

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN SULFAT ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) PADA  
AIR SUNGAI MUSI DENGAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS  
SINGLE BEAM DI LABORATORIUM PT PUPUK  
SRIWIDJAJA PALEMBANG**

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



**Disusun oleh:**

**Tira Ramadhani**

**NIM : 20231054**

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

**2023**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN SULFAT ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) PADA  
AIR SUNGAI MUSI DENGAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS  
SINGLE BEAM DI LABORATORIUM PT PUPUK  
SRIWIDJAJA PALEMBANG**

***METHOD VERIFICATION OF SULPHATE ANALYSIS IN MUSI  
RIVER USING UV-VISIBLE SPECTROPHOTOMETER AT PT.  
PUPUK SRIWIDJAJA PALEMBANG***



**Disusun oleh:**

**Tira Ramadhani**

**NIM : 20231054**

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

**2023**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN SULFAT ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) PADA  
AIR SUNGAI MUSI DENGAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS  
SINGLE BEAM DI LABORATORIUM PT PUPUK  
SRIWIDJAJA PALEMBANG**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Tira Ramadhani**

**NIM: 20231054**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Program Studi D III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada Tanggal 14 Agustus 2023

Menyetujui,

**Ketua Program Studi**



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

**NIK. 162310401**

**Pembimbing**



**Thorikul Huda, S.Si., M.Sc**

**NIK. 052316003**

**HALAMAN PENGESAHAN  
LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN SULFAT ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) PADA AIR  
SUNGAI MUSI DENGAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS SINGLE  
BEAM DI LABORATORIUM PT PUPUK SRIWIDJAJA PALEMBANG**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Tira Ramadhani**

**NIM: 20231054**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal \_\_\_\_\_

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/Penguji**

  
**Thorikul Huda, S.Si., M.Sc.**

**NIK. 052316003**

**Penguji I**

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

**NIK. 132311102**

**Penguji II**

  
**Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc.**

**NIK. 132311101**

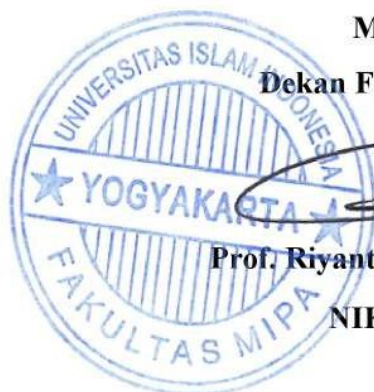


**Mengetahui,**

**Dekan Fakultas MIPA UII**

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

**NIK. 006120101**



## HALAMAN PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakann untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya disuatu 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, 12 Agustus 2023



Tira Ramadhani

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kami panjatkan kepada Allah Subhanahu wa Ta'ala yang telah melimpahkan rahmat serta karunia-Nya, shalawat serta salam semoga senantiasa tercurah limpah kepada Nabi Muhammad Shalallaahu 'Alayhi Wasallam, sehingga laporan tugas akhir yang berjudul Verifikasi Metode Penentuan Sulfat pada Air Sungai Musi dengan Spektrofotometri UV-Vis *Single Beam* di Laboratorium PT Pupuk Sriwidjaja Palembang dapat diselesaikan. Laporan tugas akhir ini disusun dalam rangka memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) Analisis Kimia Program D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Penyusunan laporan tugas akhir ini tentu memperoleh bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penyusun mengucapkan terima kasih kepada:

1. Allah SWT. Atas segala rahmat dan ridho-nya sehingga pelaksanaan tugas akhir ini dan penulisan laporan dapat diselesaikan.
2. Kedua orang tua dan keluarga serta sahabat yang berperan penting dalam pelaksanaan tugas akhir dan penulisan laporan.
3. Bapak Prof. Riyanto, M. Si., Ph. D. selaku Dekan FMIPA UII.
4. Ibu Kuntari, S.Si., M.Sc selaku Ketua Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII.
5. Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc selaku Dosen Pembimbing yang telah membimbing selama ini.
6. Pimpinan PT Pupuk Sriwidjaja Palembang yang telah memberikan kesempatan dan fasilitas untuk melaksanakan kerja praktik.
7. Ibu Sri Indira Handayani selaku *Vice President* laboratorium di PT Pupuk Sriwidjaja Palembang.
8. Bapak Gusneri Harianto selaku *Superintendent* laboratorium PT Pupuk Sriwidjaja Palembang.

9. Bapak Ganjar Mulyawan selaku Pembimbing praktik kerja lapangan di PT Pupuk Sriwidjaja Palembang
10. Staff/Karyawan laboratorium kalibrasi dan perawatan PT Pupuk Sriwidjaja Palembang.
11. Staff/Karyawan laboratorium pengujian umum PT Pupuk Sriwidjaja Palembang.
12. Teman-teman PKL di PT Pupuk Sriwidjaja Palembang
13. Teman-teman Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan laporan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, segala kritik dan saran yang membangun akan penulis terima sehingga dapat menjadi sebuah pembelajaran. Semoga laporan tugas akhir yang berjudul Verifikasi Metode Penentuan Sulfat pada Air Sungai Musi dengan Spektrofotometri UV-Vis *Single Beam* di Laboratorium PT Pupuk Sriwidjaja Palembang memberikan manfaat bagi penulis maupun pembaca.

Yogyakarta, 12 Agustus 2023



Penulis

## DAFTAR ISI

LAPORAN TUGAS AKHIR .....	i
LAPORAN TUGAS AKHIR .....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR .....	ix
DAFTAR TABEL .....	x
INTISARI.....	xi
PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan.....	3
1.4 Manfaat.....	3
BAB II.....	4
DASAR TEORI .....	4
2.1 PT Pupuk Sriwidjaja Palembang .....	4
2.1.1 Sejarah PT Pupuk Sriwidjaja Palembang.....	4
2.1.2 Logo PT Pupuk Sriwidjaja .....	6
2.1.3 Struktur Organisasi Departemen Laboratorium .....	6
2.2 Air Sungai.....	9
2.3 Sulfat .....	11
2.4 Spektrofotometer UV-Vis .....	13
2.5 Verifikasi Metode .....	16
BAB III.....	21



METODOLOGI .....	21
3.1. Waktu dan Tempat.....	21
3.2. Bahan.....	21
3.3. Alat .....	21
3.4. Cara Kerja.....	21
3.4.1. Persiapan Pengujian.....	21
BAB IV .....	24
HASIL DAN PEMBAHASAN .....	24
4.1. Linearitas .....	25
4.2. <i>Limit of Detection</i> dan <i>Limit of Quantification</i> .....	28
4.3. Presisi (%RSD) .....	28
4.4. Akurasi (%R) .....	29
4.5. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran .....	30
BAB V .....	33
KESIMPULAN DAN SARAN.....	33
5.1 KESIMPULAN .....	33
5.2 SARAN .....	33
DAFTAR PUSTAKA .....	34
LAMPIRAN .....	36

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. PT. Pupuk Sriwidjaja Palembang (Sumber : Tribun, 2020) .....	4
Gambar 2. Logo PT Pupuk Sriwidjaja (Sumber : Pusri).....	6
Gambar 3. Struktur Organisasi Departemen Laboratorium PT Pusri (Sumber:Pusri) .....	7
Gambar 4. Spektrofotometer UV-Vis <i>Single Beam</i> dan <i>Double Beam</i> (Sumber : www.researchgate.net).....	13
Gambar 5. Grafik Kurva Kalibrasi Standar Sulfat .....	27

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Tabel Baku Mutu Air Sungai (PP RI Nomor 22 Tahun 2021) .....	11
Tabel 2. Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Sulfat .....	26
Tabel 3. Data Penentuan nilai LoD dan LoQ .....	28
Tabel 4. Data Penentuan Presisi (%RSD) .....	29
Tabel 5. Data Penentuan Akurasi (%Recovery) .....	30
Tabel 6. Penentuan Ketidakpastian Pengukuran Kurva Kalibrasi .....	43
Tabel 7. Penentuan Ketidakpastian Labu Ukur 50 mL .....	44
Tabel 8. Penentuan Ketidakpastian Pipet Volume 25 mL .....	44
Tabel 9. Penentuan Ketidakpastian Presisi .....	45
Tabel 10. Penentuan Ketidakpastian Akurasi .....	45
Tabel 11. Penentuan Ketidakpastian Gabungan dan Diperluas .....	45

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN SULFAT ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) PADA  
AIR SUNGAI MUSI DENGAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS  
SINGLE BEAM DI LABORATORIUM PT PUPUK  
SRIWIDJAJA PALEMBANG**

Tira Ramadhani

Program Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia Jl.  
Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta

Email: [20231054@students.uii.ac.id](mailto:20231054@students.uii.ac.id)

**INTISARI**

Telah dilakukan Verifikasi Metode Penentuan Sulfat pada Air Sungai Musi dengan Spektrofotometri UV-Vis *Single Beam* di Laboratorium PT Pupuk Sriwidjaja Palembang. Metode yang digunakan yaitu metode SNI 6898.20: 2019 Air dan Air Limbah-Bagian 20: Cara Uji Sulfat,  $\text{SO}_4^{2-}$  secara turbidimetri. Verifikasi metode ini bertujuan untuk memastikan laboratorium PT Pupuk Sriwidjaja Palembang dapat melakukan pengujian dengan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan metode turbidimeter dengan spektrofotometer uv-vis. Parameter uji yang dilakukan meliputi nilai korelasi ( $r$ ) yaitu 0,9974, dengan batas deteksi sebesar 4,2038 mg/L dan batas kuantifikasi sebesar 14,0126 mg/L, nilai akurasi 109,76% serta presisi 1,61%. Berdasarkan hasil tersebut, dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan dalam pengujian sulfat secara turbidimetri memenuhi syarat keberterimaan SNI 6898.20: 2019 sehingga dapat digunakan dalam pengujian rutin di PT Pupuk Srwidjaja Palembang.

