

LAPORAN TUGAS AKHIR

**PENENTUAN KANDUNGAN BESI PADA SEDIMEN LAUT
MENGUNAKAN *MICROWAVE DIGESTION* SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**



Disusun oleh :

**Shoofin Zulfa Istighfara
NIM: 19231033**

PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2022

LAPORAN TUGAS AKHIR

**PENENTUAN KANDUNGAN BESI PADA SEDIMEN LAUT
MENGUNAKAN *MICROWAVE DIGESTION* SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

**ANALYSIS OF IRON IN MARINE SEDIMENT USING
MICROWAVE DIGESTION BY ATOMIC ABSORPTION
SPECTROPHOTOMETRY**



Disusun oleh :

Shoofin Zulfa Istighfara
NIM: 19231033

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

2022

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**PENENTUAN KANDUNGAN BESI PADA SEDIMEN LAUT
MENGUNAKAN *MICROWAVE DIGESTION* SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Shoofin Zulfa Istighfara

NIM: 19231033

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Program Studi D III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
pada tanggal 12 Agustus 2022

Menyetujui

Ketua Program Studi

Pembimbing



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



Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc.
NIK. 132311101

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**PENENTUAN KANDUNGAN BESI PADA SEDI MEN LAUT
MENGUNAKAN *MICROWAVE DIGESTION* SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Shoofin Zulfa Istighfara

NIM: 19231033

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada 12 Agustus 2022

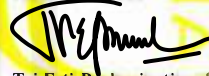
Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji



Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc
NIK. 132311101

Penguji I



Tri Esti Purbaningtias, SS i., M.Si
NIK. 132311102

Penguji II



Yuli Rohyami, M.Sc
NIK. 052316004

Mengetahui,

Dekan Fakultas MIPA UII



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



ISLAM

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir yang berjudul Penentuan Kadar Besi pada Sedimen Laut Menggunakan *Microwave Digestion* Secara Spektrofotometri Serapan Atom ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 26 September 2022



Shoofin Zulfa Istighfara

الجمهورية الإسلامية اندونيسية

MOTTO

Perjuangan Hidup

Tidak selalu dimenangkan oleh orang yang lebih cepat atau lebih kuat,
Anda pasti menang apabila anda berfikir bisa menang.

“...Allah meninggikan orang - orang yang beriman diantara kamu dan orang orang yang berilmu beberapa derajat..” (QS. Al-Mujadalah: 11)

“Ketahuilah bahwa kemenangan Bersama kesabaran, kelapangan Bersama kesempitan, kesulitan Bersama kemudahan” (HR. Tirmidzi)

الجمعة المباركة
الاستد بالاندية

HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirrahmanirrahim

Puji syukur kepada Allah *subhanallahu wa ta'ala* yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga sampai detik ini saya tidak berhenti mengucap rasa syukur kepada Allah *subhanallahu wa ta'ala* telah memberikan kecukupan sampai saat ini penulis memasuki tahap akhir pembelajaran di Program Studi Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia. Menimba ilmu disini dipenuhi dengan segala rasa canda, sedih, resah takut dalam setiap langkah akan tetapi sampai detik ini penulis dapat memasuki tahap akhir dengan menyusun tugas akhir.

Dengan mengucap rasa syukur kepada Allah *subhanallahu wa ta'ala* penulis sangat berterima kasih kepada keluarga besar saya terutama kepada kedua orang tua saya, Ibu Patni Astuti yang selalu menanyakan keadaan saya saat saya merantau dan Bapak saya Muchtarom selalu memberi semangat saat menyusun laporan tugas akhir saya serta tak lupa berkat doa kedua orang tua sehingga sampai saat ini saya dapat menyelesaikan kewajiban saya menyelesaikan studi saya. Dan tak lupa teruntuk kedua adik saya Danin Anila Shafana dan Widad Hanif Mukarram yang selalu mensupport segala hal yang saya lakukan.

Terima kasih banyak kepada Bapak Hikmat selaku pembimbing saya selama 6 bulan PKL di LIPI yang membimbing saya dalam melakukan penelitian dan sabar menghadapi saya apabila banyak yang tidak dimengerti.

Bapak Bayu Wiyantoko, M.Sc selaku dosen pembimbing yang sudah membimbing saya dari mulai mendapatkan data sampai dengan menyusun laporan tugas akhir sampai detik ini.

Mas hanif dan Mas andreas yang selalu membantu saya apabila mengalami kesulitan dalam melakukan penelitian. Makasih selalu mau direpotin sana sini karena saya dan membimbing saya selama PKL selama 6 bulan di LIPI.

Orang yang sudah memberikan support kepada saya sampai dengan detik ini, selalu sabar dalam menghadapi mood aku yang lagi jelek. Makasih udah mau nemenin saya dalam kondisi apapun dan sudah membimbing aku dengan sepenuh

hati, selalu fast respon ketika aku meminta bantuan walaupun dibentang oleh jarak.

Sahabat saya Infinity (Sofia, Vina, Azkia, Kumala, Maisyc, Zanna, Syifa) yang selalu siap sedia mendengarkan keluh kesah aku selama ini, makasih dorongan semangat ketika saya merantau dan makasih saran yang kalian berikan kepada aku yang selalu membawa hal hal positif. Kalian bukan lagi teman tetapi seperti saudara sendiri yang ada disaat saya merasa sedih.

Terima kasih banyak untuk Wulan dan Beti partner saya PKL yang selalu mendengarkan keluh kesah saya selama 6 bulan di kota orang. Orang yang selalu memberi semangat. Tidak lupa saling tau kondisi satu sama lain.

Terima kasih banyak untuk temen seperjuangan saya di analis kimia UII yaitu Siti dan Paiha yang selalu mengingatkan saya dalam mengerjakan laporan dan selalu nanya keadaan saya, Lala yang selalu menanyakan keadaan saya setiap hari walaupun kita jauh tetapi kamu selalu ada ketika saya berada dititik terendah saya, Salsa, Rahma dan Ani terima kasih yang selalu ada ketika saya lagi tidak baik baik aja. Teman teman Analis Kimia UII yang tidak bisa saya sebutkan satu satu karena keterbatasan kertas, kedatangan kalian yang sangat berhaga buat saya selama menimba ilmu disini.

Akhir kata, saya persembahkan tugas akhir ini untuk kalian semua orang-orang yang saya sayangi dan saya banggakan. Semoga tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi orang lain dan sukses untuk kita semua, Aamin.

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum warahmanullahi wabarakatu.

Alhamdulillah rabbil 'alamin, Segala Puji Syukur di panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa, yang telah memeberikan rahmat dan hidayah- Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir dengan judul Penentuan Kandungan Besi pada Sedimen Laut Menggunakan *Microwave Digestion* Secara Spektrofotometri Serapan Atom.

Penyusunan Laporan Tugas Akhir bertujuan untuk memenuhi sebagian persyaratan guna memperoleh gelar Ahli Madya Sains (A.Md.Si) DIII Analisis Kimia Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.

Sejak awal Praktik Kerja Lapangan (PKL) sampai dengan penyusunan Laporan Tugas Akhir, telah didapatkan bantuan oleh beberapa pihak, oleh karena itu pada kesempatan ini penyusun menyampaikan banyak terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
2. Ibu Kuntari, S.Si.,M.Sc. selaku Ketua Prodi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
3. Bapak Bayu Wiyantoko, M.Sc selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir yang selalu memberikan masukan, kritikan, arahan serta saran sehingga dalam penyusunan laporan berjalan dan selesai dengan baik.
4. Bapak Hikmat, M.Si selaku pembimbing PKL di Pusat Riset Kimia Maju Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN) yang banyak membimbing saya selama penelitian dan memberikan saran yang baik selama penelitian.
5. Dosen dan Staff Program Studi D III Analisis Kimia FMIPA UII yang selalu sigap membantu dan memberikan ilmu.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan laporan ini masih banyak kekurangan dan jauh dari kata sempurna, baik dari segi penyusunan, bahasa, ataupun penulisannya. Oleh karena itu, penulis sangat terbuka terhadap kritik serta saran yang sifatnya membangun dari semua pihak, guna menjadi acuan dalam bekal pengalaman bagi penulis untuk lebih baik di masa yang akan datang.

Wassalamualaikum warahmatullahi wabarkatuh

Yogyakarta, 26 September 2022

Penyusun

الجمعة الإسلامية في البلاد
التي هي في البلاد الإسلامية

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	v
MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
INTISARI	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	4
BAB II DASAR TEORI	5
2.1 Sedimen	5
2.2 Logam Berat	5
2.2.1 Besi	6
2.2.2 Ion Besi dalam Air	7
2.2.3 Toksikologi Besi	7
2.2.4 Sumber Cemaran Besi	8
2.3 Preparasi Sampel	8
2.3.1 Destruksi basah	8
2.4 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	10
2.5 Penentuan Massa Jenis Zat Cair	13
2.5 Penentuan Kandungan Besi (Fe)	14
2.5.1 Linearitas	14

2.5.3 <i>Limit of detection (LOD)</i> dan <i>Limit of quantitation (LOQ)</i>	14
2.5.4 Presisi	15
2.5.5 Ketidakpastian pengukuran	16
BAB III METODOLOGI	18
3.1 Bahan	19
3.2 Alat	19
3.3 Prosedur Kerja	19
3.4 Penentuan Kandungan Besi	19
3.3.1 Penentuan massa jenis	19
3.3.1 Pembuatan larutan deret standar besi	19
3.3.2 Pembuatan kurva kalibrasi	19
3.3.3 Penentuan LoD dan LoQ	20
3.3.4 Penentuan presisi	20
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1 Preparasi sampel	21
4.2 Penentuan Kandungan Besi	22
4.2.1 Penentuan konsentrasi larutan standar besi dengan massa jenis.....	23
4.2.2 Linearitas	24
4.2.2 <i>Limit of Detection (LOD)</i> dan <i>Limit of Quantitation (LOQ)</i>	25
4.2.3 Presisi	26
4.2.4 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran	27
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	30
5.1 Kesimpulan	30
5.2 Saran	31
DAFTAR PUSTAKA	31
LAMPIRAN	33

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Sistem Peralatan Spektrofotometri Serapan Atom	12
Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fe	24
Gambar 4.2 Diagram tulang ikan	28

الجمهورية الإسلامية اندونيسية

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Tingkat presisi berdasarkan konsentrasi analit	16
Tabel 4.1 Hasil Perhitungan Nilai LOD dan LOQ	26
Tabel 4.2 Hasil Perhitungan Uji Presisi	27
Tabel 4.3 Estimasi Ketidakpastian Gabungan dan Diperluas	29

الجمهورية الإسلامية البليزية

ISLAM

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan Larutan	33
Lampiran 2 Penentuan Linearitas	39
Lampiran 3 Penentuan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi	40
Lampiran 4 Penentuan Presisi	41
Lampiran 5 Penentuan Ketidaktepatan Pengukuran	42

