

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENGUJIAN SULFIDA ( $S^{2-}$ ) DALAM  
AIR LIMBAH SECARA IODOMETRI DI DINAS  
LINGKUNGAN HIDUP KABUPATEN SUKOHARJO**

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



**Disusun oleh:**

**Karmia Firanti Azie**

**NIM: 19231073**

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

**2022**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENGUJIAN SULFIDA ( $S^{2-}$ ) DALAM  
AIR LIMBAH SECARA IODOMETRI DI DINAS  
LINGKUNGAN HIDUP KABUPATEN SUKOHARJO**

**VERIFICATION OF SULFIDE ( $S^{2-}$ ) TESTING METHOD IN  
WASTE WATER BY IODOMETRIC AT THE DINAS  
LINGKUNGAN HIDUP KABUPATEN SUKOHARJO**



**Disusun oleh:**

**Karmia Firanti Azie**

**NIM: 19231073**

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

**HALAMAN PENGESAHAN**  
**LAPORAN TUGAS AKHIR**  
**VERIFIKASI METODE PENGUJIAN SULFIDA (S<sup>2-</sup>) DALAM AIR**  
**LIMBAH SECARA IODOMETRI DI DINAS LINGKUNGAN HIDUP**  
**KABUPATEN SUKOHARJO**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

**Karmia Firanti Azie**

**NIM : 19231073**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Program Studi Diploma III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

pada tanggal 06 Juli 2022

**Menyetujui,**

**Ketua Program Studi**



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

**Dosen Pembimbing**



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

**HALAMAN PENGESAHAN**  
**LAPORAN TUGAS AKHIR**  
**VERIFIKASI METODE PENGUJIAN SULFIDA (S<sup>2-</sup>) DALAM AIR**  
**LIMBAH SECARA IODOMETRI DI DINAS LINGKUNGAN HIDUP**  
**KABUPATEN SUKOHARJO**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

**Karmia Firanti Azie**

**NIM : 19231073**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji Tugas Akhir pada tanggal 12 Juli 2022

**Susunan Tim Penguji**

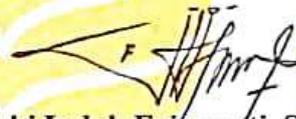
**Pembimbing/Penguji**



**Tri Esti Purpaningfias, S.Si., M.Si**

**NIK. 132311102**

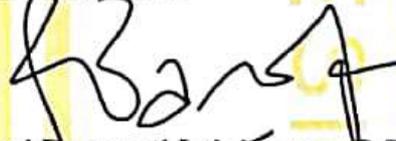
**Penguji I**



**Febi Indah Fajarwati, S.Si., M.Sc**

**NIK. 156121311**

**Penguji II**

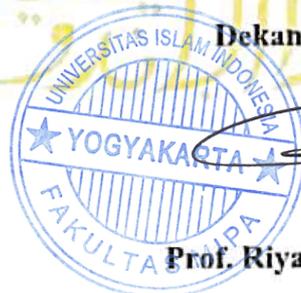


**Reni Banowati Istiningrum, S.Si., M.Sc**

**NIK. 052316002**

**Mengetahui,**

**Dekan fakultas MIPA UII**



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

**NIK. 006120101**



iii

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Praktik Kerja Lapangan ini disusun tanpa terdapat bagian yang digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Sains (A.Md.Si) atau gelar yang lainnya di Perguruan Tinggi manapun dan dengan sepengetahuan saya tidak ada bagian yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali secara tertulis diacu dalam penelitian ini dan telah disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 10 Juni 2022

Penyusun,



Karmia Firanti Azie

## MOTTO

“Allah tidak membebani seseorang itu melainkan sesuai dengan kesanggupannya”

**(QS. Al Baqarah 285)**

“Raihlah ilmu dan untuk meraih ilmu, belajarlah untuk tenang dan sabar”

**(Umar bin Khattab)**

“Ilmu tanpa amal adalah kegilaan, dan amal tanpa ilmu adalah kesia-siaan”

**(Imam Ghazali)**

**“Cerdas Berbudaya”**

***“Everything will be OK because I have Allah!”***

الجامعة الإسلامية  
الاستد بالاندية

## **HALAMAN PERSEMBAHAN**

### **Alhamdulillahirabbil'alamin...**

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah nya ntuk saya serta keluarga sehingga Tugas Akhir ini dapat saya selesaikan. Alhamdulillah, Allah telah memberikan saya kesempatan untuk menyusun dan menyelesaikan masa kuliah saya dengan gelar A.Md.Si.

### **Bapak, Ibu, dan Adik Saya yang Tercinta**

Terimakasih kepada kedua orangtua saya yang telah memberikan motivasi baik secara mental maupun materi kepada saya. Bapak yang telah membanting tulang untuk biaya kuliah saya hingga saya bisa menyelesaikan masa kuliah saya. Ibu yang telah memberikan motivasi untuk saya agar saya segera menyelesaikan masa sekolah saya. Teruntuk keempat adik saya terimakasih karena kalian juga sangat berperan dalam hidup saya. Saya sangat menyayangi kalian semua, syukur yang tak pernah saya berhenti panjatkan kepada Allah SWT adalah syukur karena memiliki keluarga yang selalu pengertian. Semoga Allah SWT selalu memberikan kesehatan jasmani dan rohani dan keberkahan dalam hidup kami, aamiin.

### **Dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia serta Almamater UII yang Saya Banggakan**

Terimakasih kepada seluruh dosen DIII Analisis Kimia UII beserta dengan seluruh staf prodi. Tanpa jasa dari Bapak/Ibu saya tidak akan bisa menyelesaikan masa kuliah saya di DIII Analisis Kimia ini. Terimakasih keluarga Analisis Kimia! Analisis Kimia Jaya!

### **Teman-Teman Seperjuangan Angkatan 2019 DIII Analisis Kimia**

Teruntuk teman-teman seperjuangan angkatan 2019 terimakasih karena telah mewarnai masa-masa kuliah saya. Perjuangan kita belum selesai kawan bagaimanapun jalanmu untuk berjuang semangatlah dan selalu ingat kepada Allah SWT karena Allah maha menolong. Terimakasih karena telah memotivasi untuk segera menyelesaikan tugas akhir ini dan kita semua bisa wisuda bersama.

Semangat dan semoga kalian semua diberi kesehatan jasmani maupun rohani oleh Allah SWT.

### **Keluarga Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo**

Terimakasih kepada Bapak Sigit Samsunar R., S.T selaku Menajer Teknis di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo yang telah memberikan izin terhadap saya untuk melakukan Praktik Kerja Lapangan (PKL). Terimakasih kepada semua anlalis di laboratorium DLH Kabupaten Sukoharjo yang telah memberikan banyak ilmu selama ini dan juga sudah banyak membantu pada saat proses PKL. Terimakasih teman-teman PKL yang telah mewarnai masa-masa PKL saya dengan banyak cerita, berdiskusi dan memberi semangat untuk segera menyelesaikan laporan Tugas Akhir ini.



## KATA PENGANTAR

*Bismillahirrahmanirrahiim...*

*Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan karunianya kepada kita semua. Serta salam penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah membawa kita semua dari jaman jahiliyyah ke jaman yang penuh dengan teknologi dan ilmu pengetahuan sekarang ini. Sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Praktik Kerja Lapangan (PKL) ini.

Penulis juga berterimakasih kepada pihak-pihak yang berperan dalam penyusunan laporan Praktik Kerja Lapangan (PKL) ini sehingga dapat terselesaikan. Laporan Praktik Kerja Lapangan ini sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan program pendidikan derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) pada Program Studi DIII Analisis Kimia.

Selama proses penyusunan Laporan Praktik Kerja Lapangan ini penulis menyadari bahwa tanpa peran seluruh dosen Program Studi DIII Analisis Kimia dan dosen pembimbing Praktik Kerja Lapangan penulis tidak dapat menyelesaikan laporan Praktik Kerja Lapangan ini.

Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. Selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Kuntari, S.Si., M.Sc. Selaku Ketua Program studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
3. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. Selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan dan Tugas Akhir.
4. Bapak Ganjar Fadillah, M.Si. Selaku Dosen Pembimbing Akademik.
5. Dosen-dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII atas semua bantuan dan ilmu yang telah diberikan.
6. Bapak Sigit Samsunar R., S.T selaku Pembimbing Praktik Kerja Lapangan di

Dinas Lingkungan Hidup Sukoharjo.

7. Ibu Dewi Agustina Wati, S.KM selaku Staf di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo.
8. Seluruh analis di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo yang telah memberikan kehangatan dan memberikan saran, wawasan selama melaksanakan masa Praktik Kerja Lapangan.
9. Kedua orangtua serta seluruh keluarga yang telah memberikan motivasi dan dukungan baik secara materil maupun spiritual dalam proses penyusunan laporan Praktik Kerja Lapangan ini. serta pihak-pihak yang berjasa dalam penyusunan laporan ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu-persatu.

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna. oleh karena itu, penulis dengan kerendahan hati mengharapkan arahan, kritik serta saran yang membangun demi terwujudnya laporan yang lebih baik untuk kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis sendiri maupun semua pihak yang terkait.

*Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh*

Yogyakarta, 10 Juni 2022

Penyusun

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>	<b>ii</b>
<b>PERNYATAAN.....</b>	<b>iv</b>
<b>MOTTO .....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN.....</b>	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xiv</b>
<b>INTISARI .....</b>	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah .....	2
1.3. Tujuan Penelitian.....	2
1.4. Manfaat Penelitian.....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>4</b>
2.1 Profil singkat DLH Kabupaten Sukoharjo Provinsi Jawa Tengah.....	4
2.2 Air .....	5
2.3 Air Limbah.....	6
2.4 Sulfida ( $S^{2-}$ ) .....	10
2.5 Metode Iodometri.....	12
2.6 Verifikasi Metode .....	13
2.6.1 Presisi .....	13
2.6.2 Akurasi .....	15
2.6.3 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran .....	16
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>18</b>
3.1 Alat .....	18
3.2 Bahan.....	18
3.3 Prosedur Penelitian .....	18

3.3.1 Pembuatan Larutan Baku Iodin ( $I_2$ ) 0,0250 N .....	18
3.3.2 Pembuatan Larutan Natrium Tiosulfat ( $Na_2S_2O_3$ ) 0,0250 N .....	18
3.3.3 Pembuatan Larutan Baku Kalium Bi-Iodat 0,0250 N.....	18
3.3.4 Pembuatan Larutan Kanji.....	19
3.3.5 Standardisasi Larutan Natrium Tiosulfat dengan Kalium Bi-iodat ..	19
3.3.6 Standardisasi Larutan Baku Iodin .....	19
3.3.7 Pengujian Sulfida .....	19
3.3.8 Kadar Sulfida ( $S^{-2}$ ) (SNI 6989.75:2009) Metode Iodometri .....	20
3.3.9 Presisi .....	20
3.3.10 Akurasi .....	20
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>22</b>
4.1 Penentuan Kadar Sulfida .....	22
4.1.1 Standardisasi Larutan Natrium Tiosulfat dengan Kalium Bi-iodat ..	22
4.1.2 Standardisasi Larutan Baku Iodin ( $I_2$ ) .....	23
4.1.3 Kadar Sulfida .....	23
4.2 Verifikasi Metode .....	25
4.2.1 Presisi .....	25
4.2.2 Akurasi .....	26
4.2.3 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran.....	27
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>30</b>
5.1. Kesimpulan .....	30
5.2. Saran .....	30
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>32</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>35</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Baku mutu air limbah bagi usaha dan/atau kegiatan yang belum memiliki baku mutu air limbah yang ditetapkan .....	7
Tabel 2.2 Penentuan Batasan Awal %R.....	16
Tabel 4.1 Hasil Standardisasi Larutan Natrium Tiosulfat.....	23
Tabel 4.2 Hasil Standardisasi Larutan Iodin.....	23
Tabel 4.3 Hasil pengujian Sulfida pada Air Limbah.....	25
Tabel 4.4 Hasil Penentuan Presisi .....	26
Tabel 4.5 Hasil Uji Akurasi .....	26
Tabel 4.6 Hasil Penentuan Estimasi Ketidakpastian Standardisasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .....	28
Tabel 4.7 Hasil Penentuan Estimasi Ketidakpastian Standardisasi Iodin .....	28
Tabel 4.8 Hasil Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Sulfida .....	29

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 4.1 Diagram Tulang Ikan Standardisasi Natrium Tiosulfat .....	27
Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan Standardisasi Iodin.....	28
Gambar 4.3 Diagram Tulang Ikan Penentuan Sulfida .....	28



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Pembuatan Larutan .....	35
Lampiran 2. Standardisasi Larutan Natrium Tiosulfat.....	36
Lampiran 3. Standardisasi Larutan Baku Iodin .....	37
Lampiran 4. Penentuan Kadar Sulfida .....	38
Lampiran 5. Penentuan Presisi .....	40
Lampiran 6. Penentuan Akurasi .....	41
Lampiran 7. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran .....	43
Lampiran 8. Dokumentasi Penelitian.....	56



# VERIFIKASI METODE PENGUJIAN SULFIDA ( $S^{2-}$ ) DALAM AIR LIMBAH SECARA IODOMETRI DI DINAS LINGKUNGAN HIDUP KABUPATEN SUKOHARJO

Karmia Firanti Azie

Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia

Jl.Kaliurang Km14,5 Yogyakarta

Email: [19231073@students.uii.ac.id](mailto:19231073@students.uii.ac.id)

## INTISARI

Telah dilakukan verifikasi metode pengujian sulfida ( $S^{2-}$ ) dalam air limbah secara iodometri yang mengacu pada SNI 6989.75:2009 di Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo. Parameter verifikasi yang digunakan yaitu presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian pengukuran. Metode titrasi yang digunakan untuk penentuan sulfida adalah titrasi iodometri menggunakan larutan natrium tiosulfat ( $Na_2S_2O_3$ ). Berdasarkan hasil pengujian diperoleh nilai kadar sulfida dari metode iodometri sebesar 1,7595  $mgS^{2-}/L$  menurut SNI 6989.75:2009 hasil pengujian kadar sulfida pada air limbah sudah memenuhi syarat keberterimaan yang mana syarat dari penggunaan metode ini untuk menentukan total sulfida dalam air limbah yang memiliki kadar di atas 1,0  $mg/L$ . Parameter presisi diperoleh nilai %RSD sebesar 7,98% metode pengujian memiliki presisi yang baik karena hasil yang diperoleh  $\leq 10\%$  dan memenuhi syarat keberterimaan dengan nilai  $2/3$  CV Horwitz sebesar 9,80%. Parameter akurasi diperoleh %*recovery* sebesar 87,97% dengan syarat keberterimaan sebesar 85% - 115%. Nilai estimasi ketidakpastian gabungan diperoleh sebesar 0,0048  $mg/L$  dan ketidakpastian diperluas sebesar 0,0095  $mg/L$ . Jadi, dapat diperoleh hasil nilai ketidakpastian kadar sulfida ( $S^{2-}$ ) yaitu  $1,7594 \pm 0,0097$   $mg/L$ . Syarat keberterimaan ketidakpastian sebesar 0,5278  $mg/L$ , hasil ini telah memenuhi syarat keberterimaan ketidakpastian. Hal ini dapat disimpulkan bahwa data yang diperoleh telah memenuhi kesesuaian dengan SNI 6989.75:2009 atau data telah terverifikasi sehingga dapat digunakan dalam pengujian rutin di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo.

