

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN MANGAN (Mn) PADA  
SAMPEL AIR MINUM MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM DI UPT  
LABORATORIUM KESEHATAN YOGYAKARTA**

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



**Disusun Oleh :**

**Mia Khairatu Zhafrani  
NIM: 19231077**

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

**2022**

**HALAMAN JUDUL**  
**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN MANGAN (Mn) PADA  
SAMPEL AIR MINUM MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM DI UPT  
LABORATORIUM KESEHATAN YOGYAKARTA**

**METHOD VERIFICATION OF MANGANESE (Mn)  
DETERMINATION IN DRINKING WATER BY USING  
ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY AT UPT  
LABORATORIUM KESEHATAN YOGYAKARTA**



**Disusun Oleh :**

**Mia Khairatu Zhafrani**  
**NIM : 19231077**

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

**2022**

**HALAMAN PENGESAHAN  
LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN MANGAN (Mn) PADA SAMPEL  
AIR MINUM MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN  
ATOM DI UPT LABORATORIUM KESEHATAN YOGYAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

**Mia Khairatu Zhafrani**

**NIM : 19231077**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Program Studi Diploma III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 15 Juli 2022

**Menyetujui,**

**Ketua Program Studi**



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

**Dosen Pembimbing**



**Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M. Sc  
NIK. 132311103**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN MANGAN (Mn) PADA SAMPEL  
AIR MINUM MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN  
ATOM DI UPT LABORATORIUM KESEHATAN YOGYAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

**Mia Khairatu Zhafrani**

**NIM : 19231077**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji Tugas Akhir pada tanggal 15 Juli 2022

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/Penguji**



**Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M.Sc**

**NIK 132311103**

**Penguji I**



**Muhaimin, M.Sc**

**NIK 156141305**

**Penguji II**



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

**NIK 162310401**

**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas MIPA UII**



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

**NIK. 006120101**



## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Praktik Kerja Lapangan dengan judul Verifikasi Metode Penentuan Mn pada sampel air minum menggunakan spektrofotometri serapan atom di UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 3 Juni 2022



METERAL  
TEMPEL  
10000  
13B4AJX948125944

Mia Khairatu Zhafrani

## MOTTO

*“Dan kembalilah kamu kepada Tuhanmu, dan berserah dirilah kepada-Nya  
sebelum datang azab kepadamu kemudian kamu tidak dapat ditolong*

*(lagi).”*

*(QS. Az-Zumar {39} : 53-54)*

*“Dan katakanlah wahai Muhammad: Tuhanku, tambahkanlah kepadaku  
ilmu.”*

*(QS. Thaha : 114)*

*“Siapa yang menempuh jalan untuk mencari ilmu, maka Allah akan  
mudahkan baginya jalan menuju surga.”*

*(HR Muslim)*

*“Apapun dirimu jadilah yang baik” (Penulis)*

## HALAMAN PERSEMBAHAN

### *Bismillahirrahmanirrahim*

Alhamdulillah dengan rahmat Allah SWT dan rasa syukur yang telah memberikan kelancaran dalam proses penyusunan Laporan Tugas Akhir ini, laporan ini dipersembahkan untuk:

1. Alm. Ayah, mama dan keluarga besar yang telah memberikan dukungan dan doa-doa sehingga doa tersebut mengiringi kesuksesan saya sehingga saya bersemangat dalam menyelesaikan pendidikan sampai selesai.
2. Seluruh tenaga kependidikan D III Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia, Bapak Ganjar Fadillah, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Akademik, Ibu Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan dan Tugas Akhir, Trimakasih atas ilmu yang telah diberikan selama ini.
3. Terimakasih kepada teman-teman D III Analisis Kimia angkatan 2019 yang sudah menjadi keluarga dan teman seperjuangan

## **KATA PENGANTAR**

*Assalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh*

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya kepada kita semua sehingga kita bisa sehat seperti sekarang, shalawat beserta salam tak lupa kita curahkan kepada Nabi Muhammad SAW. Berkat rahmat dari Allah SWT penyusun dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang menguraikan tentang Verifikasi Metode Penentuan Mn pada Sampel Air Minum Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom di UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta

Laporan Praktik Kerja Lapangan merupakan salah satu syarat untuk memperoleh derajat Ahli Madya (A.Md.Si) DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta. Selama proses penyusunan laporan ini penyusun mendapatkan bantuan dan bimbingan serta pengarahan dari berbagai pihak, pada kesempatan ini penyusun ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Prof. Riyanto, S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Kuntari, S.Si., M.Sc. selaku Ketua Program Studi DIII Analisis Kimia.
3. Ganjar Fadillah, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Akademik
4. Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir.
5. Seluruh dosen Program Studi DIII Analisis Kimia yang telah membimbing dan memberikan ilmu yang bermanfaat kepada penulis selama proses perkuliahan
6. dr. Prie Aka Mahdayanti. Selaku Kepala UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta yang telah memberikan izin dalam kegiatan Praktik Kerja Lapangan
7. Putri Novita Purnamasari, A.Md.,AK. selaku pembimbing Instansi yang telah memberikan banyak pengetahuan di UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta



8. Seluruh pegawai UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta yang telah memberikan kesempatan kepada penulis untuk berkontribusi dalam kegiatan di Laboratorium maupun diluar Laboratorium.
9. Seluruh teman-teman dan keluarga besar Analisis Kimia yang telah memberikan dukungan dan doa kepada penulis.

Penyusun menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna, hal ini dikarenakan terbatasnya kemampuan dan wawasan ilmu pengetahuan yang penulis miliki. Oleh karna itu penulis mengharapkan arahan, bimbingan, kritik dan saran yang membangun untuk terciptanya laporan yang lebih baik untuk kedepannya. Penulis berharap semoga laporan ini dapat bermanfaat, menambah wawasan baik bagi penulis maupun semua pihak yang terkait.

***Wassalamu'alaikum Warahmatullahi Wabarakatuh***

Yogyakarta, 3 Juni 2022

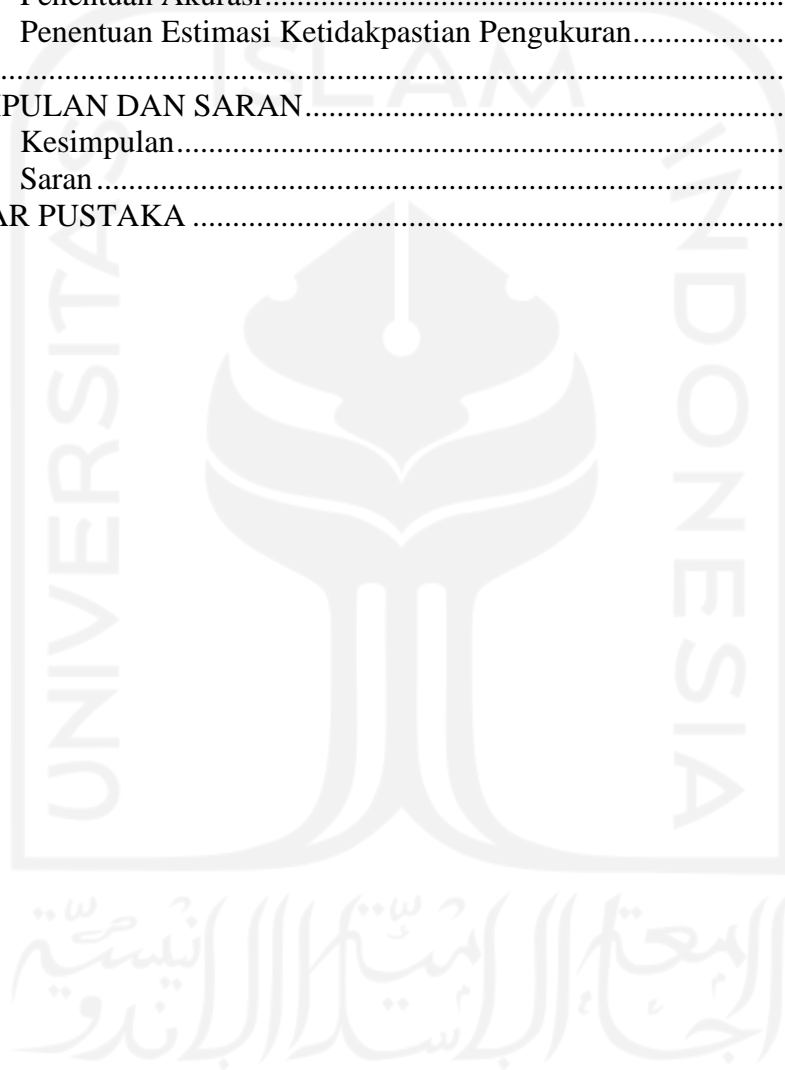


Mia Khairatu Zhafrani

## DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN.....	iv
MOTTO .....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vi
KATA PENGANTAR .....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
INTISARI.....	xiv
BAB I.....	1
PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar belakang .....	1
1.2 Rumusan masalah.....	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB II.....	5
TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 Profil UPT Laboratorium Kesehatan Kota Yogyakarta .....	5
2.2 Air Minum.....	6
2.3 Unsur Mangan (Mn).....	7
2.4 Spektrofotometri Serapan Atom.....	8
2.5 Verifikasi metode .....	9
2.5.1 Linearitas.....	10
2.5.2 <i>Limit of detection</i> (LOD) dan <i>limit of quantitation</i> (LOQ).....	10
2.5.3 Presisi .....	11
2.5.4 Akurasi .....	12
2.5.5 Estimasi ketidakpengukuran .....	12
BAB III .....	14
METODOLOGI.....	14
3.1 Bahan.....	14
3.2 Alat .....	14
3.3 Prosedur Kerja .....	14
3.3.1 Preparasi .....	14
3.3.2 Pembuatan Larutan standar Mn 10 mg/L.....	14
3.3.3 Pembuatan Larutan kerja Mn .....	15
3.3.4 Pembuatan larutan baku logam mangan 10 Mn mg/L .....	15
3.3.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi .....	15
3.3.6 Penentuan Contoh Uji .....	15
3.5 Verifikasi metode .....	15
3.5.1 Linieritas .....	15
3.5.2 Penentuan LOD dan LOQ.....	15
3.5.3 Presisi .....	16

