

LAPORAN TUGAS AKHIR
VALIDASI PENGUJIAN BARIUM DALAM AIR LIMBAH
DENGAN METODE TURBIDIMETRI MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS DI UPT LABORATORIUM
LINGKUNGAN HIDUP KABUPATEN BOGOR

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



Disusun Oleh :

Fikri Magribi
NIM : 19231013

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

2022

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI PENGUJIAN BARIUM DALAM AIR LIMBAH
DENGAN METODE TURBIDIMETRI MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER UV-VIS DI UPT LABORATORIUM
LINGKUNGAN HIDUP KABUPATEN BOGOR**

**VALIDATION OF BARIUM TESTING IN WASTEWATER BY
TURBIDIMETRY METHOD USING SPEKTROFOTOMETER
UV-VIS AT UPT LABORATORIUM LINGKUNGAN HIDUP
KABUPATEN BOGOR**



Disusun Oleh :

**Fikri Magribi
NIM : 19231013**

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

2022

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR
VALIDASI PENGUJIAN BARIUM DALAM AIR LIMBAH
DENGAN METODE TURBIDIMETRI MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER UV-Vis
DI UPT LABORATORIUM LINGKUNGAN KABUPATEN BOGOR

Dipersiapkan dan disusun oleh :

Fikri Magribi

NIM : 19231013

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir Program Studi D III
Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia pada tanggal 23 Juni 2022

Menyetujui

Ketua Program Studi



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

Pembimbing



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

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR
VALIDASI PENGUJIAN BARIUM DALAM AIR LIMBAH
DENGAN METODE TURBIDIMETRI MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETER UV-Vis
DI UPT LABORATORIUM LINGKUNGAN KABUPATEN BOGOR

Dipersiapkan dan disusun oleh :

Fikri Magribi


NIM : 19231013

Telah dipertahankan didepan tim penguji pada tanggal


23 Juni 2022

Susunan Tim Penguji


Pembimbing/Penguji


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

Penguji 1


Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.
NIK : 052316004

Penguji 2


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

Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia




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

NIK. 006120101



HALAMAN PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Praktik Kerja Lapangan yang berjudul **“Validasi Pengujian Barium Dengan Metode Turbidimetri Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis Di UPT Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor”** ini tidak terdapat bagian yang digunakan untuk memperoleh gelar sederajat atau gelas lainnya pada institusi manapun, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya pada daftar pustaka.

Yogyakarta, 23 Juni 2022



KATA PENGANTAR

Assalamualaikum warahmatullahi wabarakaatuh

Puji syukur kami panjatkan kepada Allah Subhanahu wa Ta'ala yang telah melimpahkan rahmat serta kanuria-Nya, shalawat serta salam semoga tercurah limpah kepada Nabi Muhammad *Shalallaahu 'Alayhi Wasallam*, sehingga laporan tugas akhir yang berjudul Validasi Pengujian Barium Dalam Air Limbah dengan Metode Turbidimetri Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis di UPT Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor dapat terselesaikan.

Terlaksana dan tersusunnya laporan tugas akhir ini dengan baik karena adanya bantuan, saran, kritik, *support* dan motivasi dari berbagai pihak. Penulis mengungkapkan rasa terimakasih kepada :

1. Bapak Prof. Fathul Wahid, S.T., M.Sc., Ph.D., selaku Rektor Universitas Islam Indonesia beserta jajarannya.
2. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si., selaku Ketua Prodi D III Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia.
4. Ibu Yuli Rohyami. S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik.
5. Ibu Febi Indah Fajarwati, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir atas segenap bimbingannya, bantuan, serta sarannya yang dibagikan untuk penulis sehingga mampu menyelesaikan tugas akhir ini dengan baik.

Penulis juga berharap agar laporan tugas akhir ini walaupun belum sempurna dapat menjadi manfaat bagi yang membacanya. Kritik dan saran masih terus penulis nantikan demi kesempurnaan laporan tugas akhir ini, karena ilmu memang akan selalu berkembang. *Chemistry is all of our life.*

Wassalamualaikum warahmatullahi wabarakaatuh

Penyusun



Fikri Magribi

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah saya ucapkan kepada Allah SWT, atas segala rahmat dan juga kesempatan yang telah diberikan-Nya dalam menyelesaikan tugas akhir saya dengan segala kekurangannya. Segala syukur saya ucapkan, karena sudah menghadirkan orang-orang berarti di sekeliling saya yang selalu memberi semangat serta doa, sehingga tugas akhir saya dapat diselesaikan dengan baik. Ucapan terimakasih saya persembahkan untuk :

1. Segenap staff pengajar Prodi D III Analisis Kimia UII yang telah membagikan ilmu pengetahuannya yang tidak terbandingkan selama penulis masih menempuh pendidikan di Prodi D III Analisis Kimia UII.
2. Kedua orang tua penulis, yang telah memberikan semangat serta do'a yang tak pernah terputus dari orang tua kepada anaknya. Karena do'a tulus dari merekalah merupakan energi terbesar bagi penulis bisa menyelesaikan segala tugas yang diberikan.
3. Rekan kerja penulis di UPT Laboratorium Lingkungan (Azi, Erik, Ilyas, Novi, Ibu Tidar, Pa Na'am, Pa Dimas, Pa Pikho, Ka Bron, Ka Eneng, Ka Rina, Ka Dona, dan Ka Mutia) atas dorongan dan kesempatannya bagi penulis bisa menyelesaikan laporan tugas akhir ini.
4. Adik-adikku yang telah memberikan semangat dan do'a kepada penulis.
5. Seluruh rekan, sahabat dan teman-teman perjuangan mahasiswa/i Analisis Kimia FMIPA UII, khususnya (Naufal, Akasah, Day, Nurrahmawati, Juli, Sasti, dan Wulan) yang telah membantu banyak penulis selama pembuatan laporan tugas akhir.
6. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu yang membantu penulis selama menyelesaikan laporan tugas akhir ini.

Penyusun



Fikri Magribi

DAFTAR ISI

LAPORAN TUGAS AKHIR.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
KATA PENGANTAR	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
DAFTAR ISI.....	viii
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.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Unit Pelaksanaan Teknis Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor (UPT Laboratorium Lingkungan DLH Kabupaten Bogor).....	4
2.1.1 Sejarah Unit Pelaksanaa Teknis Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor.....	4
2.1.4 Visi dan Misi.....	5
2.2 Air Limbah	5
2.2.1 Jenis-Jenis Limbah	6
2.3 Barium (Ba).....	8
2.4 Turbidimetri.....	9
2.5 Spektrofotometer UV-Vis	10
2.6 Validasi Metode	15
2.6.1 Linieritas	16
2.6.2 <i>Limit of detection dan limit of quantitation</i>	16

2.6.3	Presisi	17
2.6.4	Akurasi	18
2.6.4	Estimasi Ketidakpastian	18
BAB III METODOLOGI		22
3.1	Alat	22
3.2	Bahan	22
3.3	Prosedur Kerja	22
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		25
4.1	Pembuatan Kurva Kalibrasi	25
4.2	Penentuan <i>Limit of Detection</i> (LoD) dan <i>Limit of Quantitation</i> (LoQ) .	28
4.3	Penentuan Presisi	30
4.4	Penentuan Akurasi	31
4.5	Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran	33
BAB V PENUTUP		35
5.1	Kesimpulan	35
5.2	Saran	35
DAFTAR PUSTAKA		36
LAMPIRAN		40

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.5 Instrumen Spektrofotometer UV-Vis	12
Gambar 4.1.1 Kuva Kalibrasi Standar Barium	27
Gambar 4.1.2 Kurva Kalibrasi Standar Barium (Pembanding)	27
Gambar 4.5 Diagram Tulang Ikan	33

DAFTAR TABEL

Tabel 2.3 Sifat-sifat Fisik Barium	8
Tabel 4.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi	26
Tabel 4.2 Penentuan <i>Limit of Detection</i> (LoD) dan <i>Limit of Quantitaion</i> (LoQ) .	29
Tabel 4.3.1 Penentuan Presisi	31
Tabel 4.3.2 Penentuan Presisi (Pembanding).....	32
Tabel 4.4.1 Data Hasil Pengujian Akurasi	33
Tabel 4.4.2 Data Hasil Pengujian Akurasi (Pembanding)	33
Tabel 4.5 Hasil Estimasi Ketidakpastian Barium	35

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan Larutan Intermediate Barium 100 mg/L	41
Lampiran 2 Pembuatan Larutan Kerja Barium	41
Lampiran 3 Penentuan Lod dan LoQ	43
Lampiran 4 Penentuan Presisi	45
Lampiran 5 Penentuan Akurasi	46
Lampiran 6 Penentuan Estimasi Ketidakpastian	47

VALIDASI PENGUJIAN BARIUM DALAM AIR LIMBAH DENGAN METODE TURBIDIMETRI MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-Vis DI UPT LABORATORIUM LINGKUNGAN KABUPATEN BOGOR

Fikri Magribi

Program Studi D III Analisis Kimi FMIPA Universitas Islam Indonesia

Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta

Email : 19231013@students.uii.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan validasi metode pengujian barium (Ba) secara turbidimetri. Metode yang digunakan yaitu metode *HACH 8014* yang diadaptasi menjadi Instruksi Kerja Dokumen Perusahaan Nomor:7.4-08 dengan mengacu pada SNI 06-6989. 39-2005 Air dan air limbah-Bagian 39: cara uji kadar barium (Ba) dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Metode tersebut belum diterapkan di Unit Pelaksana Terpadu Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor sehingga perlu dilakukannya validasi. Validasi metode ini bertujuan untuk memastikan Unit Pelaksana Terpadu Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor dapat melakukan pengujian dengan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan. Pengujian barium secara turbidimetri menggunakan parameter meter uji yang dilakukan meliputi linieritas, batas deteksi atau *limit of detection* (LoD), batas kuantifikasi atau *limit of quantitation* (LoQ), presisi, akurasi, dan juga estimasi ketidakpastian. Hasil pengujian barium pada air limbah diperoleh nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9996; LoD dan LoQ standar barium masing-masing 2,4243 mg/L dan 8,0809 mg/L, presisi (%RSD) sebesar 1,61%, akurasi sebesar 105,39%, dan nilai estimasi ketidakpastian yang diperoleh sebesar $9,14 \pm 0,29$ % dengan nilai estimasi ketidakpastian diperluas lebih kecil dari pada nilai kadar barium yang menyatakan bahwa hasil yang diperoleh memiliki tingkat kesalahan kecil dan teliti. Berdasarkan hasil validasi metode tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode *HACH 8014* yang digunakan dalam pengujian barium secara turbidimetri dengan spektrofotometer UV-Vis memenuhi syarat keberterimaan Dokumen Perusahaan Nomor: 7.4-08/Instruksi Kerja yang mengacu pada SNI 06-6989[1]. 39-2005 sehingga metode tersebut dapat digunakan dalam pengujian rutin di Unit Pelaksana Terpadu Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor.

Kata Kunci : validasi, barium, estimasi ketidakpastian, spektrofotometer UV-Vis.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Aktivitas industri menghasilkan limbah buangan yang seharusnya diolah sebagai salah satu konsep penerapan dari pembangunan berkelanjutan (*sustainable development*). Salah satu limbah yang dihasilkan dari perindustrian yaitu limbah cair yang harus diolah terlebih dahulu sesuai dengan baku mutu air limbah yang ditetapkan oleh pemerintah sebelum dibuang ke lingkungan agar tidak menimbulkan dampak negatif bagi kehidupan, khususnya sumber daya air (SDA) (Amjad, dkk., 2020).

Alam memiliki kemampuan daya lenting dalam menetralsisir pencemaran yang terjadi apabila dalam jumlah kecil, tetapi apabila pencemaran yang terjadi dalam jumlah yang cukup besar maka akan menimbulkan dampak negatif terhadap alam karena dapat mengakibatkan terjadinya perubahan keseimbangan pada lingkungan sehingga limbah tersebut dapat dikatakan telah mencemari lingkungan (Junaidi, dkk., 2006).

Limbah cair yang dihasilkan dari kegiatan industri memiliki beberapa komponen yang harus direduksi dengan mengolahnya dengan cara yang tepat (Kishor, dkk., 2020). Logam perlu direduksi dikarenakan logam dapat mencemari perairan sehingga perlu diperhatikan. Kehadiran logam yang melebihi baku mutu yang telah ditetapkan dapat mencemari lingkungan. Sifat dari logam yang sukar untuk terurai di lingkungan cenderung akan terakumulasi dalam ekosistem (Purnamawati, dkk., 2014).