**Kata kunci:** verifikasi metode, sulfida, iodometri

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1. Latar Belakang**

Air merupakan kebutuhan pokok bagi makhluk hidup dan tidak dapat melangsungkan hidupnya tanpa tersedianya air. Pemanfaatan dan pemakaian air yang tidak baik dapat menjadikan menurunnya kualitas air sehingga menghasilkan air limbah. Air limbah yang dihasilkan dari aktifitas manusia antara lain berupa limbah domestik yang dihasilkan dari segala aktifitas rumah tangga dan limbah industri yang dihasilkan dari aktifitas industri. Pencemaran air merupakan masalah yang sangat serius, tidak hanya pencemaran dari perkembangan industri, tetapi limbah domestik pun menjadi masalah besar ketika tidak diperhatikan penanganannya (Januar dan Arif, 2010).

Sulfida adalah jenis umum senyawa organosulfur yang mudah dikenal karena bau dan toksisitasnya yang tinggi. Bahkan pada konsentrasi rendah, sulfida dapat menyebabkan tekanan, sementara pada tingkat konsentrasi yang lebih tinggi sulfida dapat mengakibatkan hilangnya kesadaran, kerusakan otak permanen atau bahkan kematian. Pada lingkungan perairan, sulfida dapat dilepaskan melalui degradasi anaerobik bahan organik dan pengurangan sulfat karena bakteri respirasi anaerobik. Sulfida sering digunakan dalam aliran limbah industri untuk meminimalkan pengangkutan beberapa logam beracun, seperti merkuri, dan masuk ke lingkungan melalui reaksi presipitasi. Konsentrasi sulfida dalam air dan larutan air limbah ditentukan secara analitis sebagai total sulfida, atau sebagai konsentrasi sulfida reaktif (Ertek dkk, 2012). Oleh karena itu, perlu dilakukan pengujian terhadap kandungan sulfida pada air limbah untuk mencegah pencemaran lingkungan.

Pengujian ini bertujuan untuk menentukan kadar sulfida dalam air limbah secara iodometri menggunakan acuan SNI 6989.75:2009. Titrasi secara umum dibagi menjadi beberapa jenis metode, salah satunya adalah titrasi iodometri. Iodometri adalah titrasi redoks yang melibatkan titrasi iodin yang diproduksi dalam reaksi dengan larutan standar natrium tiosulfat. Proses titrasi iodometri ini menggunakan natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ). Natrium tiosulfat ini dikenal sebagai zat

pereduksi untuk titrasi iodine dan juga digunakan sebagai indikator karena kemampuan penyerapan iodine yang tinggi. Proses ini dilakukan untuk mengetahui konsentrasi oksidator dalam larutan yang diuji (Meyiwa, 2020). Metode titrasi iodometri ini digunakan untuk penentuan total sulfida dalam air dan air limbah untuk kadar sulfida di atas 1,0 mg/L, alasannya karena iodine mengoksidasi sulfida dalam larutan asam, titrasi berdasarkan reaksi ini adalah metode yang akurat untuk menentukan sulfida pada kadar di atas 1,0 mg/L jika tidak ada gangguan dan jika kehilangan sulfida dapat dihindari.

Verifikasi dilakukan bertujuan untuk memastikan, membuktikan, dan mengevaluasi kesesuaian metode uji yang digunakan agar dapat diterapkan pada pengujian rutin dalam laboratorium. Parameter verifikasi pada penentuan sulfida untuk air limbah yaitu presisi (ketelitian) digunakan untuk menunjukkan tingkat reliabilitas dari data yang diperoleh. Hal ini dapat dilihat dari standar deviasi yang diperoleh dari hasil pengukuran dengan nilai yang sebenarnya. Akurasi (ketepatan) akan menunjukkan kedekatan antara nilai hasil pengukuran dengan nilai sebenarnya, dan estimasi ketidakpastian pengukuran (Harmita, 2014).

## **1.2. Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Berapa kesesuaian kadar sulfida pada air limbah berdasarkan SNI 6989.75:2009?
2. Bagaimana kesesuaian hasil verifikasi metode penentuan kadar sulfida pada air limbah secara iodometri dengan parameter nilai presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian pengukuran berdasarkan SNI 6989.75:2009?

## **1.3. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui kesesuaian hasil kadar sulfida pada air limbah berdasarkan SNI 6989.75:2009.
2. Mengetahui kesesuaian hasil verifikasi metode penentuan kadar sulfida pada air limbah dengan parameter presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian pengukuran berdasarkan SNI 6989.75:2009

#### **1.4. Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Bagi peneliti, dapat menambah wawasan dan ilmu pengetahuan mengenai pengujian sulfida pada air limbah
2. Bagi instansi, diharapkan dapat menjamin bahwa prosedur yang digunakan valid sehingga dapat memberikan bukti yang objektif serta dapat digunakan sebagai pengujian secara rutin di DLH Kabupaten Sukoharjo.
3. Bagi masyarakat, dapat memberikan informasi pada masyarakat agar lebih memperhatikan lingkungan sekitar dengan mengetahui kualitas air yang dapat saja tercemar oleh limbah cair.



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Profil singkat DLH Kabupaten Sukoharjo Provinsi Jawa Tengah**

Dinas Lingkungan Hidup (DLH) yang dahulunya bernama badan lingkungan hidup (BLH) didirikan pada tahun 2008 dan pada tahun 2017 berganti nama menjadi Dinas Lingkungan Hidup (DLH). Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo dibentuk berdasarkan peraturan Daerah Kabupaten Sukoharjo Nomor 12 Tahun 2016 tentang pembentukan dan susunan perangkat Daerah dan Peraturan Bupati Kabupaten Sukoharjo Nomor 50 Tahun 2016 tentang kedudukan, susunan organisasi, tugas, dan fungsi serta tata kerja Dinas Daerah Kabupaten Sukoharjo. adapun tugas dari perangkat daerah Dinas Lingkungan Hidup adalah untuk membantu Bupati dalam menjalankan tugas dalam penyusunan dan pelaksanaan kebijakan daerah dibidang lingkungan hidup. Dinas Lingkungan Hidup beralamatkan di Jl. Tentara Pelajar, Jombor, Bendosari, Kabupaten Sukoharjo, Jawa Tengah 57521.

Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo dikepalai Kepala Dinas yang berjabat sebagai Eselon II, memiliki 5 bidang dan 1 UPTD Persampahan. Setiap Bidang dikepalai Kabid dengan masing 3 subbid/Subbag. DLH kabupaten Sukoharjo mempunyai kewajiban untuk mempertanggungjawabkan penyelenggaraan pemerintah karena sebagai salah satu unsur penyelenggara pemerintahan dengan didasarkan pada suatu perencanaan yang telah ditetapkan. Adapun tujuan dari Dinas Lingkungan Hidup

1. Terwujudnya rehabilitasi lahan dan konservasi tanah
2. Terwujudnya kelestarian dan kemanfaatan sumber daya alam dan lingkungan hidup
3. Terwujudnya peningkatan kualitas lingkungan hidup di daerah perkotaan dan pedesaan.

Sasaran Dinas Lingkungan Hidup:

1. Tertanganinya lahan kritis
2. Meningkatnya penanganan terhadap pencemaran dan kerusakan sumber daya alam dan lingkungan hidup

3. Meningkatnya kualitas sarana dan prasarana sumber daya alam dan lingkungan
4. Meningkatnya kualitas dan kuantitas sumber daya manusia di bidang lingkungan
5. Adanya peningkatan kebersihan, kenyamanan, dan keindahan lingkungan perkotaan dan pedesaan.

Laboratorium Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo merupakan salah satu sarana prasarana Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo yang memiliki berbagai fasilitas penunjang untuk melakukan berbagai kegiatan penelitian.

## 2.2 Air

Air merupakan zat majemuk yang sangat vital bagi keberadaan manusia dan makhluk hidup lainnya dan kapasitas mereka untuk kesejahteraan dan kapasitas mereka selamanya tidak dapat digantikan oleh campuran yang berbeda. Hampir semua jenis gerakan itu orang membutuhkan air. Air merupakan zat penting dalam kehidupan setelah udara. Sekitar tiga seperempat dari tubuh kita terdiri dari air dan tidak ada yang bisa memenuhinya hidup lebih dari 4-5 hari tanpa air minum. Selain itu, air juga digunakan untuk memasak, mencuci, mencuci dan lebih jauh lagi untuk keperluan transportasi modern pedesaan juga, orang lain (Tondang, 2018).

Saat ini, air adalah masalah yang perlu dipertimbangkan dengan hati-hati. Selain itu, untuk mendapatkan air yang baik, seperti yang ditunjukkan oleh norma-norma tertentu, mulai sekarang menjadi sesuatu yang mahal karena airnya telah dikotori oleh berbagai jenis limbah dari latihan manusia. Air di planet ini tidak pernah ada dalam keadaan sempurna dan tidak tercemar, namun ada campuran atau mineral yang dapat diandalkan yang lain jebol di dalamnya. Zat alami dilacak dalam air dapat muncul dari alam seperti minyak, tumbuhan, filamen minyak dan lemak makhluk, minuman keras, selulosa, gula, pati, dll. Campuran, misalnya berbeda campuran dan produk organik yang terbuat dari proses pabrik. Pematangan seperti minuman keras,  $(CH_3)_2CO$ , gliserol, anti-toksin, asam dan semacamnya diperoleh dari aktivitas mikroorganisme pada bahan alami (Tondang, 2018).

Berdasarkan Peraturan Pemerintah Nomor 20 Tahun 2012 tentang

Pengolahan Lingkungan Hidup. Klasifikasi dan kriteria mutu air dapat di bagi menjadi empat (4) golongan yaitu:

1. Golongan I, yaitu air yang digunakan sebagai air murni secara langsung tanpa pengolahan terlebih dahulu.
2. Golongan II, yaitu air yang digunakan sebagai air baku yang diolah untuk air minum dan keperluan rumah tangga maupun lainnya.
3. Golongan III, yaitu air yang digunakan sebagai keperluan perikanan dan peternakan.
4. Golongan IV, yaitu air yang digunakan untuk pertanian, untuk usaha perkotaan, industri, dan listrik tenaga air.

### **2.3 Air Limbah**

Air limbah atau limbah cair merupakan air yang sudah tidak dapat dimanfaatkan lagi dan dapat menimbulkan dampak yang buruk bagi kehidupan dan lingkungan sekitar. Keberadaan limbah cair ini tidak diharapkan di lingkungan karena limbah tidak mempunyai nilai ekonomi. Air limbah apabila tidak dikelola dengan baik dapat merusak dan mencemari lingkungan sekitar, jadi diutamakan pengolahan yang tepat untuk limbah cair (Mardana, 2007). Limbah cair merupakan gabungan atau campuran dari air dan bahan-bahan pencemar yang terbawa oleh air, baik dalam keadaan terlarut maupun tersuspensi yang terbuang dari sumber domestik seperti perkantoran, perumahan, sumber industri, dan pada saat tertentu juga dapat bercampur dengan air tanah, air permukaan atau air hujan. Air tanah, air permukaan, dan juga air hujan pada kondisi tertentu masuk dalam komponen limbah cair, dikarenakan sistem saluran pengumpulan limbah cair sudah rusak atau retak, sehingga air alam tersebut dapat menyatu dengan komponen limbah cair lainnya dan harus ditangani dengan baik dan benar (Soeparman dan Suparmin, 2002). Berdasarkan Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia Nomor 5 Tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah dapat dilihat pada Tabel 2.1.

**Tabel 2.1 Baku mutu air limbah bagi usaha dan/atau kegiatan yang belum memiliki baku mutu air limbah yang ditetapkan**

Parameter	Satuan	Golongan	
		I	II
Temperatur	°C	38	40
Zat padat larut (TDS)	mg/L	2.000	4.000
Zat padat suspensi	mg/L	200	400
pH	-	6,0 – 9,0	6,0 – 9,0
Besi terlarut (Fe)	mg/L	5	10
Mangan terlarut (Mn)	mg/L	2	5
Barium (Ba)	mg/L	2	3
Tembaga (Cu)	mg/L	2	3
Seng (Zn)	mg/L	5	10
Krom heksavalen (Cr <sup>6+</sup> )	mg/L	0,1	0,5
Krom total (Cr)	mg/L	0,5	1
Cadmium (Cd)	mg/L	0,05	0,1
Air raksa (Hg)	mg/L	0,002	0,005
Timbal (Pb)	mg/L	0,1	1
Stanum (Sn)	mg/L	2	3
Arsen (As)	mg/L	0,1	0,5
Selenium (Se)	mg/L	0,005	0,5
Nikel (Ni)	mg/L	0,2	0,5
Kobalt (Co)	mg/L	0,4	0,6
Sianida (CN)	mg/L	0,05	0,5
Sulfida (H <sub>2</sub> S)	mg/L	0,5	1
Fluorida (F)	mg/L	2	3
Klorin bebas (Cl <sub>2</sub> )	mg/L	1	2
Amonia-Nitrogen (NH <sub>3</sub> -N)	mg/L	5	10
Nitrat (NO <sub>3</sub> -N)	mg/L	20	30
Nitrit (NO <sub>2</sub> -N)	mg/L	1	3
Total nitrogen	mg/L	30	60
BOD <sub>5</sub>	mg/L	50	150
COD	mg/L	100	300
Senyawa aktif biru metilen	mg/L	4	10
Fenol	mg/L	0,5	1
Minyak & Lemak	mg/L	10	20
Total Bakteri Koliform	MPN/100 mL	10.000	

Batasan parameter untuk mengevaluasi pencemaran air adalah:

a. Suhu

Suhu dalam kondisi normal lebih rendah dibandingkan dengan suhu lingkungan, itulah sebabnya air akan terasa dingin jika disentuh. Apabila suhu air terus berubah, bisa dipastikan air tersebut sudah tercemar.

- b. **Kekeruhan**  
Secara umum kekeruhan terjadi disebabkan oleh pengaruh lingkungan sekitar, kemungkinan karena adanya zat terlarut di dalam tanah ataupun resapan air permukaan yang sudah tercemar oleh bahan organik ataupun anorganik yang tidak tersaring oleh tanah.
- c. **Warna**  
Air yang bersih tidak akan berwarna. Apabila air bersih sudah berubah warna maka dapat dipastikan bahwa air sudah tercemar.
- d. **Bau**  
Air yang murni dan sehat tidak akan menimbulkan bau. Jika sudah tercemar oleh zat polutan, air tersebut akan menimbulkan bau busuk dan menyengat.
- e. **pH**  
pH dapat mempengaruhi kehidupan biologi dalam air. Bila terlalu rendah atau terlalu tinggi dapat mematikan kehidupan mikroorganisme. pH normal untuk kehidupan air adalah 6–9.
- f. **BOD (*Biochemical Oxygen Demand*)**  
BOD adalah banyaknya jumlah oksigen yang dibutuhkan untuk menguraikan bahan organik oleh organisme. Semakin tinggi jumlah oksigen yang dibutuhkan akan menunjukkan sisa oksigen terlarut semakin kecil. Pencemaran oleh zat organik akan mengakibatkan kematian pada biota air, karena kebutuhan oksigen digunakan untuk proses penguraian.
- g. **COD (*Chemical Oxygen Demand*)**  
COD adalah banyaknya jumlah oksigen yang dibutuhkan untuk menguraikan bahan organik dengan oksidator kimia seperti kalium dikromat sebagai sumber oksigen.
- h. **TSS (*Total Suspended Solid*)**  
TSS adalah material padatan yang dapat menyebabkan kekeruhan air, yang tidak dapat mengendap secara langsung. Nilai konsentrasi TSS yang tinggi dapat menurunkan aktivitas fotosintesis karena matahari yang sulit menembus ke dasar perairan.