3.5.4	Akurasi .....	16
BAB IV	.....	17
HASIL DAN PEMBAHASAN	.....	17
4.1	Penentuan kadar Mn .....	17
4.2	Penentuan Linearitas .....	17
4.3	Penentuan <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of quantitation</i> (LOQ). .....	19
4.4	Penentuan Presisi.....	20
4.5	Penentuan Akurasi.....	21
4.6	Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran.....	21
BAB V	.....	24
KESIMPULAN DAN SARAN	.....	24
5.1	Kesimpulan.....	24
5.2	Saran .....	24
DAFTAR PUSTAKA	.....	26



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Skema alat SSA (Haswell, 1991) .....	8
Gambar 4. 1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Mn .....	18
Gambar 4. 2 Diagram Tulang Ikan pengujian Mn .....	22



## DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Absorbansi Larutan Standar Mn .....	18
Tabel 4. 2 Hasil Penentuan LOD dan LOQ .....	19
Tabel 4. 3 Hasil Penentuan Presisi .....	20
Tabel 4. 4 Hasil Penentuan Akurasi .....	21
Tabel 4. 5 Nilai estimasi Ketidakpastian.....	22
Tabel 4. 6 Kontribusi Ketidakpastian sumber asal.....	22



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan Pembuatan Kerja Mn.....	29
Lampiran 2 Linearitas .....	30
Lampiran 3 LOD dan LOQ .....	31
Lampiran 4 Presisi.....	32
Lampiran 5 Akurasi.....	33
Lampiran 6 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran .....	34



# VERIFIKASI METODE PENENTUAN MANGAN (Mn) PADA SAMPEL AIR MINUM MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM DI UPT LABORATORIUM KESEHATAN YOGYAKARTA

**Mia Khairatu Zhafrani**

Program Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia

Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta

Email : [19231077@students.uii.ac.id](mailto:19231077@students.uii.ac.id)

## INTISARI

Telah dilakukan pengujian verifikasi metode penentuan Mangan (Mn) pada sampel air minum menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) yang mengacu pada SNI 6989.5:2009. Tujuan dilakukan verifikasi metode untuk memastikan bahwa UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta dapat melakukan pengujian dengan hasil memenuhi syarat keberterimaan sesuai dengan metode acuan yang dipakai yaitu SNI 6989.5:2009. Parameter uji yang dilakukan meliputi linearitas, batas deteksi atau *Limit of Detection* (LOD), batas kuantifikasi atau *Limit of Quantification* (LOQ), akurasi dan presisi. Nilai linearitas yang diperoleh sebagai koefisien korelasi ( $r$ ) yaitu 0,9995. Nilai *limit of detection* (LOD) yaitu 0,0762 mg/L dan nilai *limit of quantification* (LOQ) yaitu 0,2540 mg/L. nilai %RSD pada pengujian presisi yang diperoleh 1,64% sesuai dengan syarat keberterimaan yaitu 2%. Nilai akurasi (%*recovery*) yaitu 99,51% nilai akurasi tersebut telah memenuhi syarat keberterimaan akurasi dengan rentang 85%-115% dan nilai estimasi ketidakpastian pengukuran pada penentuan kadar Mn dengan conoth uji air minum diperoleh sebesar  $(0,5018 \pm 0,0751)$  mg/L. Berdasarkan hasil verifikasi metode dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan dalam pengujian logam Mangan (Mn) telah memenuhi syarat keberterimaan SNI 6989.5:2009 sehingga metode tersebut dapat digunakan dalam pengujian di UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta.

Kata kunci: Verifikasi, Mangan (Mn), Air Minum, SSA

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar belakang**

Air merupakan sumber daya alam yang diperlukan untuk makhluk hidup bahkan untuk semua makhluk hidup. Manusia harus melindungi sumber daya air agar tetap dapat dimanfaatkan dengan baik oleh manusia serta makhluk hidup yang lainnya. Pentingnya air bagi kesehatan dapat dilihat dari jumlah air yang ada dalam organ seperti 80% dari darah adalah air. Air minum yang aman bagi kesehatan apabila memenuhi persyaratan fisika, mikrobiologis, kimiawi dalam parameter wajib dan parameter tambahan. Air minum yang baik adalah air minum yang memenuhi persyaratan seperti bebas dari cemaran mikroorganisme maupun bahan kimia yang berbahaya dan tidak berasa, berwarna dan berbau. Untuk menjaga kualitas air minum yang dikonsumsi masyarakat dilakukan pengawasan kualitas air minum secara eksternal dan internal seperti tertera pada Peraturan Menteri Kesehatan No.492/MENKES/PER/IV/2010.

Peningkatan kualitas air minum terhadap pengelolaan air terutama berasal dari air permukaan perlu diperhatikan. Pengelolaan yang dilakukan dimulai dari yang sangat sederhana sampai dengan pengelolaan yang lengkap, seperti tingkat kekotorannya dari sumber air tersebut. Semakin banyak zat pencemar akan semakin banyak pula teknik-teknik yang diperlukan untuk mengolah air tersebut agar memenuhi syarat untuk dikonsumsi (Situmorang, 2007).

Syarat pengujian logam Mangan dalam air minum mencakup kualitas fisik, biologis dan kimia. Salah satu kualitas yang ditinjau yaitu kadar logam Mangan (Mn), Pencemaran logam Mn berdampak berbahaya di dalam kesehatan dan dapat menimbulkan masalah dalam jangka panjang karena logam berat tersebut tidak dapat terurai dalam tubuh.

Pengujian logam Mangan pada sampel air minum di laboratorium menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), dalam pengujian ini sampel air minum di preparasi dengan menggunakan proses detruksi basah yang dilarutkan dengan sampel menggunakan asam kuat kemudian dipanaskan. Adanya



tujuan proses destruksi yaitu untuk memutuskan ikatan unsur logam dengan matriks supaya diperoleh logam bebas supaya mengurangi terjadinya kesalahan pembacaan oleh instrumen. Ketidakpastian pengukuran yaitu parameter yang terkait dengan hasil pengukuran yang mencirikan penyebaran nilai-nilai yang cukup dan dapat dikaitkan dengan pengukuran. Pengujian yang dilakukan harus memenuhi syarat untuk penggunaannya (Riyanto, 2014)

Metode spektrofotometri serapan atom telah banyak digunakan untuk menentukan kandungan logam dengan kategori logam berat maupun logam ringan. Tujuannya untuk membuktikan bahwa metode tersebut memenuhi syarat penggunaannya dan menghasilkan data yang valid maka perlu dilakukan verifikasi metode agar dapat digunakan (Tetrasari dan Hermi, 2003). Verifikasi merupakan metode kuantitatif dengan parameter pengujian meliputi linieritas, *Limit of Detection* (LOD), *Limit of Quantitation* (LOQ), akurasi, presisi dan ketidakpastian pengukuran dengan mengikuti metode SNI 6989.5:2009 tentang cara uji Mangan (Mn) dengan Spektrofotometri Serapan Atom

## **1.2 Rumusan masalah**

Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan, dapat dirumuskan susunan permasalahan yaitu:

1. Berapa hasil kadar Mn pada sampel air minum menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom dan kesesuaiannya dengan Permenkes No.492/Menkes/Per/IV/201?
2. Bagaimana hasil verifikasi metode pengujian Mn dalam sampel air minum menggunakan spektrofotometri serapan atom di UPT Labortatorium Kesehatan Yogyakarta berdasarkan parameter linieritas, batas deteksi atau *Limit of Detection* (LOD), batas kuantifikasi atau *Limit of Quantification* (LOQ), akurasi, presisi dan ketidakpastian pengukuran?

### 1.3 Tujuan

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah yang telah dipaparkan, dapat disimpulkan yaitu:

1. Untuk mengetahui kadar Mn pada sampel air minum sesuai dengan standar baku mutu yang mengacu pada Permenkes no.492/Menkes/Per/IV/2010.
2. Mengetahui hasil verifikasi metode pengujian Mangan dalam sampel air minum menggunakan spektrofotometri serapan atom di UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta berdasarkan parameter linieritas, batas deteksi atau *Limit of Detection* (LOD), batas kuantifikasi atau *Limit of Quantification* (LOQ), akurasi, presisi dan ketidakpastian pengukuran.