UNIVERSITAS

INDONESIA



الجمهورية الإسلامية
الاندونيسية

PENENTUAN KANDUNGAN BESI PADA SEDIMEN LAUT MENGUNAKAN *MICROWAVE DIGESTION* SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)

Shoofin Zulfa Isighfara
Program Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta
email: 19231033@students.uii.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan penentuan kandungan besi dalam sampel sedimen laut menggunakan *microwave digestion* secara spektrofotometri serapan atom (SSA) dengan parameter pengujian linearitas, LOD dan LOQ, presisi dan ketidakpastian pengukuran. Penelitian ini dilakukan untuk menentukan kandungan kadar besi dalam sampel sedimen laut. Kandungan besi dalam sedimen laut dilakukan preparasi sampel dengan menggunakan *microwave digestion* secara spektrofotometri serapan atom. Berdasarkan hasil analisis, konsentrasi logam berat besi (Fe) dalam sampel sedimen laut guna menentukan cemaran dalam perairan laut yang dapat membahayakan bagi ekosistem laut karena logam berat besi bersifat susah terurai. Hasil konsentrasi Fe dalam sampel sedimen adalah 18012,9061 mg/L. Hasil penentuan kadar besi yang ditinjau dari beberapa parameter metode kurva kalibrasi diperoleh nilai koefisien korelasi sebesar 0,9972, LOD dan LOQ sebesar 11,5073 dan 38,3577 mg/L, presisi (% RSD) sebesar 0,6% dan ketidakpastian diperluas didapatkan sebesar 4429,2068.

Kata kunci: Fe, sedimen, *microwave digestion*, spektrofotometri serapan atom

BABI

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Negara Indonesia adalah negara yang terdiri dari beberapa kepulauan yang menjadi satu kesatuan wilayah dan batas wilayah kepulauan Indonesia memiliki beberapa pantai dan punggungan. Perbatasan suatu wilayah antara lautan dan daratan yang terjadi pengendapan dan pengikisan diakibatkan oleh gelombang air laut (Firmansyah dkk,2014). Limbah daratan yang bermuara kelaut akan larut kedalam air laut dan akan terkonsentrasi sedimen.

Pencemaran air laut terjadi karena adanya kotoran atau hasil buangan aktivitas dari makhluk hidup yang masuk kedalam air sungai (Rengki,2011). Pencemaran merupakan suatu permasalahan yang dihadapi pada jaman sekarang, salah satu yang mengakibatkan pencemaran adalah air. Aktivitas - aktifitas manusia yang membuahkan limbah seperti limbah rumah, limbah industri. Pencemaran laut terjadi akibat dari pembuangan limbah secara sengaja ataupun tidak sengaja oleh manusia yang mengakibatkan terdapatnya logam berat yang beracun (Hala,dkk, 2005). Keberadaan logam berat dalam perairan laut disebabkan oleh berbagai sumber yaitu dari limbah rumah tangga, limbah pertanian dan buangan limbah industri.

Sedimen merupakan suatu habitat organisme dan sebagai komponen penting dari ekosistem perairan. Sedimen juga sebagai tempat utama untuk polutan kimia yang persisten, beracun yang dilepaskan ke lingkungan. Limbah kimia pada ekosistem perairan yang masuk ke badan air dan tidak mudah untuk terurai dapat terakumulasi dalam sedimen. Sedimen menjadi indikator untuk mengetahui kontaminasi seperti logam berat dalam lingkungan perairan (Kruopiene, 2007). Kandungan logam berat yang akan menumpuk pada air laut dan sedimen masuk kedalam system rantai makanan dan berpengaruh pada kehidupan organisme (Said dkk, 2009).

Banyaknya industri yang diperkirakan mempengaruhi logam berat Fe diperairan yang kemungkinan membuang limbah hasil produksinya ke perairan yang mengalir ke laut yang menghasilkan limbah buangan tersebut diperkirakan mengandung logam berat Fe. Proses terbentuknya sedimen terjadi pada daerah pantai yang mengalami erosi karena material pembentukan pantai terbawa oleh arus ke tempat lain dan tidak kembali ke tempat semula. Pembentukan sedimen atau endapan sedimen disebabkan oleh material pembentuk (Firmansyah dkk, 2014). Beberapa material yang tersusun pada sedimen laut yaitu material biogenetic yang berasal dari organisme, material dari proses hasil kimiawi seperti garam dan fosfor, material residual, material sisa pengendapan dan material hasil erosi daratan. Komposisi yang terdapat pada sedimen laut berupa mineral dan struktur kimia dalam bebatuan. Logam berat pada perairan laut akan berbahaya pada kehidupan suatu organisme dan juga membahayakan bagi kesehatan bagi manusia karena sifat dari logam berat yang susah terurai.

Logam berat yang menjadi perhatian untuk dianalisis pada sampel sedimen laut yaitu logam Al, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Fe. Logam Fe sangat dibutuhkan oleh organisme hidup tetapi jika dalam jumlah banyak akan menimbulkan efek racun. Salah satu cara untuk mengetahui kandungan Fe dalam sedimen laut dengan menggunakan metode *microwave digestion* yaitu dengan melarutkan asam kuat. Proses destruksi pada sampel sedimen laut untuk mendapatkan larutan yang tereampur sempurna dengan analit dan menghindari terjadinya hilangnya analit atau terjadi pada kontaminan analit. Penelitian ini menggunakan destruksi *microwave* karena pada penelitian ini digunakan larutan HNO_3 dan HCl yang akan mudah menguap dan menyebabkan larutan menjadi berasap apabila larutan dalam asap ini semakin banyak maka semakin banyak yang keluar, akuaregia menjadi kurang stabil. Keunggulan destruksi basah tertutup dengan menggunakan *microwave* yaitu menghasilkan kualitas destruksi yang tinggi, unsur unsur yang bersifat volatil tidak hilang dan waktu proses destruksi yang digunakan relatif singkat (Rodiana, 2013). Destruksi basah mendapatkan hasil yang baik daipada

destruksi kering, destruksi basah yang digunakan pada suhu yang tidak melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon akan cepat hanyut daripada menggunakan cara pengabuan kering. Sampel sedimen laut dapat dianalisis menggunakan alat *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS). Menurut Naschan (2017) Selain dengan itu pengujian logam berat pada sedimen laut dapat dilakukan dengan menggunakan alat ICP-OES (*Inductively Plasma-Optical Emission Spectrometry*).

Berkaitan dengan latar belakang diatas dilakukan analisis logam Fe dalam sedimen laut. Hal ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi logam besi yang mengalami akumulasi dalam sedimen laut dan mengetahui instrument memberikan hasil yang baik dalam menganalisis logam Fe pada sampel sedimen dilihat dari beberapa parameter yaitu linearitas, limit deteksi dan limit kuantitasi, presisi, dan ketidakpastian pengukuran.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah disebutkan, rumusan masalah yang dianalisis adalah :

1. Berapa kandungan Fe pada sampel sedimen laut yang diuji dengan spektrofotometer serapan atom (SSA)?
2. Bagaimanakah unjuk hasil penentuan kadar besi (Fe) dalam sedimen laut secara spektrofotometer serapan atom (SSA) dengan parameter linieritas, LoD dan LoQ, presisi, dan ketidakpastian pengukuran ?

1.3 Tujuan

Tujuan penelitian yang dilakukan adalah:

1. Menentukan kandungan Fe pada sampel sedimen laut yang diuji dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA).
2. Menentukan unjuk hasil penentuan kandungan besi (Fe) pada sampel sedimen laut secara spektrofotometer serapan atom (SSA) dengan parameter linieritas, LoD dan LoQ, presisi dan ketidakpastian pengukuran.

1.4 Manfaat

Manfaat melakukan penelitian adalah:

1. Mengetahui prosedur penentuan kadar besi pada sampel sedimen laut dengan menggunakan metode microwave secara Spektrofotometer Serapan Atom(SSA)
2. Memberikan informasi tentang hasil penentuan kadar besi (Fe) pada sampel sedimen laut dengan metode microwave digestion seeara Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sedimen

Sedimen merupakan partikel hasil dari pelapukan batuan, material biologi, material sisa tumbuhan dan daun serta endapan kimia (Bent et al., 2001). Sedimen adalah ranting - ranting material yang terbentuk ulasan batu batu secara physical dan secara kimia. Partikel ini memiliki size yang besar sampai yang sangat halus dan bermacam macam bentuk. Hasil sedimen didapatkan dari pecahan, mineral ataupun material organic yang diangkut dari berbagai sumber dan diendapkan oleh corong udara, angin, es atau air dan termasuk material yang diendapkan dari material yang melayang dalam air atau dalam bentuk larutan kimia (Usman, 2014).

Sedimen adalah suatu kumpulan hasil rombakan batuan yang memiliki kandungan logam berat yang dipengaruhi oleh meneralogi batuan asal. Kandungan logam berat akan terkandung dalam sedimen yang terdiri atas geokimia dan hasil aktivitas manusia Sedimen sangat berperan penting dalam tujuan akhir limbah dan mempunyai potensi untuk melepas zat zat tercemar ke dalam kolam air dengan adanya perubahan kondisi kimiawi. Sedimen laut adalah endapan yang terhampar didasar laut dan penyusunan lapisan laut. Material sedimen berasal dari beberapa sumber yang ada dibumi yaitu daratan, organisme dan air (Zainal A, 2009).

2.2 Logam Berat

Logam berat adalah logam yang tergolong sama dengan logam yang lainnya. Pengaruh yang dihasilkan logam berat masuk kedalam organisme hidup maka organisme hidup tersebut akan langsung terkena racun (Palar, 1994). Hampir 75 % unsur yang terdapat dalam table periodie adalah unsur logam. Unsur logam dapat ditemukan disetiap golongan kecuali golongan VII-A dan golongan VIII-A. Unsur logam dapat dikelompokan berdasarkan golongan golongan yang sesuai dengan karakteristiknya (Palar, 2008).

Logam berat salah satu komponen alami yang terdapat di kulit bumi yang didapat dihanurkan dan termasuk zat yang berbahaya karena

bioakumulasi. Bioakumulasi terjadi adanya peningkatan konsentrasi zat kimia dalam tubuh makhluk hidup dalam jangka waktu yang lama apabila dibandingkan dengan adanya zat kimia yang terdapat di alam (Yudo, 2006). Logam berat terakumulasi lewat rantai makanan yang berarti tingkatan rantai makanan yang ditempati oleh organisme semakin tinggi maka akumulasi logam berat juga semakin bertambah. Logam berat juga dapat menimbulkan efek negatif pada kehidupan makhluk hidup yang dapat mengganggu reaksi kimia, menghambat absorbsi dari nutrisi-nutrien yang esensial (Ashraf, 2006).