Tanda bahwa air alami telah tercemar adalah adanya perubahan atau tanda-tanda yang terlihat melalui:

- a. penyesuaian suhu air
- b. penyesuaian pH atau konsentrasi ion hidrogen.
- c. perubahan variasi warna, bau dan rasa air
- d. timbulnya endapan, koloid, bahan terlarut
- e. keberadaan mikroorganisme.
- f. memperluas radioaktif air lingkungan

Sumber kontaminasi air terdiri dari:

- a. Rumah (Keluarga)

Merupakan kontaminasi yang berasal dari pembuangan air kotor dari kamar kecil, jamban dan dapur

- b. Industri

Secara umum, jenis kontaminasi air dari industri dapat dikumpulkan sebagai berikut:

- a) Fisik

Pasir atau lumpur dicampur dalam air limbah

- b) Kimia

Polutan yang tidak aman: Merkuri (Hg), Kadmium (Cd), Timbal (Pb), pestisida dan logam berat lainnya.

- c) Mikroba

Berbagai macam mikroba, parasit dan lain-lain. Misalnya yang berasal dari fasilitas industri yang berinteraksi dengan hewan peliharaan, rumah potong hewan dan penirisan sapi.

- d) Radioaktif

Beberapa bahan radioaktif dibuat oleh pembangkit listrik tenaga air.

- c. Hortikultura dan Perkebunan

Pencemaran air dari agribisnis/perkebunan dapat berupa:

- a) Sintetis

Misalnya dari pemanfaatan kompos, pestisida misalnya (DDT, Dieldrin dan lain-lain).

b) Mikroba

Misalnya, infeksi, mikroorganisme, parasit dari hewan peliharaan, kompos, dan cacing tambang di situs manor.

c) Zat Radioaktif

Diperoleh dari pemanfaatan zat radioaktif yang digunakan dalam proses pematangan produk organik untuk mendapatkan bibit unggul, dan mempercepat perkembangan tanaman. Atom (NPP) juga dapat menyebabkan pencemaran air.

#### 2.4 Sulfida ( $S^{2-}$ )

Sulfida adalah suatu zat tidak berwarna, gas beracun, mudah terbakar yang memiliki karakteristik bau telur busuk. Penyerapan utama sulfida adalah melalui jalur inhalasi. Ketika udara mengandung sulfida dihirup, udara tersebut akan diserap ke dalam aliran darah dan didistribusikan ke seluruh tubuh. Manusia biasanya dapat mencium bau sulfida pada konsentrasi rendah di udara yaitu antara 0,0005 dan 0,3 ppm dan konsentrasi ambang batas bau sulfida dalam air bersih adalah antara 0,025 dan 0,25 g/L (Puspasar dkk, 2019).

Konsentrasi sulfida pada perairan alami dengan cepat menurun karena oksidasi oleh oksigen udara terlarut dalam air dan proses biokimia. Oleh karena itu, keberadaan sulfida di perairan alami merupakan indikasi kekurangan oksigen akut dan perkembangan hewan air yang terhambat hingga dapat menyebabkan mati lemas. Toksisitas tinggi sulfida dan bau yang tidak sedap membuat air tidak dapat diterima untuk pasokan air minum dan untuk penggunaan rumah tangga (Al Khazaal dkk, 2019).

Sulfida dapat dibentuk secara alami seperti berasal dari gas gunung berapi, mata air belerang, rawa, dalam minyak mentah dan gas alam atau akibat dari aktivitas manusia seperti: gas dari pabrik pengolahan limbah, industri penyulingan minyak bumi, dan pabrik petrokimia. Sulfida sering hadir dalam air tanah dan sedimen. Sulfida dihasilkan oleh dekomposisi bahan organik dan bakteri reduksi sulfat. Sulfida dapat ditemukan di air limbah industri atau kota.

Empat kategori sulfida dalam air, air limbah, dan sedimen dapat didefinisikan sebagai berikut (Ertek dkk, 2012):

a. Sulfida total

Sulfida total termasuk  $H_2S$  dan  $H_2S$  terlarut dan asam-sulfida logam yang mudah menguap hadir dalam partikel.  $pK_{a2}$   $H_2S$  sangat tinggi sehingga konsentrasi sulfida dapat diabaikan pada semua nilai pH. Tembaga dan perak sulfida sangat tidak larut sehingga tidak merespon dalam penentuan sulfida biasa. Tembaga dan perak sulfida biasanya diabaikan untuk tujuan praktis.

b. Sulfida terlarut

Sulfida terlarut adalah sulfida yang tersisa setelah padatan tersuspensi dihilangkan dengan flokulasi dan pengendapan. Flokulasi dan pengendapan digunakan untuk memisahkan sulfida terlarut dan partikulat karena sulfida dapat teroksidasi selama filtrasi. Sentrifugasi juga dapat digunakan.

c. Sulfida volatil asam

Sulfida volatil asam terdiri dari monosulfida besi amorf, mackinawite ( $FeS$ ), greigite ( $Fe_3S_4$ ), dan pyrrhotite ( $FeS$ ), dan monosulfida amorf dari logam lainnya. Pirit, mineral besi sulfida lainnya, tidak termasuk dalam asam volatile sulfida.

d. Hidrogen sulfida yang tidak terionisasi

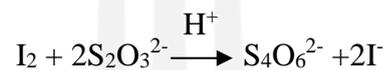
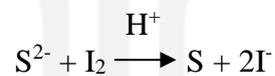
Hidrogen sulfida yang tidak terionisasi dapat dihitung dari konsentrasi sulfida terlarut, pH sampel, dan konsentrasi konstanta ionisasi disional  $H_2S$ .

Pengujian sulfida bisa dilakukan dengan beberapa cara seperti uji sulfida dengan biru metilen secara spektrofotometri sesuai SNI 6989.70:2009, dimana metode ini digunakan untuk penentuan total sulfida ( $S^{2-}$ ) dalam air dan air limbah pada kadar 0,02 mg/L sampai dengan 1 mg/L. Prinsip dari metode ini adalah sulfida bereaksi dengan ferri klorida dan dimetil-p-fenilendiamina membentuk senyawa berwarna biru metilen, yang kemudian diukur pada panjang gelombang 664 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

## 2.5 Metode Iodometri

Metode yang digunakan pada pengujian sulfida menggunakan titrasi iodometri sesuai SNI 6989.75:2009. Prinsip analisisnya yaitu iodine secara berlebihan ditambahkan ke dalam contoh uji yang mengandung sulfida, kelebihan iodine dititrasi dengan natrium tiosulfat. Titrasi iodometri adalah metode umum untuk menentukan konsentrasi zat pengoksidasi dalam larutan. Iodometri melibatkan titrasi tidak langsung iodine yang dibebaskan melalui reaksi dengan analit, sedangkan iodimetri melibatkan titrasi langsung menggunakan iodine sebagai titran (Dioha dkk, 2011).

Titrasi iodometri menggunakan natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) sebagai zat pereduksi karena digunakan khusus untuk titrasi iodine. Dalam titrasi iodometri, larutan kanji digunakan sebagai indikator karena dapat menyerap  $\text{I}_2$  yang dilepaskan. Penyerapan ini akan menyebabkan larutan berubah warna dari biru tua menjadi tidak berwarna bila dititrasi dengan larutan standar tiosulfat. Hal ini menunjukkan titik akhir titrasi. Persamaan reaksi yang terjadi dapat dilihat pada persamaan berikut ini.



Iodometri umumnya digunakan untuk menganalisis konsentrasi zat pengoksidasi dalam sampel air, seperti saturasi oksigen dalam studi ekologi atau klorin aktif dalam analisis air kolam renang (Dioha dkk, 2011).

Metode titrasi iodometri ini, memerlukan bahan yang memiliki sifat pengoksidasi. Sifat pengoksidasi ini berarti dapat atau mampu melepaskan elektron yang dimiliki oleh senyawa lain. Metode titrasi iodometri dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut (Nepal dkk, 2013):

1. Bahan pengoksidasi dalam metode titrasi iodometri akan dilarutkan dalam suatu pelarut.
2. Setelah itu larutan akan diasamkan menggunakan asam klorida, asam asetat, atau asam sulfat.
3. Setelah itu, dilakukan penambahan klorin.

4. Kemudian campuran tersebut dibiarkan selama beberapa menit di tempat yang gelap.

Proses yang terjadi kemudian adalah iodida akan dilepaskan kemudian dititrasi dengan natrium tiosulfat. Natrium tiosulfat ini akan menjadi reduktor karena larutan menjadi kuning dan menjadi lebih encer.

5. Selanjutnya dilakukan penambahan larutan kanji
6. Setelah itu dilakukan titrasi sampai warna larutan menjadi bening.

Cara kerja metode titrasi ini membutuhkan penunjang lain yang harus diperhatikan yaitu kelengkapan bahan, serta alat titrasi yang akan digunakan.

## 2.6 Verifikasi Metode

Verifikasi merupakan konfirmasi ulang dengan cara menguji suatu metode dengan melengkapi bukti-bukti yang ada, apakah metode tersebut sudah memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan atau tidak. Verifikasi sebuah metode memiliki tujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut hingga diperoleh hasil yang valid. Verifikasi juga mempunyai tujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja. Hal tersebut dikarenakan setiap laboratorium memiliki kondisi, kompetensi personil dan kerja alat yang berbeda (Riyanto, 2014). Parameter minimal yang harus dipenuhi adalah presisi dan akurasi (ketepatan) (Sa'adah dan Winata, 2010). Verifikasi metode pengujian sulfida ( $S^{2-}$ ) dalam air limbah secara iodometri di Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo ini menggunakan parameter presisi, akurasi, serta estimasi ketidakpastian pengukuran.

### 2.6.1 Presisi

Presisi atau *precision* adalah ukuran yang dapat menunjukkan derajat kesesuaian atau nilai kedekatan antara hasil uji individual, yang diukur melalui penyebaran hasil individual dari rerata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang telah homogen. Presisi diukur sebagai baku relatif (koefisien variasi) atau simpangan baku. Presisi dapat dinyatakan sebagai *reproducibility* (ketertiruan) atau *repeatability* (keterulangan).

*Repeatability* merupakan keseksamaan metode yang dilakukan berulang

dengan interval waktu yang singkat. Penilaian dilakukan dengan cara pelaksanaan penetapan terpisah yang lengkap dengan sampel-sampel yang identik yang berasal dari *batch* yang sama, lalu memberikan ukuran keseksamaan pada kondisi yang normal.

*Reproducibility* adalah keseksamaan metode yang dilakukan dengan metode yang sama dengan kondisi yang berbeda. Dilakukan oleh laboratorium yang berbeda dengan alat, bahan pereaksi, pelarut yang berbeda. Pengujian dilakukan terhadap sampel yang dianggap identik yang diperoleh dari *batch* yang sama (Riyanto, 2016).

Kebijakan di Laboratorium Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo yaitu hasil pengujian presisi dapat dikatakan baik jika nilai *Relative Standard Deviation* (RSD) sebesar  $< 10\%$ . Menurut Ermer dan Miller (2005) presisi dinyatakan dengan nilai SD (*Standard Deviation*) atau RSD (*Relative Standard Deviation*) dari serangkain data paling sedikit enam pengulangan sampel yang diambil dari beberapa campuran sampel dengan matriks yang homogen. Suatu metode dikatakan baik apabila diperoleh nilai RSD  $< 2\%$ . Nilai presisi dengan uji 2 kali pengulangan dapat dinyatakan dalam bentuk RPD (*Relative Percent Difference*) dengan rumus sebagai berikut :

$$\%RPD = \frac{X_1 - X_2}{(X_1 + X_2)/2} \times 100\%$$

Keterangan:

$X_1$  = Nilai pengujian paling tinggi

$X_2$  = Nilai pengujian paling rendah

Sedangkan presisi dengan uji lebih dari 2 kali pengulangan dapat dinyatakan dalam bentuk RSD (*Relative Standar Deviation*) dengan rumus sebagai berikut :

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

Keterangan:

SD = Standar deviasi

X = Rata-rata dari suatu nilai penujian

### 2.6.2 Akurasi

Akurasi merupakan suatu ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan antara hasil pengujian atau hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan dengan persen perolehan kembali (%*recovery*) analit yang ditambahkan. Akurasi adalah ketepatan antara nilai yang terukur dengan nilai sebenarnya. Penentuan akurasi dapat ditentukan dengan dua cara yaitu dengan metode adisi (penambahan bahan baku) atau dengan metode *spiking* (simulasi) (Harmita, 2014).

Penambahan bahan baku (adisi) yaitu penambahan standar ke dalam analit yang diuji kemudian dicampur dan dianalisis lagi. Metode adisi tidak memerlukan blangko lagi. Metode adisi tidak dapat digunakan apabila penambahan dapat mengganggu pengukuran. Selisih kedua hasil yang diperoleh dibandingkan dengan nilai sebenarnya. *Recovery* dinyatakan sebagai rasio antara hasil yang diperoleh dengan hasil sebenarnya. Persyaratan *recovery* biasanya tidak lebih dari 5% (Riyanto, 2016).

Uji akurasi dengan menggunakan metode adisi dilakukan dengan menggunakan cara sampel dianalisis kemudian standar dalam jumlah tertentu yang diperiksa ditambahkan kedalam sampel, dicampur kemudian di analisis lagi. Selisih keduanya dibandingkan dengan nilai sebenarnya. Standar yang digunakan atau ditambahkan ke dalam sampel harus memiliki sifat-sifat, sebagai berikut:

1. Larutan standar yang ditambahkan ke sampel (*spike*) memiliki kemurnian yang tinggi.
2. Mempunyai matrik yang hampir sama dengan sampel
3. Kelarutan hampir sama dengan sampel.

Uji akurasi dengan menggunakan metode simulasi dapat dilakukan dengan cara menambahkan analit bahan murni ke dalam placebo kemudian hasilnya dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (Riyanto, 2016). Penentuan batasan uji persen perolehan kembali (*recovery*) melalui bagan kendali belum ditentukan oleh laboratorium yang melakukan pengujian maka sebagai batasan awal (*starting point*) dapat dilakukan berdasarkan Tabel 2.2.