Logam merupakan salah satu polutan yang paling persisten di air, tidak seperti polutan lainnya, polutan ini sangat sulit didegradasi dan dapat terakumulasi pada sepanjang rantai makanan disekitarnya, sehingga berpotensi untuk menimbulkan risiko kesehatan manusia serta gangguan ekologis (Akhtar, dkk., 2015). Pembuangan air limbah yang mengandung logam berkonsentrasi tinggi ke badan air penerima akan menimbulkan dampak lingkungan yang sangat merugikan (Akhtar, dkk., 2018).

Pelepasan logam-logam ini apabila tidak dilakukan dengan perlakuan yang tepat akan menimbulkan ancaman yang signifikan bagi kesehatan masyarakat dan juga makhluk hidup lainnya dikarenakan adanya biomagnifikasi, persistensi, dan akumulasi dalam rantai makanan tersebut, efek yang parah termasuk berkurangnya perkembangan dan pertumbuhan, dapat memicu kerusakan organ, kanker, kerusakan sistem saraf, dan kasus ekstrim lainnya (Akpor & Muchie, 2010).

Barium sebagai unsur mikro memerlukan metode analisis yang memiliki sensitifitas tinggi dalam penetapan kadarnya. Kandungan Ba dari sampel air telah diukur menggunakan beberapa instrumen seperti spektrofotometer serapan atom, dan *quadrupole*-ICP MS (Samanta & Dalai, 2016).

Metode lain yang cukup banyak digunakan ialah spektrofotometri emisi atom plasma gandeng induktif (*inductively coupled plasma atomic emission spectrometry*/ICP-AES). Metode ini memiliki kendala yang cukup mendasar, yaitu biaya operasionalnya yang tergolong tinggi, hal ini disebabkan oleh mahalnya gas pembakar yang digunakan (gas argon) yang pemakaian satu tabungnya hanya cukup untuk jangka waktu 4 jam (Rahmat 2007). Metode spektrofotometri UV-Vis sebagai metode analisis yang sederhana, murah, dan cukup praktis telah dicobakan oleh Parham & Fazeli (2000) sebagai metode alternatif untuk menetapkan kandungan barium dari sampel contoh air sungai. Penetapan ini dilakukan melalui pengukuran ekstrak senyawa kompleks 18 *crown* 6-barium-rose bengal (18C6BaRB). Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa metode spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan sebagai salah satu metode yang sangat sensitif dan selektif, serta memberikan hasil analisis yang dapat dipercaya hasilnyapun cukup baik jika dibandingkan dengan metode standar penetapan barium yakni metode SSA.

Mengacu pada hal tersebut, dalam penelitian ini akan dikembangkan metode spektrofotometri UV-Vis untuk penentuan barium dari contoh air limbah. Pengembangan metode analisis dilakukan untuk menunjukkan bahwa metode tersebut sesuai dengan tujuan yang diinginkan. Pengembangan ini dilakukan dengan cara mengadopsi metode yang telah ada yaitu metode *HACH 8014* yang kemudian dibuatkan instruksi kerja yang sesuai dengan keberterimaan di UPT

Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor yang mengacu pada SNI 06-6989.39-2005, dalam prosesnya, perlu dilakukan evaluasi terhadap beberapa parameter kinerja analitik agar dapat diketahui sejauh mana kemampuan metode tersebut dalam memberikan hasil yang tepat dan teliti. Penelitian ini bertujuan untuk menetapkan kandungan barium dalam air limbah secara spektrofotometri UV-Vis, dan mengevaluasi kinerja analitiknya meliputi parameter linearitas, *limit of detection (LoD)*, *limit of quantitation (LoQ)*, presisi (%RSD), akurasi (%*recovery*), dan estimasi ketidakpastian. agar data analisis yang dihasilkan dapat memenuhi standar kelayakan dan keabsahan suatu metode analisis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan, maka dapat dirumuskan susunan permasalahan yaitu bagaimana hasil validasi pengujian barium dalam air limbah dengan metode turbidimetri menggunakan spektrofotometer UV-Vis di Unit Pelaksana Teknis Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor berdasarkan parameter linieritas, batas deteksi atau *limit of detection (LoD)*, batas kuantifikasi atau *limit of quantitation (LoQ)*, presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian ?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah yang telah dipaparkan, maka percobaan ini bertujuan untuk mengetahui hasil dari validasi metode pengujian barium dalam air limbah dengan metode turbidimetri menggunakan spektrofotometer UV-Vis di UPT Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor berdasarkan parameter linieritas, batas deteksi atau *limit of detection (LoD)*, batas kuantifikasi atau *limit of quantitation (LoQ)*, presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian.

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan konfirmasi bukti bahwa UPT Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor mampu melakukan validasi pengujian barium dalam air limbah dengan metode turbidimetri menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan metode acuan yang digunakan, yaitu Dokumen Perusahaan No: 7.4-08/IK.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Unit Pelaksana Terpadu Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor (UPT Laboratorium Lingkungan DLH Kabupaten Bogor)

2.1.1 Sejarah Unit Pelaksana Terpadu Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor

Unit Pelaksana Terpadu (UPT) Laboratorium Lingkungan merupakan laboratorium pengujian di bawah Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor. Pembentukan Organisasi dan Tata Kerja Unit Pelaksana Teknis (UPT) Laboratorium Lingkungan Pada Badan Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor dilakukan pada tahun 2008, kemudian dengan adanya perubahan susunan pembentukan perangkat daerah pada tanggal 14 Desember 2016, maka ditetapkan Peraturan Bupati Bogor No. 102 Tahun 2016 tentang Pembentukan Organisasi dan Tata Kerja Unit Pelaksana Terpadu Laboratorium Lingkungan pada Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor dan Peraturan Bupati Bogor No. 33 Tahun 2018 tentang Pembentukan Organisasi dan Tata Kerja Unit Pelaksana Terpadu Laboratorium Lingkungan Kelas A pada Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor yang berlaku sampai sekarang. Tanggal 1 Januari 2020 UPT Laboratorium Lingkungan menempati gedung bekas Kantor Kelurahan Pakansari, Jl. H. Jairan Kelurahan Pakansari, Kecamatan Cibinong, Kabupaten Bogor. Tanggal 30 Januari 2015 UPT Laboratorium Lingkungan telah terakreditasi KAN dengan Nomor registrasi LP-808 IDN untuk 12 parameter air, selanjutnya pada 21 Februari 2018 UPT Laboratorium Lingkungan terakreditasi kembali dan perubahan ISO 17025:2010 ke ISO 17025:2017 pada 30 April 2019 dengan masa berlaku akreditasi sampai Februari 2022. Unit Pelaksana Terpadu Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor mempunyai kegiatan dalam pelayanan pengujian dan pengambilan contoh air bersih, air sungai, air limbah, dan udara. Melaksanakan kegiatan pengujian dan pengambilan contoh yang mengacu kepada standar kompetensi laboratorium pengujian SNI ISO/IEC 17025:2017 dan standar lainnya yang relevan serta peraturan atau perundang-undangan yang berlaku.

Kegiatan lain terkait mutu pengujian seperti kalibrasi alat eksternal, pengecekan antara peralatan, dan uji profisiensi (UP).

2.1.4 Visi dan Misi

Visi UPT Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor adalah sebagai laboratorium pengujian yang kompeten dan terpercaya menjadi rujukan di wilayah Jawa Barat. Misi dari Unit Pelaksana Terpadu Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Bogor yaitu menerapkan pengelolaan laboratorium berdasarkan SNI ISO/IEC 17025:2017 dan Peraturan pemerintah Lingkungan Hidup Nomor. 06/2009 secara profesional dan konsisten, meningkatkan kompetensi sumber daya manusia dalam bidang pengujian dan pengambilan contoh uji, meningkatkan kecukupan sarana dan prasana laboratorium, mengelola limbah laboratorium sehingga memenuhi baku mutu lingkungan, dan meningkatkan efektivitas sistem manajemen untuk mencapai kepuasan pelanggan.

2.2 Air Limbah

Penjelasan yang dikemukakan oleh Arief (2016), limbah adalah buangan yang tercipta dari interaksi kreasi, baik yang tumbuh sendiri (keluarga) maupun modern. Limbah juga disebut sampah, yang kehadirannya sering tidak diinginkan dan mengganggu iklim umum. Limbah industri berasal dari kegiatan industri, baik secara langsung maupun tidak langsung. Limbah dari kegiatan industri adalah limbah yang disampaikan bersamaan dengan siklus pembuatan, di mana item dan limbah tersedia secara bersamaan. Sedangkan, limbah yang tidak langsung terproduksi disampaikan saat siklus pembuatan.

Mengingat Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Negara Republik Indonesia Nomor 5 Tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah, air limbah adalah akumulasi dari suatu usaha yang berwujud sebagai cairan. Air buangan atau pelepasan adalah air sisa yang dikeluarkan dari keluarga, perusahaan atau tempat umum lainnya, dan sebagian besar mengandung bahan atau zat yang dapat membahayakan kesejahteraan manusia dan mengganggu iklim. Menurut Ehless dan Steel dalam Chandra (2006), air limbah adalah limbah cair mulai dari industri,

rumah tangga dan tempat-tempat umum lainnya yang umumnya mengandung bahan atau zat yang dapat membahayakan keberadaan manusia dan mengganggu pemeliharaannya kelestariannya.

2.2.1 Jenis-Jenis Limbah

Ditinjau dari asalnya, limbah dapat dikelompokkan menjadi dua yaitu :

1. Limbah organik

Limbah ini terdiri dari bahan-bahan yang bersifat alami, misalnya dari kegiatan rumah tangga, perkebunan, peternakan, dan perikanan. Limbah organik dapat membusuk secara efektif melalui siklus yang teratur, misalnya dari pestisida, atau dari persiapan yang tidak perlu. Limbah ini memiliki sifat sintetik yang stabil sehingga zat yang terkandung dalam limbah alam akan mengendap di tanah, dasar sungai, danau, dan lautan, dengan demikian akan mempengaruhi entitas organik yang hidup di dalamnya. Sementara itu, sampah rumah tangga seperti kertas, air cuci, dan plastik. Limbah tersebut memiliki tingkat bahaya yang cukup tinggi, misalnya penumpukan obat, air aki, dan air cucian. Limbah tersebut tergolong limbah B3, yaitu bahan berbahaya yang tidak aman dan beracun.

2. Limbah Anorganik

Limbah ini termasuk limbah kegiatan industri seperti pertambangan, material dan lain-lain. Sampah anorganik berasal dari aset normal yang tidak dapat terurai dan tidak dapat diperbaharui. Air limbah kegiatan industri dapat mengandung berbagai jenis bahan anorganik, ini adalah garam anorganik, misalnya, magnesium sulfat, magnesium klorida dari penambangan dan latihan modern, asam anorganik yang diperoleh dari penanganan mineral logam dan produk minyak bumi, serta limbah anorganik dari limbah kegiatan industri. Dari kegiatan rumah tangga seperti wadah plastik, karung plastik, toples dan aluminium (Dahruji dkk. 2017).

Ditinjau dari bentuknya, limbah dikelompokkan menjadi empat, yaitu:

1) Limbah cair

Limbah cair adalah sisa limbah dari siklus penciptaan atau tindakan dari hasil kegiatan produksi ataupun aktivitas domestik sebagai cairan yang dapat

berupa air bersama dengan bahan limbah lainnya yang tercampur atau terlarut dalam air. Limbah cair dapat dicirikan menjadi empat kelompok termasuk limbah cair rumahan, limbah cair industri, limbah cair yang berawal dari kebocoran dan banjir, dan limbah cair yang berasal dari air. Limbah cair berasal dari pabrik yang biasanya memanfaatkan banyak air dalam siklus produksinya. Selain itu, ada juga bahan baku yang mengandung air sehingga dalam sistem penanganannya air harus dihilangkan atau dibuang.

2) Limbah padat

Limbah padat adalah penumpukan yang terjadi karena latihan modern dan kegiatan produksi industri maupun dari kegiatan aktivitas domestik. Contoh limbah padat antara lain kertas, plastik, serbuk gergaji, dan lain-lain. Sampah padat dikelompokkan menjadi enam kelompok, yaitu sampah organik mudah busuk, sampah anorganik yang tidak terurai, sampah abu, sampah bangkai makhluk hidup, sampah sapuan, dan sampah industri.

3) Limbah gas

Limbah gas adalah limbah yang memanfaatkan udara sebagai media. Secara alami udara mengandung unsur-unsur kimia seperti O_2 , N_2 , NO_2 , CO_2 , H_2 dan lainnya. Penambahan gas ke udara yang melampaui kandungan udara alami akan menurunkan kualitas udara, zat pencemar melalui udara diklasifikasikan menjadi dua bagian yaitu partikel gas dan gas. Limbah gas yang dihasilkan oleh suatu pabrik dapat mengeluarkan gas berupa asap, debu, dan partikel.