Logam berat adalah suatu zat pencemar berbahaya yang mempunyai sifat tidak dapat terdegradasi secara alami dan lebih terakumulasi dalam air, sedimen dasar perairan dan tubuh organisme (Harun et al., 2008). Logam berat bersifat berbahaya dan racun karena memiliki rapat massa tinggi dan sejumlah konsentrasi kecil. Elemen ini tidak dapat dihancurkan ataupun didegradasi.

2.2.1 Besi

Besi merupakan logam transisi yang memasuki sepuluh besar sebagian unsur di bumi memiliki nomor atom 26 dan massa atom 55,8. Logam berkilau yang mudah dibentuk termasuk golongan VIII dari tabel periodik. Besi memiliki massa jenis $7,9 \text{ g/cm}^3$ dan titik leleh 1535°C dan titik didih 3000°C (Kamble, et al., 2013). Logam reaktif yang stabil di udara kering dan air bebas karbon dioksida. Besi yang berada dalam lingkungan dapat dioksidasi oleh oksigen atmosfer ion besi (II) dioksidasi menjadi ion besi (III). Keadaan besi sangat rentan untuk mengalami proses hidrolisis yaitu membentuk polimer besi hidroksida yang tidak larut dengan ion hidroksil (Hollemaan dan Wiberg, 1971).

Besi salah satu elemen yang tidak mudah menguap dan terdiri dari pelapukan batuan yang diperlukan untuk sedimentasi dimediasi air (Burner dan Baccini, 1981). Matrik yang datang pada lingkungan yang berbeda menunjukkan dengan berbagai konsentrasi. Di dalam air, besi dalam bentuk terlarut sebagai senyawa garam feri (Fe^{3+}) atau garam fero (Fe^{2+}); tersuspensi

sebagai butir koloidal (diameter < 1 mm) atau lebih besar seperti $\text{Fe}(\text{OH})_3$ dan tergabung dengan zat organik atau zat padat yang anorganik (Said, 2003).

2.2.2 Ion besi dalam air

Sifat kimia peranan dari besi merupakan sifat redoks, pembentukan kompleks dan metabolisme oleh mikroorganisme. Besi dengan bilangan oksidasi rendah yaitu Fe (II) umum ditemukan dalam air tanah dibandingkan dengan Fe (III) karena air tanah tidak berhubungan dengan oksigen dari atmosfer, konsumsi oksigen bahan organik dalam media mikroorganisme sehingga menghasilkan keadaan reduksi dalam air tanah. Dalam kondisi tidak ada oksigen air tanah yang mengandung besi (II) jernih begitu mengalami oksidasi oleh oksigen yang berasal dari atmosfer ion ferro akan berubah menjadi ion ferri. Pembentukan besi (III) oksidasi terhidrat yang tidak larut menyebabkan air berubah menjadi abu-abu. Logam berat besi (Fe) yang terlarut dalam air dapat berbentuk kation ferro dan kation ferri.

2.2.3 Toksikologi besi

Limbah yang mengandung logam berat tersebut akan masuk kedalam ekosistem pantai atau laut yang kemudian laut menjadi tempat terkumpulnya zat-zat pencemar yang dibawa aliran air. Logam berat yang masuk kedalam perairan akan mengalami pengendapan, pengenceran dan disperse kemudian dalam organisme yang berada di perairan tersebut (Umar dkk., 2001). Palar (1994) menyatakan bahwa konsentrasi tertentu logam berat akan berubah fungsi menjadi racun bagi kehidupan perairan.

Logam besi merupakan salah satu logam berat yang sangat penting bagi organisme, tapi dalam jumlah yang berlebihan akan menghasilkan efek toksik. Buangan industri yang mengandung persenyawaan logam berat besi bukan menimbulkan toksik terhadap tumbuhan tetapi terdapat pada hewan dan manusia. Tingginya kandungan logam Fe akan berdampak terhadap kesehatan manusia diantaranya bisa menyebabkan keracunan (muntah), kerusakan usus, penebalan dini hingga kematian mendadak, radang sendi, cacat air, gusi berdarah, kanker diabetes, hipertensi, hepatitis (Parulian, 2009).

2.2.4 Sumber cemaran besi

Kandungan logam berat dalam perairan secara alamiah relatif sedikit, tetapi dengan adanya aktifitas masyarakat disekitar seperti kegiatan industri, domestik, pertanian dan lainnya yang dapat menimbulkan terjadinya peningkatan kandungan logam besi pada perairan. Adanya peningkatan serta buangan air limbah industri yang mengandung senyawa logam besi akan beracun dan akan merusak ekosistem yang terdapat dilaut. Logam besi yang masuk ke dalam lingkungan perairan tidak selamanya berasal dari kegiatan manusia tetapi juga berasal dari adanya daur alamiah yang dapat memindahkan logam berat dari batu-batuan ke tanah dan organisme hidup lalu air dan mengendap dalam sedimen (Andreas, 2010).

2.3 Preparasi sampel

Destruksi adalah suatu perlakuan yang digunakan untuk melarutkan atau mengubah sampel ke bentuk materi dan diukur sehingga pada saat analisis terdapat unsur unsur didalamnya. Proses destruksi bertujuan untuk menghasilkan larutan yang tercampur sempurna dengan analit, dekomposisi yang sempurna dari padatan dan menghindari terjadinya kontaminasi analit (Rodiana dkk, 2013). Metode destruksi terdapat 2 jenis yaitu destruksi basah dan destruksi kering (Tunakova et al., 2017). Metode Destruksi adalah suatu metode yang berfungsi untuk menghilangkan ikatan unsur logam dengan komponen lain dalam matrik sehingga unsur tersebut berada dalam keadaan bebas (Kristianingrum, 2012). Adapun reaksi antara logam dengan zat pengoksidasi lainnya seperti logam dengan HNO_3 berikut ini (Wulandari dan Sukesi, 2013).

Fungsi HNO_3 dalam reaksi diatas sebagai pengoksidasi utama karena sifat logam sendiri adalah logam yang dapat larut dalam HNO_3 , sehingga salah satu logam akan teroksidasi oleh HNO_3 .

2.3.1 Destruksi Basah

Destruksi basah merupakan sampel yang dirombak dengan asam asam baik tunggal maupun campuran yang kemudian dioksidasi dengan

menggunakan zat oksidator. Perlarut yang digunakan untuk destruksi basah adalah asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, asam klorida (Habibi dkk., 2020). Apabila sampel dimasukkan kedalam zat pengoksidasi kemudian dipanaskan dengan temperatur yang cukup tinggi dan apabila pemanasan dilakukan secara kontinu dengan waktu yang lama sampel akan teroksidasi secara sempurna dan elemen elemen dalam larutan asam akan ditinggalkan dalam bentuk senyawa anorganik sesuai dengan yang dianalisis (Anderson, 1987). Jika larutan yang didestruksi jernih maka dapat dikatakan bahwa terjadinya kesempurnaan dalam proses destruksi dan semua kontituen telah larut dengan sempurna atau perombakan senyawa organik berjalan dengan baik.

Prinsip metode destruksi basah merupakan penggunaan asam nitrat berfungsi untuk mendestruksi zat organik pada suhu yang rendah dan mengurangi kandungan mineral karena terjadinya penguapan. Destruksi basah ada 2 macam yaitu destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup (Rodiana dkk, 2013).

Keuntungan memakai metode destruksi asam terbuka merupakan alat alat yang digunakan relatif murah. Kelemahan menggunakan metode asam terbuka adalah unsur unsur dalam sampel akan mudah menguap dan hilang selama terjadinya proses destruksi dan kemungkinan terjadi kesalahan dalam analisis, maka dari itu untuk memperbaiki kelemahan dari metode destruksi asam terbuka dapat digunakan dengan metode asam tertutup yang menggunakan metode *microwave digestion*. Metode *microwave digestion* sampel ditambahkan asam kuat pada sistem tertutup maka terjadi peningkatan suhu dan tekanan pada sampel yang menjadikan logam menjadi larut (Rodiana dkk, 2013). Keunggulan menggunakan metode destruksi dengan menggunakan *microwave digestion* adalah kualitas destruksinya tinggi, unsur unsur volatile tidak hilang dan proses waktu destruksi yang dibutuhkan relatif singkat sekitar 20-40 menit (Rodiana dkk, 2013).

2.4 Spektrofotometer Serapan Atom

Spektrofotometri adalah salah satu cara atau metode untuk menganalisa unsur unsur kimia berdasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh suatu lajur larutan berwarna pada panjang gelombang spesifik dengan menggunakan monokromator prisma dengan detektor. Spektrofotometer serapan atom (SSA) merupakan suatu alat yang digunakan untuk metode analisis penentuan unsur unsur logam dan metalloid dengan pengukuran berdasarkan cahaya yang diserap dengan panjang gelombang tertentu pada atom atom dalam keadaan bebas (Skoog,dkk 2000).

Metode analisis spektrofotometri serapan atom didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat tenaga dasar (*ground state*). Penyerapan tersebut menyebabkan tereksitasinya elektron dalam kulit atom ke tingkat tenaga yang lebih tinggi (*excited state*). Pengurangan intensitas radiasi yang diberikan sebanding dengan jumlah atom pada tingkat tenaga dasar yang menyerap energi radiasi tersebut. Intensitas radiasi yang diteruskan (*transmitansi*) atau mengukur intensitas radiasi yang diserap (*absorbansi*), dapat diukur sehingga konsentrasi unsur di dalam cuplikan dapat ditentukan (Gunandjar, 1985).

Prinsip spektrofotometri serapan atom (SSA) berdasarkan atom yang terabsorpsi cahaya. Cahaya yang diserap oleh atom pada panjang gelombang dan sifat unsur tertentu. Panjang gelombang yang digunakan pada AAS 200-300 nm (Skoog dkk, 2000). Analisis kuantitatif dengan menggunakan AAS sampel yang digunakan harus berupa larutan. Terdapat beberapa cara untuk melarutkan sampel yaitu sampel dilarutkan dengan pelarut yang sesuai, sampel dilarutkan dengan asam, sampel dilarutkan dengan basa kemudian hasil leburan langsung dilarutkan dengan pelarut yang sesuai. Larutan yang dihasilkan untuk menganalisis dengan menggunakan AAS harus dalam keadaan jernih, stabil dan tidak akan mengganggu zat zat yang akan dianalisis.