**Tabel 2.2 Penentuan Batasan Awal %R**

<b>Kadar (unit)</b>	<b>Batas maksimum %R</b>
100%	98-101
10%	95-102
1%	92-105
0,1%	90-108
0,01% (100 ppm)	85-110
10 ppm	80-115
1 ppm	75-120
10 ppb	70-125

Sumber: (AOAC, 2002)

Nilai %*recovery* dapat ditentukan menggunakan rumus:

$$\%Recovery = \frac{\text{Nilai terukur}}{\text{Nilai target}} \times 100\%$$

Penentuan standar harus matriks dan kelarutannya harus hampir sama dengan sampel dan memiliki kemurnian yang tinggi (Riyanto, 2017).

### **2.6.3 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran**

Ketidakpastian pengukuran merupakan suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang di dalamnya memiliki nilai benar. Ketidakpastian juga menunjukkan bahwa suatu laboratorium telah memperhitungkan faktor-faktor kesalahan dalam penentuan nilai benar. Ketidakpastian memadukan berbagai kesalahan dalam pengujian dalam pengujian yang dijadikan suatu kesatuan dalam 38 rentang tunggal. Pengukuran rentang ketidakpastian dikenal sebagai pengukuran ketidakpastian (Pramono, 2014).

Ketidakpastian adalah parameter yang menetapkan rentang nilai yang perhitungannya disebut sebagai estimasi ketidakpastian dan didalamnya dapat diperkirakan nilai benar yang diukur itu berada. Ketidakpastian ini merupakan perpaduan dari semua kesalahan yang diketahui menjadi satu rentang tunggal. Ada 2 kategori komponen ketidakpastian, yaitu tipe A (dari data primer) dan tipe B (dari data sekunder) berdasarkan informasi yang dapat dipercaya seperti dari pabrik, buku literatur, jurnal internet, dan lain sebagainya (Sussana, 2010).

Kesalahan yang umumnya terjadi pada proses pengujian yaitu kesalahan sistematis yang merupakan kesalahan yang berkaitan dengan alat-alat yang digunakan dalam pengujian dan cara pengujian yang dilakukan dalam pengujian. Sumber-sumber ketidakpastian berasal dari sampling, peralatan, instrumen, preparasi sampel, personil serta adanya kesalahan baik acak maupun sistematis. Ketidakpastian pengukuran ditentukan menggunakan diagram tulang ikan atau fish bone (Pramono, 2014).



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Alat**

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah : buret 50 mL, pipet ukur 5 mL dan 25 mL, labu ukur 100 mL dan 1000 mL, Erlenmeyer 250 mL, gelas piala 100 mL dan 200 mL, mikropipet, timbangan analitik, pengaduk kaca, spatula, kaca arloji, statif dan klem, propipet, *magnetic stirrer*.

#### **3.2 Bahan**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah : sampel air limbah, air bebas sulfida, larutan iodin ( $I_2$ ) 0,1 N, larutan asam klorida (HCl) 6 N, *potassium hydrogen diiodate*, asam salisilat ( $C_7H_6O_3$ ), asam sulfat ( $H_2SO_4$ ), larutan kalium iodida (KI), padatan natrium hidroksida (NaOH), larutan baku iodine ( $I_2$ ) 0,0250 N, larutan natrium tiosulfat ( $Na_2S_2O_3$ ) 0,0250 N, larutan baku bi-iodat 0,0250 N, kalium iodida (KI), asam salisilat, larutan kanji.

#### **3.3 Prosedur Penelitian**

##### **3.3.1 Pembuatan Larutan Baku Iodin ( $I_2$ ) 0,0250 N**

Larutan iodin 0,1 N dipipet sebanyak 25 mL dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, diencerkan dengan air bebas sulfida hingga tanda tera dan dihomogenkan.

##### **3.3.2 Pembuatan Larutan Natrium Tiosulfat ( $Na_2S_2O_3$ ) 0,0250 N**

Natrium tiosulfat ditimbang sebanyak 6,2050 gram dan dilarutkan dengan air bebas sulfida. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, kemudian ditambahkan 0,4 gram NaOH padatan yang sudah dilarutkan dengan air bebas sulfida dan ditepatkan sampai tanda tera kemudian dihomogenkan. Larutan distandardisasi dengan kalium bi-iodat.

##### **3.3.3 Pembuatan Larutan Baku Kalium Bi-Iodat 0,0250 N**

*Potassium hydrogen di-iodate* ditimbang sebanyak 0,0812 gram dan dilarutkan dengan air bebas sulfida. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditepatkan sampai tanda tera kemudian dihomogenkan.

### **3.3.4 Pembuatan Larutan Kanji**

Kanji ditimbang sebanyak 0,5 gram dan asam salisilat 0,05 gram, kemudian dilarutkan dengan 100 mL air bebas sulfida panas.

### **3.3.5 Standardisasi Larutan Natrium Tiosulfat dengan Kalium Bi-iodat**

Kalium iodida ditimbang sebanyak 2 gram dan dilarutkan ke dalam erlenmeyer 250 mL dengan 150 mL air bebas sulfida, kemudian ditambahkan 3 tetes asam sulfat pekat dan 20 mL kalium bi-iodat. Larutan diaduk hingga homogen kemudian tempatkan di dalam ruang gelap selama 5 menit dan diencerkan dengan air bebas sulfida hingga 300 mL. Titrasi dengan natrium tiosulfat 0,0250 N hingga warna berubah menjadi kuning muda, kemudian ditambah 5 mL indikator kanji maka akan terjadi perubahan warna menjadi biru tua dan dititrasi kembali hingga titik akhir yang ditandai dengan hilangnya warna biru menjadi tidak berwarna.

### **3.3.6 Standardisasi Larutan Baku Iodin**

Larutan iodin dipipet sebanyak 25 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambahkan 100 mL air bebas sulfida. Larutan dititrasi dengan natrium tiosulfat 0,0250 N hingga warna berubah menjadi kuning muda, kemudian ditambah 5 tetes indikator kanji maka akan terjadi perubahan warna menjadi biru tua dan dititrasi Kembali hingga titik akhir yang ditandai dengan hilangnya warna biru menjadi tidak berwarna.

### **3.3.7 Pengujian Sulfida**

Larutan iodin dipipet sebanyak 5 mL dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambahkan 20 mL air bebas sulfida, 2 mL HCl 6 N dan 200 mL sampel. Larutan dititrasi dengan natrium tiosulfat 0,0250 N hingga warna berubah menjadi kuning muda, kemudian ditambah 3 tetes indikator kanji maka akan terjadi perubahan warna menjadi biru tua dan dititrasi Kembali hingga titik akhir yang ditandai dengan hilangnya warna biru menjadi tidak berwarna.

### 3.3.8 Kadar Sulfida (S<sup>-2</sup>) (SNI 6989.75:2009) Metode Iodometri

Perhitungan kadar sulfida menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{mgS}^{-2}/\text{L} = [(A \times B) - (C \times D)] \times \frac{16000}{V} \times \frac{V_2}{V_1}$$

Keterangan:

- A adalah volume larutan iodine (mL);
- B adalah normalitas larutan iodine (mL);
- C adalah volume larutan natrium tiosulfat (mL);
- D adalah normalitas natrium tiosulfat;
- V adalah volume contoh uji (mL);
- V<sub>2</sub> adalah volume akhir (mL);
- V<sub>1</sub> adalah volume awal (mL).

### 3.3.9 Presisi

Pengujian presisi yang dilakukan adalah uji keterulangan (*repeatability*). Uji presisi dilakukan menggunakan cara sampel yang sama dianalisis sebanyak 7 kali dengan prosedur yang sama setiap sampel. Standar deviasi atau simpangan baku dihitung kemudian ditentukan nilai *Relative Standard Different* (%RSD). Hasil perhitungan persen *Relative Standard Different* (%RSD). Penentuan nilai %RSD menggunakan rumus :

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

Keterangan:

- SD Standar deviasi
- X Rata-rata dari suatu nilai penujian

### 3.3.10 Akurasi

Pengujian akurasi dilakukan dengan metode adisi, dengan langkah sebagai berikut. Larutan iodine dipipet sebanyak 5 mL dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambahkan 20 mL air bebas sulfida, 2 mL HCl 6 N dan 200 mL sampel. Larutan dititrasi dengan natrium tiosulfat 0,0250 N hingga warna berubah menjadi kuning muda, kemudian ditambah 3 tetes indikator kanji maka akan terjadi

perubahan warna menjadi biru tua dan dititrasi Kembali hingga titik akhir yang ditandai dengan hilangnya warna biru menjadi tidak berwarna.

Penentuan nilai %*Recovery* menggunakan rumus:

$$\%Recovery = \frac{\text{Nilai terukur}}{\text{Nilai target}} \times 100\%$$



## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Verifikasi metode pengujian sulfida dalam air limbah secara iodometri memiliki prinsip yaitu iodine secara berlebih ditambahkan ke dalam contoh uji yang mengandung sulfida, kelebihan iodine dititrasi dengan natrium tiosulfat. Adapun tujuan dari dilakukan verifikasi ini untuk mengetahui hasil kadar sulfida dalam air limbah dan mengetahui kesesuaian hasil verifikasi metode penentuan kandungan sulfida dengan parameter nilai presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian pengukuran berdasarkan SNI 6989.75:2009.

#### **4.1 Penentuan Kadar Sulfida**

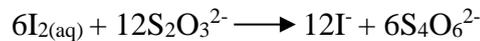
##### **4.1.1 Standardisasi Larutan Natrium Tiosulfat dengan Kalium Bi-Iodat**

Standardisasi larutan merupakan proses saat konsentrasi larutan standar sekunder ditentukan dengan tepat dengan cara menitrasi dengan larutan standar primer (Kenkel, 2003). Standardisasi dilakukan untuk mengetahui konsentrasi yang tepat dan pasti dari suatu standar sekunder. Larutan standar sekunder adalah larutan standar yang dipersiapkan dengan menimbang dan melarutkan suatu zat tertentu dengan kemurnian relatif rendah sehingga konsentrasi diketahui dari hasil standardisasi (Khopkar, 2008).

Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  distandardisasi dengan cara mereaksikan larutan kalium bi-iodat yang merupakan larutan standar primer. Larutan natrium tiosulfat distandardisasi terhadap kalium bi-iodat dengan penambahan kalium iodida dan asam sulfat pekat. Kalium bi-iodat mengoksidasi ion iodida dalam suasana asam menjadi jumlah iodine yang setara. Iodine yang terbentuk dalam reaksi dititrasi dengan natrium tiosulfat menghasilkan natrium tetrathionat dan titik akhir dideteksi dengan penambahan indikator kanji. Perubahan warna yang terjadi pada titrasi kali ini yaitu larutan berwarna kuning pekat menjadi kuning muda setelah dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat, kemudian berubah warna menjadi biru tua karena penambahan indikator kanji, dan dititrasi kembali dengan larutan natrium tiosulfat sehingga warna larutan berubah menjadi tidak berwarna. Persamaan reaksi yang terjadi pada standardisasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  terhadap larutan  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$  sebagai berikut:



(Kuning pekat)



(Kuning muda - Biru tua)      (Biru tua - Tidak berwarna)

Hasil standardisasi yang telah dilakukan diperoleh konsentrasi natrium tiosulfat sebesar 0,0262 N, dapat dilihat pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1 Hasil Standardisasi Larutan Natrium Tiosulfat**

No	V KH(IO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> (mL)	N KH(IO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	V Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	N Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1	20	0,0250	19,65	0,0254

#### 4.1.2 Standardisasi Larutan Baku Iodin (I<sub>2</sub>)

Standardisasi iodin dengan natrium tiosulfat dilakukan bertujuan untuk mengetahui konsentrasi I<sub>2</sub> yang akan digunakan sebagai larutan baku untuk menentukan kadar sulfida. Reaksi yang terjadi antara iodin dengan natrium tiosulfat yang mana natrium tiosulfat akan dioksidasi oleh iodin menjadi tetratonat dan iodin akan direduksi menjadi iodida. Persamaan reaksi yang terjadi pada standardisasi I<sub>2</sub> dengan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebagai berikut:



(Kuning muda - Biru tua)      (Biru tua - Tidak berwarna)

Hasil rata-rata dari standardisasi larutan iodin diperoleh konsentrasi iodin sebesar 0,0262 N, dapat dilihat pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2 Hasil Standardisasi Larutan Iodin**

No	V Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	N Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	V I <sub>2</sub> (mL)	N I <sub>2</sub>
1	25,5	0,0254	25	0,0260
2	26	0,0254	25	0,0265
<b>Rata-rata</b>				0,0262

#### 4.1.3 Kadar Sulfida

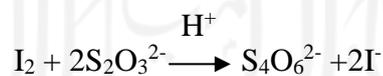
Prinsip analisis dari pengujian sulfida yaitu iodin secara berlebih ditambahkan ke dalam contoh uji yang mengandung sulfida, kelebihan iodin

dititrasi dengan natrium tiosulfat. Saat titrasi dilakukan limbah yang mengandung sulfida akan direaksikan dengan larutan iodin dalam suasana asam, karena iodin akan bereaksi dengan ion hidroksida untuk menghasilkan ion iodida dan iodat (Ciesielski dan Zakrzewski, 2006). Sulfida akan dioksidasi menjadi sulfur dan iodin tereduksi akan berubah menjadi ion iodida, dan iodin sisa yang tidak bereaksi dengan sulfida kemudian ditentukan oleh titrasi dengan natrium tiosulfat menggunakan larutan kanji sebagai indikator (Kolthoff dll, 1969).

Penambahan indikator kanji dilakukan pada saat akan mendekati titik akhir yaitu ketika larutan yang dititrasi telah berubah warna menjadi kuning muda, hal ini dilakukan untuk mengurangi kesalahan pada saat titrasi karena jika penambahan dilakukan di awal titrasi akan menyebabkan terbentuk senyawa kompleks antara iodin dengan indikator kanji, sehingga akan lebih banyak membutuhkan titran untuk memutuskan ikatan senyawa kompleks tersebut dan akan menyulitkan pada saat menentukan titik akhir titrasinya. Perubahan warna yang terjadi pada titrasi kali ini yaitu larutan berwarna kuning pekat menjadi kuning muda setelah dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat, kemudian berubah warna menjadi biru tua karena penambahan indikator kanji, dan dititrasi kembali dengan larutan natrium tiosulfat sehingga warna larutan berubah menjadi tidak berwarna. Persamaan reaksi yang terjadi dapat dilihat berikut ini.