4) Limbah suara

Limbah suara adalah limbah yang berupa gelombang bunyi yang merambat di udara. Sumber limbah suara dapat dihasilkan dari kendaraan bermotor, mesin industri, dan pesawat terbang. Limbah suara jika berlangsung secara terus-menerus dalam jangka panjang akan mengganggu manusia, dan dapat menyebabkan cacat pendengaran (Prayogo. 2016).

2.3 Barium (Ba)

Barium (Ba) termasuk salah satu unsur golongan alkali tanah yang bersifat lebih keras, memiliki densitas besar, dan kurang reaktif bila dibandingkan dengan unsur golongan alkali, akan tetapi barium lebih reaktif jika dibandingkan dengan logam lainnya (Atkins dkk. 2006). Logam Ba berwarna putih perak, dan dalam keadaan sangat murni dapat berwarna kuning emas dan bersifat lembut seperti timah. Logam alkali tanah dapat bereaksi dengan banyak unsur nonlogam, barium misalnya dapat bereaksi dengan halogen, oksigen, dan nitrogen membentuk halida, oksida, dan nitrida (Canham & Overton 2006). Distribusi barium dalam perairan sebagai barium terlarut sebagian besar menunjukkan perilaku non-konservatif sepanjang jalur perairan khususnya sungai. Studi yang tersedia telah menunjukkan pengayaan barium di daerah perairan rendah hingga sedang di beberapa sungai. Bagian dari barium terlarut akan terabsorpsi ke permukaan dasar sungai (Samanta & Dalai. 2016).

Sifat-sifat fisik barium beberapa diantaranya tercantum dalam Tabel 2.3

Sifat	Barium
Nomor atom	56
Massa atom	137,33 g.mol ⁻¹
Densitas	3,5 g.cm ⁻³ (20°C)
Titik leleh (°C)	725
Titik didih (°C)	1640
Jari-jari Ion	0,135
Elektron valensi	[Xe] 6s ²

Sumber : (Kumar dkk., 2016)

Barium juga dapat menimbulkan bahaya pada makhluk hidup jika terakumulasi dalam jumlah yang tidak wajar. Barium yang terlarut dalam air dan mengkontaminasi makanan yang masuk melalui mulut dapat diserap oleh paru-paru, sedangkan yang tidak larut akan dihirup dan terakumulasi dalam waktu yang lama. Bahkan barium yang telah terakumulasi dalam jumlah yang banyak didalam tubuh manusia dapat menyebabkan kematian (Danish dkk., 2019).

2.4 Turbidimetri

Turbidimetri adalah metode pengukuran konsentrasi partikulat dalam suspensi yang didasarkan pada hamburan elastis cahaya oleh partikel. Metode pengukuran turbiditas didasarkan pada perbandingan intensitas cahaya yang dihamburkan terhadap intensitas cahaya yang datang dan diukur secara langsung (Khopkar, 2003). Pengukuran turbidimeter dapat dilakukan saat terjadi reaksi yang sempurna antara zat yang akan dianalisis dengan pereaksi serta hasil kelarutan zat yang terbentuk kecil. Prinsip spektroskopi absorpsi dapat digunakan pada turbidimeter dimana absorpsi akibat partikel yang tersuspensi diukur. (Skoog dkk, 2004).

Turbidimetri adalah analisis secara kuantitatif kekeruhan atau turbiditas. Turbiditas merupakan sifat optik pada air yang ditentukan berdasarkan banyaknya cahaya yang diserap dan dipancarkan oleh bahan yang terdapat dalam air. Turbiditas bisa terbentuk karena adanya partikel-partikel yang menyebar (melayang) serta terurai secara halus dalam suatu medium pendispersi. Partikel-partikel yang menyebar tersebut dapat berupa zat organik yang terurai secara halus, jasad renik, lumpur, tanah liat, zat koloid, dan benda melayang yang tidak mengendap dengan segera (Moechtar, 1989).

Turbidimetri merupakan analisis kuantitatif yang didasarkan pada pengukuran kekeruhan atau turbiditas dari suatu larutan akibat adanya partikel padatan dalam larutan, setelah sinar dilewatkan yang akan menghamburkan cahaya ke segala arah. Larutan yang digunakan dalam turbidimetri berupa larutan yang terdapat suspensi. Hamburan yang terukur pada alat turbidimetri adalah hamburan yang membentuk sudut 180° (Widjajanti, 2004).

Menurut Ansori (2008) proses penghamburan cahaya mengenai partikel-partikel dalam larutan dipengaruhi oleh berbagai faktor, antara lain :

- 1) Konsentrasi cuplikan, jika konsentrasi cuplikan terlalu kecil maka partikel yang akan terbentuk juga akan kecil. Hal tersebut mengakibatkan penghamburan cahaya akan sulit terbaca oleh alat.

- 2) Konsentrasi emulgator, yaitu perbandingan antara konsentrasi larutan dengan emulgator. Jika perbandingannya terlalu kecil, koloid yang terbentuk akan kecil sehingga sulit terbaca oleh alat.
- 3) Kecepatan dan ketepatan dalam urutan pencampuran reagen.
- 4) Waktu inkubasi atau pendiaman, yang dipengaruhi oleh reaksi yang berjalan selama waktu optimum.
- 5) Suhu pada kondisi optimum reaksi.
- 6) pH atau derajat keasaman yang berhubungan dengan emulgator.
- 7) Kekuatan ion dan intensitas sinar.

Metode turbidimetri memiliki prinsip yang hampir sama dengan metode kolorimetri, yaitu pengujian yang didasarkan pada intensitas cahaya transmisi pada suatu medium. Analisis metode turbidimetri selain dapat diukur dengan alat turbidimeter, dapat juga diukur dengan spektrofotometer. Karena pada dasarnya alat turbidimeter menerapkan prinsip spektroskopi absorpsi akibat partikel yang tersuspensi. Spektrofotometer merupakan instrumen kolorimeter yang menggunakan cahaya monokromatis. Cahaya yang berasal dari spektrofotometer jika melewati larutan yang mengandung koloid maka akan menyebabkan penghamburan energi radiasi dengan absorpsi, refleksi, refraksi, dan lain-lain. Energi cahaya yang diteruskan akan ditangkap oleh detektor dan dibaca oleh alat sebagai nilai absorbansi.

2.5 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer adalah alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghantarkan cahaya dari suatu rentang dengan frekuensi tertentu, sedangkan fotometer berfungsi sebagai aksi (Nazar dan Hasan, 2018). Spektrofotometri adalah salah satu metode dalam kimia analisis yang digunakan untuk menentukan komposisi suatu contoh baik secara subjektif maupun kuantitatif. Analisa ini tergantung pada interaksi antara materi dengan cahaya. Spektrofotometer adalah alat yang digunakan untuk mengukur transmitan atau absorbansi suatu contoh sebagai komponen frekuensi. Instrumen ini adalah campuran perangkat optik dan elektronik dan sifat substansi sebenarnya. Kekuatan

cahaya yang dikeluarkan secara implikasi diperkirakan oleh indikator (Sembiring dkk., 2019).

Spektrofotometri dapat digunakan untuk menganalisis kandungan atau konsentrasi suatu zat dalam suatu larutan berdasarkan variasi absorbansi susunan pada frekuensi tertentu. Spektrofotometri memerlukan pengaturan standar yang fiksasinya diketahui, pengaturan standar terdiri dari beberapa derajat fokus, dari rendah ke tinggi (Khopkar, 2002). Fungsi spektrofotometer dimulai dengan menyalakan cahaya monokromatik dari sumber cahaya. Kemudian, pada saat itu, cahaya masuk ke dalam kuvet (tes/cuvet). Berapa banyak cahaya yang disebarkan atau diserap oleh detektor yang dibaca oleh pengenal, yang mengirimkannya ke layar pembaca (Sastrohamidjojo, 1992).

Susunan standar dibuat untuk membuat kurva kalibrasi sehingga nantinya dapat diperoleh frekuensi terbesar dari susunan standar. Frekuensi terbesar dipilih dengan alasan bahwa kondisi kurva serapan datar di sekitar frekuensi paling ekstrem, regulasi *Lambert-Beer* secara akurat dipenuhi, dan kesalahan yang ditimbulkan oleh frekuensi terbesar dapat dibatasi. Solusi nya menghasilkan warna yang sesuai yang mempertahankan cahaya. Warna ini ditimbulkan oleh panjang gelombang. Setiap warna memiliki frekuensi alternatif pada bentangan tertentu (Skogg, 1965).

Prinsip penentuan spektrofotometer UV-Vis merupakan pelaksana dari hukum *Lambert Beer*, yaitu :

$$A = \log T = - \log \frac{I_t}{I_0} = \epsilon \cdot b \cdot C.$$

Informasi :

A = Absorbansi sampel yang akan diukur

T = transmisi

I_t = Intesitas cahaya yang ditransmisikan

I_0 = Intesitas cahaya datang

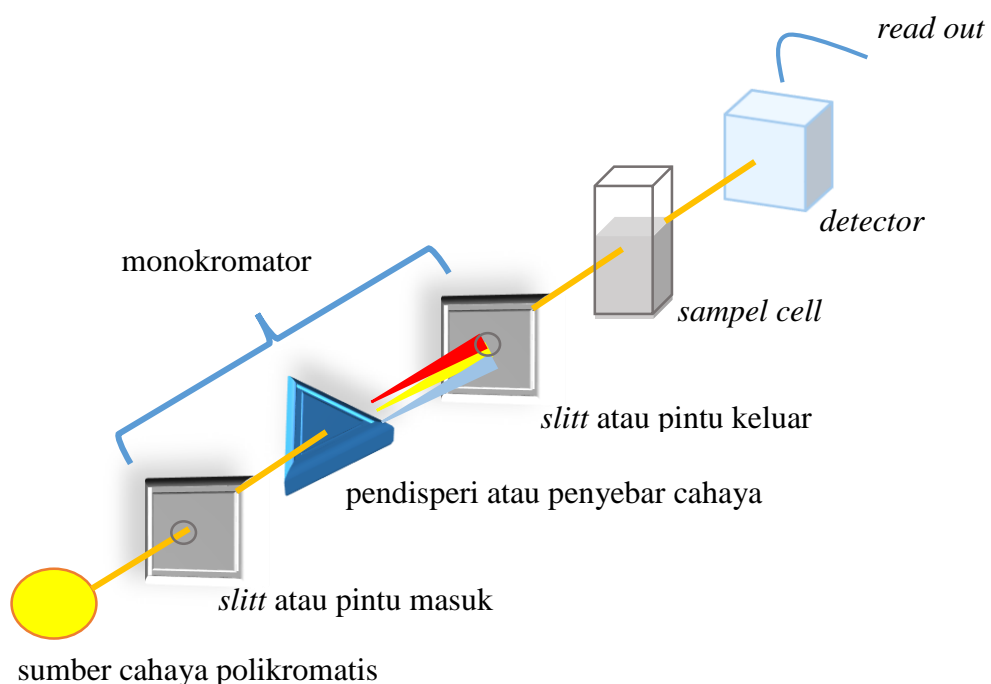
ϵ = Koefisien

b = Serapan molar

C = Tebal kuvet yang digunakan

C = Konsentrasi sampel (Sann, 2010)

Prinsip kerja spektrofotometer yaitu; ketika cahaya (Warna tunggal ataupun campuran) mengenai medium yang homogen, sebagian cahaya yang datang akan dipantulkan, sedangkan sebagian akan diserap oleh medium, dan sisanya akan diteruskan. Nilai yang diperoleh dari cahaya yang ditransmisikan dinyatakan sebagai nilai absorbansi karena berkaitan dengan konsentrasi dalam sampel (Sutopo, 2006).



Gambar 2.5 Instrumen Spektrofotometer UV-Vis (single beam)

Menurut Gandjar dan Rohman (2018) berkas sinar yang mengenai sampel dilewatkan ke dalam monokromator yang terdiri atas bagian yang berputar secara cepat dan melewati dua berkas sinar secara bergantian ke prisma atau kisi difraksi (gratting). Kisi difraksi atau prisma yang bergerak secara lambat akan melakukan variasi panjang gelombang radiasi yang sampai ke detektor. Detektor selanjutnya akan merekam perbedaan antara berkas sinar dari sampel dan dari referensi.

1) Sumber cahaya

Sumber cahaya yang dapat digunakan pada spektrofotometer harus memiliki intensitas cahaya yang tinggi dan radiasi yang cukup stabil.