Prinsip dasar AAS merupakan terjadinya interaksi antara radiasi elektromagnetik dan sampel. Spektrofotometer serapan ini sangat cocok

digunakan pada konsentrasi rendah. Metode AAS terdapat komponen utama yaitu menggunakan system yang dapat menghasilkan uap atom dari sampel (Khopkar, 2008). Hukum yang mendasari spektrofotometer (AAS) merupakan hukum Lambert dan Hukum Beer yang dipadukan menjadi Hukum Lambert Beer. Hukum Lambert Beer menyatakan bila suatu sinar monokromatis melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang dilalui sinar dan Hukum Beer menyatakan intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi unsur yang menyerap sinar tersebut. (Day and Underwood, 1989). Kedua hukum Lambert Beer tersebut didapatkan persamaan:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \text{ atau } A = a \cdot b \cdot c (\text{gram/liter})$$

Keterangan:

A = serapan

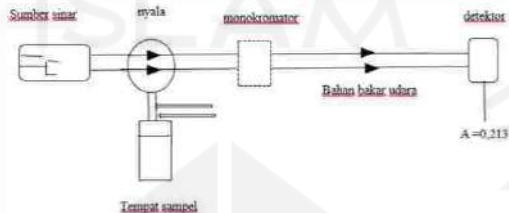
ϵ = Absorptivitas molar (mol/L)

a = Absorptivitas (g/L)

b = Tebal nyala (nm)

c = Konsentrasi (ppm)

Absorptivitas molar dan absorptivitas merupakan suatu konstanta dan nilainya spesifik untuk jenis zat dan panjang gelombang tertentu. Mengukur serapan suatu jenis konsentrasi dapat ditentukan dengan membandingkan dengan konsentrasi standar karena serapan suatu spesies itu fungsi linier dari konsentrasi (Aziz, 2007).



Gambar 2.1 Sistem peralatan spektrofotometer serapan atom
(Watson, 1999)

Sistem peralatan spektrofotometer serapan atom dapat dilihat pada gambar 2.1

1. Sumber sinar

Spektrofotometer serapan atom biasa menggunakan sumber sinar yaitu *hallow catode lamp* (lampu katoda berongga) yang berupa tabung kaca tertutup mengandung katoda dan anoda. Tabung kaca tertutup yang mengandung katoda terbuat dari logam dan berbentuk silinder. Gas yang mengandung pada katoda adalah gas neon atau argon yang memiliki tekanan rendah antara 10 -15 torr

2. Tempat sampel

Sampel yang dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom harus menjadi atom atom netral masih dalam keadaan asam. Sampel yang diubah menjadi uap atom atom dengan beberapa cara yaitu dengan nyala (*flame*) dan dengan tanpa nyala (*flameless*).

1. Nyala (*flame*)

Nyala berfungsi untuk merubah sampel berbentuk padatan atau cairan menjadi bentuk uap atomnya atau yang dapat disebut pembentukan atomisasi. Pembentukan spektrofotometri emisi atom, nyala berguna untuk pengeksitasi atom yang berawal dari tingkat dasar menuju ke tingkat yang lebih tinggi. Suhu yang didapatkan oleh nyala bergantung gas yang

digunakan seperti gas batubara-udara, suhu yang digunakan sekitar 1800 °C, gas asetilen dengan suhu 2200°C, gas asetilen – dinitrogen oksida (N₂O) dengan suhu 3000 °C. Sumber nyala yang paling sering dipergunakan adalah campuran asetilen yang digunakan sebagai bahan pembakar dan udara pengoksidasi. Nyala hidrogen-udara lebih jernih dibandingkan dengan nyala asetilen-udara yang berada pada daerah UV di bawah 220 nm. Nyala digunakan untuk menetapkan berbagai jenis unsur dengan sekitar kerjanya dan batas deteksi

Cara pengatoman pada nyala dengan memasukkan sampel ke dalam flame dengan cara tetap dan seragam alat yang dibutuhkan untuk mendispersikan sampel dengan seragam dalam nyala. Atomisasi nyala dapat dilakukan dengan 2 cara yaitu dengan cara langsung dari pembakar konsumsi total dan cara tidak langsung.

3. Monokromator

Monokromator yang digunakan dalam analisis berfungsi untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang.

4. Detektor

Intensitas cahaya yang melewati tempat pengatoman merupakan salah satu fungsi dari detector.

5. Readout

Readout adalah suatu alat penunjuk yang berfungsi untuk mencatat hasil. Hasil pembacaan absorbansi dilakukan pada alat yang telah terkalibrasi. Hasil pembacaan berupa angka atau kurva dari suatu recorder yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi.

2.5 Penentuan massa jenis larutan

Massa jenis merupakan besaran yang menyatakan perbandingan antara massa dengan volume jadi satuan dalam massa jenis yaitu g/mL. Penentuan massa jenis suatu zat cair pada laboratorium dapat dilakukan dengan menggunakan piknometer. Piknometer yang memiliki banyak jenis ukuran seperti 10 mL, 25 mL, atau 50 mL. pengukuran massa jenis suatu zat cair dapat menggunakan piknometer yang dilakukan dengan cara menimbang

piknometer kosong dan menimbang piknometer yang berisi zat cair. Selisih antara piknometer yang berisi zat cair dengan piknometer kosong dapat dihitung sebagai massa zat cair. Penentuan massa jenis dengan menggunakan piknometer didasarkan pada penimbangan massa zat cair dalam piknometer memiliki volume pada temperature tertentu.

2.6 Penentuan Kandungan Besi (Fe)

2.6.1 Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan tanggapan proposional terhadap konsentrasi analit dalam sampel (Riyanto,2014). Mengacu pada Eurachem metode analisis dapat dikatakan linier pada rentang konsentrasi jika nilai koefisien determinasi (r^2) yang diperoleh $> 0,995$.

Linearitas adalah kemampuan metode analisis untuk mendapatkan hasil proposional terhadap konsentrasi analit pada sampel (Wendlawiak,2004). Uji linearitas seri standar yang dilakukan minimal 4 konsentrasi yang berbeda dengan rentang 50-150 % dari kadar analit dalam sampel. Parameter hubungan kelinieran yang digunakan adalah koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R) dengan persamaan regresi linier $y = ax + b$ yang artinya a sebagai slope, b sebagai intersep, x sebagai konsentrasi dan y sebagai respon instrumen (Riyanto, 2014).

2.6.2 Limit of detection (LoD) dan limit of quantitation (LoQ)

Batas deteksi merupakan jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat dideteksi yang dapat memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantitasi adalah kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih memenuhi kriteria cermat dan seksama. Terdapat 3 cara dalam menentukan LoD dan LoQ :

1. Signal to noise

Penentuan nilai LoD dan Loq dengan menggunakan metode *signal to noise* dilakukan mengukur kebisingan dari puncak ke puncak di sekitar waktu retensi analit yang kemudian menghasilkan konsentrasi analit yang sama

dengan nilai tertentu dan kebisingan untuk sinyal rasio. Metode ini biasanya digunakan untuk metode analisis yang menunjukkan suara dasar. *Limit of detection* (LOD) didefinisikan sebagai konsentrasi terendah dimana instrument mampu mendeteksi tetapi tidak mengukur rasio kebisingan terhadap sinyal untuk LOD harus 1:3, nilai LOQ sebagai konsentrasi terendah dimana instrument mampu mendeteksi dan mengukur rasio kebisingan terhadap sinyal untuk LOQ harus 1:10.

2. Penentuan blanko

Penentuan blanko yang digunakan ketika analisis blanko memberikan hasil standar deviasi tidak nol. *Limit of detection* (LOD) dikatakan sebagai konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko ditambah dengan 3 standar deviasi sedangkan LOQ konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko ditambah dengan 10 standar deviasi.

3. Kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi linear dikatakan bahwa respon instrument y berhubungan linier dengan konsentrasi standar untuk rentang terbatas konsentrasi. Dapat dinyatakan dalam persamaan $y = ax + b$, persamaan ini dapat digunakan untuk menghitung sensitivitas b dan LOD dan LOQ.

2.6.3 Presisi

Presisi adalah suatu pengukuran yang dihasilkan derajat kesesuaian uji individual dari sampel yang dilakukan secara berulang pada sampel homogen. Presisi yang diukur dinyatakan sebagai simangan baku atau simpangan baku relatif. Presisi dapat dinyatakan menjadi 2 bagian yaitu sebagai repeatability dan reproducibility. Repeatability merupakan metode yang dilakukan secara berulang kali oleh analit yang sama dan kondisi yang sama tetapi pada jangka waktu yang pendek. Reproducibility merupakan suatu metode yang dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Biasanya untuk melakukan analisis dilakukan dalam laboratorium yang berbeda dan menggunakan peralatan, pereaksi, pelarut dan analisis yang berbeda.

Kriteria yang dihasilkan secara seksama dapat diberikan apabila metode pengujian menghasilkan simpangan baku relative (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang. Akan tetapi pada kriteria ini sangat fleksibel yang dipengaruhi oleh beberapa factor pada konsentrasi analit yang diuji, jumlah banyaknya sampel dan kondisi dalam laboratorium. Nilai RSD yang dinyatakan lebih dari 2 % itu memiliki presisi yang tidak baik. Pengukuran presisi kuantitatif ditentukan dengan melakukan analisis contoh berulang ulang minimal sebanyak 6 kali kemudian menghitung nilai simpangan baku (SD).

Nilai KV atau RSD yang didapatkan kemudian dibandingkan nilai nilai KV Horwitz. KV Horwitz adalah kurva yang menghubungkan antara reproducibilitas dengan konsentrasi analit. Menurut American pre-veterinary medical association, 2004 (APVMA) mengatakan bahwa tingkat presisi yang sebaiknya dipenuhi berdasarkan konsentrasi analit yang dianalisis. Tujuan uji presisi untuk mengetahui suatu kedekatan hasil uji antara satu dengan yang lainnya pada serangkaian pengujian. Presisi hasil pengukuran dinyatakan sebagai %RSD. Dapat dilihat pada Tabel 2.1

Tabel. 2.1 Tingkat presisi berdasarkan konsentrasi analit (Menurut APVMA, 2014)

Jumlah komponen yang terukur pada sampel (x)	Tingkat presisi (y)
$x \geq 10,00\%$	$y \leq 2\%$
$1,00\% \leq x \leq 2\%$	$y \leq 2\%$
$0,10\% \leq x \leq 1,00\%$	$y \leq 10\%$
$x < 0,10\%$	$y < 20\%$

2.6.4 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Laboratorium pengujian dan kalibrasi harus memenuhi prosedur estimasi ketidakpastian pengukuran (Riyanto, 2014). Sumber sumber yang berasal dari ketidakpastian pengukuran adalah sampling, preparasi contoh, peralatan, instrument, kesalahan acak dan sistematis dan personil. Analisis kimia dalam menentukan ketidakpastian pengukuran dengan cara fishbone (Prmono, 2014). Ketidakpastian merupakan suatu parameter yang rentang

nilainya ditetapkan berada dalam nilai benar. Ketidakpastian memadukan semua kesalahan yang diketahui jadi suatu rentang tunggal. Nilai ketidakpastian dapat dinyatakan dengan tanda \pm . Rentang yang dihitung dikenal dengan pengukuran ketidakpastian (uncertainty measurement) (Pramono, 2014).