### 1.4 Manfaat

Berdasarkan tujuan yang telah dipaparkan, manfaat yang diperoleh yaitu:

1. Bagi mahasiswa
  - a. Mengetahui pengujian tersebut baik dalam praktik maupun teori yang berkaitan dengan pengujian kimia di UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta
  - b. Menambah wawasan ilmu pengetahuan berkaitan dengan pengujian kimia
  - c. Menambah wawasan tentang dunia kerja bagi profesi analisis kimia
2. Bagi instansi
  - a. Sebagai sarana edukasi melalui kegiatan praktik maupun teori terkait parameter wajib dalam pengujian sampel air minum
  - b. Sebagai sarana evaluasi dan pengembangan terkait verifikasi metode pengujian Mn pada air minum menggunakan spektrofotometri serapan atom
  - c. Hasil dari pengujian tersebut dapat memberikan informasi bahwa UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta mampu melakukan penentuan Mn

dengan memenuhi syarat kebertrimaan dengan metode acuan yaitu SNI 6989.5:2009

3. Bagi Program Studi DIII Analisis kimia Universitas Islam Indonesia  
Hasil diperoleh dari mahasiswa dalam praktik kerja lapangan bisa dijadikan referensi untuk pengembangan edukasi di Program Studi DIII Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia
4. Bagi pembaca  
Untuk para pembaca bias dijadikan sebagai bahan referensi dalam melakukan penelitian yang berkaitan dengan Verifikasi Metode Penentuan Mn pada air minum menggunakan spektrofotometri serapan atom.



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Profil UPT Laboratorium Kesehatan Kota Yogyakarta**

Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Kesehatan Kota Yogyakarta terletak di Jalan sisingamangaraja, Kabupaten brontokusuman, Kecamatan Mergangsan, Kota Yogyakarta. Awal mula nama UPT Laboratorium Kesehatan pertama kali yaitu Laboratorium Pengawasan Kualitas Air yang berlokasi di wilayah kelurahan Dukuh Kecamatan Mantrijeron Kota Yogyakarta, Pada tahun 2018 berubah struktur menjadi Unit Pelaksana Teknis Laboratorium Kesehatan Lingkungan Kota Yogyakarta (Peraturan Walikota Nomor 1130 Tahun 2017). Kemudian, pada tahun 2020 ditetapkan perubahan nama menjadi Unit Pelaksana Teknis Laboratorium Kesehatan Kota Yogyakarta, berlokasi di Jl. Sisingamangaraja no.21, Brontokusuman, Mergangsan. UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta melakukan pemeriksaan kimia air, mikrobiologi air, kimia dan mikrobiologi pangan, dan swab antigen covid-19. Pengujian kualitas air untuk parameter fisika kimia air terbatas dan mikrobiologi sesuai dengan Permenkes RI No. 416/Menkes/Per/IX/1990 untuk air bersih dan Permenkes RI No.492/Menkes/Per/IV/2010 untuk air minum. Untuk pemeriksaan swab antigen covid-19 melakukan pengambilan swab nasofaring dan pemeriksaan antigen.

Unit Pelayanan Teknis Laboratorium Kesehatan Yogyakarta memiliki Visi dan Misi sebagai berikut:

1. Visi

Mewujudkan Laboratorium Kesehatan Yogyakarta yang bermutu, berprofesional dan berdaya saing untuk mendukung Yogyakarta kota nyaman huni dan pusat pelayanan jasa tahun 2022

2. Misi

- a. Meningkatkan mutu pelayanan dan kepuasan pelanggan
- b. Meningkatkan kompetensi SDM dan melengkapi sarana prasarana sesuai standar
- c. Mengembangkan kemitraan dalam jejaring laboratorium kesehatan

Susunan organisasi dalam UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta yaitu:

- a. Kepala UPT
- b. Ka Sub Bag Tata Usaha
- c. Penanggung Jawab Mutu
- d. Penanggung Jawab Kesehatan Masyarakat
- e. Penanggung Jawab Klinis

## 2.2 Air Minum

Air minum merupakan air yang melalui proses pengolahan atau tanpa proses pengolahan yang memenuhi syarat kesehatan dan dapat langsung diminum. Air adalah sebuah zat yang ada di alam yang dalam kondisi normal diatas permukaan bumi berbentuk cair, dapat membeku pada suhu dibawah 0°C dan mendidih pada suhu 100°C. Persyaratan yang dilakukan untuk pengujian air minum yaitu bakteriologi, kimia, dan fisik, mengingat bahwa pada dasarnya tidak ada air yang 100% murni dalam arti memenuhi syarat yang patut untuk kesehatan maka harus terpenuhi atau paling tidak mendekati syarat-syarat yang dikehendaki (Perkemenkes RI, 2010).

Dalam pengelolaan air minum isi ulang rentan terkontaminasi dari berbagai mikroorganisme terutama bakteri coliform dan *Escherichia coli*. Bakteri *Escherichia coli* merupakan bakteri indikator kualitas air minum karena keberadaannya di dalam air mengindikasikan bahwa air tersebut terkontaminasi oleh feses dan mengandung mikroorganisme patogen lainnya (Radji, 2010).

Contoh dari bakteri patogen yang terdapat dalam air terkontaminasi kotoran manusia atau hewan ialah bakteri *Escherichia coli* yang dapat menyebabkan gejala diare, demam, keram perut dan muntah-muntah. Dari uraian tersebut dapat diketahui tingginya kontaminasi mikroorganisme pada air minum isi ulang, maka pengujian kualitas air tersebut yang di produksi harus dilakukan secara berkala untuk menjamin air minum yang sehat dan aman untuk di konsumsi oleh masyarakat (Entjang, 2003).

Syarat air yang dipandang baik secara umum, yaitu:

1. Syarat fisika

Air minum tidak berwarna, tidak berasa, tidak berbau, dengan suhu udara yang jernih. Jika syarat fisik tidak terpenuhi maka kemungkinan air yang ada tidak sehat (Peraturan Menteri Kesehatan RI No.492/Menkes/Per/IV/2010).

2. Syarat bakteriologis

Air minum hendaknya terhindar dari kontaminasi bakteri terutama yang bersifat pathogen. Mengukur air minum bebas dari bakteri yang digunakan adalah bakteri *Escherichia coli* dan *coliform*. Pemeriksaan air minum harus terbebas dari bakteri *Escherichia coli* dan *coliform*. Pada persyaratan bakteriologis kualitas air minum, parameter yang digunakan yaitu jumlah maksimum kandungan dari bakteri *Escherichia Coli* dan total bakteri *coliform* per 1 ml sampel yang diperiksa. Jika terjadi penyimpangan dari ketentuan maka air tersebut dianggap tidak memenuhi syarat dan perlu di selidiki lebih lanjut. Bakteri *Escherichia coli* dan *coliform* yang digunakan sebagai syarat bakteriologis umumnya bibit dari penyakit ini ditemukan pada kotoran manusia dan lebih mudah dimatikan dengan pemanasan air (Peraturan Menteri Kesehatan RI No.492/Menkes/Per/IV/2010).

3. Syarat kimia

Air minum yang dikatakan baik adalah air yang tidak tercemar secara berlebihan oleh zat kimia terutama oleh zat- zat yang berbahaya bagi kesehatan. Bahan kimia yang terkandung di dalam air minum tidak merusak bahan tempat penyimpanan air, mineral yang dibutuhkan oleh tubuh hendaknya harus terdapat dalam kadar yang sewajarnya dalam sumber air minum (Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.492/Menkes/Per/IV/2010).

### 2.3 Unsur Mangan (Mn)

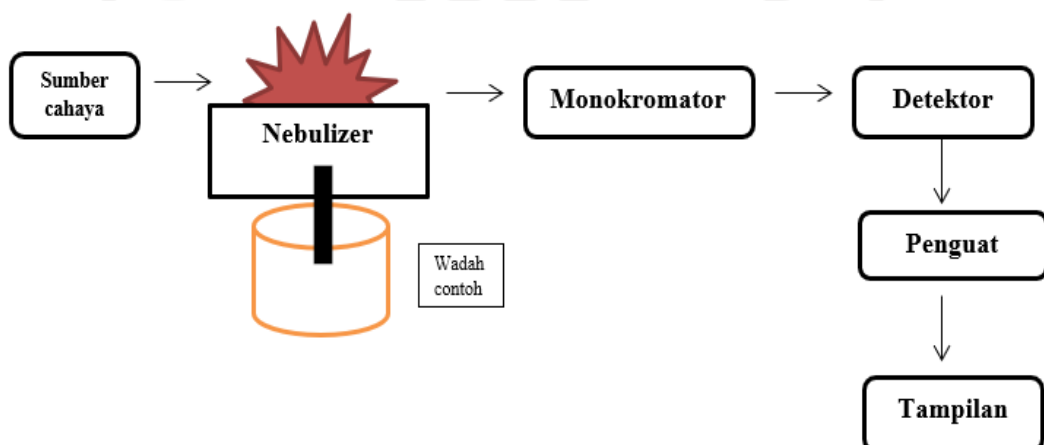
Mangan merupakan unsur logam yang termasuk golongan VIIB, berat atom  $54.93 \text{ g. mol}^{-1}$ , titik lebur  $1247^{\circ}\text{C}$  dan titik didihnya  $2032^{\circ}\text{C}$ . Mangan (Mn) adalah metal berwarna kelabu-kemerahan. Di alam mangan (Mn) umumnya ditemui dalam bentuk senyawa dengan berbagai macam valensi, air yang mengandung mangan (Mn) berlebih menimbulkan rasa, warna

(coklat/ungu/hitam) dan kekeruhan (Fauziah, 2010). Sumber cemaran logam Mn dalam air berasal dari dari aktivitas pertambangan, saluran tambang atom, kerja mikroba terhadap mineral mangan pada pE rendah, dan dari tempat pembuangan akhir yang berisi batu baterai bekas yang selanjutnya akan terbawa oleh air hujan menjadi air tanah yang diminum (Manahan, 1994).