2) Monokromator

Monokromator merupakan alat yang akan memecah cahaya polikromatis menjadi cahaya tunggal (monokromatis) dengan komponen panjang gelombang tertentu. Monokromator terdiri dari atas beberapa bagian, yaitu:

- 1) Prisma, yang berfungsi untuk mendispersikan radiasi elektromagnetik sebesar mungkin supaya di dapatkan resolusi yang baik dari radiasi polikromatis.
- 2) Grating (kisi difraksi), dimana dispersi sinar akan disebarkan merata, dengan pendispersi yang sama, sehingga hasil dispersi akan menjadi lebih baik. Selain itu kisi difraksi dapat digunakan diseluruh jangkauan spectrum.
- 3) Celah optis, berfungsi untuk mengarahkan sinar monokromatis yang didapatkan dari sumber radiasi. Apabila celah berada diposisi yang tepat, maka radiasi akan dirotasikan melalui prisma sehingga diperoleh panjang gelombang yang diharapkan.
- 4) Filter, bagian ini berfungsi untuk menyerap warna komplementer sehingga cahaya yang diteruskan merupakan cahaya berwarna yang sesuai dengan panjang gelombang yang akan dianalisis.

3) Kompartemen sampel

Bagian ini digunakan untuk menyimpan atau meletakkan kuvet sebagai wadah yang digunakan untuk menaruh sampel yang akan dianalisis. Kuvet yang baik harus memenuhi syarat keberterimaan, yaitu :

- 1) Permukaan harus sejajar secara optis,
- 2) Tidak berwarna, sehingga semua cahaya dapat ditransmisikan,
- 3) Tidak rapuh
- 4) Tidak ikut bereaksi terhadap bahan kimia
- 5) Bentuknya sederhana.

4) Detektor

Detektor akan menangkap sinar yang diteruskan oleh larutan. Sinar tersebut kemudian diubah menjadi sinyal listrik oleh amplifer pada rekorder. Syarat ideal sebuah detektor yaitu :

- 1) Mempunyai kepekaan yang tinggi,
- 2) Respon konstan atau stabil pada berbagai panjang gelombang,
- 3) Waktu respon relatif cepat dan sinyal minimum tanpa radiasi,
- 4) Sinyal listrik yang dihasilkan harus sebanding dengan tenaga radiasi yang dipancarkan (Sembiring dkk, 2019).
- 5) Rekorder

Rekorder mengubah frekuensi yang diidentifikasi dari pengidentifikasi yang ditingkatkan oleh amplifier dan kemudian diubah menjadi tanda listrik sebagai rentang. Rentang tersebut kemudian dikirim ke layar dan ditampilkan sebagai transmittan atau absorbansi (Day dan Underwood, 1993).

Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-Vis diawali dengan pemisahan berkas cahaya oleh *diffraction grating*. Berkas cahaya tersebut kemudian akan diseleksi oleh kisi dan diserap oleh kuvet kemudian akan terdeteksi oleh detektor dengan intensitas cahaya tertentu. Pengukuran terhadap contoh uji dilakukan terlebih dahulu terhadap blanko, sehingga didapatkan I_0 , Kemudian dilakukan pengujian terhadap contoh uji sebagai I , dan kedua hasil tersebut dibandingkan (Khopkar, 2007). Prinsip spektroskopi absorpsi dapat digunakan pada metode turbidimeter, yaitu dengan mengukur absorpsi akibat partikel yang tersuspensi. Setiap instrumen spektroskopi absorpsi dapat digunakan untuk metode turbidimeter (Siallagan, 2011).

Spektrofotometri UV-Vis mengacu pada hukum Lambert-Beer, dimana cahaya monokromatik melalui suatu media (larutan), maka sebagian cahaya tersebut akan diserap, sebagian dipantulkan dan sebagian lagi akan dipancarkan. Sinar dari sumber cahaya akan dibagi menjadi dua berkas oleh cermin yang berputar pada bagian dalam spektrofotometer. Berkas pertama akan melewati kuvet berisi blanko berfungsi untuk menstabilkan absorbansi akibat perubahan voltase dari sumber cahaya, sementara berkas kedua akan melewati kuvet berisi sampel yang akan diperiksa secara bersamaan (Sembiring, dkk, 2019).

Metode spektrofotometer UV-Vis dapat memberikan informasi secara kualitatif ataupun kuantitatif (Gandjar, 2007). Data yang dihasilkan berupa panjang gelombang maksimal, efek pH, intensitas dan pelarut, sedangkan analisis kuantitatif

berupa besarnya suatu berkas radiasi yang dikenakan pada cuplikan atau sampel dan intensitas sinar radiasi yang diteruskan (Sirait, 2009). Larutan yang dianalisis diukur serapan sinar ultra violet atau sinar tampaknya, dimana konsentrasi larutan yang dianalisis akan berbanding lurus dengan jumlah sinar yang diserap oleh zat dalam larutan tersebut (Sembiring dkk, 2019). Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak digunakan untuk analisis kuantitatif daripada analisis kualitatif.

2.6 Validasi Metode

Validasi adalah penegasan melalui pembuktian penilaian dengan kesesuaian tujuan pengujian. Validasi harus dilakukan terhadap metode *non*-standar dan teknik yang dibuat oleh pusat penelitian. Memperkirakan rentang jangkauan dan ketepatan dapat diperoleh dari hasil validasi metode yang sesuai kebutuhan *costumer*, demikian validasi adalah penegasan melalui pengujian dan memberikan bukti tujuan bahwa prasyarat khusus untuk desain tertentu terpenuhi. Pusat penelitian harus memvalidasi:

1. Metode tidak baku
2. Metode yang didesain atau dikembangkan laboratorium
3. Metode baku yang telah dimodifikasi
4. Metode baku yang digunakan diluar lingkup yang dimaksud
5. Metode baku untuk menegaskan dan mengkonfirmasi bahwa metode itu sesuai untuk penggunaan yang dimaksudkan (Riyanto, 2014).

Validasi metode merupakan suatu susunan standar uji coba untuk menghasilkan informasi yang berhubungan dengan ketepatan, akurasi, dan lain-lain. Siklus yang dilakukan harus disusun sebagai standar operasi prosedur (SOP). Jika metode tersebut telah tervalidasi atau disetujui, maka teknik tersebut harus didukung secara resmi untuk penggunaan rutin di laboratorium oleh individu yang bertanggung jawab, misalnya direktur lab (Riyanto, 2014). Batas-batas persetujuan dari strategi tersebut menggabungkan *repeatability and reproducibility*, *accuracy* (ketepatan), *recovery*, *detection breaking point* dan batas kuantitasi, *uncertainty* (Riyanto, 2014).

2.6.1 Linieritas

Linearitas merupakan sebuah kapasitas suatu metode analisis dalam memberikan respon terhadap konsentrasi suatu analit. Linearitas adalah kapasitas pemeriksaan untuk menciptakan reaksi ilmiah langsung dan relatif terhadap fokus analit dalam pengujian (Maryati, 2012). Menurut *Wenclawiak* dan *Hadjicostas* (2010), linearitas merupakan kapasitas untuk memberikan hasil yang relatif terhadap konsentrasi analit dalam rentang tertentu. Linearitas tidak didapatkan dengan membuat kurva kalibrasi dari varietas dalam konsentrasi standar (Harmita, 2004). Kondisi yang menyertainya diperoleh persamaan berikut :

$$y = ax + b \dots\dots\dots 1)$$

Nilai y merupakan respon alat atau instrumen yang dikenal sebagai absorbansi, sedangkan nilai x untuk menentukan besar nilai konsentrasi yang terkandung. Nilai a dari persamaan merupakan kemiringan atau slope pada kurva yang menunjukkan nilai sensitivitas suatu metode analisis, dan nilai b merupakan intershape yang menunjukkan nilai blanko (Rohman, 2014). Selain itu, diperoleh nilai koefisien korelasi (r), serta nilai koefisien determinasi (r^2).

Koefisien korelasi (r) linear didefinisikan sebagai sebuah ukuran hubungan linearitas antara perubahan acak x dan y . Hubungan linier yang ideal dicapai apabila $b = 0$ dan koefisien korelasi atau r sebesar $+1$ ataupun -1 , tergantung pada arah garis. Tanda positif (+) menunjukkan korelasi positif yang ditandai dengan semakin tingginya nilai absorbansi terhadap kenaikan konsentrasi analit dan akan condong kekanan, sedangkan Tanda minus (-) yang menunjukkan korelasi negatif yang ditandai dengan semakin rendahnya nilai observasi terhadap kenaikan konsentrasi analit dan garis miring ke kiri. Apabila r mendekati 0 hubungan linear antara x dan y sangat lemah atau mungkin tidak ada korelasi sama sekali (Riyanto, 2014). Nilai koefisien korelasi di tunjukan dalam rentang antara 0-1. Nilai koefisien korelasi yang semakin mendekati nilai 1 maka hubungan antara variabel yang digunakan akan semakin kuat (Jonathan, 2006).

2.6.2 *Limit of detection dan limit of quantitation*

Batas deteksi atau *limit of detection* (LoD) adalah pengelompokan analit yang paling minimal yang dapat dibedakan dan dikenali. Menurut Rohman (2014),

batas deteksi atau limit deteksi merupakan pengelompokan analit yang paling kecil atau minimum dalam suatu contoh yang bagaimanapun juga dapat dikenali meskipun faktanya belum tentu dapat di ukur. Menurut Kantasubrata (2008), batas deteksi adalah sentralisasi analit yang paling tereduksi yang tidak sepenuhnya mengeras dengan ketepatan dan akurasi tinggi. *limit of detection* (LoD) dipengaruhi oleh beberapa interferensi yaitu sifat reagen, suhu, dampak kisi, dll. Pembatasan pengukuran atau *limit of quantitation* (LoQ) adalah batas uji kuantitatif untuk fokus analit rendah yang benar-benar memenuhi standar ketepatan dan akurasi. (Riyanto, 2014). Penentuan batas *limit of detection* (LoD) dan *limit of quantitation* (LoQ) diperoleh dari simpangan baku residual ($S_{y/x}$) garis regresi linier kurva kalibrasi, dengan ketentuan sebagai berikut:

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

$$LoD = \frac{3 \times S_{y/x}}{Slope} \dots \dots \dots 3)$$

$$LoQ = \frac{10 \times S_{y/x}}{Slope} \dots \dots \dots 4)$$

2.6.3 Presisi

Presisi merupakan karakteristik penting dalam menilai atau mengevaluasi suatu metode kuantitatif. Kondisi reabilitas dan reproduibilitas jelas menunjukkan situasi yang berbeda, tetapi jika reproduibilitas rendah atau presisi sedang, mereka berada di antara dua batas. Memeriksa jumlah pengujian yang cukup dari sampel potensial untuk memiliki kemampuan memanipulasi pengukuran untuk mencapai standar deviasi relatif (koefisien variasi) (Siregar, 2007). Repeatabilitas dalam presisi dilakukan pada sampel dengan analisis yang sama pada waktu yang hampir bersamaan menggunakan peralatan serupa di laboratorium serupa. Pengulangan adalah konsistensi urutan percobaan yang dilakukan berkali-kali dalam waktu yang relatif singkat (Harmita, 2004). Reprodusibilitas merupakan perubahan dalam berbagai analisis, hari, peralatan, ataupun kondisi laboratorium. Nilai presisi dapat ditentukan dengan menghitung persen (%) nilai *relative standar deviation* (RSD)

dari standar deviasi (SD). Berdasarkan SNI 06-6989. 39-2005, nilai %RSD yang dapat diterima yaitu apabila $\%RSD < \%CV$ Horwitz.

2.6.4 Akurasi

Akurasi adalah proporsi korelasi antara nilai yang disengaja dan nilai asli, biasanya dikomunikasikan dalam persen (%). Seperti yang ditunjukkan oleh Kazusaki, dkk (2012), akurasi menunjukkan kedekatan nilai hasil investigasi dengan nilai asli. Ketepatan adalah ketepatan antara nilai yang dapat diperkirakan dengan nilai nyata yang dapat diakui (Christian, 1994). Semakin dekat nilai benar yang diperoleh secara berulang pada kemampuan metode analisis maka akurasinya semakin baik (Khan dan Mark, 1996). Akurasi dapat diselesaikan dengan menggunakan Bahan Referensi Bersertifikat atau *Certified Reference Material* (CRM) atau tanpa menggunakan CRM. Penggunaan presisi tidak sepenuhnya diatur dengan memastikan nilai kebenaran, nilai kecenderungan dan uji perolehan kembali (*%recovery*). Sementara itu akurasi tanpa CRM dapat ditingkatkan dengan menggunakan opsi standar 5-6 variasi konsentrasi.

Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali analit yang ditambahkan dan nilai kecermatan dapat dinyatakan dengan persen perolehan kembali (*recovery*). Keuntungan nyata menggunakan uji perolehan kembali ialah bahwa matriks adalah cocok (representatif). Teknik ini dapat digunakan untuk semua analit dan untuk kebanyakan matriks, asalkan analit tersedia dalam laboratorium sebagai senyawa sintetik yang stabil. Keterbatasan terbesar adalah perbedaan dalam bentuk kimia analitik dalam sampel autentik dan dalam senyawa sintetik yang ditambahkan. Penetapan hendaknya dilakukan lebih banyak untuk konsentrasi analit yang lebih kecil, karena kesalahan acak meningkat dengan menurunnya konsentrasi (Siregar,2007).