Estimasi ketidakpastian pengukuran terdapat beberapa komponen yang diklasifikasikan berdasarkan metode yang dapat menafsirkan nilai numeriknya (Damastuti dkk., 2009).

1. Tipe A merupakan ketidakpastian yang ditentukan berdasarkan pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian pengamatan.
2. Tipe B merupakan ketidakpastian dapat ditentukan berdasarkan informasi yang dapat dipercaya seperti sertifikat.

Cause effect diagram adalah alat bantu yang dibutuhkan untuk menggambarkan hubungan antara setiap sumber dan pengaruhnya terhadap ketidakpastian akhir. Secara umum terdapat beberapa sumber sumber ketidakpastian sebagai berikut:

1. Sampling
2. Spesifikasi instrument
3. Kemurnian reagen dan zat standar
4. Kesalahan acak
5. Presonel
6. Preparasi contoh
7. Kurva kalibrasi
8. Homogenitas contoh

BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat

Alat alat yang digunakan penelitian ini yaitu berbagai jenis peralatan gelas, neraca analitik (mettler Toledo), microwave digestion (Ethos one), vial 50 mL (corning), Spektrofotometer serapan atom (Agilent Technologies 200 series AA).

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel sedimen laut, milipore, HNO_3 0,5 N, HNO_3 65%, HCl 37 %, milipore, larutan standar Fe 1000 mg/L.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Preparasi sampel

Preparasi sampel sedimen dengan metode destruksi basah tertutup menggunakan microwave digestion. Sampel sedimen ditimbang sebanyak 0,0505 gram yang dimasukkan ke dalam tabung microwave digestion, kemudian dilarutkan menggunakan HNO_3 pekat dan HCl 37 % dengan perbandingan 3 : 1 yaitu sebanyak 9 ml HNO_3 pekat dan 3 ml HCl 37%. Tabung *microwave* yang berisi sampel yang sudah dilarutkan dengan HNO_3 pekat dan HCl 37 % lalu dimasukkan kedalam microwave digestion. Suhu yang digunakan pada proses destruksi adalah 120 °C dengan waktu yang digunakan dengan satu kali destruksi adalah 25 menit. Sampel sedimen laut dilakukan dua kali destruksi. Tabung sebelum dikeluarkan dari microwave digestion didiamkan terlebih dahulu selama 5 menit dan didinginkan sampai dengan suhu ruang. Tabung destruksi dibuka kemudian contoh uji dimasukkan kedalam vial 50 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 N sampai 50,0001 gram.

3.3.2 Pembuatan larutan HNO_3 0,5 N sebanyak 1000 mL

Sebanyak 34,72 ml HNO_3 pekat 65 % dimasukkan kedalam labu ukur 1000 mL kemudian ditambahkan milipore sampai dengan tanda batas dan dihomogenkan.

3.3.3 Pembuatan larutan standar Fe 100 mg/L

Larutan standar Fe 1000 mg/L ditimbang sebanyak 5,0021 gram kemudian ditambahkan HNO_3 0,5 N sampai dengan 100,0034 gram dan dihomogenkan.

3.4 Penentuan Massa Jenis Zat Cair

Piknometer kosong ditimbang yang kemudian dicatat massanya. Kemudian contoh zat cair dimasukkan kedalam piknometer dan tutup piknometer hingga permukaan zat cair sama dengan tinggi permukaan kapiler piknometer dan catat massanya. Temperature contoh diukur dengan tepat untuk menentukan volume piknometer berdasarkan tabel factor koreksi suhu. Penentuan massa jenis dapat ditentukan menggunakan persamaan (1,1)

$$\rho = \frac{w_1 - w_0}{V} \quad (1.1)$$

3.5 Penentuan Kandungan Besi

3.5.1 Pembuatan larutan deret standar Fe

Sebanyak 0,5694 gram; 2,8602 gram; 5,8965 gram; 8,9730 gram; 12,0367 gram larutan standar Fe 100 mg/L ditimbang dan dimasukkan kedalam vial 50 ml. Larutan diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 N sampai dengan 50,0017 gram kemudian dihomogenkan

3.5.2 Penentuan kurva kalibrasi

Larutan deret standar Fe dengan konsentrasi 1,3; 6,7; 13,9; 21,8; 29,5 mg/L diukur absorbansinya menggunakan AAS pada panjang gelombang 248,3 nm, kemudian mendapatkan absorbansinya kemudian dibuat kurva dengan hubungan antara konsentrasi standar (sumbu x) dengan absorbansi (sumbu y).

3.5.3 Penentuan LoD dan LoQ

Penentuan limit deteksi dan kuantisasi dilakukan dengan menggunakan kurva kalibrasi pada deret standar Fe dengan konsentrasi 1,3; 6,7; 13,9; 21,8; 29,5 mg/L. Batas deteksi dan batas kuantisasi dapat dihitung dengan melalui regresi linear dari kurva kalibrasi. Penentuan LoD dan LoQ dapat ditentukan dengan menggunakan Persamaan 1.2 dan Persamaan 1.3 :

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y - Y_1)^2}{n-2}} \quad (1.2)$$

$$\text{LoD} = \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{slope}} \quad (1.3)$$

$$\text{LoQ} = \frac{10 \times s_{y/x}}{\text{slope}} \quad (1.4)$$

3.5.4 Penentuan presisi

Sampel sedimen ditimbang 0,0505 gram sebanyak 5 kali pengulangan kemudian dimasukan kedalam tabung destruksi dan dilarutkan menggunakan HNO_3 65 % dan HCl 37 % dengan perbandingan 3:1. Contoh uji didestruksi menggunakan *microwave digestion*, lalu diencerkan dengan menggunakan larutan HNO_3 0,5 N sampai dengan 50,0001 gram dan dihomogenkan. Pengulangan dilakukan sebanyak 5 kali. Contoh uji kemudian diukur absorbansinya.

Hasil yang didapatkan kemudian dihitung nilai standar deviasi dan standar deviasi relatif menggunakan Persamaan 1.5 dan 1.6

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y - Y_1)^2}{n-2}} \quad (1.5)$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \% \quad (1.6)$$

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Preparasi sampel

Analisis logam berat dalam sampel sedimen laut dengan menggunakan SSA sampel harus berupa larutan agar dapat melarutkan logam Fe dalam sedimen perlu dilakukan ekstraksi logam dalam sampel. Destruksi basah dilakukan dengan melakukan peleburan asam asam mineral pekat dan zat zat pengoksidasi kuat. Tujuan melakukan destruksi yaitu untuk memutus ikatan antara senyawa organik dengan senyawa logam yang dianalisis.

Penelitian ini digunakan akuaregia dalam proses destruksi karena mempunyai kemampuan yang sangat tinggi sebagai agen pengoksidasi adanya agen aktif nitrosil klorida dan klorin yang digunakan untuk memecah ikatan antara senyawa organik dengan logam harus dilakukan pendestruksian yang tepat yang mampu melarutkan larutan sedimen laut, memutuskan ikatan logam dengan matriks sampel dan mampu mempertahankan kestabilan logam salah satunya adalah *microwave digestion*.

Sampel dilarutkan dalam asam pekat kemudian dipanaskan dalam suhu tinggi. Langkah pertama, sampel sedimen ditimbang sebanyak 0,5 gram kemudian ditambahkan HNO_3 65 % pekat sebanyak 9 ml dan HCl 37% sebanyak 3 ml lalu didestruksi menggunakan *microwave digestion*. Penambahan akuaregia yang merupakan campuran HCl dan HNO_3 yang mana larutan tersebut dapat melarutkan logam mulia, HCl berfungsi sebagai oksidator sedangkan HNO_3 banyak digunakan untuk mempercepat proses destruksi. Metode destruksi ini dilakukan penambahan HNO_3 sebagai pengoksidasi. Keunggulan menggunakan metode destruksi dengan menggunakan *microwave digestion* adalah kualitas destruksinya tinggi, proses waktu destruksi yang dibutuhkan relative singkat sekitar 20-40 menit (Rodiana dkk, 2013).

Modifikasi metode destruksi basah adalah dengan destruksi menggunakan microwave digestion. Metode ini banyak digunakan pada prerasi sampel yang akan dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA). Destruksi *microwave digestion* menggunakan bejana yang kecil sehingga dapat mendestruksi 8 – 12 sampel dalam waktu yang singkat (Anderson, 1999).



Logam yang bereaksi dengan akuaregia menghasilkan garam klorida, gas nitrogen oksigen dan air. Gas klor (Cl_2) dan gas nitrosil klorida (NOCl) mempunyai kemampuan yang sangat tinggi sebagai agen pengoksidasi karena pada akuaregia dapat mengubah menjadi senyawa logam klorida (Kristianingrum, 2012). Reaksi antara logam Fe dan akuaregia yaitu:



Proses destruksi dengan menggunakan suhu 120 °C dengan waktu satu kali destruksi 25 menit akan tetapi dilakukan dua kali destruksi agar larutan terdestruksi secara sempurna. Tabung destruksi kemudian dibiarkan hingga suhu ruang. Tabung destruksi dibuka diruang asam, contoh uji dipindahkan ke dalam vial 50 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 N hingga berat 50 gram. Larutan sampel yang sudah didestruksi kemudian diukur menggunakan SSA.

4.2 Penentuan Kandungan Besi dengan AAS

Penelitian penentuan kandungan besi pada sampel sedimen laut menggunakan spektrofotometri serapan atom bertujuan untuk mengetahui hasil kandungan besi yang ditinjau dari beberapa parameter yaitu linearitas, limit deteksi, limit kuantisasi, presisi, dan akurasi. Penentuan kandungan besi menggunakan spektrofotometri serapan atom perlu dilakukan optimasi. Spektrofotometris serapan atom dilakukan 3 optimasi yaitu lampu katoda, optimasi burner dan optimasi sinyal. Optimasi lampu katoda digunakan untuk meluruskan sinar lampu katoda sampai ke detektor, optimasi burner

digunakan untuk meluruskan posisi nyala api dengan sinar lampu katoda dan optimasi sinyal digunakan untuk memastikan sebelum dilakukan analisa bahwa alat dan standar dalam kondisi yang baik. Prinsip penentuan kadar besi dalam sampel sedimen menggunakan spektrofotometri serapan atom yaitu sampel sedimen yang sudah dipreparasi akan diserap oleh selang tipis kemudian sampel masuk ke dalam *nebulizer* (sampel diubah menjadi kabut asap dalam bentuk aerosol) kemudian sampel akan disemburkan ke *flame* yang kemudian akan mengalami proses eksitasi. Sampel yang sudah tereksitasi akan menyerap sinar radiasi dari lampu katoda dan masuk kedalam monokromator (terjadi perubahan sinar polikromatis menjadi monokromatis) yang kemudian masuk kedalam detektor dan akan dibaca oleh computer yang akan menampilkan nilai absorbansinya. Sumber nyala yang dipergunakan adalah asetilen yang digunakan sebagai bahan pembakar dan udara pengoksidasi.