Logam Mangan menjadi salah satu kebutuhan bagi organisme seperti moluska dan spons. Menurut Widowati, 2007 logam Mn dalam perairan dalam jumlah yang kecil ( $<0,5$  mg/L) mangan di dalam air tidak menimbulkan gangguan kesehatan, didalam tubuh bermanfaat menjaga kesehatan otak dan tulang serta menghasilkan enzim untuk metabolisme dan mengubah karbohidrat dan protein membentuk energi yang digunakan sedangkan dalam jumlah besar ( $>0,5$  mg/L) menyebabkan neurotoksik.

#### 2.4 Spektrofotometri Serapan Atom

Spektrofotometri merupakan suatu metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan oleh molekul analit. Salah satu bagian dari Spektorofotometri yaitu Serapan Atom, metode analisis yang dilakukan yaitu secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog dkk, 2000).



Gambar 2. 1 Skema alat SSA (Haswell, 1991)

Cara kerja SSA yaitu dimulai ketika sumber cahaya dari lampu katoda yang berasal dari elemen yang sedang diukur dan dilewatkan ke dalam api yang nyala berisi sampel yang telah teratomisasi. Kemudian radiasi tersebut diteruskan ke detektor melalui monokromator, detektor dipakai untuk mengukur intensitas cahaya yang dimana akan menolak arah searah arus dari emisi nyala dan hanya mengukur arus bolak-balik dari sumber radiasi ataupun sampel. Detektor yang menuju sistem penguat yang dipakai untuk membedakan kembali radiasi yang berasal dari sumber radiasi dan nyala api setelah radiasi tersebut keluar dari detektor, selanjutnya sinar masuk menuju readout yang merupakan alat pencatat hasil. Hasil pembacaan berupa angka atau kurva yang menggambarkan absorbansi (Kusuma, 2019). Prinsip kerja SSA merupakan absorpsi cahaya oleh atom, atom-atom yang berasal dari sampel akan menyerap sebagian sinar yang dipancarkan oleh sumber cahaya. Penyerapan energi atom terjadi pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan energi yang dibutuhkan oleh atom. Dalam menyerap energi atom dalam keadaan dasar dapat mengalami ke tingkat energi dasar sambil mengeluarkan energi yang berbentuk radiasi. Prinsip atomisasi dari larutan contoh uji.

Analisis logam Mn (mangan) dalam air menggunakan spektrofotometer serapan atom, yaitu pengkondisian sampel dalam keadaan asam dengan penambahan HNO<sub>3</sub> agar sampel air tidak terbentuk endapan sehingga logam-logam tetap terlarut dalam air termasuk ion logam mangan. Apabila ion Mn terhidrolisis dan terbentuk endapan Mn(OH)<sub>3</sub>, maka saat pengukuran sampel akan mempengaruhi proses pengukuran menggunakan SSA. Ion logam Mn (mangan) akan diionisasi oleh *flame* pada panjang gelombang 279,5 nm dan dibaca oleh detektor dengan hasil pembacaan absorbansi sampel (Warsyidah *et.al.*, 2019).

## 2.5 Verifikasi metode

Verifikasi metode merupakan suatu uji kinerja metode yang sudah baku atau standard, tujuan dari verifikasi metode sendiri yaitu untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid dan untuk membuktikan bahwa



laboratorium memiliki data kinerja. Metode standar yaitu metode yang dikembangkan dan ditetapkan oleh suatu organisasi atau badan standardisasi nasional suatu Negara dan diterima, contohnya ISO dan lain sebagainya.

Verifikasi data merupakan proses membandingkan dua hal atau lebih yang berguna untuk memastikan keakuratan dan kebenaran suatu informasi. Misalnya, pemeriksaan batas yang bisa diterima oleh persyaratan yang ditetapkan dan metode yang digunakan dalam pengujian tersebut bekerja dengan benar sehingga menghasilkan data yang valid sesuai dengan standar kebertrimaan pengujian. Metode kuantitatif yang digunakan untuk proses verifikasi terdiri beberapa parameter yaitu selektivitas, batas deteksi, presisi, akurasi, linieritas, *recovery*, ketidakpastian pengukuran dan stabilitas pemeriksaan memasukkan data, pemeriksaan kesalahan pengetikan, pemeriksaan terhadap perhitungan dan pemindahan data.

### **2.5.1 Linearitas**

Menurut Riyanto (2014) Linearitas adalah kemampuan metode analisis dalam memberikan respon proposional terhadap konsentrasi analit dalam contoh uji. Linieritas dinyatakan dalam istilah variansi sekitar arah garis regresi yang dapat dihitung berdasarkan persamaan matematik dari data yang diperoleh pada hasil uji dengan berbagai konsentrasi analit, Linieritas ditentukan dari membuat kurva kalibrasi berbagai konsentrasi minimum sebanyak lima konsentrasi yang berbeda. Persamaan diperoleh dari metode kuadrat terkecil yaitu  $y = ax \pm b$  persamaan tersebut akan menghasilkan koefisien determinasi ( $R^2$ ) dan koefisien korelasi (R).

### **2.5.2 *Limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ)**

Menurut Riyanto (2014) Batas deteksi atau *Limit of Detection* (LOD) merupakan parameter uji batas terkecil yang memiliki suatu alat atau instrument untuk mengukur sejumlah analit tertentu, sedangkan batas kuantitasi atau *Limit of Quantitation* adalah jumlah analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur dengan akurat dan presisi oleh instrumen. Penentuan batas deteksi dan batas

kuantitasi dapat menggunakan garis regresi linier dari kurva kalibrasi dengan simpangan baku residual  $S(y/x)$ . Nilai tersebut ditentukan dengan nilai sebagai berikut:

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{slope}} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{slope}} \dots\dots\dots (1)$$

### 2.5.3 Presisi

Menurut Riyanto (2014) presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata hasil uji, Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relative. Presisi bisa dihitung dengan menggunakan standar deviasi (SD) agar diperoleh nilai *Relative Standars Deviasion (RSD)* yang dinyatakan dalam present maupun *Coeficient Variation (CV)*. CV digunakan sebagai perbandingan dengan perhitungan CV Horwitz, apabila nilai dari %RSD melebihi 2% dengan syarat keberterimaan %RSD.

Presisi dapat dinyatakan dalam tiga kategori, yaitu keterulangan (*repeatability*) adalah presisi yang diperoleh dari hasil pengulangan secara berulang oleh analis yang sama kondisi serta dalam interval waktu yang singkat, presisi antara (*intermediate precision*) adalah presisi yang diperoleh dengan cara melakukan pengulangan pemeriksaan alat, waktu dan analis yang berbeda tapi dalam laboratorium yang sama, ketertiruan (*reproducibility*) adalah presisi yang diperoleh dari pengulangan dengan metode tetapi dilakukan oleh analis, peralatan, waktu dan laboratorium yang berbeda (Riyanto, 2014). Berdasarkan beberapa jenis tersebut, nilai presisi memenuhi syarat keberterimaan jika pengujian sampel duplo menggunakan %RPD dengan syarat kurang dari 10% dan untuk pengujian lebih dari dua sampel menggunakan %RSD dengan syarat kurang dari 2%. Jika nilai %RPD atau %RSD tidak memenuhi syarat maka perlu dicari nilai CV Horwitz (Riyanto, 2014).

Penentuan presisi dapat menggunakan persamaan berikut:

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

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

$$CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5\log C} \dots\dots\dots (3)$$

Keterangan:

$X_i$  = pengukuran contoh uji

$\bar{X}$  = rata-rata

$n$  = jumlah pengukuran

$SD$  = standar deviasi

$C$  = fraksi konsentrasi

Pengujian presisi dilakukan dengan membandingkan nilai %RSD yang diperoleh dari persamaan koefisien variasi *Horwitz* dan syarat keberterimaan yang baik yaitu nilai %RSD lebih dari 2/3 %CV *Horwitz* sehingga metode tersebut dapat dikatakan presisi yang baik.

#### 2.5.4 Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi diukur sebagai banyaknya analit yang diperoleh kembali pada suatu pengukuran dengan melakukan pada suatu sampel. Metode analisis mempunyai tingkat akurasi yang baik jika syarat keberterimaan nilai %*Recovery* 85% - 115% (Gandjar dan Rohman, 2014).