2.6.4 Estimasi Ketidakpastian

Kesalahan didefinisikan sebagai sebuah perbedaan antara setiap hasil dan nilai sebenarnya dari pengukuran yang dilakukan. Pada prinsipnya nilai error dapat digunakan sebagai korelasi hasil. Kesalahan adalah sebuah konsep yang ideal dan tidak dapat memastikannya. Titik ketidakpastian dapat mengambil banyak bentuk,

dan ketika diestimasi untuk prosedur analitis dan jenis sampel yang ditentukan, umumnya berlaku untuk semua penentuan titik dan tidak dapat ditentukan dengan menggunakan nilai ketidakpastian, untuk mengoreksi hasil pengukuran pada titik ketidakpastian hasil, pengukuran tidak boleh diartikan sebagai kesalahan atau kesalahan yang dikoreksi. Diasumsikan bahwa kesalahan memiliki dua komponen: hasil dan nomenklatur filogenetik. Kesalahan hasil biasanya dihasilkan dari fluktuasi jumlah efek titik, efek acak yang mengarah pada pengamatan berulang. Kesalahan acak dari hasil analisis tidak dapat dikompensasikan, tetapi biasanya dapat dikurangi dengan menambah jumlah pengamatan (Riyanto,2014).

Ketidakpastian pengukuran adalah ukuran sebaran yang secara layak dapat dikaitkan dengan nilai terukur yang didapatkan dari rentang terpusat pada nilai terukur di dalam rentang yang diperkirakan pada nilai benar. Ketidakpastian pengukuran dilakukan apabila pengujian memberikan hasil numerik kuantitatif. Pengukuran estimasi ketidakpastian bertujuan untuk menentukan nilai benar. Hasil pengukuran dapat dianggap lengkap jika menampilkan nilai ketidakpastian dalam pengukuran tersebut. Salah satu sumber ketidakpastian adalah kesalahan dari instrumen, misalnya; dampak lingkungan, kesalahan pembacaan nol (*zero*), cacat pada peralatan dan peralatan kaca yang tidak terkalibrasi, struktur timbangan yang tidak tepat, dll. (Tetrasari, 2003).

Menurut Day dkk, (1999) kesalahan-kesalahan yang terjadi pada saat analisis dibagi menjadi dua kategori yaitu: Kesalahan nomenklatur filogenetik atau sistematis Kesalahan nomenklatur filogenetik merupakan jenis kesalahan yang dapat dicegah dan diminimalkan, umumnya berkaitan dengan alat yang digunakan atau cara mengukur yang dipakai. Kesalahan sistematis menuju ke satu arah atau bersifat konstan, sehingga tidak memungkinkan mendapatkan hasil yang tetap dan sangat mempengaruhi nilai akurasi dari pengukuran. Kesalahan sistematis terbagi menjadi tiga macam yaitu:

1. Kesalahan umum, biasanya dikarenakan pengamatan yang kurang trampil dalam menggunakan alat pengukuran.
2. Kesalahan sistematis

3. Kesalahan Ketidakpastian adalah kesalahan yang tidak dapat diprediksi dan nilainya berfluktuasi. Jenis kesalahan ini dapat berasal dari variasi kesalahan tertentu atau dari sumber lain yang secara acak mempengaruhi keakuratan pengukuran.

Ketidakpastian adalah rentang nilai yang berisi perkiraan dari pengukuran yang sebenarnya. Jika persyaratan dapat terpenuhi, maka diperoleh nilai ketidakpastian pengukuran dengan metode uji. Hal ini terkait dengan metode, peralatan dan infrastruktur, kalibrasi dan standar, peralatan eksperimen, dan kapasitas personel yang tersedia. Nilai ketidakpastian memungkinkan data hasil digunakan untuk mengevaluasi keandalan data penilaian kesesuaian dengan data hasil pengujian yang dimaksudkan untuk digunakan. (Day dkk, 1999). Nilai yang diperoleh dari pengukuran kuantitatif tidak memiliki deskripsi kuantitatif dari kesalahan pengukuran dan hanya perkiraan nilai sebenarnya dari karakteristik yang diukur, membuat data pengukuran kurang penting. Ketidakpastian pengukuran metode pengujian sangat penting untuk memenuhi kewajiban laboratorium untuk memasukkan perkiraan ketidakpastian pengukuran dalam analisis yang dihasilkan ketika diminta oleh pengguna layanan laboratorium. Nilai ketidakpastian juga menunjukkan kualitas pengukuran atau hasil tes. Semakin kecil nilai ketidakpastian, semakin baik hasil pengujiannya. Ketidakpastian dipengaruhi oleh banyak faktor, termasuk prosedur pengambilan sampel dan persiapan sampel, kalibrasi instrumen, kesalahan acak, kesalahan bawaan, dan keterampilan analis. (Anitasari dkk, 2014).

Definisi ketidakpastian adalah parameter yang mendefinisikan rentang nilai di mana nilai sebenarnya yang diukur diperkirakan ada. Perhitungan nilai dalam rentang ini disebut ketidakpastian pengukuran atau estimasi. Ketidakpastian menggabungkan semua kesalahan yang diketahui ke dalam satu domain (Sumardi, 2001). Secara umum, hal-hal berikut yang harus dipertimbangkan dalam melakukan penentuan ketidakpastian pengukuran :

1. Membuat model langkah kerja

2. Inventarisasi semua faktor yang dapat menyebabkan kesalahan dalam hasil plot tulang akhir dan kelompokkan faktor-faktor di atas ke dalam kategori komponen ketidakpastian.
3. estimasi setiap komponen ketidakpastian diperkirakan sama dengan standar deviasi, komponen ketidakpastian standar digabungkan untuk memperoleh ketidakpastian standar gabungan, dan nilai ketidakpastian yang diperoleh dihasilkan kemudian diperluas untuk mendapatkan nilai kuantitas yang dapat diukur. Menyediakan interval perkiraan pada titik waktu tertentu Tingkat kepercayaan diri (Williams dkk, 2000)

Konsep ketidakpastian pengukuran berkembang pesat. Misalnya, laboratorium terakreditasi sekarang dapat memasukkan ketidakpastian dalam pelaporan hasil metode analisis atas permintaan konsumen. Ketidakpastian pengujian mungkin hanya mencakup reproduktifitas pengujian, atau mungkin mencakup seluruh penyebab ketidakpastian pengujian. Banyak faktor yang dapat mengurangi keandalan metode pengujian, termasuk efek kontaminasi sampel, hilangnya beberapa analit, dan pengenceran. (Jorhem dkk, 2006).

BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat

Alat yang digunakan pada metode ini yaitu : spektrofotometer uv-vis, sampel *cell* 10 mL, labu ukur 100 mL, labu ukur 50 mL, pipet volume 2 mL, pipet volume 5 mL, pipet volume 10 mL, pipet ukur 1 mL, pipet ukur 2 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 10 mL, corong gelas, dan batang pengaduk.

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada metode ini yaitu sampel air limbah, *bariver 4 barium reagent powder*, larutan induk barium 1000 mg/L, larutan *spike matrik*, dan air suling.

3.3 Prosedur Kerja

1. Pembuatan larutan *intermediate* barium (Ba) 100 mg/L

Larutan induk barium 1000 mg/L dipipet sebanyak 10 mL ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan air suling sampai tanda batas.

2. Pembuatan larutan kerja barium (Ba)

Larutan *intermediate* barium (Ba) 100 mg/L /L dipipet sebanyak 2 mL, 5 mL, dan 10 mL, setelah itu dipipet kembali larutan induk barium 1000 mg/L sebanyak 3 mL, 5 mL, 7 mL, 9 mL, dan 10 mL ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan air suling sampai tanda batas. Sehingga diperoleh kadar barium 2 mg/L, 5 mg/L, 10 mg/L, 30 mg/L, 50 mg/L, 70 mg/L, 90 mg/L, dan 100 mg/L.

3. Pembuatan larutan *spike matrik*

Contoh uji dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL sebanyak 20 mL, kemudian ditambahkan 1 mL larutan kerja barium dengan kadar 50 mg/L, setelah itu ditambahkan air suling sampai tanda tera lalu dihomogenkan. Kemudian di pipet 5 mL larutan *spike matrik* ke dalam sampel *cell* dan ditambahkan *bariver barium reagent powder* dihomogenkan selama 20 detik. Dan dibaca di spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 450 nm.

4. Pembuatan kurva kalibrasi larutan barium (Ba)

Larutan *intermediate* barium (Ba) 100 mg/L /L dipipet sebanyak 2 mL, 5 mL, dan 10 mL. Dipipet kembali larutan induk barium 1000 mg/L sebanyak 3 mL, 5 mL, 7 mL, 9 mL, dan 10 mL ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan air suling sampai tanda batas, maka diperoleh kadar barium 2 mg/L, 5 mg/L, 10 mg/L, 30 mg/L, 50 mg/L, 70 mg/L, 90 mg/L, dan 100 mg/L, kemudian dari masing-masing larutan dengan berbagai konsentrasi yang telah dibuat dipipet 5 mL larutan kerja barium ke dalam sampel *cell*, ditambahkan masing-masing larutan kerja dengan 1 buah *bariver barium reagent powder* dihomogenkan selama 20 detik. Di inkubasi selama 5 menit untuk waktu bereaksi, jika terdapat barium akan terbentuk larutan keruh berwarna putih. Larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 450 nm.

5. Penentuan kadar barium (Ba)

Larutan contoh uji dipipet sebanyak 5 mL ke dalam sampel *cell* dan ditambahkan dengan 1 buah *bariver barium reagent powder* di homogenkan selama 20 detik. Di inkubasi selama 5 menit untuk waktu bereaksi, jika terdapat barium akan terbentuk larutan keruh berwarna putih. Larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 450 nm.

6. Penentuan uji *limit of detection* dan *limit of quantitation*

Metode spektrofotometer UV-Vis pada penentuan *limit of detection* dan *limit of quantitation* dilakukan dengan membuat lima konsentrasi di bawah konsentrasi terkecil pada uji linieritas. Nilai pengukuran dapat diperoleh dari nilai b (*slope*) pada persamaan garis linier $y = a + bx$, sedangkan simpangan blanko sama dengan simpangan residu ($S_{y/x}$).

7. Penentuan uji presisi

Pengujian uji presisi didapatkan dari data pengujian kadar sampel yang dilakukan sebanyak 7 kali.

8. Penentuan uji akurasi

Contoh uji dimasukan kedalam labu ukur 50 mL sebanyak 20 mL dan ditambahkan 1 mL larutan kerja barium dengan kadar 50 mg/L, setelah itu ditambahkan air suling sampai tanda tera lalu dihomogenkan. Sebanyak 7 kali larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 450 nm.

9. Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran barium (Ba)

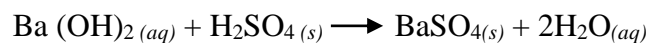
Ketidakpastian pengujian dalam suatu penelitian menentukan model pengujian, mengidentifikasi semua penyebab ketidakpastian, memperkirakan ketidakpastian standar untuk setiap komponen, menghitung ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian, menghitung laporan kepastian.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Validasi metode uji barium secara turbidimetri dengan spektrofotometer UV-Vis di UPT Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor, yaitu meliputi pengujian linieritas, *limit of detection* (LOD), *limit of quantitation* (LOQ), presisi (%RSD), akurasi (%*trueness*), dan estimasi ketidakpastian. Pengujian ini merupakan pengembangan dari metode *HACH* 8014 yang kemudian dibuatkan instruksi kerja yang sesuai dengan kebijakan UPT Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor. Validasi metode uji dilakukan guna mengkonfirmasi metode pengujian barium secara turbidimetri dengan spektrofotometer UV-Vis yang dilakukan secara rutin.

Prinsip pengujian barium secara turbidimetri didasarkan pada kekeruhan yang terjadi akibat reaksi antara ion sulfat (SO_4^{2-}) dengan barium (Ba^{2+}) dalam suasana asam. Garam BaSO_4 yang terbentuk berupa koloid yang memiliki kelarutan yang sangat kecil karena bersifat *tyndall*, jika diberi cahaya maka cahaya tersebut akan terpantulkan kesegala arah. Reaksi yang terjadi antara ion barium dengan pereaksi *Bariver*.