(Kuning pekat)



(Kuning muda - Biru tua)      (Biru tua - Tidak berwarna)

Pengujian ini dilakukan pada sampel air limbah yang mengandung sulfida. Hasil pengujian dapat dilihat pada Tabel 4.3. Hasil rata-rata kadar sulfida dalam air limbah secara iodometri diperoleh sebesar 1,7594 mg/L. Hasil tersebut sudah memenuhi syarat dari penggunaan metode ini yaitu untuk menentukan kadar sulfida dalam air limbah yang memiliki kadar di atas 1,0 mg/L diatur dalam SNI

6989.75:2009. Hasil tersebut juga menunjukkan bahwa air limbah memiliki kadar sulfida diatas baku mutu yang ditetapkan oleh Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 5 Tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah Golongan I yaitu kadar maksimal 0,5 mg/L, dan juga Golongan II dengan kadar maksimal 1,0 mg/L, dari hasil pengujian ini dapat disimpulkan bahwa sampel air limbah telah terkontaminasi sulfida. Kadar sulfida yang melebihi batas baku mutu dapat memberikan efek yang sangat berbahaya lebih bagi Kesehatan seperti dapat mengakibatkan hilangnya kesadaran, kerusakan otak permanen atau bahkan kematian. Tingginya kadar sulfida yang terkandung di dalam air limbah memerlukan metode yang bisa digunakan untuk menghilangkan sulfida tersebut, umumnya absorpsi menggunakan pelarut padat, senyawa filter, atau penjerapan dengan air, mencampurkan gas oksigen dan senyawa amin, alkali, kaustik, oksidasi kimia (Nursalim dan LaOde, 2011). Oksidan kimia yang bisa digunakan adalah hidrogen peroksida, natrium hipoklorit, pottasium permanganat, dan lumpur merah.

**Tabel 4.3 Hasil Kadar Sulfida dalam Air Limbah**

Sampel	V I <sub>2</sub> (mL)	N I <sub>2</sub>	V Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	N Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	V Contoh Uji (mL)	Kadar S <sup>2-</sup> (mg/L)
1	5	0,0262	4,2	0,0254	200	1,9338
2	5	0,0262	4,3	0,0254	200	1,7303
3	5	0,0262	4,3	0,0254	200	1,7303
4	5	0,0262	4,4	0,0254	200	1,5267
5	5	0,0262	4,2	0,0254	200	1,9338
6	5	0,0262	4,3	0,0254	200	1,7303
7	5	0,0262	4,3	0,0254	200	1,7303
<b>Rata-rata</b>						1,7594

## 4.2 Verifikasi Metode

### 4.2.1 Presisi

Penentuan presisi pada pengujian kadar sulfida pada air limbah secara iodometri dinyatakan dengan keterulangan (*repeatability*). Keterulangan atau *repeatability* merupakan keseksamaan metode yang dilakukan berulang kali oleh analis yang sama dengan interval waktu yang pendek (Riyanto, 2016). Uji presisi untuk penentuan sulfida dalam air limbah dilakukan pengulangan sebanyak tujuh kali dengan perlakuan yang sama sehingga nilai presisi dinyatakan dalam %RSD.

Data hasil penentuan presisi dapat dilihat pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.4 Hasil Penentuan Presisi**

Sampel	Volume Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	Kadar S <sup>2-</sup> (mg/L)	Rata-rata (X-Xrata-rata)	(X-Xrata-rata) <sup>2</sup>	
1	4,2	1,9338	0,1745	0,0304	
2	4,3	1,7303	-0,0291	0,0008	
3	4,3	1,7303	-0,0291	0,0008	
4	4,4	1,5267	1,7595	-0,2327	0,0541
5	4,2	1,9338	0,1745	0,0304	
6	4,3	1,7303	-0,0291	0,0008	
7	4,3	1,7303	-0,0291	0,0008	
<b>Jumlah</b>				0,1184	
<b>Rata-rata</b>				0,0169	
<b>SD</b>				0,1405	
<b>%RSD</b>				7,98	
<b>CV Horwitz</b>				14,6957	
<b>2/3 CV Horwitz</b>				9,80	

Hasil uji presisi yang diperoleh %RSD disajikan pada Tabel 4.4 diperoleh nilai %RSD sebesar 7,98%. Syarat keberterimaan nilai %RSD yang baik yaitu ≤10% (DLH Kabupaten Sukoharjo), hal ini menunjukkan bahwa metode pengujian memiliki presisi yang baik karena hasil yang diperoleh ≤10% dan memenuhi syarat keberterimaan.

#### 4.2.2 Akurasi

Akurasi merupakan suatu ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan antara hasil pengujian atau hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya yang dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (%R) terhadap standar yang ditambahkan ke dalam analit. Hasil uji %recovery dapat dilihat pada Tabel 4.5.

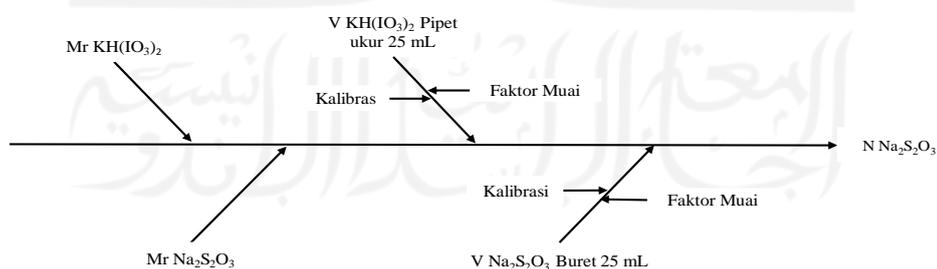
**Tabel 4.5 Hasil Uji Akurasi**

Sampel	Volume Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	Kadar S <sup>2-</sup> (mg/L)	Nilai target	%R	Rata-rata %R
1	4,2	1,9338	2	96,69	
2	4,3	1,7303	2	86,51	
3	4,3	1,7303	2	86,51	
4	4,4	1,5267	2	76,34	87,97
5	4,2	1,9338	2	96,69	
6	4,3	1,7303	2	86,51	
7	4,3	1,7303	2	86,51	

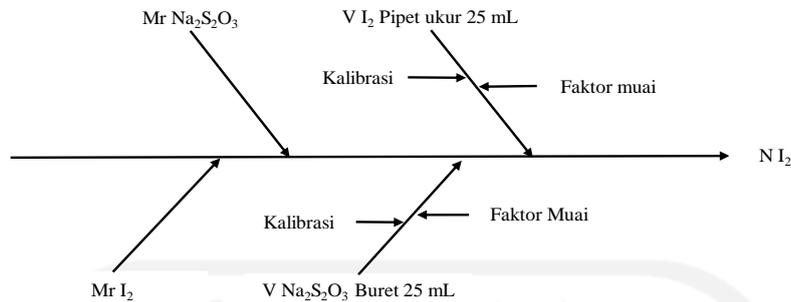
Hasil %*Recovery* yang disajikan pada Tabel 4.5 diperoleh sebesar 87,97%. Nilai akurasi pada metode ini menunjukkan hasil yang baik, terbukti dari nilai %*recovery* yang diperoleh dari metode iodometri masuk atau sesuai ke dalam persyaratan keberterimaan menurut SNI 6989.75:2009 yaitu pada angka 85% hingga 115%.

#### 4.2.3 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

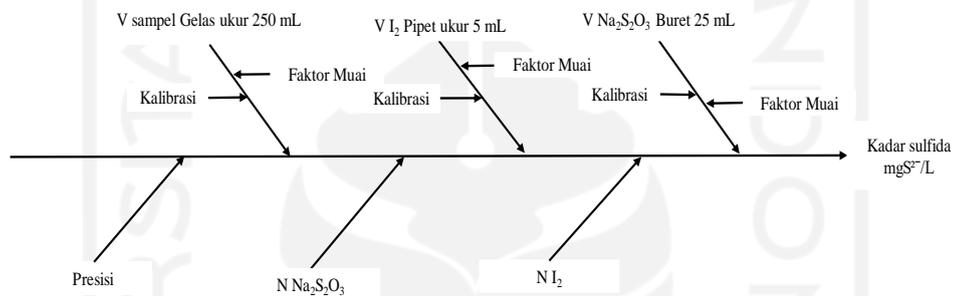
Ketidakpastian pengukuran merupakan suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang didalamnya memiliki nilai benar. Ketidakpastian menunjukkan bahwa suatu laboratorium telah memperhitungkan faktor-faktor kesalahan dalam penentuan nilai benar. Ketidakpastian memadukan berbagai kesalahan dalam pengujian dalam pengujian yang dijadikan suatu kesatuan dalam rentang tunggal. Pengukuran rentang ketidakpastian dikenal sebagai pengukuran ketidakpastian. Menurut Sukirno dan Samin (2015), hal yang perlu dilakukan untuk menentukan ketidakpastian pengukuran dari suatu metode uji dapat dilihat dari sumber yang berkontribusi terhadap ketidakpastian dalam setiap tahapan kegiatan, mengkuantifikasi sumber ketidakpastian setiap komponen, membuat diagram tulang ikan, menghitung ketidakpastian gabungan dari ketidakpastian baku dan menghitung ketidakpastian diperluas. Berikut diagram tulang ikan penentuan estimasi ketidakpastian standardisasi natrium tiosulfat, standardisasi iodin dan penentuan sulfida:



**Gambar 4.1 Diagram Tulang Ikan Standardisasi Natrium Tiosulfat**



**Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan Standardisasi Iodin**



**Gambar 4.3 Diagram Tulang Ikan Penentuan Sulfida**

**Tabel 4.6 Hasil Penentuan Estimasi Ketidakpastian Standardisasi Natrium Tiosulfat**

Sumber Ketidakpastian	Nilai	Satuan	Ketidakpastian Baku	Ketidakpastian Relatif
V Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>3</sub> buret 25 mL	25	mL	0,0227	0,0009
V KH(IO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> pipet ukur 25 mL	20	mL	0,0429	0,0021
Berat molekul Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	158,1076	g/mol	0,0053	0,000034
Berat molekul KH(IO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	373,9112	g/mol	0,0085	0,000023
<b>Ketidakpastian Gabungan</b>				<b>0,0009</b>

**Tabel 4.7 Hasil Penentuan Estimasi Ketidakpastian Standardisasi Iodin**

Sumber Ketidakpastian	Nilai	Satuan	Ketidakpastian Baku	Ketidakpastian Relatif
V Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>3</sub> buret 25 mL	25	mL	0,0227	0,0009
V I <sub>2</sub> pipet ukur 25 mL	25	mL	0,0429	0,0017
Berat molekul I <sub>2</sub>	253,8090	g/mol	0,0059	0,000023
Berat molekul Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	158,1076	g/mol	0,0053	0,000034
<b>Ketidakpastian Gabungan</b>				<b>0,0009</b>

**Tabel 4.8 Hasil Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Sulfida**

Sumber Ketidakpastian	Nilai	Satuan	Ketidakpastian Baku	Ketidakpastian Relatif
V Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> buret 25 mL	25	mL	0,0227	0,0009
V I <sub>2</sub> pipet ukur 5 mL	5	mL	0,0125	0,0025
V sampel gelas ukur 250 mL	200	mL	0,4146	0,0021
Standardisasi Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0254	N	0,0009	0,0359
Standardisasi I <sub>2</sub>	0,0262	N	0,0009	0,0348
%RSD	1,7594	mg/L	0,0531	0,0302
<b>Ketidakpastian Gabungan</b>				0,0029
<b>Ketidakpastian Diperluas</b>				0,0058
<b>Kadar sampel ± ketidakpastian diperluas</b>				1.7594 ± 0.0058

Hasil penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran yang disajikan pada Tabel 4.6, 4.7, dan 4.8 menunjukkan parameter yang mempengaruhi pada sampel yang digunakan dalam pengujian ini. Nilai ketidakpastian gabungan diperoleh dari nilai konsentrasi sebenarnya yang dikalikan dengan  $C_s$  atau akar dari jumlah  $(\mu(x)/x)^2$ . Nilai ketidakpastian diperluas diperoleh dari nilai ketidakpastian gabungan yang dikalikan dengan factor cakupan dari selang kepercayaan 95%, sehingga dari semua sumber ketidakpastian pada penentuan sulfida dalam air limbah diperoleh hasil ketidakpastian gabungan sebesar 0,0029 mg/L dan nilai ketidakpastian diperluas sebesar 0,0058 mg/L, dengan nilai ketidakpastian kadar sulfida sebesar  $1,7594 \pm 0,0058$  mg/L. Syarat keberterimaan ketidakpastian sebesar 0,5278 mg/L, hasil ini telah memenuhi syarat keberterimaan ketidakpastian. Semakin kecil nilai ketidakpastian menunjukkan semakin kecil tingkat kesalahan yang terjadi pada proses analisis.

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil verifikasi metode pengujian sulfida pada air limbah secara iodometri di Dinas Lingkungan Hidup Kabupaten Sukoharjo yang telah dilakukan dapat diraikan sebagai berikut :

1. Kadar sulfida dalam sampel air limbah yang diperoleh sebesar  $1,7595 \pm 0,0095$  mg/L. Berdasarkan SNI 6989.75:2009 kadar sulfida minimum yang di perbolehkan sebesar 1,0 mg/L, hal ini menunjukkan bahwa hasil kadar sulfida telah memenuhi syarat keberterimaan.
2. Hasil verifikasi metode penentuan parameter presisi diperoleh hasil nilai %RSD sebesar 7,98%, syarat keberterimaan nilai %RSD yang baik yaitu  $\leq 10\%$ , hal ini menunjukkan bahwa metode pengujian memiliki presisi yang baik karena hasil yang diperoleh  $\leq 10\%$  dan memenuhi syarat keberterimaan. Nilai  $2/3$  CV Horwitz yang diperoleh sebesar 9,80% dan apabila dibandingkan dengan  $2/3$  CV Horwitz maka nilai %RSD  $\leq$  nilai  $2/3$  CV Horwitz yang artinya nilai presisi dapat diterima. Penentuan akurasi diperoleh nilai %*recovery* sebesar 87,97% dengan syarat keberterimaan sebesar 85-115%. Nilai etimasi ketidakpastian gabungan diperoleh sebesar 0,0029 mg/L dan ketidakpastian diperluas sebesar 0,0058 mg/L, dapat diperoleh hasil nilai ketidakpastian kadar sulfida ( $S^2$ ) yaitu  $1,7594 \pm 0,0058$  mg/L. Syarat keberterimaan ketidakpastian sebesar 0,5278 mg/L, hasil ini telah memenuhi syarat keberterimaan ketidakpastian. Hal ini dapat disimpulkan bahwa data yang diperoleh telah memenuhi kesesuaian dengan SNI 6989.75:2009 atau data telah terverifikasi sehingga dapat digunakan dalam pengujian rutin.

#### 5.2. Saran

Saran dari penelitian yang telah dilakukan yaitu dikarenakan hasil kadar sulfida dalam air limbah melebihi batas baku mutu maka tidak boleh langsung dibuang ke lingkungan terbuka, perlu dilakukan tindakan untuk mengurangi sulfida

pada air limbah agar tidak mencemari lingkungan. Hasil uji sulfida sesuai dengan syarat keberterimaan, maka metode iodometri bisa digunakan secara rutin pada laboratorium. Hanya saja penggunaan bahan kimia dan proses yang lama sehingga perlu adanya metode yang lebih ringkas dan ramah lingkungan seperti menggunakan metode instrumen spektrofotometri UV-Visibel, sehingga perlu dicoba dan diverifikasi hasilnya dan bisa dilakukan perbandingan antara metode iodometri dengan metode instrumen.