*Recovery* dapat ditentukan dengan persamaan:

$$C \text{ target} = \frac{V \text{ standar} \times C \text{ standar}}{\text{Volume total}} \dots\dots\dots (1)$$

$$\%Recovery = \frac{C \text{ spike} - C_{\text{sampel}}}{C \text{ target}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

#### 2.5.5 Estimasi ketidakpengukuran

Estimasi ketidakpastian adalah suatu parameter yang menetapkan rentang nilai didalamnya terdapat nilai benar (*true value*) Sumber ketidakpastian berasal

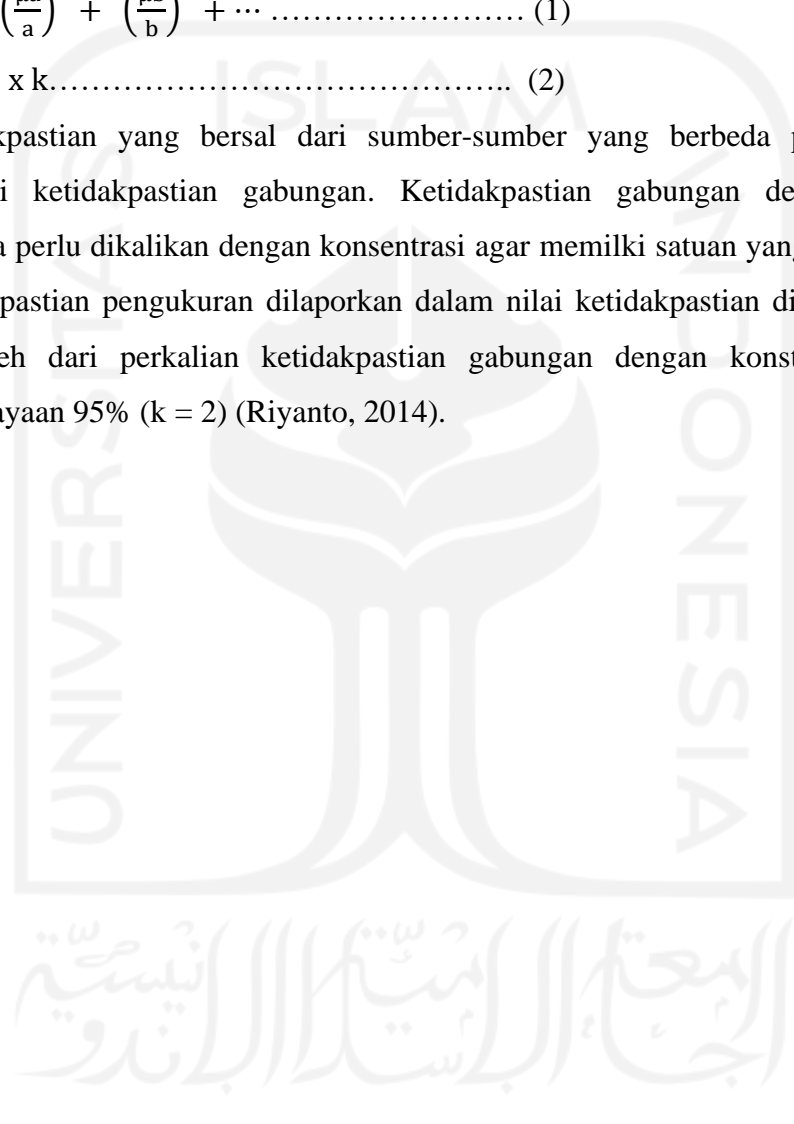
dari sampling, preparasi contoh peralatan, instrument, kesalahan acak, sistematis, dan personal. Estimasi ketidakpastian dalam analisa kimia dapat ditentukan dengan diagram tulang ikan (Pramono, 2014).

Estimasi ketidakpastian dapat ditentukan dengan persamaan:

$$\frac{U_c}{c} = \sqrt{\left(\frac{\mu a}{a}\right)^2 + \left(\frac{\mu b}{b}\right)^2 + \dots} \dots\dots\dots (1)$$

$$U = U_c \times k \dots\dots\dots (2)$$

Ketidakpastian yang bersal dari sumber-sumber yang berbeda perlu diubah menjadi ketidakpastian gabungan. Ketidakpastian gabungan dengan satuan berbeda perlu dikalikan dengan konsentrasi agar memiliki satuan yang sama. Nilai ketidakpastian pengukuran dilaporkan dalam nilai ketidakpastian diperluas yang diperoleh dari perkalian ketidakpastian gabungan dengan konstanta tingkat kepercayaan 95% ( $k = 2$ ) (Riyanto, 2014).



## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan adalah air bebas mineral, gas asetilen ( $C_2H_2$ ) HP dengan tekanan minimum 100 psi, logam Mangan (Mn) 1000 ppm (Scp science), asam nitrat pekat Merck ( $HNO_3$ ) dan akuades asam.

#### **3.2 Alat**

Alat-alat yang digunakan adalah Spektrofotometer (Agilent 200 series AA) yang digunakan pada panjang gelombang 279,5 nm, lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp, HCl*) mangan, gelas piala 100 mL, pipet ukur 10 mL, mikropipet, pH meter, labu ukur 50; 100 mL, corong gelas dan kertas saring.

#### **3.3 Prosedur Kerja**

##### **3.3.1 Preparasi**

Contoh uji dipipet sebanyak 2000 mL dan diasamkan dengan larutan  $HNO_3$  pekat hingga  $pH < 2$ , kemudian sampel air minum dipipet sebanyak 100 mL dan dimasukkan ke dalam gelas beaker. Sampel dipanaskan dengan perlahan menggunakan *waterbath* hingga volumenya berkurang dan jernih. Sampel dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda miniskus, seka dinding labu ukur dan dihomogenkan, kemudian sampel dapat dimasukkan ke dalam botol kimia.

##### **3.3.2 Pembuatan Larutan standar Mn 10 mg/L**

Larutan induk Mn 1000 mg/L dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan akuades asam hingga tanda batas. Lalu seka dan dihomogenkan.

### **3.3.3 Pembuatan Larutan kerja Mn**

Larutan baku Mn 10 mg/L dipipet sebanyak 0,0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2,0 dan 10 mL, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur. Kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas, diseka dan dihomogenkan.

### **3.3.4 Pembuatan larutan baku logam mangan 10 Mn mg/L**

Larutan standar mangan dipipet sebanyak 100 mg Mn/L kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100,00 mL. Ditepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan dihomogenkan.

### **3.3.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi**

Instrumen spektrofotometri serapan atom dioptimalkan dengan pengukuran Mn total. Larutan blanko diukur serapannya menggunakan SSA, selanjutnya diatur serapannya hingga nol. Deret larutan kerja Mn diukur dengan panjang gelombang 279,5 nm. Hasil pengukuran kurva kalibrasi didapatkan dari persamaan regresi linearnya.

### **3.3.6 Penentuan Contoh Uji**

Contoh uji yang telah dipreparasi kemudian diukur dengan instrumen SSA dengan panjang gelombang 279,5 nm, selanjutnya pengukuran diulang sebanyak 7 kali dan konsentrasi yang diperoleh dirata-ratakan.

## **3.5 Verifikasi metode**

### **3.5.1 Linieritas**

Larutan blanko dan larutan kerja diaspirasikan satu persatu ke dalam SSA-nyala, diukur serapannya pada panjang gelombang 279,5 nm, kemudian di tentukan persamaan regresi liniernya.

### **3.5.2 Penentuan LOD dan LOQ**

Hasil pengukuran ditentukan dari persamaan regresi linier, kemudian dilakukan perhitungan LOD dan LOQ.

Data tersebut ditentukan dengan persamaan rumus sebagai berikut:

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{slope}} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{slope}} \dots\dots\dots (2)$$

### 3.5.3 Presisi

Pengawetan contoh uji dihasilkan dari pengukuran sampel dengan instrument SSA, ditentukan dengan konsentrasi sampel menggunakan persamaan regresi linier. Hasil analisis dari konsentrasi sampel didapatkan dari perhitungan %RSD.

Kemudian data dianalisa dengan menggunakan rumus:

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

$$\% \text{RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{CV Horwitz} = 2^{1-0,5\log C} \dots\dots\dots (3)$$

### 3.5.4 Akurasi

Pembuatan larutan spike diperoleh dari larutan standar Mn 10 mg/L dipipet sebanyak 5 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan larutan contoh uji sebanyak 95 mL dan dihomogenkan. Lalu larutan spike diukur absorbansinya

Nilai Akurasi dinyatakan dengan %*Recovery* sesuai rumus sebagai berikut:

$$C \text{ target} = \frac{V \text{ standar} \times C \text{ standar}}{\text{Volume total}} \dots\dots\dots (1)$$

$$\% \text{Recovery} = \frac{C \text{ spike} - C \text{ sampel}}{C \text{ target}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Penentuan kadar Mn**

Penelitian dengan judul “Verifikasi Metode Penentuan Mn Pada Air Minum Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom di UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta” bertujuan untuk melakukan verifikasi metode pengujian logam Mn dalam air minum, penentuan logam Mn mengacu pada SNI 6989.5:2009. Metode yang mengacu pada SNI perlu diverifikasi untuk memastikan metode tersebut sesuai dengan penggunaannya, menurut SNI 6989.5:2009 prinsip pengujiannya adalah analit logam mangan dalam bentuk analit berubah menjadi bentuk atomnya, menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit pada panjang gelombang 279,5 nm.

Perolehan kadar logam Mn dalam sampel air pada penelitian adalah dengan menggunakan kurva kalibrasi standar. Persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi standar disubstitusikan untuk memperoleh nilai konsentrasi pada sampel menggunakan nilai absorbansi sampel. Konsentrasi logam Mn dalam sampel kemudian dikalikan dengan factor pengenceran sehingga diperoleh kadar logam dalam sampel. Berdasarkan perolehan data, kadar logam Mn dalam sampel air sebesar 0,5018 mg/L, hasil tersebut masuk dalam kisaran kadar Mn di Peraturan Menteri Kesehatan No.492 tahun 2010.