Larutan yang terbentuk jangan diganggu terlebih dahulu selama 5 menit agar reaksi yang terbentuk sempurna. Penentuan konsentrasi barium secara turbidimetri diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 450 nm. Metode turbidimetri merupakan sebuah metode yang prinsipnya didasarkan pada kekeruhan larutan atau pembentukan koloid dalam larutan. Cahaya yang berasal dari spektrofotometer jika melewati larutan yang mengandung suspensi koloid didalamnya maka akan menyebabkan penghamburan energi radiasi absorpsi, refraksi, refleksi, dan lain-lain. Energi radiasi yang tidak dihamburkan akan diteruskan dan ditangkap oleh detektor.

4.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi

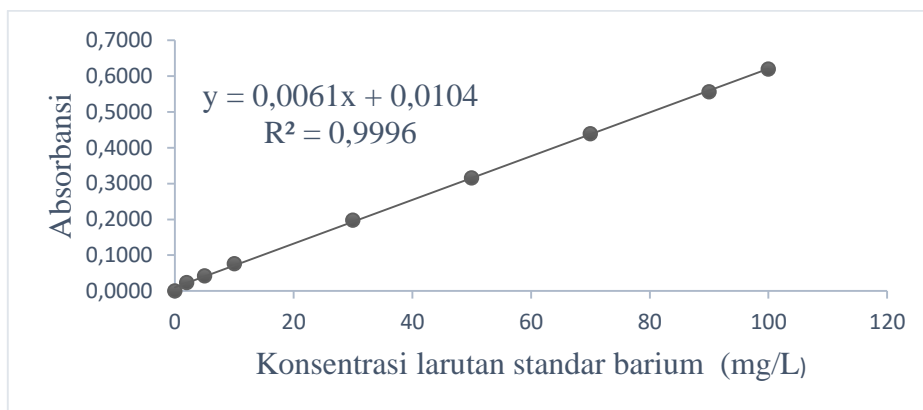
Kurva kalibrasi digunakan untuk menentukan linieritas pada validasi metode uji barium secara turbidimetri dengan spektrofotometer UV-Vis. Linieritas

digunakan untuk menunjukkan hubungan antara konsentrasi pada analit dengan respon dalam jangkauan kerja (Ermer dan Miller, 2005). Menurut Hadi dan Asiah (2018) jumlah deret larutan kerja yang digunakan untuk pembuatan larutan kurva kalibrasi harus disesuaikan dengan persyaratan pengujian. Berdasarkan metode *HACH* 8014 yang diadaptasi menjadi instruksi kerja di UPT Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor penentuan barium dalam air limbah secara turbidimetri kurva kalibrasi dibuat dengan rentang 2 mg/L sampai 100 mg/L. Kurva kalibrasi ditentukan dengan menggunakan delapan larutan standar yang telah dibuat dengan berbagai konsentrasi yang berbeda. Konsentrasi larutan kerja yang digunakan yaitu 0; 2; 5; 10; 30; 50; 70; 90; dan 100 mg/L dan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 450 nm. Pelarut yang digunakan dalam pembuatan larutan deret standar yaitu air suling filtrat. Hal ini dikarenakan air suling filtrat merupakan pelarut yang bersifat universal dan memiliki kemurnian yang tinggi, serta tidak mengandung logam lain yang bersifat sebagai pengganggu atau interferensi. Koefisien korelasi ditentukan berdasarkan linieritas yang terdapat pada kurva kalibrasi, yaitu hubungan antara konsentrasi larutan standar yang digunakan sebagai sumbu x dengan absorbansi yang diperoleh sebagai sumbu y.

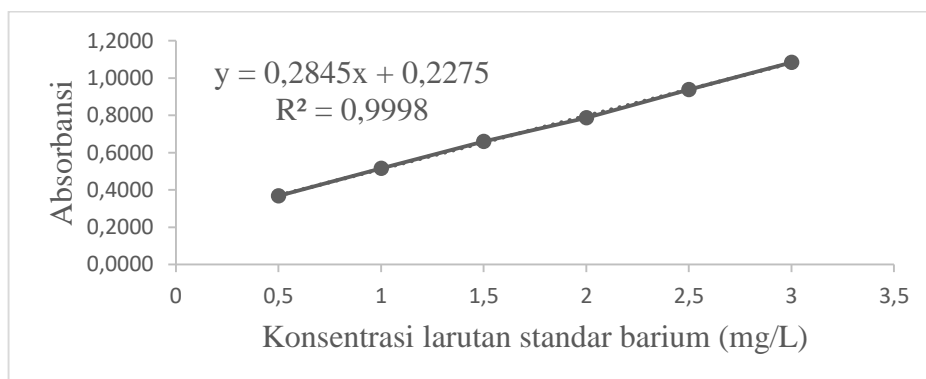
Tabel 4.1 Absorbansi larutan barium

Konsentrasi barium (mg/L)	Absorbansi
0	0,000
2	0,024
5	0,042
10	0,076
30	0,198
50	0,316
70	0,439
90	0,556
100	0,610

Berdasarkan Tabel 4.1 seiring dengan bertambah konsentrasi larutan standar, nilai absorbansi yang diperoleh semakin besar atau meningkat. Hal tersebut sesuai dengan hukum *Lambert-Beer* yang mengatakan bahwa absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasinya. Kurva kalibrasi standar dibuat menggunakan konsentrasi larutan standar barium pada sumbu X dan nilai yang diamati pada sumbu Y, dan titik-titik dihubungkan oleh garis lurus. Dibawah ini adalah kurva kalibrasi standar untuk barium dengan konsentrasi 0 – 100 mg/L, yang ditunjukkan pada Gambar 4.1.1, dengan pembandingan kurva kalibrasi standar untuk barium dengan konsentrasi 0,5 - 3 mg/L, yang ditunjukkan pada Gambar 4.1.2



Gambar 4.1.1 Kurva kalibrasi larutan standar barium 0 – 100 mg/L



Gambar 4.1.2 Kurva kalibrasi larutan standar barium 0,5 - 3 mg/L

(sumber : Dini, H N. 2008)

Kurva kalibrasi merupakan metode statistik yang digunakan untuk mengetahui perbandingan pengaruh kadar analit dengan respon instrumen atau alat (Ulfiati, dkk, 2017). Kurva kalibrasi pada Gambar 4.1.1 dapat dikatakan linier

apabila nilai koefisien korelasi mendekati 1 dan didapatkan persamaan garis $y = 0,0061x + 0,0104$ dan koefisien korelasinya (R) adalah 0,9998. Koefisien korelasi (R) tersebut menunjukkan hubungan antara konsentrasi barium dengan nilai absorbansinya secara linier. Koefisien determinasi (R^2) yang diperoleh sebesar 0,9996. Nilai slope yang diperoleh yaitu sebesar 0,0061. Kurva kalibrasi pada Gambar 4.1.2 sebagai pembanding dapat dikatakan linier apabila nilai koefisien korelasi mendekati 1 dan didapatkan persamaan garis $y = 0,2845x + 0,2275$ dan koefisien korelasinya (R) adalah 0,9999 (Dini, H N. 2008). Koefisien korelasi (R) tersebut menunjukkan hubungan antara konsentrasi barium dengan nilai absorbansinya secara linier. Koefisien determinasi (R^2) yang diperoleh sebesar 0,9998. Nilai slope yang diperoleh yaitu sebesar 0,2845 Nilai slope menunjukkan tingkat sensitivitas metode yang digunakan sangat tinggi. Semakin besar nilai kemiringan, maka sensitivitas dari metode pengujian yang digunakan memberikan respon instrumen yang cukup kuat terhadap perubahan kadar analit (Hadi dan Asiah, 2018). Nilai intersep pada Gambar 4.1.1 yang diperoleh menunjukkan nilai yang cukup kecil yaitu sebesar 0,0104, sedangkan pada Gambar 4.1.2 nilai intersep yang diperoleh sebesar 0,2275. Nilai intersep dalam kurva kalibrasi diartikan sebagai sinyal dari blanko yang merupakan sumber kesalahan (Hadi dan Asiah, 2018).

4.2 Penentuan *Limit of Detection* (LoD) dan *Limit of Quantitation* (LoQ)

Limit of Detection adalah parameter untuk menguji batas minimum yang dibutuhkan instrumen untuk mengukur sejumlah analit tertentu. Menurut Torowati dan Galuh (2014), *Limit of Detection* adalah konsentrasi atau jumlah minimum analit dalam suatu sampel yang menunjukkan nilai absorbansi atau absorbansi alat, meskipun tidak memenuhi kriteria akurasi dan akurasi. *Limit of Quantitation* adalah jumlah minimum analit dalam sampel yang dapat diukur secara akurat oleh instrumen. *Limit of detection* dan *Limit of quantitation* dapat ditentukan dengan tiga metode : *rasio signal-to-noise*, penentuan nilai blanko, dan kurva kalibrasi (Riyanto, 2002).

Tabel 4.2 Penentuan LOD dan LOQ

Konsentrasi Larutan Standar (mg/L)	Absorbansi (y)	Yi	(Yi-Y)	(Yi-Y) ²
0,00	0,0000	0,0104	0,0104	0,0001
2,00	0,0240	0,0226	-0,0014	0,0000
5,00	0,0420	0,0409	-0,0011	0,0000
10,00	0,0760	0,0714	-0,0046	0,0000
30,00	0,1980	0,1934	-0,0046	0,0000
50,00	0,3160	0,3154	-0,0006	0,0000
70,00	0,4390	0,4374	-0,0016	0,0000
90,00	0,5560	0,5594	0,0034	0,0000
100,00	0,6190	0,6204	0,0014	0,0000
Jumlah				0,0002
^{Sy} / _x				0,0049
LoD (mg/L)				2,4243
LoQ (mg/L)				8,0809

Berdasarkan data yang tertera pada Tabel 4.2 nilai LoD yang diperoleh sebesar 2,4243 mg/L artinya konsentrasi tersebut merupakan nilai terkecil yang mampu dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan terhadap alat spektrofotometer UV-Vis dibandingkan dengan blanko. *Limit of quantitation* yang diperoleh sebesar 8,0809 mg/L artinya nilai tersebut merupakan kuantitas terkecil yang masih memenuhi kriteria secara cermat dan seksama. Nilai LoD dan LoQ kemudian dibandingkan dengan konsentrasi barium dalam sampel air limbah yang diperoleh. Hasil analisis menunjukkan bahwa konsentrasi barium yang diperoleh berada di atas LoD dan LoQ sehingga penetapan konsentrasi barium secara turbidimetri dengan spektrofotometer UV-Vis telah memenuhi persyaratan (Harmita, 2004).

4.3 Penentuan Presisi

Presisi merupakan ukuran kedekatan hasil pengujian pada contoh uji yang digunakan secara berurutan dalam waktu yang relatif singkat. Metode analisis dikatakan presisi jika memberikan nilai *standar deviasi relative* (RSD) yang dihitung sebagai presentase dengan melakukan pembagian antara standar deviasi dengan nilai rata-rata pengulangan hasil dari sampel penentuan presisi pada persen barium, dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali untuk mewakili hasil analisis pada Tabel 4.3.1 dan dilakukan pengulangan sebanyak 5 kali pada Tabel 4.3.2 sebagai pembandingan (Dini, H N. 2008).

Tabel 4.3.1 Penentuan Presisi

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
1	0,0670	9,2787
2	0,0670	9,2787
3	0,0660	9,1148
4	0,0650	8,9508
5	0,0660	9,1148
6	0,0670	9,2787
7	0,0650	8,9508
Rata-rata		9,1382
Standar Deviasi		0,1475
%RSD		1,61%

Tabel 4.3.2 Penentuan Presisi (pembanding)

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
1	0,0518	0,6176
2	0,0514	0,6190
3	0,0513	0,6193
4	0,0517	0,6179
5	0,0507	0,6214
Rata-rata		0,6190
Standar Deviasi		0,1716
%RSD		0,28%

(sumber : Dini, H N. 2008)

Metode analisis dapat dikatakan memberikan hasil presisi yang baik ketika nilai simpangan baku relatifnya (%RSD) kurang dari $\leq 2\%$ (SNI 06-6989[1]. 39-2005). Berdasarkan hasil dari presisi pengujian, nilai % RSD yang diperoleh sebesar 1,61%, nilai pengukuran berada di angka yang sesuai dengan angka batas yang dipersyaratkan yaitu pada SNI 06-6989. 39-2005 . Hasil presisi dari referensi yang digunakan didapatkan nilai %RSD sebesar 0,28% (Dini, H N. 2008). Hasil presisi menunjukkan bahwa metode analisis memiliki presisi yang baik, yang dibuktikan dengan hasil setelah dilakukan pengulangan yang tidak memberikan perbedaan yang signifikan antara tiap pengulangan.