## DAFTAR PUSTAKA

- Al-Khazaal, A.Z., Ahmad, F., dan Ahmad N, 2019, Study on the Removal of Thiosulfate from Wastewater by Catalytic Oxidation, *Eng. Technol. Appl. Sci. Res.* 9(2), 4053–4056.
- Arifin, Z., Darmono, S. A., dan Pratama, R, 2006, Validasi Metode Analisis Logam Copper (Cu) dan Plumbum (Pb) dalam Jagung Dengan Cara Spektrofotometer Serapan Atom, *Prosiding Seminar Nasional Peternakan dan Veteriner*, 5-6 September 2006, Bogor: Fakultas Farmasi Universitas Pancasila Jakarta, 1003-1007.
- BSN, 2009, *SNI 6989.75:2009 tentang Air dan Air Limbah – Bagian 75: Cara uji Sulfida secara Iodometri*, Jakarta: Badan Standarisasi Nasional.
- Chemistry LibreTexts, 2022, *Day 1 Procedures - Standardization of Sodium Thiosulfate*, [https://chem.libretexts.org/Ancillary\\_Materials/Laboratory\\_Experiments/Wet\\_Lab\\_Experiments/MIT\\_Labs/Lab\\_6%3A\\_Charles\\_River\\_Water\\_Quantification/2.1%3A\\_Day\\_1\\_Procedures\\_Standardization\\_of\\_Sodium\\_Thiosulfate](https://chem.libretexts.org/Ancillary_Materials/Laboratory_Experiments/Wet_Lab_Experiments/MIT_Labs/Lab_6%3A_Charles_River_Water_Quantification/2.1%3A_Day_1_Procedures_Standardization_of_Sodium_Thiosulfate)., diakses pada tanggal 19 Agustus 2022.
- Ciesielski, W., dan Zakrzewski, R., 2016, Iodometric Titration of Sulfur Compounds in Alkaline Medium, *Chem. Anal. (Warsaw)*, 51, 653-678.
- Dioha, I. J., Olugbemi O., Onuegbu T. U., dan Shahru Z., 2011, Determination of ascorbic acid content of some tropical fruits by iodometric titration. *Int. J. Biol. Chem. Sci.*, 5(5), 2180-2184.
- Ermer, J. H., dan Miller, McB., 2005, *Method Validation in Pharmaceutical Analysis, A Guide to Best Practice*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co, KgaA.
- Ertek, B., Vu, D.L., Cervenka, L., dan Dilgin, Y., 2012, Flow Injection Amperometric Detection of Sulfide Using a Prussian Blue Modified Glassy Carbon Electrode, *Analytical Sciences*, 28(1), 1075-1080.
- EURACHEM/CITAC Guide CG 4, 2012, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (3rd ed)*, (S, Ellson, M., Rosslein and A, Williams, Eds), UK: Departement of Trade and Industry as Part of The National Measurement System Valid Analytical Measurement (VAM) Programme.
- Hadi, A., 2010, Penentuan Batas Deteksi Metode (Method Detection Level) Dan Batas Kuantifikasi (Limit of Quantitation) Pengujian Sulfida Dalam Air dan Air Limbah Dengan Biru Metilen Secara Spektrofotometri, *Ecolab*, 4(2), 70-80.
- Hadi, A., 2020, *Verifikasi Metode Pengujian air & Air Limbah Mendukung Penerapan ISO/IEC 17025:2017*, Bogor: IPB Press
- Harmita., 2004, Review Artikel. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara

- Perhitungannya, *Jurnal Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3), 117-135.
- Kenkel, J., 2003, *Analytical Chemistry for Technicians*, Washington: Lewis Publishers.
- Khopkar, S.M., 2008, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Jakarta: UI Press
- Kolthoff, I. M., Sandell, E. B., Meehan, E. J., dan Bruckenstein, S., 1969, *Quantitative Chemical Analysis (4th ed.)*, New York: Macmillan, p. 857.
- Labmonk, 2022, *Preparation and Standardization of Sodium Thiosulphate*, <https://labmonk.com/preparation-and-standardization-of-sodium-thiosulphate.>, diakses pada tanggal 19 Agustus 2022.
- Mardana, M. Y. A., 2007, *Pengolahan yang Tepat bagi Limbah Cair*, [http://repository.poltekkes-denpasar.ac.id/4311/2/BAB%20II%20fix.pdf.](http://repository.poltekkes-denpasar.ac.id/4311/2/BAB%20II%20fix.pdf), diakses pada tanggal 10 juni 2022.
- Meyiwa, B., 2020, Iodometric and Iodimetric Titration Methods, *Journal Wetenskap Health*, 1(1), 5-8.
- National Environmental Method Index, 2005, 4500-S<sup>2</sup>- F.Iodometric Method. [https://www.nemi.gov/methods/method\\_summary/9886/.](https://www.nemi.gov/methods/method_summary/9886/), diakses pada tanggal 4 Juli 2022.
- Nepal, A. K., Raj Shakya, P., Gelal, B., Lamsal, M., Brodie, D. A., dan Baral, N., 2013, Household salt iodine content estimation with the use of rapid test kits and iodometric titration method, *Journal of clinical and diagnostic research : JCDR*, (5), 892–895.
- Nursalim dan LaOde, 2011, Penghilangan Ion Sufida dari Limbah Cair Menggunakan Absorben Fe-Kitason, *Magister Thesis*, Universitas Brawijaya.
- Purwatinigrum, O., 2018, Description of Communal Domestic Wastewater Treatment Plant in Kelurahan Simokerto, Kecamatan Simokerto, Kota Surabaya, *Jurnal Kesehatan Lingkungan*, 10(2), 211–219.
- Pramono, U., 2014, *Estimasi Ketidakpastian Pengukuran*, Tangerang: BMD Street Consulting.
- Pratiwi, R. O., (t.t), *Studi Karakteristik Limbah Cair dari Kegiatan Rumah Pemotongan Ayam (Studi Kasus PT. X & PT. Y) DI Yogyakarta*, [https://dspace.uii.ac.id/bitstream/handle/123456789/16847/08%20naskah%20publikasi.pdf?sequence=10&isAllowed=y.](https://dspace.uii.ac.id/bitstream/handle/123456789/16847/08%20naskah%20publikasi.pdf?sequence=10&isAllowed=y), diakses pada tanggal 4 Juli 2022
- Puspasar C. D., Tualek A. R., Rahmawati P., Russen S. S., Wahy A., Ahsa., 2019, Determination of Reference of concentration (RFc) from Hydrogen Sulfide (H<sub>2</sub>S) Exposure in the community Based on Weight in Industrial Area in Medan Indonesia, *Indian Journal of Public Health Research & Development*, 10(9), 1154-1159.

- Riyanto., 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Yogyakarta: Deepublish.
- Riyanto., 2016, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Yogyakarta: Deepublish.
- Riyanto., 2017, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*, Yogyakarta: CV Budi Utama
- Sa'adah, E. dan Winata, A. S., 2010, Validasi metode pengujian logam tembaga pada produk air minum dalam kemasan secara spektrofotometri serapan atom nyala, *BIOPROPAL INDUSTRI*, 01(02), 31–37.
- Soeparman dan Suparmin., 2002, *Pembuangan Tinja dan Limbah Cair*, Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Sukirno, S., dan Samin, S., 2011, Estimasi Ketidakpastian Analisis Radionuklida Ra-226, Ra-228, Th-228 Dan K-40 Dalam Cuplikan Sedimen Dengan Teknik Spektrometri Gamma, *GANENDRA Majalah IPTEK Nuklir*, 14 (1), 10-18.
- Sussana, T. S., dan Supriyanto, C., 2010, Estimasi Ketidakpastian Hasil Pengujian Cu, Cr, dan Fe Dalam Contoh Sedimen Dengan Metode F-AAS, *Prosiding PPI Pusat Teknologi Akselerator Proses Bahan*, 20 Juli 2010, Yogyakarta: Badan Tenaga Nuklir Nasional, 139-146.
- Tondang D., 2018, Penentuan Kadar Ion Sulfida Dalam Air Sumur Bor Dan Filter Medan Permai Dengan Alat Spektrofotometer DR/2010, *Laporan Tugas Akhir*, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Medan: Universitas Sumatera Utara (USU).
- Wieser, M.E., dan Coplen, T.B., 2010, Atomic Weight of The Elements 2009 (IUPAC Technical Report), *Pure Appl. Chem.*, 83(2), 359-396.

## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Pembuatan Larutan

Perhitungan pembuatan larutan baku iodine (I<sub>2</sub>) 0,0250 N

Larutan baku iodine 0,0250 N dibuat dengan mengencerkan larutan baku iodine 0,1

N, perhitungan pengenceran sebagai berikut :

Rumus :

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

$$V_1 = \frac{N_2 V_2}{N_1}$$

Keterangan :

N<sub>1</sub> = Normalitas iodine (1)

N<sub>2</sub> = Normalitas iodine (2)

V<sub>1</sub> = Volume iodine yang dibutuhkan

V<sub>2</sub> = Volume aquabidest

Diketahui :

$$N_1 = 0,1 \text{ N}$$

$$N_2 = 0,0250 \text{ N}$$

$$V_2 = 100 \text{ mL}$$

Ditanya : V<sub>1</sub> ?

Jawab :

$$V_1 = \frac{N_2 \times V_2}{N_1}$$

$$V_1 = \frac{0,0250 \text{ N} \times 100 \text{ mL}}{0,1 \text{ N}}$$

$$V_1 = \frac{2,5 \text{ mL}}{0,1} = 25 \text{ mL}$$

## Lampiran 2. Standardisasi Larutan Natrium Tiosulfat

Rumus :

$$N = \frac{(A \times B)}{C}$$

Keterangan :

N = Normalitas natrium tiosulfat

A = Volume kalium bi-iodat

B = Normalitas kalium bi-iodat

C = Volume natrium tiosulfat

Diketahui :

A = 20 mL

B = 0.0250 N

C = 19.8 mL & 19,5 mL

Ditanya : N ?

Jawab :

$$N = \frac{(A \times B)}{C}$$

$$N = \frac{(20 \text{ mL} \times 0.0250 \text{ N})}{19.8 \text{ mL}}$$

N = 0.0253 N

$$N = \frac{(20 \text{ mL} \times 0.0250 \text{ N})}{19.5 \text{ mL}}$$

N = 0.0256 N

$$\text{Rata - rata N} = \frac{(0.0253 \text{ N} \times 0.0256 \text{ N})}{2}$$

Rata - rata N = 0.0254 N

### Lampiran 3. Standardisasi Larutan Baku Iodin

Rumus :

$$N_1 = \frac{V_2 \times N_2}{V_1}$$

Keterangan :

N1 = Normalitas iodin

V1 = Volume iodin

N2 = Normalitas natrium tiosulfat

V2 = Volume natrium tiosulfat

Diketahui :

$$N_2 = 0,0254 \text{ N}$$

$$V_1 = 25 \text{ mL}$$

$$V_2 = 25,5 \text{ mL} \ \& \ 26 \text{ mL}$$

Ditanya : N1 ?

Jawab :

$$N_1 = \frac{V_2 \times N_2}{V_1}$$

$$N_1 = \frac{25,5 \text{ mL} \times 0,0254 \text{ N}}{25 \text{ mL}}$$

$$N_1 = 0,0260 \text{ N}$$

$$N_1 = \frac{26 \text{ mL} \times 0,0254 \text{ N}}{25 \text{ mL}}$$

$$N_1 = 0,0265 \text{ N}$$

$$\text{Rata - rata } N_1 = \frac{(0,0260 \text{ N} \times 0,0265 \text{ N})}{2}$$

$$\text{Rata - rata } N_1 = 0,0262 \text{ N}$$

#### Lampiran 4. Penentuan Kadar Sulfida

Sampel	V I <sub>2</sub> (mL)	N I <sub>2</sub>	V Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	N Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	V Contoh Uji (mL)	Kadar S <sup>2-</sup> (mg/L)
1	5	0,0262	4,2	0,0254	200	1,9338
2	5	0,0262	4,3	0,0254	200	1,7303
3	5	0,0262	4,3	0,0254	200	1,7303
4	5	0,0262	4,4	0,0254	200	1,5267
5	5	0,0262	4,2	0,0254	200	1,9338
6	5	0,0262	4,3	0,0254	200	1,7303
7	5	0,0262	4,3	0,0254	200	1,7303

Rumus :

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = [(A \times B) - (C \times D)] \times \frac{16000}{V} \times \frac{V_2}{V_1}$$

Keterangan :

A = Volume larutan iodin (mL)

B = Normalitas larutan iodin

C = Volume larutan natrium tiosulfat (mL)

D = Normalitas natrium tiosulfat

V = Volume contoh uji (mL)

V<sub>2</sub> = Volume akhir (mL)

V<sub>1</sub> = Volume akhir (mL)

Sampel 1

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = [(5 \text{ mL} \times 0,0262 \text{ N})] - (4,2 \text{ mL} \times 0,0254 \text{ N}) \times \frac{16000}{200 \text{ mL}}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = (0,1310 - 0,1069) \times 80 \text{ mL}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = 1,9338 \text{ mgS}^{2-}/\text{L}$$

Sampel 2

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = [(5 \text{ mL} \times 0,0262 \text{ N})] - (4,3 \text{ mL} \times 0,0254 \text{ N}) \times \frac{16000}{200 \text{ mL}}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = (0,1310 - 0,1094 \text{ N}) \times 80 \text{ mL}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = 1,7303 \text{ mgS}^{2-}/\text{L}$$

Sampel 3

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = [(5 \text{ mL} \times 0,0250 \text{ N})] - (4,3 \text{ mL} \times 0,0254 \text{ N}) \times \frac{16000}{200 \text{ mL}}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = (0,1310 - 0,1094 \text{ N}) \times 80 \text{ mL}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = 1,7303 \text{ mgS}^{2-}/\text{L}$$

Sampel 4

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = [(5 \text{ mL} \times 0,0250 \text{ N})] - (4,4 \text{ mL} \times 0,0254 \text{ N}) \times \frac{16000}{200 \text{ mL}}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = (0,1310 - 0,1120 \text{ N}) \times 80 \text{ mL}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = 1,5267 \text{ mgS}^{2-}/\text{L}$$

Sampel 5

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = [(5 \text{ mL} \times 0,0262 \text{ N})] - (4,2 \text{ mL} \times 0,0254 \text{ N}) \times \frac{16000}{200 \text{ mL}}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = (0,1310 - 0,1069) \times 80 \text{ mL}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = 1,9338 \text{ mgS}^{2-}/\text{L}$$

Sampel 6

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = [(5 \text{ mL} \times 0,0250 \text{ N})] - (4,3 \text{ mL} \times 0,0254 \text{ N}) \times \frac{16000}{200 \text{ mL}}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = (0,1310 - 0,1094 \text{ N}) \times 80 \text{ mL}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = 1,7303 \text{ mgS}^{2-}/\text{L}$$

Sampel 7

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = [(5 \text{ mL} \times 0,0250 \text{ N})] - (4,3 \text{ mL} \times 0,0254 \text{ N}) \times \frac{16000}{200 \text{ mL}}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = (0,1310 - 0,1094 \text{ N}) \times 80 \text{ mL}$$

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = 1,7303 \text{ mgS}^{2-}/\text{L}$$