Kata Kunci : Verifikasi, Sulfat, Spektrofotometer UV-Vis *single beam*, Sungai Musi

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1 Latar Belakang**

Sungai adalah suatu dari jenis perairan yang ekosistem di dalamnya sangat berguna bagi makhluk hidup. Manusia merupakan makhluk hidup yang tidak akan terlepas dari pentingnya peran sungai. Masih ada beberapa manusia yang tidak menjaga pentingnya kebersihan dan keindahan sungai yang seharusnya tercipta didalam keseharian manusia. Ada beberapa industri kecil ataupun besar yang membuang limbah ke sungai, yang dimana hal ini dapat menyebabkan penurunan mutu air dari parameter fisik, kimia, ataupun biologi.

Sungai Musi adalah sungai yang menyatukan puluhan dari sungai besar dan sungai kecil yang ada di Bengkulu ataupun Sumatera Selatan. Sungai Musi sendiri memiliki Panjang  $\pm 720$  km yang melintasi kota Palembang (Setiawan, 2013). Masyarakat di sepanjang Sungai Musi juga memanfaatkan air dari Sungai Musi untuk kebutuhan sehari-hari untuk pengairan, perikanan, dan transportasi. Selain itu, sumber air PDAM Tirta Musi juga berasal dari Sungai Musi. Artinya, Sungai Musi merupakan sumber air baku bagi masyarakat Sumatera Selatan. PT Pusri sendiri air sungai Musi digunakan untuk sebagai bahan baku untuk pembuatan ammonia dan urea, selain itu air sungai Musi juga menjadi sumber air utama di sini.

Salah satu bahan kimia yang dapat menyebabkan turunnya kualitas air sungai adalah Sulfat. Jika kadar sulfat di dalam air sungai relatif tinggi, ini mungkin merupakan tanda pencemaran organik, yang dapat berasal dari limbah rumah tangga atau industri dan aktivitas manusia. Selain itu, sulfat juga adalah salah satu dari sekian banyak zat pencemar yang bersifat toksik dan bisa meningkatkan pH didalam konsentrasi yang tinggi. Keberadaannya

sendiri juga mempengaruhi ekosistem makhluk hidup didalamnya, seperti ikan yang jika hidup didalam perairan yang memiliki kandungan sulfat tinggi maka jika dikonsumsi dapat menyebabkan pengaruh terhadap manusia.

Akan terjadi reaksi antara ion sulfat dengan barium klorida didalam suasana asam akan terbentuk suspensi  $BaSO_4$  yang nantinya akan terbentuk kristal barium sulfat yang sama besarnya dan akan dilakukan pengukuran di Spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 420 nm.

Pengujian rutin yang dilaksanakan di laboratorium pengujian umum PT Pupuk sriwidjaja Palembang adalah pengujian sulfat menggunakan Spektrofotometer UV-Vis berdasarkan acuan SNI 6989.20: 2019. Menurut Hadi (2018), laboratorium wajib membuktikan bahwa metode yang digunakan untuk sebuah pengujian adalah metode versi yang terbaru.

Selain menggunakan Spektrofotometri UV-Vis, pengujian sulfat ini juga dapat dilakukan dengan metode gravimetri ataupun dengan titrasi. Metode gravimetri, sangat tergantung dengan konsentrasi sulfat yang berada didalam larutan sampel, dimana endapan koloid akan sulit disaring apabila konsentrasi yang didapat kecil dan juga metode ini memerlukan waktu yang cukup lama. Metode titrimetri, preparasi dan juga analisisnya dilakukan dengan konvensional sehingga memerlukan waktu yang lama dan membutuhkan indikator untuk titik akhir yang nantinya akan didapatkan. Metode spektrofotometer adalah salah satu metode yang cukup sensitif dan selektif terhadap uji sulfat yang dilakukan. Sehingga metode ini yang dipilih dalam pengujian ini.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan, rumusan masalah dalam penelitian dapat ditetapkan sebagai berikut :



- 1.2.1 Bagaimanakah hasil pengujian sulfat di dalam sampel air sungai musi yang akan digunakan untuk pembuatan demin dan penggerak turbin di setiap pabrik PT. Pupuk sriwidjaja?
- 1.2.2 Bagaimanakah hasil verifikasi metode pengujian dengan mempertimbangkan linearitas, *Limit of Detection (LoD)* dan *Limit of Quantification (LoQ)*, % *Relative Standard Deviation (%RSD)*, persen temu balik (*%Recovery*) dan estimasi ketidakpastian pengukuran?

### **1.3 Tujuan**

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah yang telah ditetapkan, tujuan dari penelitian ini sendiri adalah untuk :

- 1.3.1 Menentukan hasil pengujian sulfat di dalam sampel air sungai musi yang akan digunakan untuk pembuatan demin dan penggerak turbin di setiap pabrik PT. Pupuk sriwidjaja.
- 1.3.2 Menentukan hasil dari verifikasi penentuan sulfat dalam air sungai musi dengan Spektrofotometri UV-Visibel.

### **1.4 Manfaat**

Berdasarkan latar belakang, rumusan masalah, serta tujuan yang telah ditetapkan, manfaat dari penelitian ini sendiri adalah :

- 1.4.1 Memberikan informasi mengenai hasil pengujian sulfat di dalam sampel air sungai musi yang akan digunakan untuk pembuatan demin dan penggerak turbin di setiap pabrik PT. Pupuk sriwidjaja.
- 1.4.2 Memberikan informasi dan interpretasi mengenai hasil dari verifikasi penentuan sulfat dalam air sungai musi dengan Spektrofotometri UV-Visibel.



## BAB II

### DASAR TEORI

#### 2.1. PT Pupuk Sriwidjaja Palembang

##### 2.1.1 Sejarah PT Pupuk Sriwidjaja Palembang

PT Pusri berdiri pada tanggal 24 desember 1959 di Palembang, Sumatera Selatan dengan adanya akta notaris Eliza Pondaag nomor 177. Hal ini merupakan alasan PT. Pusri disebut sebagai pelopor produsen pupuk urea di Indonesia. Berdirinya PT Pusri sendiri juga diumumkan pada tanggal 7 juni 1960 didalam Lembaran Berita Negara RI Nomor 46. Pemegang saham utama serta pemegang kendali pusri dengan persen kepemilikan sebesar 99,99% adalah PT Pupuk Indonesia (Persero).



Gambar 1. PT. Pupuk Sriwidjaja Palembang (Sumber : Tribun, 2020)

Sriwidjaja dalam nama PT Pusri sendiri diambil dari nama Kerajaan Sriwidjaja yang memiliki catatan sebagai Kerajaan Sumatera Selatan yang disegani di dataran Cina sampai ke Asia Tenggara di abad ke- 7 M. Pembangunan pertama di pabrik PT Pusri dilakukan pada tanggal 14 agustus 1961 dengan nama Pabrik Pusri I. Pabrik Pusri I memulai

melakukan produksi di tahun 1963 dengan kapasitas terpasang yang dimiliki sebesar 100.000 ton Urea dan 59,400 ton ammonia pertahun. Selanjutnya pada tanggal 4 juli 1964 peresmian Pabrik Pusri I dilakukan oleh Wakil Perdana Menteri Chaerul Saleh Bersama dengan Presiden Pusri Ir. Salmon Mustafa. Sepanjang tahun 1972-1977 Pusri melakukan pembangunan Pabrik Pusri II, Pusri III dan IV. Proyek optimalisasi juga dilakukan di tahun 1992 di Pabrik Pusri II dengan kapasitas 552.000 ton pertahun. Sesudah itu, pada tahun 1976 dilakukan pembangunan Pabrik Pusri III dengan kapasitas 570.000 ton pertahun. Setelahnya, pada tahun 1977 dilakukan pembangunan Pabrik Urea Pusri IV dengan kapasitas 570.000 ton pertahun.

Oleh sebab itu, untuk melakukan dukungan program pangan nasional dengan mengutamakan produksi serta distribusi pupuk kepada petani di Indonesia, Pusri ditugaskan oleh pemerintah untuk melakukan penyaluran dan juga pemasaran pupuk bersubsidi kepada petani untuk pelaksanaan kewajiban Pelayanan Publik (PSO) pada tahun 1979. Akhirnya, pada tahun 1993, dilakukan renovasi untuk meningkatkan kapasitas produksi dan juga menggantikan Pabrik Pusri I yang sudah tidak beroperasi lagi disebabkan penurunan tingkan efisiensi dan faktor usia. Pusri ditetapkan sebagai *holding company* ditahun 1997 dengan membawahi 4 perusahaan BUMN di industry pupuk dan petrokimia, yaitu PT. Petrokimia Gresik, PT Kujang Cikampek, PT Iskandar Muda, *Producers and Construction* (EPC). Namun, pada tahun 2010 perusahaan melakukan *spin off* atau pemisahan dari PT. Pusri kepada PT Pupuk Sriwidjaja Palembang seperti yang sudah dijelaskan didalam RUPS-LB tanggal 24 desember 2010 yang akan berlaku di tanggal 1 januari 2011.