#### **4.2 Penentuan Linearitas**

Linearitas menunjukkan suatu metode analisis untuk memperoleh hasil pengujian yang sesuai dengan konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran konsentrasi tertentu (Ermer dan Miller, 2005). Metode kurva kalibrasi digunakan untuk menentukan linearitas dalam proses verifikasi dengan menganalisis deret standar yang telah diketahui konsentrasinya dari konsentrasi baku 10 mg/L. Deret

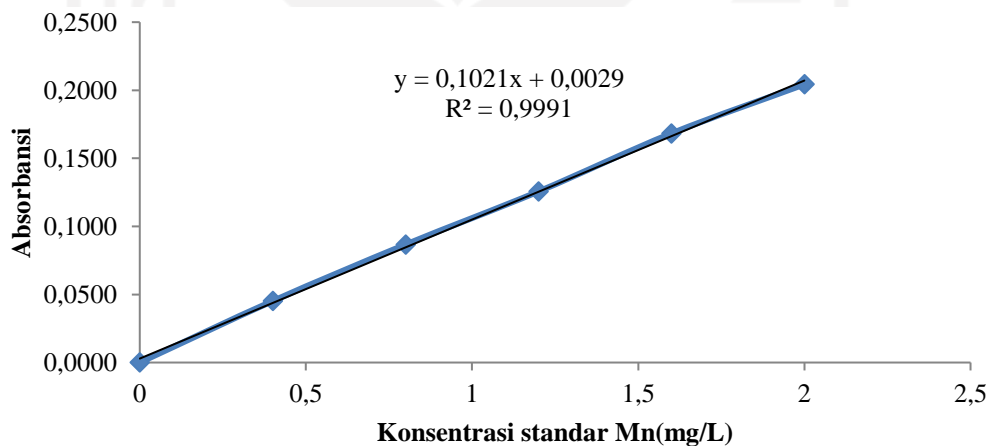


standar yang digunakan berjumlah 6 konsentrasi yaitu 0,0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 dan 2 mg/L (ppm). Larutan standar yang dianalisis menghasilkan absorbansi yang ditunjukkan pada Tabel 4.1

**Tabel 4. 1 Absorbansi Larutan Standar Mn**

<b>Konsentrasi (mg/L)</b>	<b>Absorbansi</b>
0,0	0,0000
0,4	0,0452
0,8	0,0867
1,2	0,1256
1,6	0,1683
2	0,2043

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi larutan standar Mn yang diukur maka semakin besar absorbansinya. Absorbansi yang meningkat dikarenakan semakin besarnya jumlah unsur Mn dalam larutan standar. Data tersebut dapat digunakan untuk menentukan linearitas suatu pengujian yang umumnya untuk mengukur kadar suatu analit dalam contoh uji.



**Gambar 4. 1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Mn**

Kurva kalibrasi dibuat dengan membuat grafik seperti pada Gambar 4.1 untuk menghasilkan persamaan regresi, Grafik tersebut menunjukkan hubungan antara konsentrasi larutan standar dan absorbansi berbanding lurus, kurva kalibrasi dinyatakan linier apabila memenuhi syarat keberterimaan linearitas. Hasil linieritas berdasarkan hasil pengukuran larutan standar diperoleh dari persamaan regresi linier dengan nilai *slope* sebesar 0,1021 dan nilai intersep sebesar 0,0029. Linearitas yang diperoleh berupa koefisien determinasi ( $R^2$ )

sebesar 0,9991 dan koefisien korelasi (R) sebesar 0,9995. Uji linearitas untuk metode penentuan kadar Mn dalam air minum menghasilkan koefisien korelasi  $\geq 0,9995$  sehingga memenuhi kriteria keberterimaan artinya metode yang digunakan untuk rentang konsentrasi yang diukur baik (Riyanto, 2014).

Interferensi proses pengukuran menggunakan SSA dapat berasal dari besarnya nyala api, lebar slit, dan sensitifitas lampu detektor. Interferensi pengukuran ini akan mempengaruhi sensitivitas alat yang dapat dilihat dari nilai slope dan intersep sebagai sinyal blanko. Nilai slope 0,1021 lebih besar dari intersep 0,0029 dengan nilai intersep mendekati nol yang artinya kondisi alat menunjukkan sensitifitas yang bagus (Riyanto, 2014).

#### 4.3 Penentuan *Limit of Detection (LOD)* dan *Limit of quantitation (LOQ)*

Hasil yang diperoleh pada pembuatan kurva kalibrasi, data absrobansi dan konsentasi larutan standar selanjutnya digunakan untuk menentukan batas deteksi dan batas kuantitasi. Menurut Riyanto (2014) batas deteksi merupakan jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko, sedangkan batas kuantitasi adalah kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

**Tabel 4. 2 Hasil Penentuan LOD dan LOQ**

No.	Konsentrasi Standar (mg/L)	Absorbansi (Y)
1	0	0,0000
2	0,4	0,0452
3	0,8	0,0867
4	1,2	0,1256
5	1,6	0,1683
6	2	0,2043
	$\Sigma (Y_i - \bar{Y})^2$	$2,69 \times 10^{-5}$
	$S_{y/x}$	0,0026
	<b>LOD</b>	0,0762 mg/L
	<b>LOQ</b>	0,2540 mg/L

Berdasarkan Tabel 4.2 hasil penentuan LOD yang diperoleh sebesar 0,0762 mg/L dengan LOQ sebesar 0,2540 mg/L. Nilai LOD yang baik yaitu intersep kurang dari LOD, dari hasil perhitungan diperoleh nilai intersep sebesar 0,0029, menunjukkan bahwa hasil dari perhitungan LOD sesuai dengan syarat keberterimaan, karena nilai intersep lebih kecil dari nilai LOD. Nilai LOQ yang baik yaitu konsentrasi sampel kurang dari LOQ, hasil uji diperoleh konsentrasi sampel sebesar 0,5018 dengan nilai LOQ sebesar 0,2540, menunjukkan bahwa hasil perhitungan LOQ sesuai dengan syarat keberterimaan.

#### 4.4 Penentuan Presisi

Menurut Riyanto (2014), presisi adalah kedekatan nilai dalam serangkaian pengukuran satu dengan yang lain, Penentuan presisi yang dilakukan dalam penelitian yaitu %RSD karena dilakukan lebih dari satu kali pengulangan. Pada penelitian ini, uji presisi dilakukan dengan pendekatan *repeatability* yaitu keterulangan. Metode *repeatability* ini dianggap lebih efisien karena waktu yang digunakan lebih singkat serta dengan proses lebih mudah. Presisi akan memenuhi syarat jika %RSD lebih kecil dari 2%.

**Tabel 4. 3 Hasil Penentuan Presisi**

<b>Keterangan</b>	<b>Absorbansi</b>	<b>Konsentrasi (Xi) (mg/L)</b>
Sampel 1`	0,0539	0,4998
Sampel 2	0,0548	0,5087
Sampel 3	0,0529	0,4897
Sampel 4	0,0549	0,5096
Sampel 5	0,0545	0,5057
Sampel 6	0,0547	0,5073
Sampel 7	0,0531	0,4917
$\Sigma(Xi - \bar{X})^2$		0,0004
<b>SD</b>		0,0082
<b>%RSD</b>		1,64%

Berdasarkan Tabel 4.3 Nilai ketelitian dalam *Relative Standard Deviation* (%RSD). Hasil uji presisi diperoleh nilai %RSD sebesar 1.64%,

menurut Riyanto (2014) kriteria presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku relative (%RSD) kurang dari atau sama dengan 2%. Hasil %RSD yang diperoleh masuk dalam syarat keberterimaan karena kurang dari 2%.

#### 4.5 Penentuan Akurasi

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya, akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Metode *recovery* dilakukan dengan menambahkan *spike* dari larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya dalam sampel dan dibandingkan dengan sampel tanpa *spike* (Prihatin *et.al.*,2017). Akurasi dilakukan dengan melakukan dengan 3 kali pengulangan.

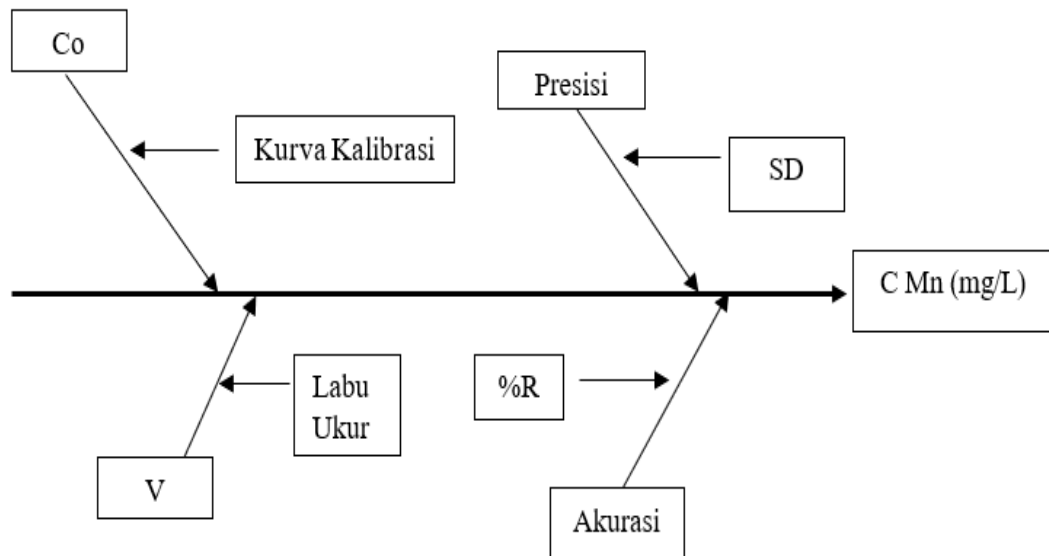
**Tabel 4. 4 Hasil Penentuan Akurasi**

Keterangan	Nilai		
	Spike 1	Spike 2	Spike 3
Absorbansi	0,1047	0,1052	0,1049
Konsentrasi Spike (mg/L)	0,9971	1,0020	0,9990
Konsentrasi sampel (mg/L)		0,5018	
%Recovery Rata-Rata	99,05%	100,03%	99,44%
		99,51%	

Berdasarkan Tabel 4.4 diperoleh data hasil %*Recovery* sebesar 99,51%. Menurut SNI 6989.5:2009 syarat keberterimaan %*Recovery* pada penentuan Mn dalam air minum yaitu sebesar 85% - 115%. Hasil dapat dinyatakan baik karena telah masuk dalam syarat keberterimaan.