4.2.1 Penentuan konsentrasi larutan standar besi dengan massa jenis

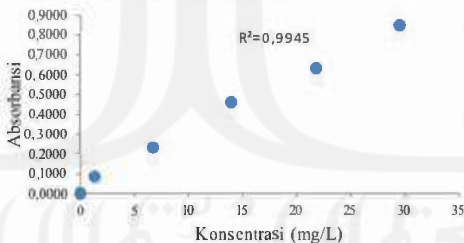
Konsentrasi larutan standar besi pada penelitian ini ditentukan dengan menyertakan massa jenis Fe 1000 mg/L dikarenakan larutan induk 1000 mg/L dibuat menggunakan metode gravimetri. Sehingga, diperlukan besarnya massa jenis untuk mengkonversinya menjadi hitungan volumetri. Massa jenis larutan induk besi 1000 mg/L ditentukan dengan menggunakan alat piknometer, dimana diperoleh dari pengukuran massa piknometer sampel dikurangi massa piknometer kosong dibagi dengan volume piknometer dari faktor koreksi suhu. Penentuan konsentrasi larutan deret standar besi dengan menghitung masing masing massa jenis tiap larutan deret standar besi tersebut, setelah mendapatkan massa jenis tiap larutan deret standar kemudian didapatkan hasil konsentrasi hasil dari mengkonversi hitungan gravimetri menjadi hitungan volumetri. Konsentrasi larutan deret standar besi yang didapatkan dari hitungan massa jenis diperoleh konsentrasi larutan deret standar sebesar 1,3; 6,7; 13,9; 21,8; 29,5 mg/L.

4.2.2 Linearitas

Linearitas merupakan metode yang bertujuan untuk membuktikan bahwa adanya hubungan yang linier antara konsentrasi analit sebenarnya dengan respon alat. Salah satu parameter yang menunjukkan hubungan antara konsentrasi analit dengan absorbansi yaitu koefisien korelasi (r). Metode kurva kalibrasi merupakan salah satu metode yang digunakan untuk mengetahui konsentrasi analit berdasarkan hukum *lambert-Beer*.

Hubungan kelinieran yang digunakan yaitu koefisien korelasi dan koefisien determinasi dengan persamaan regresi linier $y = ax + b$ (a sebagai slope, b sebagai intersep, x adalah konsentrasi analit dan y adalah respon alat). Hubungan yang linier akan terlihat pada nilai koefisien korelasi yang berbanding lurus antara konsentrasi analit dengan respon alat. Apabila $r = +1$ nilai korelasi positif ditunjukkan apabila arah garis yang miring ke kanan, sedangkan $r = -$ nilai korelasi negative ditunjukkan apabila arah garis yang miring ke kiri (Riyanto, 2014).

Uji linearitas dengan metode kurva kalibrasi menggunakan larutan standar Fe dengan konsentrasi 1,3; 6,7; 13,9; 21,8; 29,5 mg/L. Konsentrasi deret standar tersebut kemudian diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) pada panjang gelombang 248,3 nm dihasilkan kurva kalibrasi seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fe

Berdasarkan pengukuran larutan deret standar Fe dapat diperoleh persamaan linier $y = 0,0278x + 0,036$ dengan koefisien determinasi (R^2)

sebesar 0,9945 dan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9972. Linearitas dikatakan baik karena nilai koefisien korelasi yang diperoleh lebih besar dari 0,99. Menurut metode baku uji besi dalam sedimen menurut SNI 06-6989-4-2004 (BSN) dikatakan baik apabila linearitas kurva kalibrasi nilai koefisien korelasi harus lebih dari atau sama dengan 0,99. Menurut Chan (2004) linearitas yang baik apabila nilai $r \geq 0,9970$ dapat dikatakan bahwa alat yang digunakan mempunyai respon yang baik terhadap sampel. Menurut penelitian pada Naschan (2017) dan Handayani (2018) yaitu metode analisis logam Fe dalam sedimen menggunakan AAS didapatkan koefisien korelasi sebesar 0,9999 sedangkan pada penelitian Handayani (2018) nilai korelasi sebesar 0,997. Nilai korelasi yang didapatkan dari keduanya dapat dikatakan baik pada penentuan logam Fe.

4.2.3 *Limit of detection (LoD)* dan *Limit of quantitation (LoQ)*.

Limit of detection merupakan konsentrasi terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan memberikan respon yang signifikan. *Limit of quantitation* merupakan kuantitas terkecil analit pada sampel yang ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima, dibawah kondisi pengujian yang disepakati (Kartasubrata, 2008). Perhitungan untuk menentukan nilai LoD dan LoQ terdapat 3 cara yaitu penentuan blanko, metode kurva kalibrasi dan signal to noise. Pengujian yang dilakukan untuk penentuan nilai LoD dan LoQ yaitu dengan metode kurva kalibrasi. Perhitungan nilai LoD dan LoQ dengan metode kurva kalibrasi didapatkan dari hasil persamaan regresi dimana nilai LoD diperoleh dari tiga kali standar deviasi dibagi dengan slope dan LoQ diperoleh dari sepuluh kali standar deviasi dibagi dengan slope. Hasil pengukuran LoD dan LoQ dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel. 4.1 Hasil Perhitungan Nilai LoD dan LoQ

C Std (mg/L)	Abs (Y)	Yi	(Y-Yi)	(Y-Yi) ²
0,0000	0,0000	0,0360	0,0360	0,0013
1,2204	0,1900	0,0699	-0,1201	0,0144
6,2486	0,3144	0,2097	-0,1047	0,0110
13,0891	0,5224	0,3999	-0,1225	0,0150
20,4764	0,6509	0,6052	-0,0457	0,0021
27,6582	08463	0,8049	-0,0414	0,0017
		jumlah		0,0455
		Sy/x		0,1066
		LOD		11,5073 mg/L
		LOQ		38,3577 mg/L

Berdasarkan Tabel 4.1 didapatkan hasil perhitungan nilai LoD dan LoQ dengan nilai LoD dan LoQ secara berturut turut 11,5073 mg/L dan 38,3577 mg/L. Nilai LoD yang diperoleh lebih besar dari intersepsi yang didapat. Menurut metode baku uji besi dalam sedimen menurut SNI 06-6989-4-2004 (BSN) nilai LoD yang diperoleh dapat memenuhi syarat keberterimaan karena nilai LoD lebih besar dari intersepsi. LoQ merupakan batas terkecil analit yang terkuantitasi. Menurut peneliti Torowati dan Galuh (2014) LOQ adalah jumlah analit dalam sampel yang masih dapat diukur dengan akurasi dan presisi namun hasil yang diperoleh belum tentu memenuhi keberterimaan akurasi dan presisi. Hasil LoQ yang didapatkan sebesar 21,1930 mg/L, sedangkan konsentrasi besi dalam sampel sedimen yang didapatkan sebesar 14,4881 mg/L. Hasil konsentrasi sampel tidak dapat terkuantitasi dengan baik oleh instrument karena kandungan yang diperoleh lebih besar dari batas kuantitasi.

4.2.4 Presisi

Presisi merupakan suatu hasil pengukuran kesesuaian uji individual pada sampel yang dilakukan secara berulang. Presisi dinyatakan sebagai simpangan baku dan simpangan baku relatif. Pengujian kandungan besi menggunakan presisi *repeatability*. *Repeatabilty* adalah suatu meode yang

dilakukan oleh analis yang sama dan kondisi yang sama. Uji presisi pada pengujian ini dilakukan sebanyak 5 kali pengulangan.

Kriteria yang tepat diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) kurang dari 2%. Kriteria ini tergantung pada konsentrasi analit yang diukur, banyaknya jumlah sampel dan kondisi laboratorium. Uji presisi pengujian kadar besi dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom ditunjukkan pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil Perhitungan Uji Presisi

Sampel	Konsentrasi Fe (mg/L)	SD	% RSD
Sampel 1	18178,1935		
Sampel 2	17713,4620		
Sampel 3	18024,4501	110,81	0,6%
Sampel 4	18320,1204		
Sampel 5	17828,3047		

Berdasarkan Table 4.2 Hasil perhitungan presisi didapatkan nilai standar deviasi yang diperoleh sebesar 110,81 dan % RSD sebesar 0,6%. Maka dari itu nilai % RSD dapat dikatakan sudah memenuhi syarat keberterimaan yaitu nilai % RSD yang diperoleh kurang dari 2% (Harmita, 2004). Hasil ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan pada penentuan kadar besi dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) memiliki ketelitian yang baik karena hasil yang diperoleh memenuhi syarat keberterimaan. Menurut Harmita (2004) syarat keberterimaan %RSD kurang dari 2% ini sangat bergantung pada konsentrasi analit yang dianalisis, jumlah sampel dan kondisi laboratorium. Nilai % RSD semakin meningkat maka konsentrasi analit semakin menurun. Sama dengan penelitian yang dilakukan oleh Naschan (2017) yaitu metode analisis logam Fe dalam sedimen sungai Kaligarang dengan FAAS memperoleh hasil % RSD pada logam Fe yaitu sebesar 1,69% dan 1,15%.

4.2.5 Ketidakpastian Pengukuran

Estimasi ketidakpastian pengukuran adalah prosedur yang digunakan untuk mengestimasi pengukuran dalam pengujian sedapat mungkin

menggunakan metode statistik yang sesuai. Penentuan ketidakpastian pengukuran harus dilakukan oleh laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi (ISO/IEC 17025:2005). Ketidakpastian pengukuran terdiri dari beberapa komponen. Panduan ISO menggolongkan dalam kasus sebagai Tipe A dan Tipe B. Sumber ketidakpastian mungkin berasal dari sampel, efek matriks dan gangguan, kondisi lingkungan, ketidakpastian massa (Riyanto, 2014). Tahapan dalam menentukan ketidakpastian pengukuran yaitu membuat skema kerja, menentukan rumus penentuan kadar, membuat fish bone (diagram tulang ikan), menentukan ketidakpastian baku, ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas. Hasil yang dilaporkan yaitu dengan membandingkan nilai kadar besi yang didapatkan dengan membandingkan ketidakpastian diperluas.