### 2.1.2 Logo PT Pupuk Sriwidjaja



Gambar 2. Logo PT Pupuk Sriwidjaja (Sumber : Pusri)

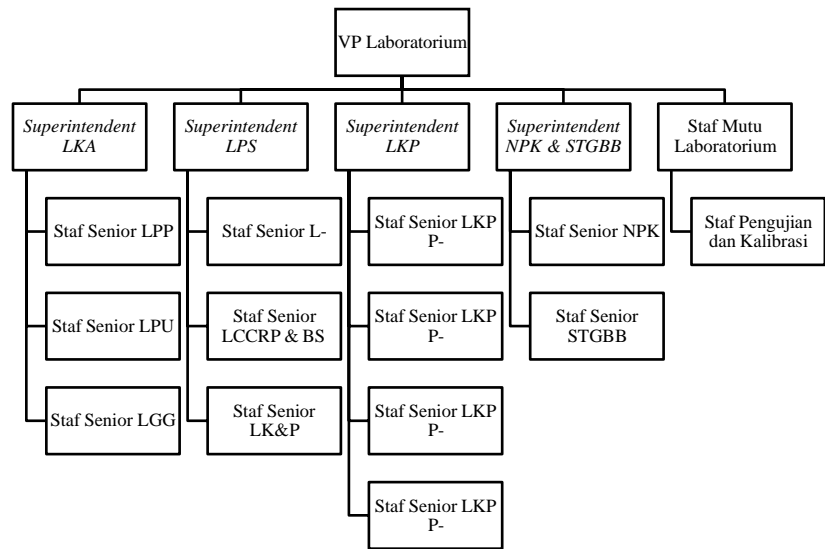
Nama Sriwidjaja dikaitkan dengan perusahaan untuk memperingati dan menghidupkan kembali kebangkitan kerajaan maritim pertama Indonesia yang dikenal di seluruh dunia. Perusahaan salut dengan leluhur yang pernah membuktikan Indonesia sebagai bangsa yang besar. Terciptanya pabrik pupuk bernama PT Pupuk Sriwidjaja Palembang merupakan warisan yang juga merupakan visi kekuatan, persatuan dan ketangguhan bangsa Indonesia dari sudut pandang nusantara.

### 2.1.3 Struktur Organisasi Departemen Laboratorium

Departemen Laboratorium berada didalam Divisi Teknologi PT Pusri, yang dibagi menjadi 4 bagian. Dimana tiap bagian di departemen laboratorium mempunyai *superintendent* yang berbeda, yaitu :

1. Laboratorium Penunjang Sarana (LPS)
2. Laboratorium Kimia Analis (LKA)
3. Laboratorium Kontrol Produksi (LKP)
4. Laboratorium NPK dan STGBB

Tiap bagian laboratorium dibagi lagi menjadi beberapa bagian, yaitu :



Gambar 3. Struktur Organisasi Departemen Laboratorium PT Pusri (Sumber:Pusri)

1. Laboratorium Penunjang Sarana
  - a. Laboratorium *Inventory* dan Sistem Mutu

Laboratorium ini memiliki fungsi sebagai laboratorium pengelolaan dan penyedia barang untuk keperluan perusahaan seperti alat gelas, instrument dan lainnya. Laboratorium ini juga memiliki tugas pengurusan untuk administrasi sistem mutu internasional ISO 17025:2017, ISO 14000, dan ISO 9001.

- b. Laboratorium Kalibrasi dan Pemeliharaan

Laboratorium ini berfungsi melakukan pemeriksaan serta pemeliharaan dan kaibrasi ke semua laboratorium PT Pusri secara berkala. Untuk mengetahui kelayakan dan performa instrument (Spektrofotometer, Neraca Analitik, pH Meter dan lainnya).

- c. Laboratorium *Chemical Cleaning, Reagent Preparation and Benfield*

Laboratorium ini berfungsi menyediakan bahan dan juga pereaksi yang dibutuhkan lab untuk pengujian dan juga bertugas untuk melakukan

pembersihan dengan bahan kimia dan pengujian analisis larutan benfield (larutan penjerap gas CO<sub>2</sub> dalam proses pembuatan ammonia).

## 2. Laboratorium Kimia Analisis

### a. Laboratorium Pengujian Produk (LPP)

Laboratorium ini melakukan pengujian analisis untuk produk akhir yang nantinya akan dipasarkan, yaitu produk ammonia dalam bentuk cair dan urea dalam bentuk butiran. Adapun peralatan yang biasa digunakan adalah Spektrofotometer, *Sieve Shaker*, Neraca Analitik, *Karl Fischer*, dan lainnya.

### b. Laboratorium Pengujian Umum (LPU)

Laboratorium ini melakukan pengujian analisis mutu yang digunakan pabrik dan bahan kimia pendukung, seperti air sungai, air minum, *cooling* dan *boiler water*, karung plastik, resin dan lainnya. Peralatan yang digunakan biasanya adalah spektrofotometer, *Jartest*, *Colony Counter*, Turbidimeter dan lainnya.

### c. Laboratorium Pengujian Gas dan *Lube Oil*

Laboratorium ini melakukan pengujian analisis *trace element* (logam), *scale*, gas alam, dan *lube oil*. Peralatan yang biasa digunakan adalah Tanur, *Orsat Analyzer*, Spektrofotometri Serapan Atom (AAS) dan *Gas Chromatography* (GC).

## 3. Laboratorium Kontrol Produksi

Laboratorium LKP berada di Pusri IB, IIB, III dan IV, yang meliputi analisis rutin dari proses produksi dan juga hasil akhir dari proses pabrik ammonia, utilitas, dan urea selama 24 jam. Peralatan yang biasa digunakan adalah Spektrofotometer, pH Meter, Konduktometer, Turbidimeter, dan lainnya.

#### 4. Laboratorium NPK Fusion dan Laboratorium STG (*Steam Turbine Generator*) & Boiler Batu Bara

Laboratorium NPK Fusion melakukan pengujian analisis dari produk pupuk NPK yaitu Nitrogen, Phospor, dan Kalium. Alat yang biasa digunakan adalah *Kjeldahl*, Spektrofotometer, *Karl Fischer* dan lainnya.

Laboratorium STG melakukan pengujian analisis rutin *water treatment* dan bahan baku batubara. Alat yang biasa digunakan adalah pH Meter, Spektrofotometer dan Kalorimeter.

### 2.2. Air Sungai

Setelah udara, air merupakan zat terpenting dalam kehidupan. Tiga perempat tubuh kita adalah air dan tidak ada yang lain. Manusia tidak dapat hidup lebih dari 4-5 hari tanpa air minum. Pada dasarnya, air biasa digunakan untuk memasak, mencuci, mandi, membersihkan debu disekitar rumah. Air juga digunakan untuk keperluan industri. Menerima dari perspektif ilmu kesehatan masyarakat, kita harus bisa menggunakan sumber air bersih. Penyediaan air bersih membantu memenuhi kebutuhan masyarakat. Ukuran rata-rata kebutuhan air manusia perhari sekitar 35-40 galon per orang. Kebutuhan air yang digunakan tergantung pada kondisi serta kebiasaan setiap orang.

Selain itu, air adalah bagian dari tiga unsur penyusun bumi (zat padat, air, atmosfer). Di sisi lain, 70% bumi tertutup air. Untuk 30% berbentuk daratan yang bisa terlihat dari sebagian permukaan bumi. Kandungan uap air berkisar 15% dari tekanan atmosfer (Alihar, 2018).

Sumber air yang digunakan masyarakat harus berasal dari sumber air yang bersih dan aman. Harus memenuhi batasan sumber air bersih, yaitu bebas dari pencemaran bakteri. Bahan kimia berbahaya, beracun, tidak berasa, tidak berbau, cocok untuk digunakan di rumah dan rumah tangga.

dan sesuai dengan standar minimum yang ditetapkan oleh Departemen Kesehatan Tenaga Kerja Republik Indonesia (Montarchikh, 2011)

Air sungai dimana penggunaannya umum dimanfaatkan oleh masyarakat sekitar untuk kebutuhan sehari-hari ataupun kegiatan lain. Karena itu, akan sangat berbahaya bagi Kesehatan vital manusia jika air sungai tercemar oleh kontaminan berbahaya. Yang biasanya bisa berasal dari limbah rumah tangga domestik, limbah pabrik, kegiatan pertanian atau peternakan ataupun dari abrasi dan pelapukan alami.

Air sungai menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 22 Tahun 2021 Tentang Penyelenggaraan Perlindungan Dan Pengelolaan Lingkungan Hidup. Air sungai di klasifikasikan menjadi 4 kelas, yaitu :

1. Kelas satu, merupakan air yang peruntukannya digunakan untuk air minum dan/atau untuk peruntukkan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaannya.
2. Kelas dua, merupakan air yang peruntukannya bisa digunakan untuk prasarana/sarana rekreasi air, pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengaliri pertamanan, dan/atau peruntukkan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaannya.
3. Kelas tiga, merupakan air yang peruntukannya bisa digunakan untuk pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengaliri tanaman, dan/atau peruntukkan lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaannya.
4. Kelas empat, merupakan air yang peruntukannya bisa digunakan untuk mengaliri pertanaman dan/atau peruntukkan lain yang mempunyai syarat mutu yang sama dengan kegunaannya.

Baku mutu air sungai dan sejenisnya menurut PP RI Nomor 22 Tahun 2021 Tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan

Lingkungan Hidup dengan parameter sulfat adalah seperti pada tabel 2.2 dibawah ini.

Tabel 1. Tabel Baku Mutu Air Sungai (PP RI Nomor 22 Tahun 2021)

No.	Parameter	Unit	Kelas 1	Kelas 2	Kelas 3	Kelas 4	Keterangan
1.	Oksigen terlarut (DO)	mg/L	6	4	3	1	Batas minimal
2.	Sulfat	mg/L	300	300	300	400	
3.	Klorida	mg/L	300	300	300	600	
4.	Nitrat	mg/L	10	10	20	20	
5.	Nitrit	mg/L	0,06	0,06	0,06	-	
6.	Ammoniak	mg/L	0,1	0,2	0,5	-	
7.	Total Nitrogen	mg/L	15	15	25	-	

### 2.3. Sulfat

Sulfat adalah salah satu jenis anion poliatomik dengan rumus kimia  $SO_4$  yang memiliki massa molar 96,06 g/mol. Ion sulfat terdiri dari atom pusat sulfur yang dikelilinginya terdapat 4 atom oksigen didalam susunan tetrahedral. Ion sulfat memiliki muatan negatif 2 dan termasuk basa konjugat dari ion hidrogen sulfat atau bisulfat.

