{ mg/L})^2}{28,0000}}$$

$$\mu_c = 0,0634 \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{7} + \frac{0,0041}{28,0000}}$$

$$\mu_c = 0,0634 \times 0,8664$$

$$\mu_c = 0,0550 \text{ mg/L}$$

3. Ketidakpastian Presisi

1). Ketidakpastian presisi Zn

%RPD	μ_p
16,92	0,16,93

$$\mu p = \frac{\%RPD}{100} = \frac{16,92\%}{100} = 0,1692$$

2). Ketidakpastian presisi Ni

%RPD	μp
5,28	0,0528

$$\mu p = \frac{\%RPD}{100} = \frac{5,28\%}{100} = 0,0528$$

4. Ketidakpastian Gabungan

1). Ketidakpastian gabungan Zn

Sumber			Nilai
Ketidakpastian	Nilai	satuan	Ketidakpastian
Pipet ukur	1	mL	0,0025
Pipet ukur	3	mL	0,0064
Pipet ukur	5	mL	0,0068
Labu ukur	50	mL	0,0390
Kurva Kalibrasi	0,5454	mg/L	0,0355
Presisi	1	-	0,1692

$$\mu(C) =$$

$$0,5454 \text{ mg/L} \sqrt{\left(\frac{\mu\text{pipet 1 mL}}{\text{volume pipet}}\right)^2 + \left(\frac{\mu\text{pipet 3 mL}}{\text{volume pipet}}\right)^2 + \left(\frac{\mu\text{pipet 5 mL}}{\text{volume pipet}}\right)^2 + \left(\frac{\mu\text{labu 50 mL}}{\text{volume labu}}\right)^2 + \left(\frac{\mu\text{kurva kalibrasi}}{\text{konsentrasi}}\right)^2 + \left(\frac{\mu p}{p}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0,5454 \text{ mg/L} \sqrt{\left(\frac{0,0025 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,0064 \text{ mL}}{3 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,0068 \text{ mL}}{5 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,0390 \text{ mL}}{50 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,0355 \text{ mg/L}}{0,5454 \text{ mg/L}}\right)^2 + \left(\frac{0,1692}{1}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0,5454 \text{ mg/L} \sqrt{0,00000625 + 4,55 \times 10^{-6} + 1,85 \times 10^{-6} + 6,08 \times 10^{-7} + 0,0042 + 0,0286}$$

$$\mu(C) = 0,5454 \text{ mg/L} \times 0,1813$$

$$\mu(C) = 0,0989 \text{ mg/L}$$

2). Ketidakpastian gabungan Ni

Sumber		Nilai	
Ketidakpastian	Nilai	satuan	Ketidakpastian
Pipet ukur	1	mL	0,0025
Pipet ukur	3	mL	0,0064
Pipet ukur	5	mL	0,0068
Labu ukur	50	mL	0,0390
Kurva Kalibrasi	0,3716	mg/L	0,0550
Presisi	1	-	0,0528

$$\mu(C) =$$

$$0,3716 \text{ mg/L} \sqrt{\left(\frac{\mu\text{pipet 1 mL}}{\text{volume pipet}}\right)^2 + \left(\frac{\mu\text{pipet 3 mL}}{\text{volume pipet}}\right)^2 + \left(\frac{\mu\text{pipet 5 mL}}{\text{volume pipet}}\right)^2 + \left(\frac{\mu\text{labu 50 mL}}{\text{volume labu}}\right)^2 + \left(\frac{\mu\text{kurva kalibrasi}}{\text{konsentrasi}}\right)^2 + \left(\frac{\mu\text{p}}{\text{p}}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0,3716 \text{ mg/L} \sqrt{\left(\frac{0,0025 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,0064 \text{ mL}}{3 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,0068 \text{ mL}}{5 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,0390 \text{ mL}}{50 \text{ mL}}\right)^2 + \left(\frac{0,0550 \text{ mg/L}}{0,3716 \text{ mg/L}}\right)^2 + \left(\frac{0,0528}{1}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0,3716 \text{ mg/L} \sqrt{0,00000625 + 4,55 \times 10^{-6} + 1,85 \times 10^{-6} + 6,08 \times 10^{-7} + 0,0219 + 0,0028}$$