Penentuan ketidakpastian pengukuran dapat menentukan sumber sumber ketidakpastian dengan menggunakan diagram tulang ikan yang ditunjukkan pada Gambar 4.2



Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan

Berdasarkan Gambar 4.1 faktor penyumbang ketidakpastian pengukuran pada penentuan konsentrasi besi meliputi ketidakpastian kurva kalibrasi, ketidakpastian factor pengenceran, ketidakpastian volume, ketidakpastian presisi dan ketidakpastian massa yang dapat dilihat pada Tabel 4.3

Tabel 4.3 Estimasi Ketidakpastian Gabungan dan Diperluas

No	Lambang	Deskripsi	Ketidakpastian relative ($\mu(x)/x$)
1.	Co	Konsentrasi dari kurva kalibrasi	0,1232
2.	m	Massa total	0,0000
3.	m	Massa sampel	0,0000
4.	Presisi (P)	%RSD	0,0062
Ketidakpastian gabungan (μ)			2219,6034
Ketidakpastian diperluas (μ)			4439,2068

Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran pada penentuan konsentrasi besi meliputi ketidakpastian kurva kalibrasi, ketidakpastian factor pengenceran, ketidakpastian volume, ketidakpastian presisi dan ketidakpastian massa. Hasil tersebut dikalikan dengan faktor cakupan untuk mendapatkan ketidakpastian diperluas. Penelitian kali ini faktor pencakup (k) adalah 2 karena selang kepercayaan 95% sehingga nilai yang diperoleh sebesar 4429,2068 mg/L. Hasil estimasi ketidakpastian pengukuran pada penentuan kadar besi sebesar $18012,9061 \pm 4429,2068$ mg/L.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penentuan kadar logam besi pada sedimen laut dengan microwave digestion menggunakan spektrofotometer serapan atom dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil kandungan logam besi pada sampel sedimen laut yang diuji menggunakan spektrofotometer serapan atom didapatkan kandungan logam besi sebesar 18012,9061 mg/L.
2. Hasil penentuan kadar besi yang ditinjau di beberapa parameter yaitu linearitas, limit deteksi dan limit kuantitasi, presisi, dan akurasi dapat diketahui masing – masing hasilnya adalah nilai koefisien korelasi (r) yang didapatkan 0,9972 nilai tersebut masuk kedalam batas keberterimaan yaitu sebesar 0,97. Nilai LoD dan LoQ yang didapatkan adalah 11,5037 mg/L dan 38,3577 mg/L, nilai LoD masuk batas keberterimaan yaitu nilai $LoD \geq$ nilai intersepsi pengukuran sebesar 0,036 sedangkan untuk nilai LoQ tidak dapat terkuantitasi dengan baik oleh instruemn karena kadar yang diperoleh lebih besar dari batas kuantitasi. Nilai presisi yang didapatkan adalah 0,6 % nilai tersebut masuk kedalam batas keberterimaan karena batas keberterimaan % $RSD \leq 2\%$. Hasil estimasi ketidakpastian pengukuran pada penentuan kadar besi sebesar $18012,9061 \pm 4429,2068$ mg/L.

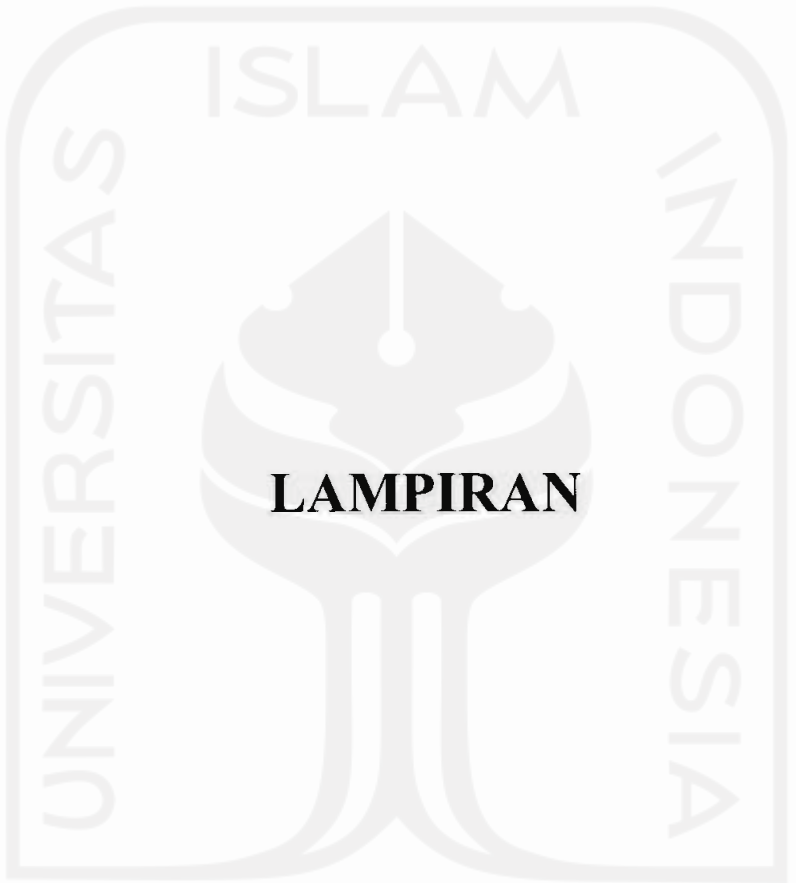
5.2 Saran

Saran dari penulis adalah dalam melakukan penentuan kadar besi dilakukan secara cermat dan berhatiap setiap metode yang digunakan dan melakukan kalibrasi terhaap alat agar hasil yang diperoleh metode lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Adhani, R., dan Husaini., 2017, *Logam Berat Sekitar Manusia*. Banjarmasin: Lambung Mangkurat University Press.
- Datu, P. O., 2015, Analisis Kandungan Timbal (Pb) pada Sedimen Air Laut dan Kerang Darah (*Andara granosa L.*) di Perairan Pesisir Makasar, *Skripsi*, Makassar: Universitas Hasanudin.
- Day, R. A., dan Underwood, A. L., 2002, *Analisis Kimia Kuantitatif*, Jakarta: Erlangga.
- Kusumaningtyas, D. I., Sumarno, D., dan Purnama, P., 2016, Estimasi Keridakpastian Pengukuran dalam Metode Penentuan Fosfat (P-PO₄) Secara Spektrofotometri, Puslitbangkan, *Buletin Teknik Litkayasa (BTL)*, Vol 14(1), 1-8.
- Gholib, G. I., dan Rohman, A., 2014, *Kimia Analisis Farmasi*, Cetakan XII, Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Hananingtyas, I., 2017, Studi Pencemaran Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Ikan Tongkol (*Eutynnus sp.*) di Pantai Utara Jawa, *Biotropic: The Journal of Tropical Biology*, Vol 1(2), 41–50.
- Harmono, D., 2020, Validasi Metode Analisa Logam Merkuri (Hg) Terlarut pada Air Permukaan dengan Automatic Mercury Analyzer, *Indonesian Journal of Laboratory*, Vol 2(3), 11-16.
- Kamble, R. K., Thakare, M. G., dan Ingle, A. B., 2013, Iron in the Environment, *Indian Journal of Environment Protection*, Vol 33(11), 881-888.
- Khopkar, S.M., 2008, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Jakarta: UI Press.
- Kristianingrum, S., 2012, Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efektivitasnya, Pendidikan dan Penerapan FMIPA, Fakultas FMIPA, *Prosiding Seminar Nasional Penelitian*, Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Lestari, J., Muslih, M., dan Handayani, C., 2018, Validasi Metode Analisa Kadar Logam Fe pada Rambut Masyarakat di Sekitar Kawasan Industri Semen, *Jurnal Katalisator*, Vol 1, 36-42.
- Naschan, M., Tri, A., dan Sumarni, W., 2017, Uji Validitas Analisis Fe dalam Sedimen Sungai Kaligarang dengan FAAS dan ICP-OES, *Indonesian Journal of Chemical Science*, Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Permanawati, Y., Zuraidda, R., dan Ibrahim, A., 2013, *Kandungan Logam Berat (Cu, Pb, Zn, Cd dan Cr) dalam Air dan Sedimen di Perairan Teluk Jakarta*, Bandung: Puslitbang Geologi Kelautan.

- Purwanto, A., dan Supriyanto, C., 2010, *Validasi Metode Spektrometri Serapan Atom pada Analisis Logam Berat Cr, Cu, Cd, Fe, Pb, Zn dan Ni dalam Contoh Uji Air Laut*. Yogyakarta: Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan.
- Riyanto, 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Deepublish: Yogyakarta.
- Rodiana, Y., Maulana, H., Masitoh, S., dan Nurhasni, 2013, Pengkajian Metode untuk Analisis Total Logam Berat dalam Sedimen Menggunakan Microwave Digestion, *Ecolab*, Vol 7(2), 49-108.
- Rohman, A., 2019, *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*, Gajahmada University Press, Yogyakarta.
- Stauffer, T., dan Mark., 2018, *Calibration and Validation of Analytical Methods*, United Kingdom: By IntechOpen.
- Supriyanti, E., dan Soenardjo, N., 2015, Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) Dan Tembaga (Cu) pada Akar Dan Buah Mangrove *Avicennia marina* Di Perairan Tanjung Emas Semarang, *Jurnal Kelautan Tropis*, Vol 18, 98-106.
- Suseno, D., 2021, Validasi Metode Analisis Formalin dan Aplikasinya pada Ikan Asin, *Jurnal Agroindustri Halal*, Vol 7(2), 173-182.
- Skoog, D. A., Donald, M., West, F., Holler, J., Stanley. R., dan Crouch, 2000, *Fundamentals of Analytical Chemistry*, Hardcover: 992 pages, Publisher: Brooks Cole.
- Torowati dan Galuh, B.S., 2014, *Penentuan Nilai Limit Deteksi dan Kuantitasi Alat Titrasi Potensiometer untuk Analisis Uranium*, Serpong: Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir Kawasan Puspiptek.
- Isnaniwardhani, V., dan Suhartati, M. N., 2010, *Tipe Sedimen Permukaan Dasar Laut Selatan dan Ujara Kepulauan Tambelan Perairan Natuna Selatan*, Pusat Penelitian Oseanografi (P2O) LIPI, Bandung.
- Wulandari, E. A., dan Sukesi., 2013, Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd, dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Euchcuma cottonii*), *Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Sepuluh Nvovember (ITS), Jurnal Sains dan Seni Pomits*, Vol 2(2).