Sulfat secara alami berada di air sebagai  $SO_4^{2-}$ , sumber sulfat sendiri dapat berasal dari atmosfer yang bersamaan dengan air hujan, pencucian batu gips ataupun pirit, dan juga bisa dari pelapukan batuan beku. Limbah industri dan sumbangan dari atmosfer adalah yang paling utama. Sulfat yang disebabkan oleh bakteri bisa dimanfaatkan sebagai sumber oksigen dengan dilakukan pengubahan menjadi hidrogen sulfida ( $H_2S$ ) didalam keadaan anaerob. Konsentrasi sulfat diperairan alami memiliki rentang diantara 2-80



mg/L. Jika berada didekat buangan limbah industri kadar sulfat yang tinggi bisa lebih dari 400 mg/L yang menjadi penyebab air tidak sehat untuk digunakan.

Bentuk sulfur di perairan bisa berupa Sulfida ( $S^{2-}$ ), Hidrogen Sulfida ( $H_2S$ ), Sulfur Dioksida ( $SO_2$ ), Sulfit ( $SO_3^{2-}$ ), dan Sulfat ( $SO_4^{2-}$ ). Apabila suatu perairan tidak memiliki oksigen, maka proses oksidasi yang terjadi dilakukan oleh bakteri aerob. Ion sulfat yang terdapat di perairan akan direduksi menjadi ion sulfit ( $SO_3^{2-}$ ) yang nantinya akan terbentuk kesetimbangan dengan ion hidrogen menjadi hidrogen sulfida ( $H_2S$ ). Kemudian kesetimbangan dengan ion sulfida ( $HS^-$ ) akan menjadi  $H_2SO_4$  yang berlimpah.

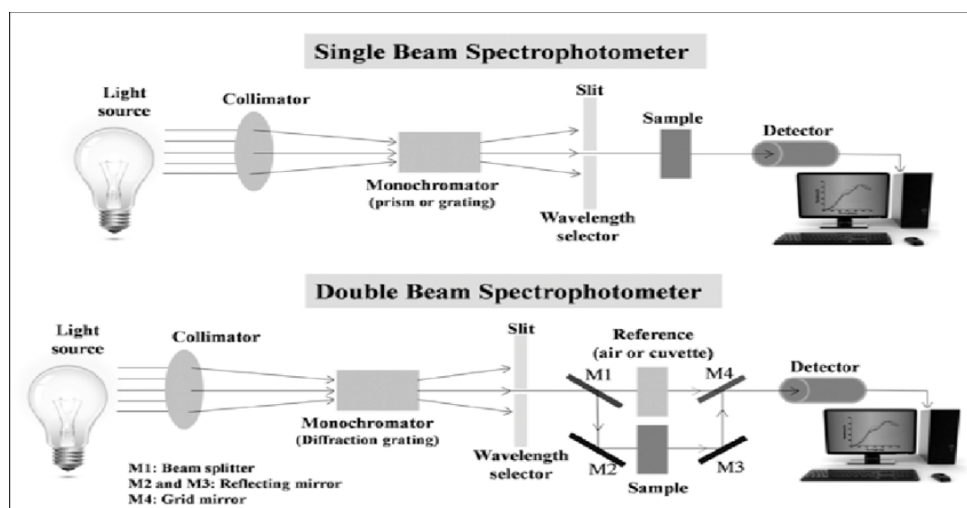
Menurut PP Nomor 22 Tahun 2021 Tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup baku mutu dengan parameter sulfat yang diperbolehkan adalah 300 mg/L. Menurut PERMENKES Nomor 492 Tahun 2010 baku mutu air minum yang diperkenankan adalah 250 mg/L. Kadar sulfat yang disarankan oleh WHO (*World Health Organization*) didalam air minum berada pada kisaran 400 mg/L.

Oleh sebab itu, pada perairan alam umumnya kadar sulfat yang terdapat cenderung tinggi. Kadar yang tinggi didalam air menjadi penyebab gangguan pada saluran sistem metabolisme manusia dan juga menyebabkan kehilangan cairan yang berlebih. Juga bisa menjadi penyebab penyakit gangguan pencernaan, memicu adanya kanker, dan terpengaruhnya reproduksi manusia. Apabila dengan konsentrasi yang relatif tinggi, derajat keasaman air akan menurun sehingga air akan bersifat korosif pada benda logam, akan timbul kerak pada benda yang bersifat mudah korosif, dan akan terdapat bau yang kemungkinan berasal dari reduksi  $SO_4^{2-}$  menjadi  $H_2S$ .

## 2.4. Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer adalah instrumen yang memiliki spektrometer dan juga fotometer. Fotometer sendiri berguna sebagai pengukur, sedangkan spektrometer dapat menghasilkan sinar dari spektrum dengan lamda tertentu. Instrumen spektrofotometri adalah salah satu metode dalam suatu analisis kimia yang berguna dalam menentukan komposisi dari sebuah sampel secara kuantitatif dan kualitatif. Analisis spektrofotometer berdasar pada interaksi hubungan antara materi dengan cahaya. Pengukuran transmittan atau absorban suatu sampel dapat dilakukan oleh spektrofotometer sebagai fungsi dari panjang gelombang.

Spektrofotometer memiliki banyak jenis, tetapi jenis yang paling sering digunakan adalah spektrofotometer UV-Vis. Spektrofotometer ini merupakan gabungan dari spektrofotometer sinar UV (*UltraViolet*) dan spektrofotometer Vis (*Visible*). Spektrofotometer ini memiliki kapasitas membuat sinar monokromatis pada  $\lambda$  200 sampai 800 nm. Spektrofotometer UV-Vis memiliki 2 jenis antara lain spektrofotometer UV-Vis berkas tunggal (*single beam*) dan spektrofotometer berkas ganda (*double beam*). Perbedaan antara kedua spektrofotometer ini dapat dilihat pada gambar 2.4



Gambar 4. Spektrofotometer UV-Vis *Single Beam* dan *Double Beam* (Sumber : [www.researchgate.net](http://www.researchgate.net))

Berdasarkan gambar 2.4 perbedaan pada spektrofotometer UV-Vis berkas tunggal dan berkas ganda ada di berkas sinar yang dipakai. Spektrofotometer UV-Vis berkas tunggal dapat membentuk hanya satu berkas sinar yang kemudian nantinya akan diteruskan kemudian akan terbaca sebagai nilai absorban oleh detektor di dalam komputer. Namun, untuk spektrofotometer UV-Vis berkas ganda dapat menghasilkan sinar yang nantinya akan terdapat 2 berkas sinar yang secara paralel dengan intensitas yang sama. 2 berkas sinar tersebut adalah berkas sinar untuk contoh uji atau sampel dan berkas sinar untuk blanko atau referensi, biasanya yang digunakan adalah pelarut dari contoh uji. Bagian-bagian dari spektrofotometer antara lain:

a. Sumber cahaya

Beberapa rentang panjang gelombang dari sumber sinar polikromatis adalah fungsi dari sumber cahaya ini. Salah satu sumber cahaya yang cukup sering digunakan adalah *wolfram lamp* dan juga *deuterium lamp*. Sinar yang nantinya akan dipencarkan selanjutnya dipusatkan pada sebuah cermin datar yang kemudian akan dipantulkan sebagian dan diteruskan sebagian melalui monokromator.

b. Monokromator

Monokromator merupakan alat yang fungsinya akan memecah cahaya polokromatis menjadi cahaya monokromatis pada panjang gelombang tertentu. Monokromator sendiri memiliki beberapa bagian antara lain: prisma, grating atau kisi difraksi, celah optis, dan filter.

c. Kompartemen sampel

Kompartemen sampel berfungsi sebagai tempat peletakkan kuvet atau sebagai wadah yang akan digunakan untuk menaruh sampel yang akan diuji. Kuvet sendiri memiliki beberapa

kriteria, antara lain: secara optis permukaan kuvet harus sejajar, tidak memiliki warna, tidak memiliki reaksi dengan semua jenis bahan kimia, tidak mudah rapuh, dan bentuk yang sederhana.

d. Detektor

Detektor bertugas dalam menangkap sinar yang telah diteruskan oleh larutan uji. Sinar selanjutnya akan diubah menjadi sinyal listrik oleh amplifier di rekorder. Detektor memiliki beberapa kriteria, antara lain: kepekaan yang dimiliki harus tinggi, respon konstan di berbagai panjang gelombang konstan, waktu respon yang cepat dengan sinyal yang kecil tanpa radiasi, sinyal listrik yang akan dihasilkan sebanding dengan tenaga radiasi.

e. Rekorder

Setelah hasil deteksi dari detektor yang mengubah sinar menjadi sinyal listrik dengan bantuan oleh amplifier, sinyal listrik diubah ke dalam bentuk spektrum. Spektrum tersebut akan diteruskan ke monitor dan akan keluar dalam bentuk transmittas atau juga absorbansi.

Prinsip kerja spektrofotometer biasanya mengikuti hukum *Lambert-Beer*, yaitu cahaya yang dipancarkan oleh sumber cahaya masuk ke monokromator dan dihamburkan oleh prisma, beralih ke cahaya monokrom. Cahaya monokromatik dikirim ke kuvet di mana sebagian diserap, dipantulkan dan melewati cahaya yang ditransmisikan melewati detektor dan diubah menjadi sinyal listrik yang dideteksi oleh detektor dan diterjemahkan oleh alat perekam.

Pengujian sulfat menggunakan spektrofotometer UV-Vis dilakukan pada panjang gelombang 420 nm melalui reaksi pembentukan koloid barium klorida, banyaknya koloid BaSO<sub>4</sub> yang terbentuk akan berbanding

lurus dengan serapan pada instrumen. Prinsipnya adalah dimulai dengan pemisahan berkas cahaya yang dilakukan oleh *diffraction grating*. Akan terjadi penyeleksian dan penyerapan oleh kuvet dan selanjutnya di deteksi oleh detektor dengan intensitas cahaya.