4.4 Penentuan Akurasi

Penentuan akurasi menggunakan nilai *recovery* atau nilai temu balik. Akurasi merupakan suatu pengukuran yang dilakukan untuk menunjukkan seberapa jauh kedekatan hasil yang diperoleh dengan konsentrasi yang sebenarnya. Pada pengujian akurasi barium dalam air limbah ditentukan dengan %*recovery*. Pengujian %*recovery* dilakukan dengan larutan standar barium 50 mg/L. Pengujian akurasi barium dalam air limbah dilakukan dengan menggunakan contoh uji dengan konsentrasi tengah yang bertujuan agar konsentrasi kedekatan hasil tetap baik, pengukuran %*recovery* dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan pada Tabel 4.4.1

Pengukuran %*recovery* pada referensi pembanding dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan pada Tabel 4.4.2. Hasil dari pengukuran %*recovery* yaitu :

Tabel 4.4.1 Data Hasil Pengujian Akurasi

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Akurasi (% <i>recovery</i>)
1	0,0730	10,2623	112,41%
2	0,0720	10,0984	96,02%
3	0,0730	10,2623	112,41%
4	0,0720	10,0984	96,02%
5	0,0730	10,2623	112,41%
6	0,0730	10,2623	112,41%
7	0,0720	10,0984	96,02%
Rata-rata Akurasi			105.39%

Tabel 4.4.2 Data Hasil Pengujian Akurasi (pembanding)

No.	% <i>recovery</i>
1	109,28
2	101,60
3	104,56
Rata-rata	105,15 %

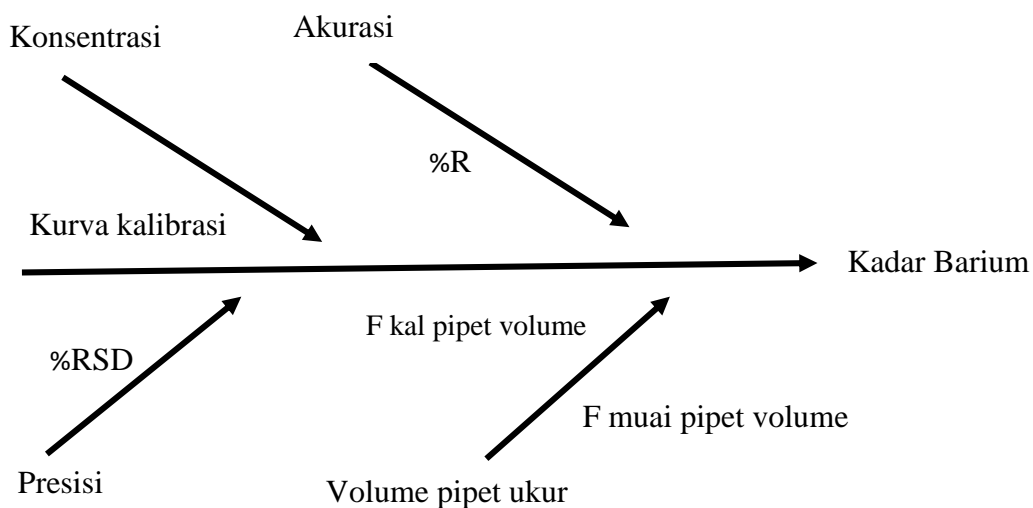
(sumber : Dini, H N. 2008)

Berdasarkan Tabel 4.4.1 hasil pengujian akurasi yang terukur yaitu 105,39%. Hasil pengujian akurasi pada pembanding sebesar 105,15% (Dini, H N. 2009). Hasil akurasi yang diperoleh dapat dinyatakan baik karena telah memenuhi syarat keberterimaan di UPT Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor yang tercantum dalam Dokumen Perusahaan Nomor : 7.4-08/IK tentang Instruksi Kerja Pengujian Barium Dalam Air Limbah dengan Spektrofotometer UV-Vis yang mengacu pada SNI 06-6989. 39-2005 yaitu 85-115%.

4.5 Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

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

Estimasi ketidakpastian pengukuran pengukuran barium bertujuan untuk mengetahui hasil penentuan barium dalam air limbah yang dilakukan valid. Langkah-langkah dalam menentukan ketidakpastian pengukuran yaitu membuat prosedur kerja. Menentukan rumus pengujian, membuat ketidakpastian diagram tulang ikan, menentukan ketidakpastian baku, menentukan ketidakpastian gabungan, menentukan ketidakpastian diperluas. Diagram tulang ikan pada penelitian ini disajikan pada Gambar 4.5



Gambar 4.5 Diagram Tulang Ikan

Ketidakpastian baku yang didapatkan dari penelitian ini kemudian digunakan untuk menghitung ketidakpastian gabungan dan juga ketidakpastian diperluas. Diagram tulang ikan dapat mengacu pada rumus penentuan barium dalam sampel. Semua faktor penyumbang ketidakpastian digunakan untuk menentukan nilai ketidakpastian baku hingga ketidakpastian diperluas dan hasil akhir ketidakpastian. Hasil ketidakpastian tersebut dapat dilihat pada tabel 4.5

Tabel 4.5 hasil estimasi ketidakpastian Barium

No.	Ketidakpastian Asal	Nilai (x)	Satuan	$\mu (x)$	$\mu (x)/x$	$(\mu (x)/x^2)$
1	Kurva Kalibrasi	9,1382	mg/L	0,4637	0,0507	0,0026
2	Pipet Volume 5 mL	5	mL	1,2E-05	1,2E-05	1,4E-10
3	Presisi	0,1475	%	0,0557	0,3780	0,1429
4	Akurasi	1,0539	%	0,0105	0,0100	0,0001
Ketidakpastian Gabungan						0,1429
Ketidakpastian Diperluas						0,2858

Tipe estimasi ketidakpastian yang digunakan pada penentuan kurva kalibrasi, volume, presisi, dan juga akurasi adalah tipe B. Berdasarkan hasil estimasi ketidakpastian yang telah dianalisis diperoleh nilai sebesar $9,14 \pm 0,29\%$. Nilai estimasi ketidakpastian yang telah diperoleh lebih kecil dari pada nilai kadar atau konsentrasi barium hal ini menyatakan bahwa hasil yang diperoleh memiliki tingkat kesalahan yang kecil dan teliti.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan validasi metode yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa validasi metode pengujian barium dalam air limbah dengan spektrofotometer UV-Vis menunjukkan nilai korelasi determinasi (R^2) yaitu 0,9996, dengan nilai batas deteksi atau *limit of detection* (LoD) sebesar 2,4243 mg/L, dan batas kuantifikasi atau *limit of quantitation* (LoQ) sebesar 8,0809 mg/L, serta penentuan presisi dan akurasi dengan nilai presisi sebesar 1,61% (RSD), akurasi sebesar 105,39%. Hasil estimasi ketidakpastian sebesar $9,14 \pm 0,29\%$ hal tersebut menunjukkan bahwa validasi metode pengujian barium dalam air limbah dengan spektrofotometer UV-Vis berdasarkan Dokumen Perusahaan Nomor: 7.4-08/IK tentang Instruksi Kerja Pengujian Barium Dalam Air Limbah dengan Spektrofotometer UV-Vis yang mengacu pada SNI 06-6989. 39-2005 dapat digunakan untuk pengujian rutin di Unit Pelaksanaan Teknis Laboratorium Lingkungan Kabupaten Bogor.

5.2 Saran

Saran yang direkomendasikan berdasarkan validasi metode yang telah dilakukan yaitu sebaiknya parameter validasi metode dilakukan lebih banyak lagi, diantaranya uji ketangguhan dan ketahanan, dan dilakukan pengujian terhadap contoh uji air limbah yang berasal dari air limbah industri keramik. Selain itu penentuan kurva kalibrasi disarankan menggunakan lebih banyak variasi konsentrasi standar dengan kelipatan atau rentang yang kecil serta penentuan batas deteksi atau *limit of detection* (LoD) dan batas kuantifikasi atau *limit of quantitation* (LoQ) dilakukan dengan menguji standar barium pada konsentrasi rendah atau mendekati 0 mg/L.

DAFTAR PUSTAKA

- [ATSDR]. Agency for Toxic Substances and Disease Registry U.S. Public Health Service. 1992. *Toxicological Profile for Barium and Compounds*. U.S: U.S Government Printing Office
- Akhtar, M. F., Ashraf, M., Anjum, A. A., Javeed, A., Sharif, A., Saleem, A., and Akhtar, B. 2018. *Association of Textile Industry Effluent With Mutagenicity and its Toxic Health Implications Upon Acute and Sub-Chronic Exposure*. *Environ Monit Assess*. Pages 1-13
- Akhtar, M. F., Muhamad, A., Anjum, A. A., Javeed, A., Sharif, A., Saleem, A., Akhtar, Bushara., Mustafa, G., Moneeb, A. 2015. *Textile Industrial Effluent Induces Mutagenicity*
- Amjad, M., et al, Hussain, S., Javed, K., Khan, A. R., & Shahjahan, M. 2020. The Sources, Toxicity, Determination Of Heavy Metals and Their Removal Techniques from Drinking Water. *World Journal of Applied Chemistry*, Vol. 5 No. 2. Pages 34-40.
- Anitasari, R., Palupi, Maria F., Rosmiati, E. dan Widyarimbi., 2014, *Estimasi Ketidakpastian Pengukuran pada Penentuan Kadar Enrofloksasin Sediaan Serbuk Oral Dengan Metode Menggunakan Spektrofotometri UV-VIS*. *Pengujian Mutu Obat Hewan*.,1, 1-7.
- Ansori. 2008. Penentuan Kekeruhan pada Air Reservoir di PDAM Instalasi Pengolahan Air Sungai Metode Turbidimetri. *Jurnal Kimia dan Lingkungan* . 1. 1. 1-48
- Atkins P, Overton T, Rourke J, Weller M, Armstrong F. 2006. *Inorganic Chemistry 4 th Ed*. New York: Oxford University Pr.
- B, Akpor. O., M, Muchie. 2010. *Remediation Of Heavy Metals In Drinking Water and Wastewater Treatment Systems: Processes and Applications*. *International Journal of the Physical Sciences*, Vol. 5 No. 12. Pages 1807-1817
- Canham GR, Overton T. 2006. *Descriptive Inorganik Chemistry 4th Ed*. New York: W. H. Freeman and Company
- Christian, G. D. 1994. *Analitical Chemistry (5th ed.)*. New York: Jhon Wiley Sins Inc
- Dahruji, Wilianarti PF, Hendarto T. 2017. *Studi pengolahan limbah usaha mandiri rumah tangga dan dampak bagi kesehatan di wilayah Kenjeran*. *Jurnal Pengabdian Kepada Masyarakat*. 1(1): 36-44.

- Day, R. A., dan Underwood, A. L. 1993. *Analisis Ilmu Kuantitatif (4th ed.)*. Jakarta: Erlangga
- Day, R. A., dan Underwood, A. L., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, Jakarta: Air Langga
- Gandjar, Ibnu Gholib. dan Rohman, Abdul. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Gandjar, Ibnu Gholib. dan Rohman, Abdul. 2018. *Spektroskopi Molekuler Untuk Analisis Farmasi*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1.3. 117-135.
- Holleman AF, Wiberg E. 1995. *Inorganic Chemistry*. New York: Walter de Gruyer
- Jonathan, S. 2006. *Metode Penelitian Kuantitatif dan Kualitatif*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Junaidi, Patria, B., dan Hatamoto, D. 2006. Analisis Teknologi Pengolahan Limbah Cair pada Industri Tekstil (Studi Kasus PT. Iskandar Indah Printing Textile Surakarta). *Jurnal Ilmu Lingkungan UNDIP*, Vol.1 No. 1. Hal. 1-6
- Jurnal Ilmu Lingkungan* (2021), 19 (1): 191-200, ISSN 1829-8907 200 © 2021, *Program Studi Ilmu Lingkungan Sekolah Pascasarjana UNDIP and Oxidative DNA Damage and Exploits Oxidative Stress Biomarkers In Rats*. *Environ Toxicol Pharmacol*. Pages 1-15
- Kantasubrata, J. 2008. *Validasi Metode*. Bandung: Pusat Penelitian LIPI
- Kazusaki, M., Ueda, S., Takeuchi, N., dan Oghami, Y. 2012. *Validation of Analytical procedures by high-performance liquid chromatography for pharmaceutical analysis*. *Chromatography*. 33. 2. 65-73.
- Khan, S., dan Mark, A.J. 1996. *Laboratory Statistics (3rd ed.)*. Missouri: Mosby Year Book
- Khopkar, S. M., 2002, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Jakarta: Universitas Indonesia .
- Khopkar. 2007. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Kishor, R., Purchase, D., Ferreira, L. F., Mulla, S. I., Bilal, M., & Bharagava, R. N. 2020. *Environmental and Health Hazards of Textile Industry Wastewater Pollutants and its Treatment Approaches*. (C. M. Hussain,