### Lampiran 5. Penentuan Presisi

Sampel	Volume Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	Kadar S <sup>2-</sup> (mg/L)	Rata-rata (X-Xrata-rata)	(X-Xrata-rata) <sup>2</sup>	
1	4,2	1,9338	0,1745	0,0304	
2	4,3	1,7303	-0,0291	0,0008	
3	4,3	1,7303	-0,0291	0,0008	
4	4,4	1,5267	1,7595	-0,2327	0,0541
5	4,2	1,9338	0,1745	0,0304	
6	4,3	1,7303	-0,0291	0,0008	
7	4,3	1,7303	-0,0291	0,0008	
			Jumlah	0,1184	
			Rata-rata	0,0169	
			SD	0,1405	
			%RSD	7,98	
			CV Horwitz	14,6957	
			2/3 CV Horwitz	9,80	

Perhitungan :

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,1184}{7 - 1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,1184}{6}}$$

$$SD = 0,1405$$

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

$$\%RSD = \frac{0,1405}{1,7595} \times 100\%$$

$$\%RSD = 7,98\%$$

$$C = 1,7595 \times 10^{-6}$$

$$C = 1,76E-06$$

$$\text{Log } C = \text{Log } (1,76E-06)$$

$$\text{Log } C = -5,7546$$

$$0,5 \text{ Log } C = 0,5 \times -5,7546$$

$$0,5 \text{ Log } C = -2,8773$$

$$1-0,5 \text{ Log } C = 1-(-2,8773)$$

$$1-0,5 \text{ Log } C = 3,8773$$

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

$$\text{CV Horwitz} = 2^{3,8773}$$

$$\text{CV Horwitz} = 14,6957$$

$$2/3 \text{ CV Horwitz} = 2/3 \times 14,6956$$

$$2/3 \text{ CV Horwitz} = 9,80\%$$

### Lampiran 6. Penentuan Akurasi

Sampel	Volume Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	Kadar S <sup>2-</sup> (mg/L)	Nilai target	%R	Rata-rata %R
1	4,2	1,9338	2	96,69	87,97
2	4,3	1,7303	2	86,51	
3	4,3	1,7303	2	86,51	
4	4,4	1,5267	2	76,34	
5	4,2	1,9338	2	96,69	
6	4,3	1,7303	2	86,51	
7	4,3	1,7303	2	86,51	

Rumus :

$$\% \text{Recovery} = \frac{\text{Nilai terukur}}{\text{Nilai target}} \times 100\%$$

Perhitungan :

Sampel 1

$$\% \text{Recovery} = \frac{1,9338}{2} \times 100\%$$

$$\% \text{Recovery} = 96,69\%$$

Sampel 2

$$\% \text{Recovery} = \frac{1,7303}{2} \times 100\%$$

$$\% \text{Recovery} = 86,51\%$$

Sampel 3

$$\% \text{Recovery} = \frac{1,7303}{2} \times 100\%$$

$$\% \text{Recovery} = 86,51\%$$

Sampel 4

$$\% \text{Recovery} = \frac{1,5267}{2} \times 100\%$$

$$\% \text{Recovery} = 76,34\%$$

Sampel 5

$$\% \text{Recovery} = \frac{1,9338}{2} \times 100\%$$

$$\% \text{Recovery} = 96,69\%$$

Sampel 6

$$\% \text{Recovery} = \frac{1,7303}{2} \times 100\%$$

$$\% \text{Recovery} = 86,51\%$$

Sampel 7

$$\% \text{Recovery} = \frac{1,7303}{2} \times 100\%$$

$$\% \text{Recovery} = 86,51\%$$

Rata<sup>2</sup>%R

$$= \frac{96,69\% + 86,51\% + 86,51\% + 76,34\% + 96,69\% + 86,51\% + 86,51\%}{7}$$

$$\text{Rata}^2\%R = 87,97\%$$

## Lampiran 7. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Rumus Penentuan Kadar Sulfida

$$\text{mgS}^{2-}/\text{L} = [(A \times B)] - (C \times D) \times \frac{16000}{V} \times \frac{V_2}{V_1}$$

Keterangan :

A = Volume larutan iodin (mL)

B = Normalitas larutan iodin

C = Volume larutan natrium tiosulfat (mL)

D = Normalitas natrium tiosulfat

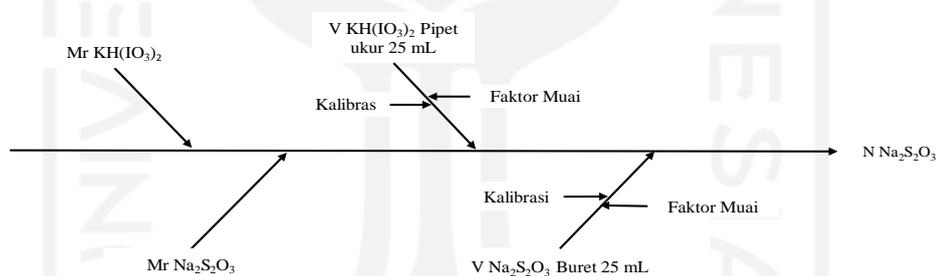
V = Volume contoh uji (mL)

V<sub>2</sub> = Volume akhir (mL)

V<sub>1</sub> = Volume akhir (mL)

### 1. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Standardisasi Natrium Tiosulfat

#### ➤ Diagram Tulang Ikan Standardisasi Natrium Tiosulfat



#### ➤ Ketidakpastian Baku

Ketidakpastian Baku Asal Buret 25 mL

No.	Deskripsi	Nilai
1	Qu (Volume Kalibrasi) (mL)	0,05
2	$\sqrt{6}$	2,4495
3	$\mu(\text{kal})$	0,0204
4	Volume alat ukur (mL)	25
5	Suhu lingkungan (°C)	24,48
6	Suhu kalibrasi alat (°C)	21,2
7	$\Delta T$	3,28
8	$\alpha$	0,0002
9	$\sqrt{3}$	1,7321
10	$\mu(\text{FM})$	0,0099
11	$\mu(\text{V})$	0,0227

Perhitungan :

$$\mu(\text{kal}) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(\text{kal}) = \frac{0,05 \text{ mL}}{2,4495}$$

$$\mu(\text{kal}) = 0,0204$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{\text{volume alat ukur} \times \Delta T \times a}{\sqrt{3}}$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{25 \text{ mL} \times 3,28 \times 0,0002}{1,7321}$$

$$\mu_{\text{FM}} = 0,0099$$

$$\mu(V) = \sqrt{(\mu_{\text{kal}})^2 + (\mu_{\text{FM}})^2}$$

$$\mu(V) = \sqrt{(0,0204)^2 + (0,0099)^2}$$

$$\mu(V) = 0,0227$$

Ketidakpastian Baku Asal Pipet Ukur 25 mL

No.	Deskripsi	Nilai
1	Qu (Volume Kalibrasi) (mL)	0,1
2	$\sqrt{6}$	2,4495
3	$\mu(\text{kal})$	0,0408
4	Volume alat ukur (mL)	25
5	Suhu lingkungan ( $^{\circ}\text{C}$ )	24,48
6	Suhu kalibrasi alat ( $^{\circ}\text{C}$ )	20,1
7	$\Delta T$	4,38
8	$\alpha$	0,0002
9	$\sqrt{3}$	1,7321
10	$\mu(\text{FM})$	0,0133
11	$\mu(V)$	0,0429

Perhitungan :

$$\mu(\text{kal}) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(\text{kal}) = \frac{0,1 \text{ mL}}{2,4495}$$

$$\mu(\text{kal}) = 0,0408$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{\text{volume alat ukur} \times \Delta T \times a}{\sqrt{3}}$$

$$\mu_{FM} = \frac{25 \text{ mL} \times 4,38 \times 0,0002}{1,7321}$$

$$\mu_{FM} = 0,0133$$

$$\mu(V) = \sqrt{(\mu_{kal})^2 + (\mu_{FM})^2}$$

$$\mu(V) = \sqrt{(0,0408)^2 + (0,0133)^2}$$

$$\mu(V) = 0,0429$$

Ketidakpastian Massa Molar  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Elemen	Ar	n	Quoted Uncertainty	Standard Uncertainty
Na	22,9897	2	0,00002	1,1547E-05
S	32,065	2	0,00002	1,1547E-05
O	15,9994	3	0,0003	1,73E-04
Mr $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	158,1076			
$\mu$ Mr $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	0,0053			

Perhitungan :

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{\text{Quoted uncertainty}}{\sqrt{3}}$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,00002}{\sqrt{3}} = 0,000012$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,00002}{\sqrt{3}} = 0,000012$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,0003}{\sqrt{3}} = 0,00017$$

$$\text{Mr } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = (2 \times \text{Ar Na}) + (2 \times \text{Ar S}) + (3 \times \text{Ar O})$$

$$\text{Mr } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = (2 \times 22,9897) + (2 \times 32,065) + (3 \times 15,9994)$$

$$\text{Mr } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 158,1076$$

$$\mu \text{ Mr } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \sqrt{(2 \times S_{\text{Na}}) + (2 \times S_{\text{S}}) + (3 \times S_{\text{O}})}$$

$$\mu \text{ Mr } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \sqrt{(2 \times 0,000012) + (2 \times 0,000012) + (3 \times 0,00017)}$$

$$\mu \text{ Mr } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0,0053$$

Ketidakpastian Massa Molar  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$

Elemen	Ar	n	Quoted Uncertainty	Standard Uncertainty
K	39,0983	1	0,0001	5,774E-05
H	1,00794	1	0,00007	4,041E-05
I	126,9045	2	0,00003	1,732E-05
O	15,9994	5	0,0003	1,732E-04
Mr $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$	373,9122			
$\mu$ Mr $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$	0,0085			

Perhitungan :

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{\text{Quoted uncertainty}}{\sqrt{3}}$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,0001}{\sqrt{3}} = 0,00006$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,00007}{\sqrt{3}} = 0,00004$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,00003}{\sqrt{3}} = 0,00002$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,0003}{\sqrt{3}} = 0,00017$$

$$\text{Mr KH}(\text{IO}_3)_2 = (1 \times \text{Ar K}) + (1 \times \text{Ar H}) + (2 \times \text{Ar I}) + (5 \times \text{Ar O})$$

$$\text{Mr KH}(\text{IO}_3)_2 = (1 \times 39,0983) + (1 \times 1,00794) + (2 \times 126,9045) + (5 \times 15,9994)$$

$$\text{Mr KH}(\text{IO}_3)_2 = 373,9122$$

$$\mu \text{ Mr KH}(\text{IO}_3)_2 = \sqrt{(1 \times S_K) + (1 \times S_H) + (2 \times S_I) + (5 \times S_O)}$$

$$\mu \text{ Mr KH}(\text{IO}_3)_2$$

$$= \sqrt{(1 \times 0,00006) + (1 \times 0,00004) + (2 \times 0,00002) + (5 \times 0,00017)}$$

$$\mu \text{ Mr KH}(\text{IO}_3)_2 = 0,0085$$

➤ Ketidakpastian Gabungan dan Diperluas

Sumber Ketidakpastian	Nilai	Satuan	Ketidakpastian Baku	Ketidakpastian Relatif
V Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>3</sub> buret 25 mL	25	mL	0,0227	0,0009
V KH(IO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> pipet ukur 25 mL	20	mL	0,0429	0,0021
Berat molekul Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	158,1076	g/mol	0,0053	0,000034
Berat molekul KH(IO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	373,9112	g/mol	0,0085	0,000023
<b>Ketidakpastian Gabungan</b>				<b>0,0009</b>

Perhitungan :

Ketidakpastian gabungan :

$$\mu_c = \sqrt{\left(\frac{\mu(V)}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu(V)}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu(Mr)}{Mr}\right)^2 + \left(\frac{\mu(Mr)}{Mr}\right)^2}$$

$$\mu_c = \sqrt{0,0009^2 + 0,0021^2 + 0,000034^2 + 0,000023^2}$$

$$\mu_c = 0,0009 \text{ mg/L}$$

Ketidakpastian diperluas

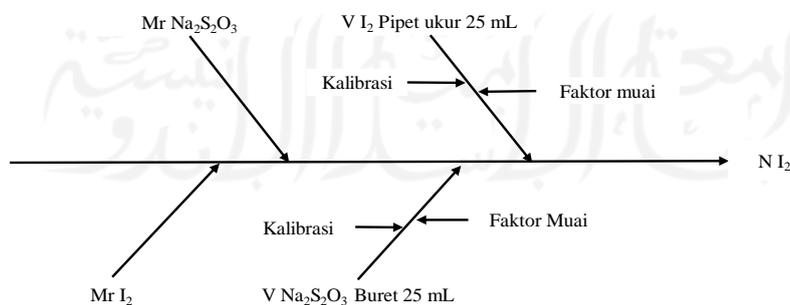
$$\mu = \mu_c \times 2$$

$$\mu = 0,0009 \text{ mg/L} \times 2$$

$$\mu = 0,0018 \text{ mg/L}$$

2. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Standardisasi Iodin

➤ Diagram Tulang Ikan Standardisasi Iodin



➤ Ketidakpastian Baku

Ketidakpastian Baku Asal Buret 25 mL

No.	Deskripsi	Nilai
1	Qu (Volume Kalibrasi) (mL)	0,05
2	$\sqrt{6}$	2,4495
3	$\mu(\text{kal})$	0,0204
4	Volume alat ukur (mL)	25
5	Suhu lingkungan ( $^{\circ}\text{C}$ )	24,48
6	Suhu kalibrasi alat ( $^{\circ}\text{C}$ )	21,2
7	$\Delta T$	3,28
8	$\alpha$	0,0002
9	$\sqrt{3}$	1,7321
10	$\mu(\text{FM})$	0,0099
11	$\mu(\text{V})$	0,0227

Perhitungan :

$$\mu(\text{kal}) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(\text{kal}) = \frac{0,05 \text{ mL}}{2,4495}$$

$$\mu(\text{kal}) = 0,0204$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{\text{volume alat ukur} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}}$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{25 \text{ mL} \times 3,28 \times 0,0002}{1,7321}$$

$$\mu_{\text{FM}} = 0,0099$$

$$\mu(\text{V}) = \sqrt{(\mu_{\text{kal}})^2 + (\mu_{\text{FM}})^2}$$

$$\mu(\text{V}) = \sqrt{(0,0204)^2 + (0,0099)^2}$$

$$\mu(\text{V}) = 0,0227$$

Ketidakpastian Baku Asal Pipet Ukur 25 mL

No.	Deskripsi	Nilai
1	Qu (Volume Kalibrasi) (mL)	0,1
2	$\sqrt{6}$	2,4495
3	$\mu(\text{kal})$	0,0408
4	Volume alat ukur (mL)	25
5	Suhu lingkungan ( $^{\circ}\text{C}$ )	24,48
6	Suhu kalibrasi alat ( $^{\circ}\text{C}$ )	20,1
7	$\Delta T$	4,38
8	$\alpha$	0,0002
9	$\sqrt{3}$	1,7321
10	$\mu(\text{FM})$	0,0133
11	$\mu(\text{V})$	0,0429