## 2.5. Verifikasi Metode

Verifikasi merupakan konfirmasi lewat penyediaan fakta yang objektif, kalau persyaratan-persyaratan tertentu sudah terpenuhi (Eurachem, 2014). Berdasarkan Sukaryono, dkk (2017) verifikasi tata cara bertujuan buat membenarkan kalau laboratorium yang bersangkutan sanggup melaksanakan pengujian dengan tata cara uji dengan hasil yang valid serta buat mengenali kesesuaian penggunaannya. Mulhaquddin (2014) menerangkan kalau verifikasi tata cara uji bisa pula digunakan buat meyakinkan sesuatu laboratorium mempunyai informasi kinerja sebab tiap laboratorium mempunyai keadaan serta kompetensi personil dan keahlian perlengkapan yang berbeda. Verifikasi tata cara dicoba terhadap sesuatu tata cara standar saat sebelum diterapkan di laboratorium. Verifikasi tersebut bertujuan buat meyakinkan kalau sesuatu laboratorium yang bersangkutan sanggup melaksanakan pengujian dengan tata cara tersebut dengan hasil yang valid. Tidak hanya itu pula bertujuan buat meyakinkan kalau laboratorium mempunyai informasi kinerja. Laboratorium yang berbeda mempunyai keadaan serta kompetensi personil dan keahlian perlengkapan yang berbeda. Perihal tersebut bisa menyebabkan kinerja antar satu laboratorium dengan laboratorium yang lain hendak berbeda (Utami, 2017).

Kinerja yang diuji dalam verifikasi tata cara merupakan selektifitas, antara lain uji akurasi (ketepatan), serta presisi (kecermatan) (Utami, 2017). Parameter verifikasi tata cara antara lain presisi, akurasi (ketepatan), linearitas serta rentang, batasan deteksi, batasan kuantifikasi, ketangguhan serta ketahanan. Parameter minimum yang wajib ada di dalam verifikasi ialah presisi serta akurasi (Sa'adah. serta Winata, 2010).

Verifikasi metode memiliki tujuan untuk membuktikan bahwa analisis dapat menerapkan metode analisis dengan benar dan memastikan kualitas hasil pengujian. Verifikasi harus dilakukan oleh laboratorium analisis jika terjadi modifikasi instrumen yang digunakan untuk analisis wajib. Instrumen dengan spesifikasi yang berbeda akan memiliki hasil analisis yang berbeda pula. Bahkan metode yang sudah lama digunakan perlu diperiksa. Parameter uji verifikasi metode hampir sama dengan parameter uji validasi. Namun dalam percobaan hanya beberapa parameter yang digunakan dalam verifikasi adalah linieritas, akurasi, presisi, batas deteksi dan batas kuantifikasi (Harmita 2004).

#### 2.5.1 Linearitas

Linearitas adalah suatu analisis metode uji yang berfungsi untuk memastikan terdapat hubungan yang linear antara konsentrasi analit dengan sinyal atau respon dari detektor. Penentuan linearitas membutuhkan paling tidak lima deret konsentrasi standar yang berbeda. Dalam hal ini, pengukuran linearitas ini akan mendapatkan persamaan regresi linear yang mempunyai hubungan antara sinyal dengan konsentrasi standar yang ditunjukkan dengan koefisien korelasi. Dimana seperti persamaan 1 berikut ini:

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

Untuk itu, nilai y adalah nilai dari respon alat sedangkan untuk nilai x sebagai penentuan untuk besar konsentrasi. Nilai a dari persamaan diatas sebagai nilai slope atau nilai kemiringan pada kurva yang artinya adalah sensitivitas dari metode yang digunakan. Nilai b dari persamaan diatas sebagai nilai intersep yang mewakili nilai dari blanko (Rohman, 2014). Dalam hal ini, kurva kalibrasi juga akan didapatkan nilai koefisien korelasi (r) dan nilai koefisien determinasi (r<sup>2</sup>). Untuk uji linearitas memiliki syarat keberterimaan jika nilai koefisien korelasi (r) lebih besar dari 0,995 menurut SNI 6989.20:2019.

### 2.5.2 LoD dan LoQ

Nilai dari batas deteksi dan batas kuantifikasi pada pengujian ini didasarkan pada data dari metode kurva kalibrasi. Dimana kurva kalibrasi dibuat 5 deret larutan standar yang diukur dan akan mendapatkan nilai persamaan regresi linearnya. Limit deteksi adalah paraneter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat ataupun instrumen. Sedangkan untuk limit kuantifikasi adalah konsentrasi ataupun jumlah terendah dari analit yang masih mungkin ditentukan dan memenuhi kriteria dari akurasi dan presisi. Penentuan batas LoD pada persamaan 3 dan LoQ pada persamaan 4 didapatkan dari simpangan baku ( $S_{y/x}$ ) pada persamaan 2 dari regresi linear kurva kalibrasi, dengan penggunaan rumus:

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

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

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

### 2.5.3 Presisi (%RSD)

Presisi metode merupakan derajat keterulangan dari suatu metode analisis, bisanya ditunjukkan sebagai simpangan baku relatif. Selain itu, presisi dapat dikatakan juga ukuran kedekatan dari hasil pengujian yang didapatkan dari pengukuran yang berulang. Uji presisi pada kegiatan verifikasi dari metode pengujian dilakukan dengan cara pengulangan sampel sebanyak 7 kali. Yang dimana, sampel yang telah disiapkan sudah sesuai dengan metode yang telah ada yang selanjutnya akan dilakukan analisis data. Penentuan %RSD ini menggunakan nilai standar deviasi. Syarat keberterimaan nya adalah kurang dari 2% atau  $\%RSD < \% CV \text{ Horwitz}$ , dengan penggunaan rumus yang digunakan pada persamaan 5 dan 6 sebagai berikut:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum X - \bar{X}^2}{n-1}} \dots\dots\dots 5$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100 \dots\dots\dots 6$$

2.5.4 Akurasi (%Recovery)

Akurasi merupakan kedekatan diantara nilai yang terukur dengan batas dari nilai suatu analit yang sebenarnya didalam suatu matrik sampel. Penentuan akurasi dapat dilakukan menggunakan CRM ataupun standar adisi. Jika tidak memiliki CRM maka akurasi bisa ditentukan dengan menggunakan standar adisi. Proses standar adisi dilakukan dengan cara menambahkan larutan standar kedalam blanko dengan beberapa deret konsentrasi yang biasa digunakan yaitu 50, 75, 100, 125 dan 150 dari konsentrasi analit didalam sampel yang telah diketahui nilainya. Setelah mendapatkan nilai maka dilakukan perhitungan menggunakan persentasi perolehan kembali atau %recovery. Untuk itu, penentuan sulfat ini larutan standar yang digunakan sebagai penambahan adalah larutan standar 125 mg/L. Jadi, akan dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Menurut SNI 6989.20:2019 syarat keberterimaan akurasi berada pada range 90%-110% dengan frekuensi standar kerja berada pada rentang 5%-10% dari volume total.

2.5.5 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Menurut Hadi (2018), ketidakpastian adalah parameter yang memiliki hubungan dengan hasil dari suatu pengujian atau penelitian yang memiliki gambaran penyebaran dari beberapa nilai pengujian. Ketidakpastian pengukuran adalah nilai ketidakpastian yang didapatkan dari pengukuran suatu bahan dengan menggunakan peralatan dan instrumen yang terkakibrasi, sehingga nilai ketidakpastian yang diperoleh adalah nilai ketidakpastian dari gabungan setiap proses pengukuran. Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran ada dua tipe yang dapat digunakan yaitu tipe A



dan tipe B. Dimana tipe A didasarkan pada perhitungan berulang dari pengamatan langsung, dan tipe B didasarkan pada informasi yang dapat dipercaya. Contoh perhitungan seperti berikut:

Untuk tipe A :

$$\mu = \frac{\text{Standar deviasi}}{\sqrt{n}} \dots\dots\dots 7$$

Untuk tipe B :

$$\mu = \frac{\text{Ketidakpastian dari informasi}}{k} \dots\dots\dots 8$$

Secara umum, prosedur penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran ada 3 tahap yang paling utama yaitu menentukan spesifikasi kuantitas yang diukur dengan persamaan atau rumus, mengidentifikasi sumber sumber ketidakpastian, dan menghitung masing masing sumber ketidakpastian menjadi ketidakpastian baku yang nantinya akan didapatkan nilai ketidakpastian baku gabungan dan ketidakpastian baku diperluas.

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1. Waktu dan Tempat**

Pengujian dilakukan di laboratorium PT Pupuk Sriwidjaja Palembang, Sumatera Selatan. Tanggal 03 Februari 2023 – 28 Juli 2023.

#### **3.2. Bahan**

Bahan yang digunakan adalah air demin, barium klorida ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), larutan induk sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 1000 mg/L, *gliserol*, HCl pekat, etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), NaCl, sampel air sungai dan *Conditioning Reagent Sulfate*, dan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  didalam  $\text{H}_2\text{O}$ .

#### **3.3. Alat**

Alat yang digunakan yaitu spektrofotometer shimadzu UV-1800; labu ukur 200 mL merk iwaki, labu ukur 50 mL merk blau brand, pipet volume 25 mL merk pyrex, sendok takar, botol semprot, tisu, pipet ukur 5 mL merk iwaki, pipet ukur 10 mL merk iwaki, pro-pipet.

#### **3.4. Cara Kerja**

##### **3.4.1. Persiapan Pengujian**

###### **1. Pembuatan larutan baku sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) 125 mg/L**

Sebanyak 25 mL larutan induk sulfat 1000 mg/L dimasukkan kedalam labu ukur 200 mL, kemudian diencerkan dengan demin sampai tanda batas.

###### **2. Pembuatan larutan kerja sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ )**

Larutan kerja sulfat dibuat dengan deret konsentrasi secara berurutan sebesar 0,5,10,15,20,25 mg/L. Selanjutnya, larutan dimasukkan di dalam

labu ukur 50 mL dengan volume sesuai dengan volume yang telah dihitung kemudian di tambahkan  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,3-0,5 g (menggunakan sendok takar) dan ditera sampai dengan tanda batas dan dihomogenkan. Pembacaan dilakukan dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 420 nm.