#### 4.6 Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Menurut Kuntari (2017), ketidakpastian atau *uncertainty* pengukuran tidak sama dengan kesalahan, ketidakpastian pengukuran dapat diminimalkan karena sudah diketahui sebelum dilakukannya pengukuran menggunakan metode analisis tertentu.



Gambar 4. 2 Diagram Tulang Ikan pengujian Mn

Tabel 4. 5 Nilai estimasi Ketidakpastian

Lambang	Nilai	Satuan	Ketidakpastian Baku ( $\mu(x)$ )	Ketidakpastian Relatif ( $\mu(x)/x$ )
$\mu C_0$ (kurva kalibrasi)	0,5018	mg/L	0,01957	0,0390
$\mu A$ (akurasi)	100	%	1	0,0100
$\mu P$ (presisi)	1,64	%	0,00670	0,0041
$\mu V1$ (volume akhir)	100	mL	0,04082	0,0004
$\mu v2$ (volume akhir)	50	mL	0,02449	0,0005
<b>Ketidakpastian Gabungan (<math>\mu c</math>)</b>				0,0405
<b>Ketidakpastian Diperluas (<math>\mu</math>)</b>				0,0809

Tabel 4. 6 Kontribusi Ketidakpastian sumber asal

No.	Ketidakpastian pengukuran asal	Ketidakpastian relatif	Kontribusi (%)
1.	Konsentrasi Mn dari kurva kalibrasi	0,0390	72,2417%
2.	%R	0,0100	18,5270%
3.	RSD	0,0041	7,5673%
4.	Volume akhir	0,0004	0,7564%
5.	Volume akhir	0,0005	0,9076%
<b>Jumlah</b>		<b>0,0540</b>	<b>100%</b>

Nilai estimasi ketidakpastian contoh uji air minum berdasarkan Tabel 4.5 untuk estimasi ketidakpastian diperoleh nilai ketidakpastian gabungan sebesar 0,0376 dan ketidakpastian diperluas sebesar 0,0751. Hasil penentuan kadar Mn dan ketidakpastian diperoleh sebesar  $0,5018 \pm 0,0751$  mg/L. Nilai ketidakpastian berasal dari sumber ketidakpastian selama proses pengujian digunakan dalam alat ukur laboratorium. Berdasarkan Tabel 4.6, kontribusi ketidakpastian terbesar berasal dari kurva kalibrasi dan kontribusi terkecil berasal dari volume sampel pengujian



## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian pada Verifikasi Metode Penentuan Mn pada sampel Air Minum menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Penentuan kadar Mn menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom didapatkan hasil sebesar 0,5018 mg/L, hasil tersebut masuk dalam kisaran kadar Mn di Peraturan Menteri Kesehatan no.492 tahun 2010 yaitu 0,4 mg/L.
2. Verifikasi metode didapatkan hasil persamaan garis linier yaitu  $y = 0,1021x + 0,0029$  dengan ( $R^2$ ) sebesar 0,9991, hasil tersebut telah memenuhi syarat keberterimaan dengan korelasi ( $R$ ) 0,9995, nilai LOD sebesar 0,0762 mg/L, Nilai LOQ sebesar 0,2540. Presisi diperoleh %RSD sebesar 1,64% dimana hasil tersebut telah memenuhi syarat keberterimaan yaitu  $<2\%$ , nilai akurasi diperoleh yaitu 99,51% bahwa telah memenuhi keberterimaan akurasi dengan rentang 85% - 115%. Nilai kadar dan estimasi ketidakpastian sebesar  $0,5018 \pm 0,0751$  mg/L, nilai estimasi ketidakpastian telah memenuhi syarat keberterimaan karena nilai mendekati 0. Hal tersebut menunjukkan bahwa verifikasi metode pengujian Mn pada sampel air minum menggunakan spektrofotometri serapan atom berdasarkan SNI 6989.5:2009 dapat digunakan secara rutin di UPT Laboratorium Kesehatan Yogyakarta

#### **5.2 Saran**

Berdasarkan hasil verifikasi metode penentuan Mn pada sampel air minum menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom yang telah dilakukan maka penulis menyarankan sebagai berikut:

1. Berdasarkan data penelitian bisa di uji linearitas, *limit of detection* (LOD), *limit of quantification* (LOQ), presisi, akurasi dan ketidakpastian pengukuran.
2. Perlu dilakukannya perbandingan dengan instrument lain seperti Spektrofotometri UV-Vis atau metode voltametri untuk melihat perbandingan hasil akurasi dan presisi dari pengujian logam Mn pada air minum





## DAFTAR PUSTAKA

- Achmad R, 2004. Kimia Lingkungan. Edisi I. Yogyakarta: ANDI
- AOAC. 2012. Official Methods of Analysis of AOAC International, 19th ed, USA
- Peraturan menteri kesehatan republik indonesia nomor 492/menkes/per/IV/2010 tentang persyaratan kualitas air minum. Jakarta: Depkes RI; 2010
- Entjang, I., 2003, Mikrobiologi dan Parasitologi untuk Akademi Keperawatan dan Sekolah Tenaga Kesehatan yang Sederajat, 58-61, PT. Citra Aditya Bakti, Jakarta
- Ermer, J., dan Miller, J.H.McB, 2005, *Method Validation in Pharmaceutical Analysis, A Guide to Best Practice*, Weinheim: Wiley-Vch Verlag GmbH dan Co. KgaA
- Fauziah, Adelina. 2010. Efektivitas Saringan Pasir Cepat Dalam Menurunkan Kadar Mangan (Mn) Pada Air Sumur Dengan Penambahan Kalium Permanganat (KMnO<sub>4</sub>) 1%. Skripsi FKM USU: Medan
- Gandjar, G. I., dan Rohman, A., 2014, Kimia Farmasi Analisis, Pustaka Belajar, Yogyakarta
- Haswell, S. J. 1991. Atomic Absorption Spectrometry Theory, Design, and Application. New York: Elsevier Science Publishing Company Inc.
- Kuntari, K., Aprianto, T., Noor, R. H., & Baruji, B. (2017). Verifikasi Metode Penentuan Asetosal dalam Obat Sakit Kepala dengan Metode Spektrofotometri UV. *JST (Jurnal Sains dan Teknologi)*, 6(1). 31-40.
- Kusuma, A. T., 2019, Analisis kandungan logam berat timbal (Pb) dan raksa (Hg) pada cat rambut yang beredar di Kota Makassar dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Celebes Enviromental Science Journal*, 1(1), 6-12.
- Manahan, S.C., 1994, Enviromental Chemistry, 6th edition, Willard Grand Press, Boston
- Pramono, U., 2014, Estimasi Ketidakpastian Pengukuran, Tangerang: BMD Street Consulting

- Prihatin, A. W., Prasetya, A.T., dan Sumarni. W., 2017, Validasi Metode Analisis Mn dalam Sedimen Sungai Kaligarang dengan ICP-OES Dan GFAAS, *Indonesian Journal of Chemical Science*, 6(1), 19-26.
- Radji, Maksum. 2010. Buku Ajar Mikrobiologi Panduan Mahasiswa Farmasi dan Kedokteran. Jakarta: EGC.
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji: sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi* Ed 1. Yogyakarta: Deepublish.
- Situmorang M, 2007. Kimia Lingkungan. Medan : UNIMED
- Skoog. D. A., Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch, 2000. *Fundamentals of Analytical Chemistry Hardcover: 992 pages, Publisher: Brooks Cole*
- Tetrasari dan Hermini., 2003, Validasi Metode Analisis. Pusat Pengkajian Obat dan Makanan BPPOM
- Warsyidah, A.A., Syarif, J., dan Abdullah, C., 2019, Analisis Kadar Mangan (Mn) pada Air Alkali dengan Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), *Jurnal Media Laboran*, 9 (1): 1-5.
- Widowati, W. 2008. Efek Toksik Logam Pencegahan Dan Penanggulangan Pencemaran, Andi Yogyakarta.

The background features a large, light gray watermark of the Universitas Islam Indonesia logo. The logo is a shield-shaped emblem with a central minaret-like symbol. The text 'UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA' is written around the shield, and the Arabic name 'الجامعة الإسلامية الإندونيسية' is written at the bottom.