Perhitungan :

$$\mu(\text{kal}) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(\text{kal}) = \frac{0,1 \text{ mL}}{2,4495}$$

$$\mu(\text{kal}) = 0,0408$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{\text{volume alat ukur} \times \Delta T \times a}{\sqrt{3}}$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{25 \text{ mL} \times 4,38 \times 0,0002}{1,7321}$$

$$\mu_{\text{FM}} = 0,0133$$

$$\mu(\text{V}) = \sqrt{(\mu_{\text{kal}})^2 + (\mu_{\text{FM}})^2}$$

$$\mu(\text{V}) = \sqrt{(0,0408)^2 + (0,0133)^2}$$

$$\mu(\text{V}) = 0,0429$$

Ketidakpastian Massa Molar  $\text{I}_2$

Elemen	Ar	n	Quoted Uncertainty	Standard Uncertainty
I	126,9045	2	0,00003	1,73E-05
$\mu \text{ Mr I}_2$	0,0059			
Mr $\text{I}_2$	253,809			

Perhitungan :

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{\text{Quoted uncertainty}}{\sqrt{3}}$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,00003}{\sqrt{3}} = 0,000017$$

$$\text{Mr I}_2 = (2 \times \text{Ar I})$$

$$\text{Mr I}_2 = (2 \times 126,9045)$$

$$\text{Mr I}_2 = 253,809$$

$$\mu \text{ Mr I}_2 = \sqrt{(2 \times S_I)}$$

$$\mu \text{ Mr I}_2 = \sqrt{(2 \times 0,000017)}$$

$$\mu \text{ Mr I}_2 = 0,0059$$

Ketidakpastian Massa Molar  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Elemen	Ar	n	Quoted Uncertainty	Standard Uncertainty
Na	22,9897	2	0,00002	1,1547E-05
S	32,065	2	0,00002	1,1547E-05
O	15,9994	3	0,0003	1,73E-04
Mr $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	158,1076			
$\mu \text{ Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	0,0053			

Perhitungan :

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{\text{Quoted uncertainty}}{\sqrt{3}}$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,00002}{\sqrt{3}} = 0,000012$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,00002}{\sqrt{3}} = 0,000012$$

$$\text{Standard uncertainty (S)} = \frac{0,0003}{\sqrt{3}} = 0,00017$$

$$\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = (2 \times \text{Ar Na}) + (2 \times \text{Ar S}) + (3 \times \text{Ar O})$$

$$\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = (2 \times 22,9897) + (2 \times 32,065) + (3 \times 15,9994)$$

$$\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 158,1076$$

$$\mu \text{ Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \sqrt{(2 \times S_{\text{Na}}) + (2 \times S_{\text{S}}) + (3 \times S_{\text{O}})}$$

$$\mu \text{ Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \sqrt{(2 \times 0,000012) + (2 \times 0,000012) + (3 \times 0,00017)}$$

$$\mu \text{ Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0,0053$$

➤ Ketidakpastian Gabungan dan Diperluas

Sumber Ketidakpastian	Nilai	Satuan	Ketidakpastian Baku	Ketidakpastian Relatif
V Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>3</sub> buret 25 mL	25	mL	0,0227	0,0009
V I <sub>2</sub> pipet ukur 25 mL	25	mL	0,0429	0,0017
Berat molekul I <sub>2</sub>	253,8090	g/mol	0,0059	0,000023
Berat molekul Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	158,1076	g/mol	0,0053	0,000034
<b>Ketidakpastian Gabungan</b>				0,0009
<b>Ketidakpastian Diperluas</b>				0,0018

Perhitungan :

Ketidakpastian gabungan :

$$\mu_c = \sqrt{\left(\frac{\mu(V)}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu(V)}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu(Mr)}{Mr}\right)^2 + \left(\frac{\mu(Mr)}{Mr}\right)^2}$$

$$\mu_c = \sqrt{0,0009^2 + 0,0017^2 + 0,000023^2 + 0,000034^2}$$

$$\mu_c = 0,0009 \text{ mg/L}$$

Ketidakpastian diperluas

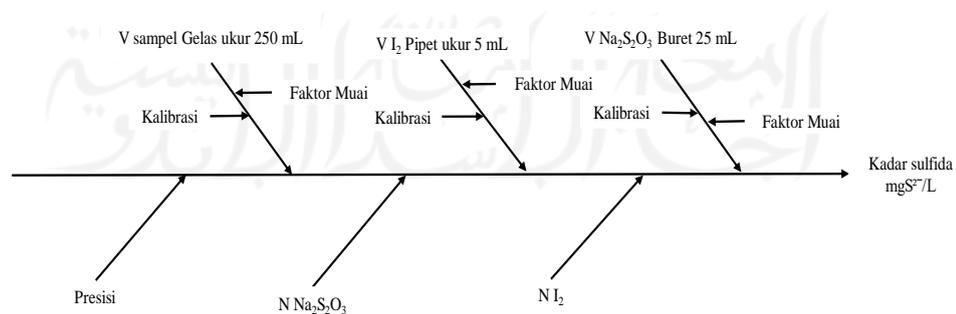
$$\mu = \mu_c \times 2$$

$$\mu = 0,0009 \text{ mg/L} \times 2$$

$$\mu = 0,0018 \text{ mg/L}$$

3. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Penentuan Sulfida

➤ Diagram Tulang Ikan Penentuan Sulfida



➤ Ketidakpastian Baku

Ketidakpastian Baku Asal Buret 25 mL

No.	Deskripsi	Nilai
1	Qu (Volume Kalibrasi) (mL)	0,05
2	$\sqrt{6}$	2,4495
3	$\mu(\text{kal})$	0,0204
4	Volume alat ukur (mL)	25
5	Suhu lingkungan ( $^{\circ}\text{C}$ )	24,48
6	Suhu kalibrasi alat ( $^{\circ}\text{C}$ )	21,2
7	$\Delta T$	3,28
8	$\alpha$	0,0002
9	$\sqrt{3}$	1,7321
10	$\mu(\text{FM})$	0,0099
11	$\mu(\text{V})$	0,0227

Perhitungan :

$$\mu(\text{kal}) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(\text{kal}) = \frac{0,05 \text{ mL}}{2,4495}$$

$$\mu(\text{kal}) = 0,0204$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{\text{volume alat ukur} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}}$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{25 \text{ mL} \times 3,28 \times 0,0002}{1,7321}$$

$$\mu_{\text{FM}} = 0,0099$$

$$\mu(\text{V}) = \sqrt{(\mu_{\text{kal}})^2 + (\mu_{\text{FM}})^2}$$

$$\mu(\text{V}) = \sqrt{(0,0204)^2 + (0,0099)^2}$$

$$\mu(\text{V}) = 0,0227$$

Ketidakpastian Baku Asal Pipet Ukur 5 mL

No.	Deskripsi	Nilai
1	Qu (Volume Kalibrasi) (mL)	0,03
2	$\sqrt{6}$	2,4495
3	$\mu(\text{kal})$	0,0122
4	Volume alat ukur (mL)	5
5	Suhu lingkungan ( $^{\circ}\text{C}$ )	24,48
6	Suhu kalibrasi alat ( $^{\circ}\text{C}$ )	20,1
7	$\Delta T$	4,38
8	$\alpha$	0,0002
9	$\sqrt{3}$	1,7321
10	$\mu(\text{FM})$	0,0027
11	$\mu(\text{V})$	0,0125

Perhitungan :

$$\mu(\text{kal}) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(\text{kal}) = \frac{0,03 \text{ mL}}{2,4495}$$

$$\mu(\text{kal}) = 0,0122$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{\text{volume alat ukur} \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}}$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{5 \text{ mL} \times 4,38 \times 0,0002}{1,7321}$$

$$\mu_{\text{FM}} = 0,0027$$

$$\mu(\text{V}) = \sqrt{(\mu_{\text{kal}})^2 + (\mu_{\text{FM}})^2}$$

$$\mu(\text{V}) = \sqrt{(0,0122)^2 + (0,0027)^2}$$

$$\mu(\text{V}) = 0,0125$$

Ketidakpastian Baku Gelas Ukur 250 mL

No.	Deskripsi	Nilai
1	Qu (Volume Kalibrasi) (mL)	1
2	$\sqrt{6}$	2,4495
3	$\mu(\text{kal})$	0,4082
4	Volume alat ukur (mL)	250
5	Suhu lingkungan ( $^{\circ}\text{C}$ )	24,48
6	Suhu kalibrasi alat ( $^{\circ}\text{C}$ )	22,1
7	$\Delta T$	2,38
8	$\alpha$	0,0002
9	$\sqrt{3}$	1,7321
10	$\mu(\text{FM})$	0,0721
11	$\mu(\text{V})$	0,4146

Perhitungan :

$$\mu(\text{kal}) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

$$\mu(\text{kal}) = \frac{1 \text{ mL}}{2,4495}$$

$$\mu(\text{kal}) = 0,4082$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{\text{volume alat ukur} \times \Delta T \times a}{\sqrt{3}}$$

$$\mu_{\text{FM}} = \frac{250 \text{ mL} \times 2,38 \times 0,0002}{1,7321}$$

$$\mu_{\text{FM}} = 0,0721$$

$$\mu(\text{V}) = 0,4146$$

Ketidakpastian Presisi

No.	Deskripsi	Nilai
1.	SD	0,1405
2.	$\sqrt{n}$	2,6458
3.	$\mu(\text{P})$	0,0531

Pergitungan :

$$\mu_p = \frac{\text{SD}}{\sqrt{n}}$$

$$\mu_p = \frac{0,1405}{\sqrt{7}}$$

$$\mu_p = 0,0531$$

➤ Ketidakpastian Gabungan dan Diperluas

Sumber Ketidakpastian	Nilai	Satuan	Ketidakpastian Baku	Ketidakpastian Relatif
V Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> buret 25 mL	25	mL	0,0227	0,0009
V I <sub>2</sub> pipet ukur 5 mL	5	mL	0,0125	0,0025
V sampel gelas ukur 250 mL	200	mL	0,4146	0,0021
Standardisasi Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0254	N	0,0009	0,0359
Standardisasi I <sub>2</sub>	0,0262	N	0,0009	0,0348
%RSD	1,7594	mg/L	0,0531	0,0302
<b>Ketidakpastian Gabungan</b>				0,0029
<b>Ketidakpastian Diperluas</b>				0,0058
<b>Kadar sampel ± ketidakpastian diperluas</b>				1.7594 ± 0.0058

Perhitungan :

Ketidakpastian gabungan :

$$\mu_c = \sqrt{\left(\frac{\mu(V)}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu(V)}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu(V)}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu(N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)}{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}\right)^2 + \left(\frac{\mu(N \text{ I}_2)}{\text{I}_2}\right)^2 + \left(\frac{\mu(p)}{p}\right)^2}$$

$$\mu_c = \sqrt{0,0009^2 + 0,0025^2 + 0,0021^2 + 0,0359^2 + 0,0348^2 + 0,0302^2 + 0,0302^2}$$

$$\mu_c = 0,0029 \text{ mg/L}$$

Ketidakpastian diperluas

$$\mu = \mu_c \times 2$$

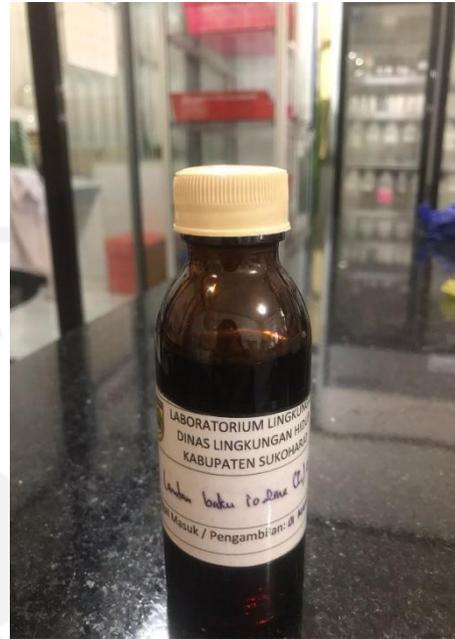
$$\mu = 0,0029 \text{ mg/L} \times 2$$

$$\mu = 0,0058 \text{ mg/L}$$

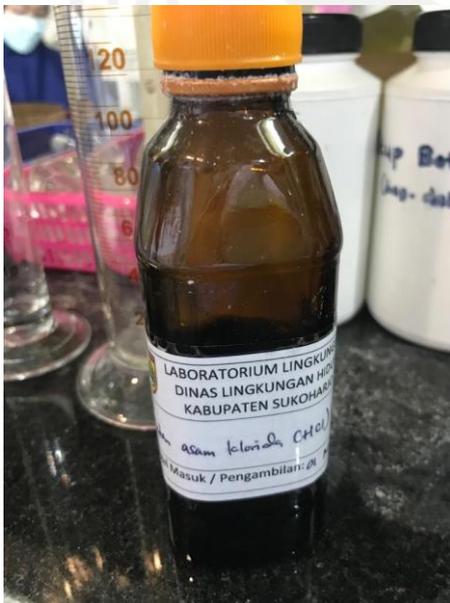
## Lampiran 8. Dokumentasi Penelitian



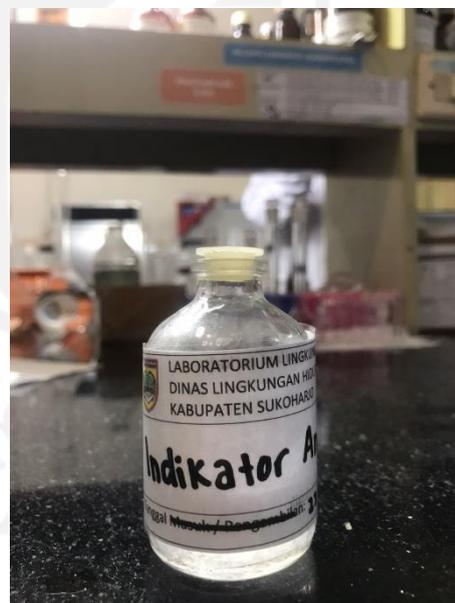
Larutan Baku Kalium Bi-iodat 0,0250 N



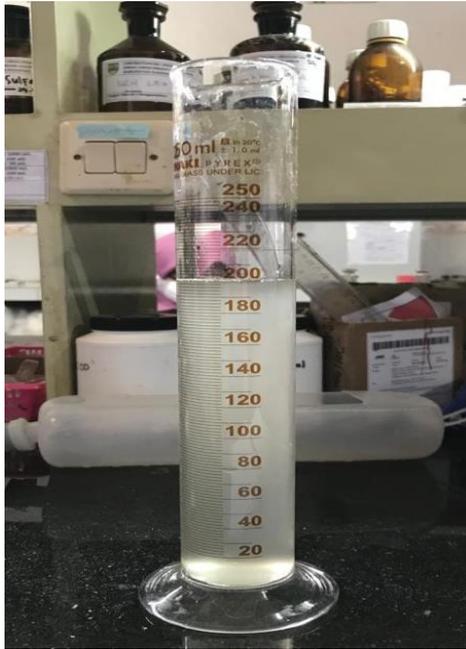
Larutan Baku Iodine 0,0250 N



Larutan Asam Klorida (HCl) 6 N



Larutan Kanji (Indikator Amilum)



Sampel air limbah



Penentuan Sulfida



Standardisasi Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



Buret 25 mL