- Ed.) *Environmental and Health Hazards of Textile Industry Wastewater Pollutants*. Middlesex University Research Repository. Pages 1-24.
- Kojima I, Ucjida T, Ilda C, Kanaoka S. 1987. *Determination of Lithium, Strontium, and Barium in Silicates by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry*. *Anal Sci* 3:235-239
- L. Jorhem, J. Egman, B. Sundstrom. A. and Nilsson., 2006, *Evaluation of Measurement Data for Cd, Cr and Pb in Certain Uncontaminated Foodstuffs Published in Surveys Analytical Quality Vs Uncertainty of Measurements.*, 647-658.
- Moechtar. 1989. *Farmasi Fisika Bagian Larutan dan Sistem Dispersi*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Nazar, M., dan Hasan, M. 2018. *Spektroskopi Molekul*. Banda Aceh: Syiah Kuala University Press
- Parham H, Fazeli AG. 2000 *Extraction Spectrophotometric Determination of Trace Amounts of Barium by 18-Crown6 and Rose Bengal*. *Anal Sci* 16: 575-577.
- Prayogo H. 2016. Partisipasi pengrajin batik dalam pengelolaan limbah di wilayah industry batik Kelurahan Jenggot Kecamatan Pekalongan Selatan. *[Skripsi]*. Semarang (ID): Universitas Negeri Semarang
- Purnamawati, F. S., Soeprobowati, T. R., dan Izzati, M. 2014. *Potensi Chlorella Vulgaris Beijerinck dalam Remediasi Logam Berat Cd dan Pb Skala Laboratorium*. BIOMA, Vol. 16 No. 2. Hal. 102 – 113
- Rahmat M. 2007. *AAS bisa diganti dengan ICP untuk menganalisa logam*. *[terhubung berkala]*. <http://www.chem-istry.org> [29 Januari 2008]
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Yogyakarta: Deepublish Publisher.
- Rohman, Abdul. 2014. *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press
- Sastrohamidjojo, H., 1992, *Spektroskopi Inframerah*, Yogyakarta : Liberty
- Sembiring, T., Dayana, I., dan Rianna, M. 2019. *Alat Penguji Material*. Bogor: Guepedia
- Siallagan, Frisca Yanti. 2011. Penentuan Kadar Ion Sulfat dengan Metode Turbidimetri. *Jurnal Kimia. FMIPA*. Universitas Sriwijaya

- Sirait, R. 2009. Pentapan Metode Spektrofotometri Ultraviolet pana Penetapan Kadar Nifedipin dalam Sediaan Obat. *Skripsi*. Universitas Sumatera Utara.
- Siregar, dan Charles, 2007, *Praktik Sistem Manajemen Laboratorium-Pengujian yang Baik*, Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Skogg., 1965, *Analytical Chemistry*, Florida : Sounders College
- Skoog, Douglas A., West, Donald M., Holler, F. J., dan Crouch, Stanley R. 2004. *Fundamentals of Analytical Chemistry 8th Edition*. Belmont: Brooks/Cole
- Sumardi, 2001, *Validasi Metode Analisis Bahan Kuliah Pelatihan Asesor Laboratorium*, Jakarta : BSN Press
- Sutopo, 2006, *Metodologi Penelitian Kualitatif*, Surakarta: UNS Press.
- Tetrasari, H., 2003, *Validasi Metode Analisis Pusat Pengkajian Obat dan Makanan*, Jakarta: Bppom.
- Wenclawiak, B., dan Hadjicostas, E. 2010. *Validation of Analytical Methods-to be Fit fot the Purpose*. In *Wenclawiak, Bernd W., Koch, M., dan Evsevios, H. (Eds.)*. Quality Assurance in Analytical Chemistry (pp. 215-245). Berlin Heidelberg: Spinger
- Widjajanti. 2004. Penentuan Konsentrasi Misel Kritis Lesitin secara Turbidimetri. *Jurnal Kimia*. 2. 3. 105-115.
- Williams, A., Ellison, S. L. R., dan Rosslein, M., 2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*, EURACHEM: CITAC Guide.

LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan Larutan Intermediate Barium 100 mg/L

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

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

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

Keterangan :

C_1 = konsentrasi larutan induk barium

C_2 = konsentrasi larutan intermediate barium

V_1 = volume larutan induk barium yang digunakan

V_2 = volume larutan intermediate barium

Lampiran 2 Pembuatan Larutan Kerja Barium

a) Larutan standar barium 0 mg/L

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

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

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

b) Larutan standar barium 2 mg/L

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 2 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

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

c) Larutan standar barium 5 mg/L

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 5 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

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

d) Larutan standar barium 10 mg/L

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

$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 10 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

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

e) Larutan standar barium 30 mg/L

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

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

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

f) Larutan standar barium 50 mg/L

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

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

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

g) Larutan standar barium 70 mg/L

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 70 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

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

h) Larutan standar barium 90 mg/L

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 90 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 9 \text{ mL}$$

i) Larutan standar barium 100 mg/L

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

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

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

Lampiran 3 Penentuan LoD dan LoQ

C Std (x)	Abs (Y)	Yi	(Yi-Y)	(Yi-Y) ²
0,00	0,0000	0,0104	0,0104	1,0816E-04
2,00	0,0240	0,0226	-0,0014	1,9600E-06
5,00	0,0420	0,0409	-0,0011	1,2100E-06
10,00	0,0760	0,0714	-0,0046	2,1160E-05
30,00	0,1980	0,1934	-0,0046	2,1160E-05
50,00	0,3160	0,3154	-0,0006	3,6000E-07
70,00	0,4390	0,4374	-0,0016	2,5600E-06
90,00	0,5560	0,5594	0,0034	1,1560E-05
100,00	0,6190	0,6204	0,0014	1,9600E-06
Jumlah				1,7009E-04

Penentuan y'

$$y = 0,0061x + 0,0104$$

a) 0 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0061x + 0,0104 \\ &= 0,0061 (0 \text{ mg/L}) + 0,0104 \\ &= 0,0104\end{aligned}$$

b) 2 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0061x + 0,0104 \\ &= 0,0061 (2 \text{ mg/L}) + 0,0104 \\ &= 0,0226\end{aligned}$$

c) 5 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0061x + 0,0104 \\ &= 0,0061 (5 \text{ mg/L}) + 0,0104 \\ &= 0,0409\end{aligned}$$

d) 10 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0061x + 0,0104 \\ &= 0,0061 (10 \text{ mg/L}) + 0,0104 \\ &= 0,0714\end{aligned}$$

e) 30 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0061x + 0,0104 \\ &= 0,0061 (30 \text{ ng/L}) + 0,0104 \\ &= 0,1934\end{aligned}$$

f) 50 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0061x + 0,0104 \\ &= 0,0061 (50 \text{ ng/L}) + 0,0104 \\ &= 0,3154\end{aligned}$$

g) 70 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0061x + 0,0104 \\ &= 0,0061 (70 \text{ ng/L}) + 0,0104 \\ &= 0,4374\end{aligned}$$

h) 90 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0061x + 0,0104 \\ &= 0,0061 (90 \text{ ng/L}) + 0,0104 \\ &= 0,5594\end{aligned}$$

i) 100 mg/L

$$\begin{aligned}y &= 0,0061x + 0,0104 \\ &= 0,0061 (100 \text{ ng/L}) + 0,0104 \\ &= 0,6204\end{aligned}$$

Penentuan standar deviasi (SD)

$$\begin{aligned}S_{y/x} &= \sqrt{\frac{\sum(y-y_i)^2}{n-2}} \\ &= \sqrt{\frac{1,7009E-04}{9-2}} \\ &= 0,0049\end{aligned}$$

Penentuan LoD

$$\begin{aligned} LoD &= \frac{3 \times Sy/x}{Slope} \\ &= \frac{3 \times 1,7009E-04}{0,0061} \\ &= 2,4243 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Penentuan LoQ

$$\begin{aligned} LoQ &= \frac{10 \times Sy/x}{Slope} \\ &= \frac{10 \times 1,7009E-04}{0,0061} \\ &= 8,0809 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Lampiran 4 Penentuan Presisi

Konsentrasi (X) (mg/L)	Xbar	(X-Xbar) ²
9,2787		0,0197
9,2787		0,0197
9,1148		0,0005
8,9508	9,1382	0,0351
9,1148		0,0005
9,2787		0,0197
8,9508		0,0351
$\Sigma(x-x_i)^2$		0,1305

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma(y-y_i)^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,1305}{7-1}}$$

$$= 0,1475$$

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

$$= \frac{0,1475}{9,1382} \times 100$$

$$= 1,61\%$$

Lampiran 5 Penentuan Akurasi

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Akurasi (%R)
1	0,0730	10,2623	112,41
2	0,0720	10,0984	96,02
3	0,0730	10,2623	112,41
4	0,0720	10,0984	96,02
5	0,0730	10,2623	112,41
6	0,0730	10,2623	112,41
7	0,0720	10,1984	96,02

$$\text{Konsentrasi Standar (mg/L)} = \frac{y-b}{a}$$

- a) Konsentrasi pengulangan 1

$$C = \frac{0,0730-0,0104}{0,0061} = 10,2623 \text{ mg/L}$$
- b) Konsentrasi pengulangan 2

$$C = \frac{0,0720-0,0104}{0,0061} = 10,0984 \text{ mg/L}$$
- c) Konsentrasi pengulangan 3

$$C = \frac{0,0730-0,0104}{0,0061} = 10,2623 \text{ mg/L}$$
- d) Konsentrasi pengulangan 4

$$C = \frac{0,0720-0,0104}{0,0061} = 10,0984 \text{ mg/L}$$
- e) Konsentrasi pengulangan 5

$$C = \frac{0,0730-0,0104}{0,0061} = 10,263 \text{ mg/L}$$
- f) Konsentrasi pengulangan 6

$$C = \frac{0,0730-0,0104}{0,0061} = 10,2623 \text{ mg/L}$$
- g) Konsentrasi pengulangan 7

$$C = \frac{0,0720-0,0104}{0,0061} = 10,0984 \text{ mg/L}$$

$$\text{Akurasi (\%R)} = \frac{C \text{ spike} - C \text{ sampel}}{C \text{ target}} \times 100\%$$

- a) Pengulangan 1

$$\%R = \frac{10,2623 \text{ mg/L} - 9,1382 \text{ mg/L}}{1 \text{ mg/L}} \times 100\% = 112,41\%$$
- b) Pengulangan 2

$$\%R = \frac{10,0984 \text{ mg/L} - 9,1382 \text{ mg/L}}{1 \text{ mg/L}} \times 100\% = 96,02\%$$
- c) Pengulangan 3

$$\%R = \frac{10,2623 \text{ mg/L} - 9,1382 \text{ mg/L}}{1 \text{ mg/L}} \times 100\% = 112,41\%$$

- d) Pengulangan 4

$$\%R = \frac{10,0984 \text{ mg/L} - 9,1382 \text{ mg/L}}{1 \text{ mg/L}} \times 100\% = 96,02\%$$
- e) Pengulangan 5

$$\%R = \frac{10,2623 \text{ mg/L} - 9,1382 \text{ mg/L}}{1 \text{ mg/L}} \times 100\% = 112,41\%$$
- f) Pengulangan 6

$$\%R = \frac{10,2623 \text{ mg/L} - 9,1382 \text{ mg/L}}{1 \text{ mg/L}} \times 100\% = 112,41\%$$
- g) Pengulangan 7

$$\%R = \frac{10,0984 \text{ mg/L} - 9,1382 \text{ mg/L}}{1 \text{ mg/L}} \times 100\% = 96,02\%$$

Lampiran 6 Penentuan Estimasi Ketidakpastian

No.	Ketidakpastian Asal	Nilai (x)	Satuan	$\mu (x)$	$\mu (x)/x$	$(\mu (x)/x^2)$
1	Kurva Kalibrasi	9,1382	mg/L	0,4637	0,0507	0,0026
2	Volume Labu takar 100 mL	100	mL	0,0005	5,3E-06	2,8E-11
3	Volume Labu takar 50 mL	50	mL	0,0001	2,7E-06	7,1E-12
4	Pipet Volume 10 mL	10	mL	3,3E-05	3,3E-06	1,1E-11
	Pipet Volume 10 mL	5	mL	1,2E-05	1,2E-05	1,4E-10
	Pipet Volume 10 mL	1	mL	3,3E-05	6,7E-06	4,4E-11
5	Presisi	0,1475	%	0,0557	0,3780	0,1429
6	Akurasi	1,0539	%	0,0105	0,0100	0,0001
Ketidakpastian Gabungan						0,1429
Ketidakpastian Diperluas						0,2858