### **3. Pembuatan larutan kondisioning**

Sebanyak 100 mL gliserol dimasukkan kedalam labu ukur 1000 mL, lalu ditambahkan HCl pekat sebanyak 60 mL, kemudian diencerkan dengan 600 mL ditambahkan etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), dan ditambahkan 150 g NaCl lalu dihomogenkan.

## **4. Verifikasi Metode**

### **4.1. Pembuatan kurva kalibrasi**

Optimalisasi spektrofotometer dilakukan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat yang telah ada. Kurva kalibrasi yang digunakan menggunakan deret standar secara berurutan 0, 5, 10, 15, 20, dan 25 mg/L yang akan menghasilkan absorbansi dan juga persamaan regresi linear.

### **4.2. Penentuan LOD dan LOQ**

Batas deteksi dan batas kuantifikasi ditentukan dengan menggunakan metode kurva kalibrasi. Batas deteksi dapat dihitung berdasarkan nilai simpangan baku (SD) respon dengan kemiringan. Kurva baku pada level yang mendekati batas deteksi dan batas kuantifikasi.

### **4.3. Penentuan akurasi**

Sampel dipipet sebanyak 25 mL kedalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan *Conditioning Reagent Sufate* sebanyak 1 mL. Selanjutnya ditambahkan lagi  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,3-0,5 g (menggunakan sendok takar). Berikutnya sampel ditambahkan lagi larutan induk 125 mg/L

sebanyak 1 mL dan ditera sampai dengan tanda batas dan dihomogenkan. Pembacaan dilakukan dengan Spektrofotometer UV-Vis.

#### **4.4. Penentuan presisi**

Sampel dipipet sebanyak 25 mL dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL. Selanjutnya, ditambahkan *Conditioning Reagent Sufate* sebanyak 1 mL dan ditambahkan lagi  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0,3-0,5 g (menggunakan sendok takar) yang kemudian ditera sampai dengan tanda batas dan dihomogenkan. Pembacaan dilakukan dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 420 nm.

## BAB IV

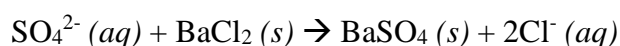
### HASIL DAN PEMBAHASAN

Verifikasi metode penentuan sulfat yang telah dilakukan di PT. Pupuk Sriwidjaja Palembang yaitu meliputi pengujian untuk linearitas, *LOD* dan *LOQ*, akurasi (*%Recovery*), presisi (*%RSD*), dan estimasi ketidakpastian pengukuran. Dimana pengujian ini berdasarkan acuan di SNI 6989.20 : 2019 Air dan Air Limbah-Bagian 20 : Cara Uji Sulfat secara turbidimetri. Verifikasi metode ini berfungsi untuk membuktikan dan mengonfirmasi bahwa metode pengujian sulfat yang telah dilakukan sebagai pengujian rutin.

Prinsip pengujian sulfat ini didasarkan pada ion sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) didalam suasana asam yang akan terjadi reaksi dengan barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ) yang akan membentuk koloid barium sulfat ( $\text{BaSO}_4$ ) yang telah homogen. Larutan kondisi yang digunakan terdiri dari HCl pekat, gliserol, etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), dan NaCl. Larutan ini berfungsi seperti larutan buffer A untuk konsentrasi sulfat lebih besar dari 10 mg/L. Selain itu, pengukuran spektrofotometri tidak dapat dilakukan jika sulfat dalam bentuk endapan, sehingga zat pelunakan ditambahkan untuk menstabilkan koloid. Ini menghasilkan garam  $\text{BaSO}_4$  dalam bentuk suspensi koloid. Penambahan reagen pada kondisi ini juga dimaksudkan untuk mempertahankan pH larutan yang konstan. Ini karena sulfat dalam sampel berubah bentuk ketika pH berubah. Pada saat sebelum pengujian dilakukan pengecekan pH pada sampel didaaptkan nilai pH berada pada rentang pH 8-9. Apabila terdapat ion  $\text{Ba}^{2+}$  dan ion  $\text{SO}_4^{2-}$  yang keduanya terkandung dalam air maka akan terjadi pembentukan kerak yang cukup besar, karena kelarutan barium sulfat yang memiliki kelarutan yang rendah didalam air. Nilai pH memilikipengaruh terhadap inhibitor, dimana jika pH lebih tinggi maka akan terjadinya peningkatan protonasi dari inhibitor begitu juga sebaliknya apabila pH rendah maka akan dapat mengurangi protonasi. Protonasi sendiri adalah penambahan proton ( $\text{H}^+$ ) pada suatu atom, molekul, atau ion, menghasilkan asam konjugasi. Penambahan dari keduanya akan mendapatkan larutan kental yang

stabil dan endapan tidak mengendap sehingga kekeruhan bisa terukur spektrofotometer.

Penambahan kristal  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  bertujuan agar ion sulfat dalam sampel berikatan dengan ion  $\text{Ba}^{2+}$  dari kristal sehingga terbentuk garam  $\text{BaSO}_4$ . Kelarutan garam ini sangat kecil dalam air sehingga akan mengendap dalam bentuk endapan koloid putih. Garam  $\text{BaSO}_4$  yang terbentuk berupa koloid yang mempunyai tingkat kelarutan yang kecil karena bersifat *tyndall*, yang berarti apabila diberikan cahaya maka cahaya yang diberikan akan dipantulkan ke segala arah. Ion barium ( $\text{Ba}^{2+}$ ) yang digunakan berasal dari barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ), berguna agar dapat mengikat sulfat supaya membentuk sesuatu kekeruhan yang nantinya akan dapat diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Reaksi yang terjadi antara anion sulfat dengan barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ) yang akan ditambahkan adalah:



Larutan yang terbentuk harus didiamkan selama  $5 \pm 0,5$  menit agar reaksi yang terbentuk menjadi sempurna. Penentuan konsentrasi sulfat diukur dengan kekeruhan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 420 nm. Metode kekeruhan adalah metode yang didasarkan pada kekeruhan laut atau terbentuknya koloid dalam larutan. Ketika cahaya yang datang dari spektrofotometer melewati larutan yang memiliki suspensi koloid di dalamnya, akan menyebabkan energi radiasi dihamburkan oleh penyerapan, pemantulan, pembiasan, dan lain-lain. Energi radiasi yang tidak terdispersi akan diarahkan dan ditangkap oleh detektor.

#### 4.1. Linearitas

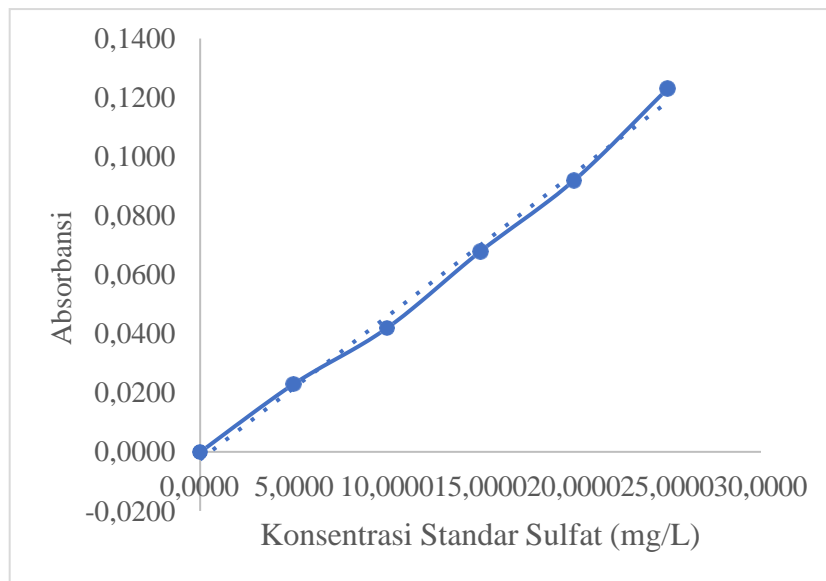
Linearitas menunjukkan adanya hubungan antara konsentrasi analit dengan respon dalam jangkauan kerja. Linearitas dapat ditentukan dengan penggunaan lima larutan standar yang memiliki konsentrasi yang berbeda. Adapun konsentrasi larutan standar yang digunakan adalah konsentrasi 0, 5, 10, 15, 20, 25 mg/L dengan melakukan pengukuran menggunakan

Spektrofotometri UV-Vis dengan panjang gelombang 420 nm. Pelarut yang digunakan adalah demin yang mempunyai kemurnian yang tinggi dengan perlakuan pengolahan air yang kompleks. Selain itu, air demin adalah air yang bebas mineral sehingga tidak mendatangkan efek kerak didalam mesin dan tidak menjadi penyebab kerusakan ataupun kontaminasi didalam pelarutan zat kimia. Koefisien korelasi (R) dapat ditentukan dengan berdasar linearitas di kurva kalibrasi, yaitu adanya hubungan diantara konsentrasi larutan standar dan absorbansi yang didapatkan, seperti pada Tabel 2.

Tabel 2. Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Sulfat

<u>Konsentrasi Standar Sulfat (mg/L)</u>	<u>Absorbansi</u>
0,0000	0,0000
5,0000	0,0230
10,0000	0,0420
15,0000	0,0680
20,0000	0,0920
25,0000	0,1230

Berdasar Tabel 4. 1 menunjukkan semakin besar konsentrasi standar sulfat maka nilai absorbansi juga semakin meningkat. Sesuai hukum *Lambert-Beer*. Data hasil pembacaan konsentrasi larutan standar sulfat yang didapatkan dibuat grafik kurva kalibrasinya. Seperti pada Gambar 5.