الجامعة الإسلامية
الابستد بالاندونيسي

LAMPIRAN – LAMPIRAN

Lampiran 1

1. Larutan HNO_3 0,5 N 1000 ml

Larutan HNO_3 dibuat dari larutan HNO_3 65 %

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$14,4 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times V1 = 0,5 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 1000 \text{ ml}$$

$$V1 = 34,72 \text{ ml}$$

2. Larutan standar Fe 100 mg/L

Larutan standar Fe 100 mg/L dibuat dari larutan standar Fe 1000 mg/L

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$1000 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times V1 = 100 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 50 \text{ gram}$$

$$V1 = 5 \text{ gram}$$

3. Penentuan massa jenis besi 100 mg/L

$$\rho = \frac{w1 - w0}{V}$$

$$\rho = \frac{25,7448 \text{ gram} - 12,8103 \text{ gram}}{9,69 \text{ cm}^3}$$

$$\rho = 1,3348 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho = 1,3348 \text{ g/mL}$$

4. Penentuan massa jenis larutan deret standar besi yaitu 1, 5, 10, 15 dan 20 mg/L

- Massa jenis konsentrasi larutan besi 1 mg/L

$$\rho = \frac{w1 - w0}{V}$$

$$\rho = \frac{22,9658 \text{ gram} - 11,7421 \text{ gram}}{9,69 \text{ cm}^3}$$

$$\rho = 1,1583 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho = 1,1583 \text{ g/mL}$$

- Massa jenis konsentrasi larutan besi 5 mg/L

$$\rho = \frac{w_1 - w_0}{V}$$

$$\rho = \frac{23,3357 \text{ gram} - 11,8961 \text{ gram}}{9,69 \text{ cm}^3}$$

$$\rho = 1,1806 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho = 1,1806 \text{ g/mL}$$

- Massa jenis konsentrasi larutan besi 10 mg/L

$$\rho = \frac{w_1 - w_0}{V}$$

$$\rho = \frac{23,7661 \text{ gram} - 12,1431 \text{ gram}}{9,69 \text{ cm}^3}$$

$$\rho = 1,1995 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho = 1,1995 \text{ g/mL}$$

- Massa jenis konsentrasi larutan besi 15 mg/L

$$\rho = \frac{w_1 - w_0}{V}$$

$$\rho = \frac{23,5622 \text{ gram} - 11,6132 \text{ gram}}{9,69 \text{ cm}^3}$$

$$\rho = 1,2331 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho = 1,2331 \text{ g/mL}$$

- Massa jenis konsentrasi larutan besi 20 mg/L

$$\rho = \frac{w_1 - w_0}{V}$$

$$\rho = \frac{24,0099 \text{ gram} - 11,9789 \text{ gram}}{9,69 \text{ cm}^3}$$

$$\rho = 1,2416 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho = 1,2416 \text{ g/mL}$$

5. Penentuan konsentrasi larutan deret standar dengan menggunakan massa jenis

- a. Larutan deret standar 1 mg/L

- Volume larutan pekat

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$V = \frac{0,5694 \text{ g}}{1,3348 \text{ g/mL}} = 0,4266 \text{ mL}$$

- Volume larutan encer

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$V = \frac{50,0072 \text{ g}}{1,1583 \text{ g/mL}} = 43,1738 \text{ mL}$$

- Konsentrasi larutan encer

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

$$C_2 = \frac{C_1 \times V_1}{V_2}$$

$$C_2 = \frac{131,5571 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,4266 \text{ mL}}{43,1738 \text{ mL}}$$

$$C_2 = 1,2998 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

- b. Larutan deret standar 5 mg/L

- Volume larutan pekat

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$V = \frac{2,8602 \text{ g}}{1,2934 \text{ g/mL}} = 2,1427 \text{ mL}$$

- Volume larutan encer

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$V = \frac{50,0047 \text{ g}}{1,3348 \text{ g/mL}} = 42,3569 \text{ mL}$$

- Konsentrasi larutan encer

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

$$C_2 = \frac{C_1 \times V_1}{V_2}$$

$$C_2 = \frac{131,5571 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 2,1427 \text{ mL}}{42,3569 \text{ mL}}$$

$$C_2 = 6,6552 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

c. Larutan deret standar 10 mg/L

- Volume larutan pekat

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$V = \frac{5,8965 \text{ g}}{1,2934 \text{ g/mL}} = 4,4174 \text{ mL}$$

- Volume larutan encer

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$V = \frac{50,0052 \text{ g}}{1,1995 \text{ g/mL}} = 41,6889 \text{ mL}$$

- Konsentrasi larutan encer

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

$$C_2 = \frac{C_1 \times V_1}{V_2}$$

$$C_2 = \frac{131,5571 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 4,4174 \text{ mL}}{41,6889 \text{ mL}}$$

$$C_2 = 1,2998 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

d. Larutan deret standar 15 mg/L

- Volume larutan pekat

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$V = \frac{8,973 \text{ g}}{1,3348 \text{ g/mL}} = 6,7222 \text{ mL}$$

- Volume larutan encer

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$V = \frac{50,0067 \text{ g}}{1,2331 \text{ g/mL}} = 40,5528 \text{ mL}$$

- Konsentrasi larutan encer

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

$$C_2 = \frac{C_1 \times V_1}{V_2}$$

$$C_2 = \frac{131,5571 \frac{mg}{l} \times 6,7222 \text{ mL}}{40,5528 \text{ mL}}$$

$$C_2 = 21,8075 \frac{mg}{L}$$

- e. Larutan deret standar 20 mg/L

- Volume larutan pekat

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$V = \frac{12,0367 \text{ g}}{1,3348 \text{ g/mL}} = 9,0174 \text{ mL}$$

- Volume larutan encer

$$V = \frac{m}{\rho}$$

$$V = \frac{50,0032 \text{ g}}{1,2416 \text{ g/mL}} = 40,2735 \text{ mL}$$

- Konsentrasi larutan encer

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

$$C_2 = \frac{C_1 \times V_1}{V_2}$$

$$C_2 = \frac{131,5571 \frac{mg}{l} \times 9,0174 \text{ mL}}{40,2735 \text{ mL}}$$

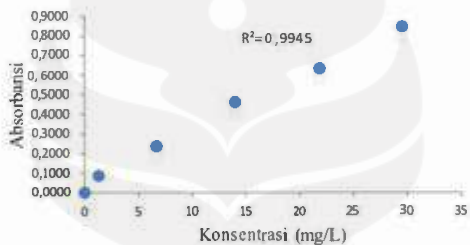
$$C_2 = 29,4561 \frac{mg}{L}$$

LAMPIRAN

Lampiran 2

1. Penentuan Linearitas

No	C standar (mg/L)	Absorbansi
1	0,0000	0,0000
2	1,2204	0,1900
3	6,2486	0,3144
4	13,0891	0,5224
5	20,4764	0,6509
6	27,6582	0,8463



Persamaan	Slope	Intersep	R	R ²
$y=0,0278x + 0,036$	0,0278	0,036	0,9972	0,9945

Lampiran 3

1. Penentuan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

C Std (mg/L)	Abs(Y)	Yi	(Y-Yi)	(Y-Yi) ²
0,0000	0,0000	0,0360	0,0360	0,0013
1,2204	0,1900	0,0699	-0,1201	0,0144
6,2486	0,3144	0,2097	-0,1047	0,0110
13,0891	0,5224	0,3999	-0,1225	0,0150
20,4764	0,6509	0,6052	-0,0457	0,0021
27,6582	0,8463	0,8049	-0,0414	0,0017
		jumlah		0,0455
		Sy/x		0,1066
		LOD		11,5073
		LOQ		38,3577

$$1) S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y - Y_i)^2}{n-2}}$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{0,0455}{4}}$$

$$S_{y/x} = 0,0455$$

$$2) LoD = \frac{3 \times S_{y/x}}{\text{slope}}$$

$$LoD = \frac{3 \times 0,0455}{0,0278}$$

$$LoD = 11,5073 \frac{mg}{L}$$

$$3) LoQ = \frac{10 \times S_{y/x}}{\text{slope}}$$

$$LoQ = \frac{10 \times 0,0455}{0,0278}$$

$$LoQ = 38,3577 \frac{mg}{L}$$

LAMPIRAN

Lampiran 4

1. Penentuan presisi sampel sedimen

Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	SD	%RSD
Sampel 1	0,6330	18178,1935		
Sampel2	0,6166	17713,4620		
Sampel3	0,6245	18024,4501	110,81	0,6%
Sampel 4	0,6182	18320,1204		
Sampel5	0,6120	17828,3047		

$$1) \%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \%$$

$$\%RSD = \frac{110,81}{18012,9061} \times 100 \%$$

$$\%RSD = 0,6\%$$

Lampiran 5

1. Penentuan ketidaktepatan

- Diagram tulang ikan



- Estimasi Ketidaktepatan

1) Ketidaktepatan pengukuran kurva kalibrasi

$$Y = 0,0296x + 0,0356$$

$$\text{Slope} = 0,0296$$

$$\text{Intersep} = 0,0356$$

$$Sxx = \sum_{j=i}^n (C_j - \bar{C})^2$$

$$Sxx = 317,5000$$

$$\mu(C_0) = \frac{S}{B_1} \times \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - \bar{C})^2}{Sxx}}$$

$$\mu(C_0) = \frac{0,1066}{0,0296} \times \sqrt{\frac{1}{5} + \frac{1}{6} + \frac{(mg/L - 11,43)^2}{611,7241}}$$

$$\mu(C_0) = 2,5916 \frac{mg}{L}$$

2) Ketidaktepatan presisi

$$\mu p = \frac{\%RSD}{100}$$

$$\mu p = \frac{0,6\%}{100}$$

$$\mu p = 0,0062$$

3) Ketidakpastian neraca adalah 0,2 mg = 0,0002 g

4) Ketidakpastian factor pengenceran

- Faktor pengenceran dari massa total

$$\mu FP = \frac{\mu_{neraca}}{\text{massa total}}$$

$$\mu FP = \frac{0,0002 \text{ gram}}{50,0032 \text{ gram}} = 0,0000$$

- Faktor pengenceran dari massa sampel

$$\mu FP = \frac{\mu_{neraca}}{\text{massa total}}$$

$$\mu FP = \frac{0,0002 \text{ gram}}{10,0047 \text{ gram}} = 0,0000$$

5) Ketidakpastian gabungan

$$\mu_c = \sqrt{\left(\frac{\mu(Ca)}{C_0}\right)^2 + \left(\frac{\mu(FP)}{FP}\right)^2 + \left(\frac{\mu(FP)}{FP}\right)^2 + \left(\frac{\mu(P)}{P}\right)^2} \times C \text{ sampel}$$

$$\mu_c = \sqrt{\left(\frac{2,5916}{18012,9061}\right)^2 + \left(\frac{0,0002}{50,0032}\right)^2 + \left(\frac{0,0002}{10,0047}\right)^2 + \left(\frac{0,0062 \text{ mg}}{10}\right)^2} \times 18012,9061 \text{ mg/L}$$

$$\mu_c = 2219,6034 \text{ mg/L}$$

6) Ketidakpastian diperluas

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

$$\mu = 2219,6034 \times 2$$

$$\mu = 4439,2068 \text{ mg/L}$$



الجامعة الإسلامية
الاستد بالاندونيسي