# LAMPIRAN

### Lampiran 1 Perhitungan Pembuatan Kerja Mn

❖ Perhitungan pembuatan larutan kerja logam Mn 10 ppm

- Konsentrasi 0,0 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\10 \text{ mg/L} \times V_1 &= 0,0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 0 \text{ mL}\end{aligned}$$

- Konsentrasi 0,4 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\10 \text{ mg/L} \times V_1 &= 0,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 2 \text{ mL}\end{aligned}$$

- Konsentrasi 0,8 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\10 \text{ mg/L} \times V_1 &= 0,8 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 4 \text{ mL}\end{aligned}$$

- Konsentrasi 1,2 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\10 \text{ mg/L} \times V_1 &= 1,2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 6 \text{ mL}\end{aligned}$$

- Konsentrasi 1,6 ppm

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\10 \text{ mg/L} \times V_1 &= 1,6 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 8 \text{ mL}\end{aligned}$$

- Konsentrasi 2 ppm

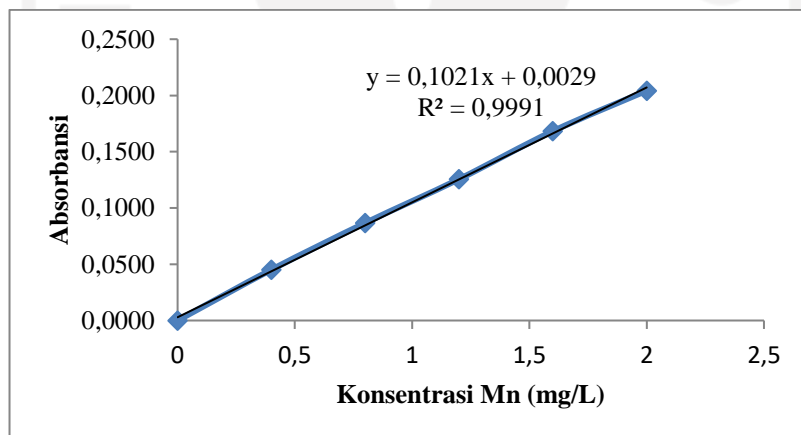
$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\10 \text{ mg/L} \times V_1 &= 2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

## Lampiran 2 Linearitas

### ❖ Data absorbansi larutan standar sulfat

Konsentrasi ( $\mu\text{g/mL}$ )	Absorbansi			Rata-rata
	1	2	3	
0	0	0	0	0,0000
0,4	0,0448	0,0456	0,0451	0,045167
0,8	0,0876	0,0850	0,0874	0,086667
1,2	0,1257	0,1239	0,1273	0,125633
1,6	0,1691	0,1695	0,1662	0,168267
2	0,2046	0,2062	0,2020	0,204267

### ❖ Kurva kalibrasi standar Mn



Diperoleh data :

Persamaan linear :  $y = 0,1021x + 0,0029$

Slope : 0,1021

r : 0,9995

$R^2$  : 0,9991

### Lampiran 3 LOD dan LOQ

❖ Data perhitungan LOD dan LOQ

Konsentrasi Standar (mg/L)	Absorbansi (Y)	Yi	(Yi-Y)	(Yi-Y) <sup>2</sup>
0	0,0000	0,0029	0,0029	8,4100E-06
0,4	0,0452	0,0437	-0,0014	2,0354E-06
0,8	0,0867	0,0846	-0,0021	4,3542E-06
1,2	0,1256	0,1254	-0,0002	4,5511E-08
1,6	0,1683	0,1663	-0,0020	4,0267E-06
2	0,2043	0,2071	0,0028	8,0278E-06
	<b>Σ (Yi-Y)<sup>2</sup></b>			2,6900E-05
	<b>Sy/x</b>			0,0026
	<b>LOD</b>			0,0762
	<b>LOQ</b>			0,2540

- **Perhitungan yi**

$$y_i = ax + b$$

$$y = 0,1021x + 0,0029$$

$$y = (0,1021 \times 0,0 \text{ mg/L}) + 0,0029$$

$$y = 0,0029$$

- **Perhitungan Sy/x**

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

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{2,6900E-05}{7-2}} = 0,0026$$

- **Perhitungan LOD**

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

$$LOD = \frac{3 \times 0,0026}{0,1021} = 0,0762$$

- **Perhitungan LOQ**

$$LOQ = \frac{10 \times S(y/x)}{\text{slope}}$$

$$LOQ = \frac{10 \times 0,0026}{0,1021} = 0,2540$$

## Lampiran 4 Presisi

### ❖ Data Perhitungan Presisi

Keterangan	Absorbansi Rata-rata	Konsentrasi (Xi) (mg/L)	Konsentrasi (X) (mg/L)	Xi	(Xi - $\bar{Xi}$ ) <sup>2</sup>
Sampel 1`	0,0539	0,4998	0,4998		3,83715E-06
Sampel 2	0,0548	0,5087	0,5087		4,70051E-05
Sampel 3	0,0529	0,4897	0,4897		0,000145918
Sampel 4	0,0549	0,5096	0,5096	0,5018	6,13944E-05
Sampel 5	0,0545	0,5057	0,5057		1,53486E-05
Sampel 6	0,0547	0,5073	0,5073		3,08038E-05
Sampel 7	0,0531	0,4917	0,4917		0,000102431
		$\Sigma(Xi - \bar{Xi})^2$			0,0004
		<b>SD</b>			0,0082
		<b>%RSD</b>			1,64%

- $SD = \sqrt{\frac{\Sigma(xi - \bar{x})^2}{n-1}}$
- $\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$
- $Cv \text{ Horwitz} = (2^{(1-(0,5 \times \log C))})$
- $2/3 \text{ CV Horwitz} = \frac{2}{3} \times CV \text{ Horwitz}$

### ❖ Perhitungan kadar Mn

$$Mn \text{ (mg/L)} = C \times Fp$$

- Kadar Mn sampel 1 =  $0,4998 \times 1 = 0,4998 \text{ mg/L}$
- Kadar Mn sampel 2 =  $0,5087 \times 1 = 0,5087 \text{ mg/L}$
- Kadar Mn sampel 3 =  $0,4897 \times 1 = 0,4897 \text{ mg/L}$
- Kadar Mn sampel 4 =  $0,5096 \times 1 = 0,5096 \text{ mg/L}$
- Kadar Mn sampel 5 =  $0,5057 \times 1 = 0,5057 \text{ mg/L}$
- Kadar Mn sampel 6 =  $0,5073 \times 1 = 0,5073 \text{ mg/L}$
- Kadar Mn sampel 7 =  $0,4917 \times 1 = 0,4917 \text{ mg/L}$

Rata-rata hasil dari pembuatan larutan logam Mn yaitu sebanyak 0,5018 mg/L

## Lampiran 5 Akurasi

❖ Data perhitungan Akurasi

Keterangan	Absorbansi	Konsentrasi Spike(mg/L)	Konsentrasi Target (mg/L)	Konsentrasi sampel (mg/L)	%Recovery	Rata-Rata
Spike 1	0,1047	0,9971			99,05%	
Spike 2	0,1052	1,0020	0,5000	0,5018	100,03%	99,51%
Spike 3	0,1049	0,9990			99,44%	

$$- \%recovery = \frac{C_{spike} - C_{contoh uji}}{C_{target}} \times 100\%$$

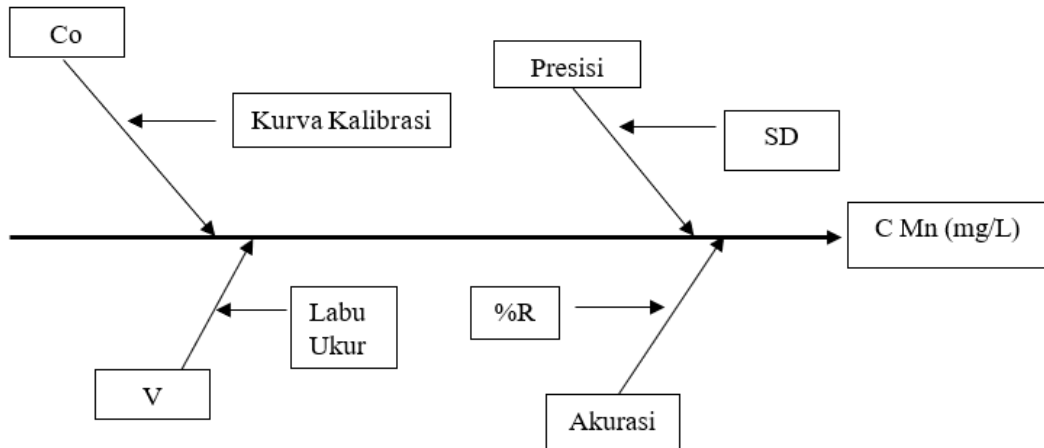
$$- C_{target} = \frac{Volume\ standar \times Konsentrasi\ standar}{Volume\ total}$$

$$C_{target} = \frac{5\ mL \times 10\ mg/L}{100\ mL} = 0,5\ mg/L$$



## Lampiran 6 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

### ❖ Diagram tulang ikan



### ❖ Ketidakpastian Kurva

Persamaan	Slope	Intersep
$y = 0,1021x + 0,0029$	0,1021	0,0029

### ❖ Ketidakpastian Presisi

No.	Deskripsi	Nilai
1.	SD	0,02
2.	$\sqrt{6}$	2
3.	$\mu p$	0,0067

### ❖ Ketidakpastian Akurasi

No	Deskripsi	Nilai
1.	%R	100
2.	n	100
3.	$\mu R$	1

❖ Ketidakpastian Gabungan dan Diperluas

No.	Lambang	Deskripsi	Nilai	Satuan	Ketidakpastian Baku ( $\mu(x)$ )	Ketidakpastian Relatif ( $\mu(x)/x$ )
1.	$C_0$	Konsentrasi Mn dari kurva kalibrasi	0,5018	mg/L	0,01957	0,0390
2.	akurasi	%R	100	%	1	0,0100
3.	presisi	RSD	1,64	%	0,00670	0,0041
4.	$V_1$	Volume akhir	100	mL	0,04082	0,0004
5.	$v_2$	Volume akhir	50	mL	0,02449	0,0005
<b>Ketidakpastian Gabungan (<math>\mu_c</math>)</b>						<b>0,0405</b>
<b>Ketidakpastian Diperluas (<math>\mu</math>)</b>						<b>0,0809</b>