Gambar 5. Grafik Kurva Kalibrasi Standar Sulfat

Berdasarkan Gambar 5 yang didapatkan persamaan regresi linear  $y = 0,0048x - 0,0026$  dengan nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) sebesar 0,9949 dan nilai koefisien korelasi ( $R$ ) sebesar 0,9974. Linearitas adalah nilai dari respon analisis didalam rentang konsentrasi tertentu. Nilai slope sebesar 0,0048 yang menunjukkan sensitivitas metode, dimana apabila nilai slope turun maka sensitivitas turun begitu juga sebaliknya. Nilai intersep yang didapatkan sebesar -0,0026. Nilai intersep idealnya adalah 0, karena pada saat pengukuran blanko diharapkan instrumen tidak memberikan respon. Akan tetapi, sering didapatkan adanya respon dari instrumen yang penyebabnya bisa berasal dari interaksi interferensi, *noise*, kontaminasi ataupun hal lainnya. Menurut SNI 6989.20 : 2019, batas keberterimaan untuk nilai koefisien korelasi ( $r$ ) lebih besar atau sama dengan 0,995, yang artinya hasil yang didapatkan dari pengujian ini bersifat linear dan telah masuk kedalam syarat keberterimaan berdasarkan acuan yang telah digunakan.



#### 4.2. *Limit of Detection dan Limit of Quantification*

Nilai dari *Limit of Detection dan Limit of Quantification* pada pengujian ini didasarkan pada data dari metode kurva kalibrasi. Data penentuan LoD dan LoQ dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Data Penentuan nilai LoD dan LoQ

Konsentrasi Standar Sulfat (mg/L)	Absorbansi (Y)	Y <sub>i</sub>	Y-Y <sub>i</sub>	(Y-Y <sub>i</sub> ) <sup>2</sup>
0,0000	0,0000	0,0026	-0,0026	0,0000
5,0000	0,0230	0,0266	-0,0036	0,0000
10,0000	0,0420	0,0506	-0,0086	0,0001
15,0000	0,0680	0,0746	-0,0066	0,0000
20,0000	0,0920	0,0986	-0,0066	0,0000
25,0000	0,1230	0,1226	0,0004	0,0000
$\Sigma(Y-Y_i)^2$				0,0002
S <sub>y/x</sub>				0,0067
LOD (mg/L)				4,2038
LOQ (mg/L)				14,0126

Nilai yang telah didapatkan menunjukkan konsentrasi ataupun jumlah terendah dari analit. Syarat batas berketerimaan adalah nilai LoD harus lebih kecil daripada nilai LoQ yang didapatkan, sedangkan syarat keberterimaan nilai LoQ adalah konsentrasi sampel yang didapatkan harus lebih besar daripada nilai LoQ, artinya nilai LoD dan nilai LoQ yang didapatkan masuk ke dalam syarat keberterimaan yang telah ditetapkan.

#### 4.3. *Presisi (%RSD)*

Uji presisi pada kegiatan verifikasi metode pengujian dilakukan dengan pengulangan sampel sebanyak 7 kali. Dimana, sampel yang telah disiapkan sudah sesuai dengan metode yang telah ada yang selanjutnya akan dilakukan analisis data. Data penentuan presisi dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Data Penentuan Presisi (%RSD)

Keterangan	Absorbansi			
	1	2	3	Rata-rata
Sampel 1	0,0840	0,0842	0,0842	0,0841
Sampel 2	0,0849	0,0850	0,0850	0,0850
Sampel 3	0,0850	0,0851	0,0851	0,0851
Sampel 4	0,0862	0,0862	0,0861	0,0862
Sampel 5	0,0840	0,0840	0,0840	0,0840
Sampel 6	0,0882	0,0880	0,0881	0,0881
Sampel 7	0,0860	0,0860	0,0861	0,0860

$\bar{X}$	FP	X	$\bar{X}$	$X - \bar{X}$	$(X - \bar{X})^2$
	2	36,1389		-0,5675	0,3220
	2	36,4861		-0,2202	0,0485
	2	36,5278		-0,1786	0,0319
18,3532	2	36,9861	36,7063	0,2798	0,0783
	2	36,0833		-0,6230	0,3881
	2	37,7917		1,0853	1,1779
	2	36,9306		0,2242	0,0503
				$\Sigma(X - \bar{X})^2$	2,0970
				SD	0,5912
				%RSD	1,61

Berdasarkan Tabel 4. didapatkan nilai presisi (%RSD) sebesar 1,61%. Nilai yang telah didapatkan menunjukkan kedekatan hasil pengujian yang diperoleh dari pengukuran berulang yang dilakukan. Keberterimaan nilai %RSD menurut Riyanto, 2014 adalah < 2% yang artinya hasil yang didapatkan baik.

#### 4.4. Akurasi (%R)

Penentuan akurasi dapat dilakukan menggunakan CRM ataupun standar adisi. Jika tidak memiliki CRM maka akurasi bisa ditentukan dengan menggunakan standar adisi. Proses standar adisi dilakukan dengan cara menambahkan larutan standar kedalam blanko dengan beberapa deret

konsentrasi yang biasa digunakan yaitu 50, 75, 100, 125 dan 150 dari konsentrasi analit didalam sampel yang telah diketahui nilainya. Dalam penentuan sulfat ini larutan standar yang digunakan adalah larutan standar 125 mg/L. Dengan pengulangan sebanyak 3 kali. Data penentuan akurasi (%recovery) dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Data Penentuan Akurasi (%Recovery)

Keterangan	Absorbansi			
	1	2	3	Rata-rata
Spike 1	0,0987	0,0986	0,0987	0,0987
Spike 2	0,0987	0,0986	0,0986	0,0986
Spike 3	<u>0,0988</u>	<u>0,0987</u>	<u>0,0986</u>	<u>0,0987</u>

Cspike	Ctarget	Csampel	%R	%R
21,0972	2,5		109,76	
21,0903	2,5	18,3532	109,48	109,76 %
<u>21,1042</u>	<u>2,5</u>		<u>110,04</u>	

Berdasarkan data yang sudah diperhitungkan pada tabel 4. 4 didapatkan nilai akurasi (%*Recovery*) rata-rata sebesar 109,76%. Menurut SNI 6989.20 : 2019 kisaran persen temu balik standar kerja berada pada rentang 90% - 110%. Artinya hasil yang didapatkan masuk kedalam rentang keberterimaan yang telah ditetapkan.

#### 4.5. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Secara umum, prosedur penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran ada 3 tahap yang paling utama yaitu menentukan spesifikasi kuantitas yang diukur dengan persamaan atau rumus, mengidentifikasi sumber sumber ketidakpastian, dan menghitung masing masing sumber ketidakpastian menjadi ketidakpastian baku yang nantinya akan didapatkan nilai ketidakpastian baku

gabungan dan ketidakpastian baku diperluas. Penggunaan rumus seperti pada persamaan 9 sebagai berikut:

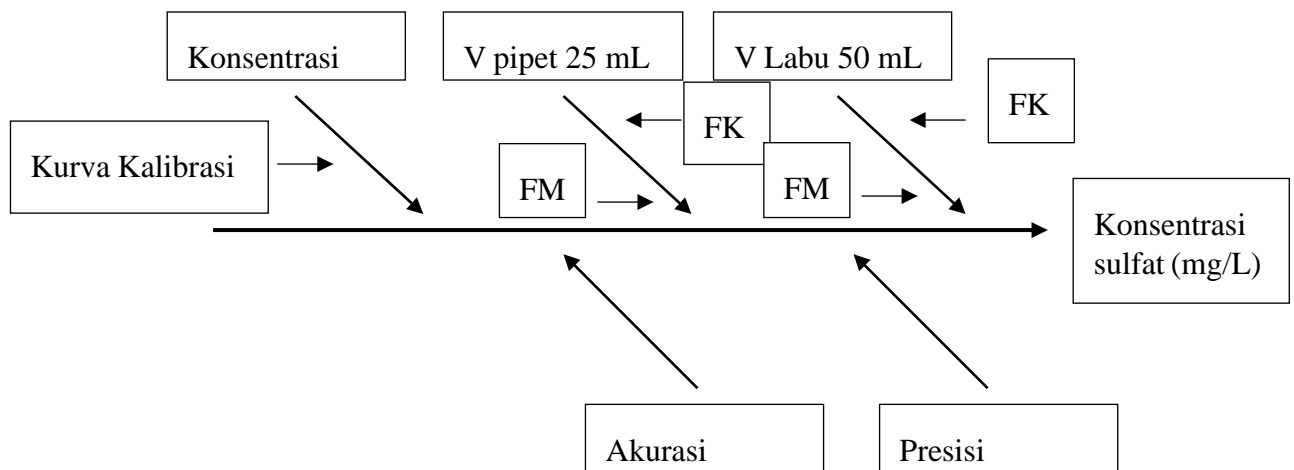
#### 4.5.1. Rumus penentuan konsentrasi sulfat

Penentuan rumus persamaan konsentrasi sulfat pada sampel air sungai musi dapat dilihat pada persamaan 9 sebagai berikut:

$$\text{Konsentrasi sulfat (SO}_4^{2-}) = C \times FP \dots \dots \dots 9)$$

#### 4.5.2. Diagram tulang ikan

Penentuan sumber sumber permasalahan ketidakpastian dapat dilihat dari diagram tulang ikan dibawah ini:



#### 4.5.3. Ketidakpastian gabungan dan diperluas

Konsentrasi sampel ± Ketidakpastian diperluas  $18,3532 \pm 3,7131$

30% dari konsentrasi sampel : 5,51%

Berdasarkan perhitungan ketidakpastian gabungan dan diperluas diperoleh ketidakpastian gabungan sebesar 1,8565 mg/L dan ketidakpastian diperluas sebesar 3,7131 mg/L. Dapat dilihat penyumbang ketidakpastian disumbang oleh kurva kalibrasi standar yang menyumbang ketidakpastian sebesar 0,4861. Sehingga dapat ditentukan besarnya ketidakpastian penentuan sulfat yaitu konsentrasi sampel ± ketidakpastian diperluas (  $18,3532 \text{ mg/L} \pm 3,7131 \text{ mg/L}$  ) dan didapatkan nilai dari 30% konsentrasi sampel sebesar