$$\mu(C) = 0,3716 \text{ mg/L} \times 0,1572$$

$$\mu(C) = 0,0584 \text{ mg/L}$$

5. Ketidakpastian dipeluas

1). Ketidakpastian diperluas Zn

$$U = \mu(C) \times k$$

$$U = 0,0989 \text{ mg/L} \times 2$$

$$U = 0,1978 \text{ mg/L}$$

2). Ketidakpastian diperluas Ni

$$U = \mu(C) \times k$$

$$U = 0,0584 \text{ mg/L} \times 2$$

$$U = 0,1168 \text{ mg/L}$$

Lampiran 8 Perhitungan persentase ketidakpastian

1) Perhitungan Zn

Kontribusi				
Sumber	Nilai (y)	Nilai μ (x)	(x/y)²	%Kontribusi
Pipet ukur	1	0,0025	0,00000625	0,0190
Pipet ukur	3	0,0064	4,55 x 10 ⁻⁶	0,0138
Pipet ukur	5	0,0068	1,85 x 10 ⁻⁶	0,0056
Labu ukur	50	0,0390	6,08 x 10 ⁻⁷	0,0019
Kurva Kalibrasi	0,5454	0,0355	4,24 x 10 ⁻³	12,8859
Presisi	1	0,1692	2,86 x 10 ⁻²	87,0738
Jumlah			0,0329	100%

$$\% \text{ kontribusi} = \frac{(x/y)^2}{\Sigma (x/y)^2} \times 100 = \frac{0,00000625}{0,0329} \times 100 = 0,0190\%$$

2) Perhitungan Ni

Kontribusi				
Sumber	Nilai (y)	Nilai μ (x)	(x/y)²	% Kontribusi
Pipet ukur	1	0,0025	0,00000625	0,0253
Pipet ukur	3	0,0064	4,55 x 10 ⁻⁶	0,0184
Pipet ukur	5	0,0068	1,85 x 10 ⁻⁶	0,0075
Labu ukur	50	0,0390	6,08 x 10 ⁻⁷	0,0025
Kurva Kalibrasi	0,3716	0,055	0,0219	88,6630
Presisi	1	0,0528	0,0028	11,2833
Jumlah			0,0247	100%

$$\% \text{ kontribusi} = \frac{(x/y)^2}{\Sigma (x/y)^2} \times 100 = \frac{0,00000625}{0,0247} \times 100 = 0,0253$$

Lampiran 9 Perhitungan Volume HNO₃

$$\% \text{HNO}_3 \text{ dalam 1 L} = 65$$

$$P \text{ HNO}_3 \text{ dalam 1 L} = 1,4\text{g/mL}$$

$$\text{Mr HNO}_3 = 63\text{g/mol}$$

$$\text{BE HNO}_3 = 1\text{grek/mol}$$

$$\text{❖ Massa larutan} = \rho \times \text{volume larutan}$$

$$\text{Massa larutan} = 1,4\text{g/mL} \times 1000 \text{ mL}$$

$$\text{Massa larutan} = 1400 \text{ g}$$

$$\text{❖ Massa HNO}_3 = \% \text{HNO}_3 \times \text{massa larutan}$$

$$\text{Massa HNO}_3 = 65/100 \times 1400\text{g}$$

$$\text{Massa HNO}_3 = 910\text{g}$$

$$\text{❖ M HNO}_3 \text{ dalam 1 L}$$

$$\text{Mol HNO}_3 = \frac{\text{massa HNO}_3}{\text{Mr}} = \frac{910\text{g}}{63\text{g/mol}} = 14,4\text{mol}$$

$$\text{MHNO}_3 = \frac{\text{mol HNO}_3}{V} = \frac{14,4\text{mol}}{1\text{L}} = 14,4\text{mol/L}$$

$$\text{NHNO}_3 = \text{M HNO}_3 \times \text{BE HNO}_3$$

$$\text{NHNO}_3 = 14,4\text{mol/L} \times 1\text{grek/mol}$$

$$\text{NHNO}_3 = 14,4\text{grek/L}$$

$$\text{❖ Volume yang dibutuhkan untuk membuat HNO}_3 \text{ 4N}$$

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$14,4\text{N} \times V_1 = 4\text{N} \times 100\text{mL}$$

$$V_1 = \frac{4 \times 100\text{mL}}{14,4}$$

$$V_1 = 27,7\text{mL}$$