5,51%. Ketidakpastian yang diperoleh sudah memenuhi syarat keberterimaan dimana ketidakpastian yang diperoleh tidak melebihi batas maksimum ketidakpastian pengukuran yaitu sebesar 30%.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 KESIMPULAN**

Berdasarkan verifikasi metode yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa hasil Verifikasi Metode Penentuan Sulfat Pada Air Sungai Musi Dengan Spektrofotometri UV-Vis Single Beam di Laboratorium PT Pupuk Sriwidjaja Palembang didapatkan kesimpulan sebagai berikut :

1. Hasil pengujian sulfat didalam air sungai musu PT. Pusri yang digunakan untuk pembuatan demin dan penggerak turbin didapatkan hasil kadar sebesar 18,3532 mg/L dimana menurut PP RI Nomor 22 Tahun 2021 Tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup adalah 300 mg/L.
2. Hasil verifikasi didapatkan untuk nilai korelasi ( $r$ ) yaitu 0,9974, dengan batas deteksi sebesar 4,2038 mg/L dan batas kuantifikasi 14,0126 mg/L, nilai akurasi 109,76% serta presisi 1,61%. Hal tersebut menunjukkan bahwa verifikasi metode penentuan kadar sulfat secara turbidimetri berdasarkan SNI 6989.20: 2019 dapat digunakan untuk pengujian rutin di PT Pupuk Sriwidjaja Palembang

#### **5.2 SARAN**

Hasil analisis dari penentuan kadar sulfat pada air sungai diharapkan dapat digunakan bagi peneliti lainnya sebagai dasar dan informasi dalam pengujian kedepannya menggunakan sumber air sungai ataupun sumber yang lain.

## DAFTAR PUSTAKA

- Aisyah, F. N. (2020). Verifikasi Metode Penentuan Kadar Sulfat Secara Turbidimetri di Balai Penyelidikan Dan Pengembangan Teknologi Kebencanaan Geologi (BPPTKG) Yogyakarta.
- Erviana, D., Budaya, A. W., Hariani, S., Winda, A., & Yulia, L. (2018). Analisis Kualitatif Kandungan Sulfat dalam Aliran Air dan Air Danau di Kawasan Jakabaring Sport City Palembang. *Vol.2 No.2*.
- Eurachem. (2014). The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topic.
- Hadi, A. (2018). Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium kalibrasi ISO/IES 17025: 2017.
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian, 1.3*, 117-135.
- Indonesia, M. K. (2017). Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 32 Tahun 2017 Tentang Standar Baku Mutu Kesehatan Lingkungan Dan Persyaratan Kesehatan Air Untuk Keperluan Higienie Sanitasi, Kolam Renang, Solus Per Aqua, Dan Pemandian Umum.
- Indonesia, P. R. (2023). Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 22 Tahun 2021 Tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup.
- Lesik, V. C., Boimau, Y., & Adelia, K. A. (2021, September 2). Penentuan Konsentrasi Sulfat Dalam Air di Kelurahan Oeba Menggunakan Spektrofotometer UV-VIS. *Volume 1*.
- Nailis, N., & Sunarti, R. N. (2021, September). Analisis Kadar Sulfat (SO<sub>4</sub>), Fenol Dan Phospat (PO<sub>4</sub>) Pada Air Sungai di Kabupaten Muara Enim, Sumatera Selatan. *4, No.1*, 203-211.
- Ph.D, R. (2014). Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi.
- Prihatin, A. W., Prasetya, A. T., & Sumarni, W. (2017, Mei). VALIDASI METODE ANALISIS Mn DALAM SEDIMEN SUNGAI KALIGARANG DENGAN ICP-OES DAN GFAAS. *Indonesian Journal of Chemical Science, 6(1)*, 20-26.

- Rohman, A. (2014). Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia.
- Sari, D. P. (2021). Analisis Kadar Nitrit (NO<sub>2</sub>) Dan Sulfat (SO<sub>4</sub>) Pada Hulu Dan Hilir Air Sungai Batanghari Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis.
- Sasongko, Yulianto, & Sarasti. (2017). Verifikasi metode penentuan logam kadmium (Cd) dalam air limbah domestik dengan metode spektrofotometri serapan atamo. *JST (Jurnal Sains dan Teknologi*, 6(2), 228-237.
- Sulistyowati, R. Z., & Yanti, E. (2021, Desember). Penentuan Krom VI dan Sulfat Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis dalam Sampel Air Sungai di Dinas Lingkungan Hidup Kota Semarang. *Vol. 6, No. 2*, 51-58. doi:10.20885/ijcr.vol6.iss2.art1
- Utami, A. R. (2017). Verifikasi Metode Pengujian Sulfat dalam Air dan Limbah Sesuai SNI 6989.20 : 2019. *Jurnal Teknologi Proses dan Inovasi Indsutri*, 19-25.
- Windusari, Y., & Sari, N. P. (2015, Maret). Kualitas Perairan Sungai Musi Di Kota Palembang Sumatera Selatan. *I*.



## LAMPIRAN

### 1. Pembuatan Larutan Baku Sulfat

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 125 \text{ mg/L} \times 200 \text{ mL}$$

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

Keterangan :

$C_1$  = Konsentrasi larutan induk sulfat (mg/L)

$V_1$  = Volume larutan induk sulfat yang akan dipipet (mL)

$C_2$  = Konsentrasi larutan baku sulfat yang akan dibuat (mg/L)

$V_2$  = Volume total larutan baku sulfat yang akan dibuat (mL)

### 2. Pembuatan Larutan Kerja Sulfat

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

Keterangan :

$C_1$  = Konsentrasi larutan induk sulfat (mg/L)

$V_1$  = Volume larutan induk sulfat yang akan dipipet (mL)

$C_2$  = Konsentrasi larutan baku sulfat yang akan dibuat (mg/L)

$V_2$  = Volume total larutan baku sulfat yang akan dibuat (mL)

a) Larutan standar sulfat 0 mg/L

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

$$125 \text{ mg/L} \times V_1 = 0 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

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

b) Larutan standar sulfat 5 mg/L

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

$$125 \text{ mg/L} \times V_1 = 5 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

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

c) Larutan standar sulfat 10 mg/L

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

$$125 \text{ mg/L} \times V_1 = 10 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

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

d) Larutan standar sulfat 15 mg/L

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

$$125 \text{ mg/L} \times V_1 = 15 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

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

e) Larutan standar sulfat 20 mg/L

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

$$125 \text{ mg/L} \times V_1 = 20 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

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

f) Larutan standar sulfat 25 mg/L

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

$$125 \text{ mg/L} \times V_1 = 25 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}$$

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

### 3. Penentuan LoD dan LoQ

$$y = 0,0048x - 0,0026$$

a) Penentuan  $Y_i$

i. Konsentrasi 0 mg/L

$$Y_i = ax - b$$

$$Y_i = 0,0048 (0 \text{ mg/L}) - (-0,0026)$$

$$Y_i = 0,0026 \text{ mg/L}$$

ii. Konsentrasi 5 mg/L

$$Y_i = ax - b$$

$$Y_i = 0,0048 (5 \text{ mg/L}) - (-0,0026)$$

$$Y_i = 0,0266 \text{ mg/L}$$

iii. Konsentrasi 10 mg/L

$$Y_i = ax - b$$

$$Y_i = 0,0048 (10 \text{ mg/L}) - (-0,0026)$$

$$Y_i = 0,0506 \text{ mg/L}$$

iv. Konsentrasi 15 mg/L

$$Y_i = ax - b$$

$$Y_i = 0,0048 (15 \text{ mg/L}) - (-0,0026)$$

$$Y_i = 0,0746 \text{ mg/L}$$

v. Konsentrasi 20 mg/L

$$Y_i = ax - b$$

$$Y_i = 0,0048 (20 \text{ mg/L}) - (-0,0026)$$

$$Y_i = 0,0986 \text{ mg/L}$$

vi. Konsentrasi 25 mg/L

$$Y_i = ax - b$$

$$Y_i = 0,0048 (25 \text{ mg/L}) - (-0,0026)$$

$$Y_i = 0,1226 \text{ mg/L}$$

b) Penentuan  $S_{y/x}$

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

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{0,0002}{6-2}}$$

$$S_{y/x} = 0,0067$$

c) Penentuan LoD

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

$$LoD = \frac{3 \times 0,0067}{0,0048}$$

$$LoD = 4,2038 \text{ mg/L}$$

d) Penentuan LoQ

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

$$LoQ = \frac{10 \times 0,0067}{0,0048}$$

$$LoQ = 14,0126 \text{ mg/L}$$

#### 4. Penentuan Presisi (%RSD)

$$y = 0,0048x - 0,0026$$

a) Penentuan Xi

i. Sampel 1

$$Xi = \frac{\text{Absorbansi-Intersep}}{\text{Slope}}$$

$$Xi = \frac{0,0841 - (-0,0026)}{0,0048}$$

$$Xi = 18,0694$$

ii. Sampel 2

$$Xi = \frac{\text{Absorbansi-Intersep}}{\text{Slope}}$$

$$Xi = \frac{0,0850 - (-0,0026)}{0,0048}$$

$$Xi = 18,2431$$

iii. Sampel 3

$$X_i = \frac{\text{Absorbansi-Intersep}}{\text{Slope}}$$

$$X_i = \frac{0,0851 - (-0,0026)}{0,0048}$$

$$X_i = 18,2639$$

iv. Sampel 4

$$X_i = \frac{\text{Absorbansi-Intersep}}{\text{Slope}}$$

$$X_i = \frac{0,0862 - (-0,0026)}{0,0048}$$

$$X_i = 18,4931$$

v. Sampel 5

$$X_i = \frac{\text{Absorbansi-Intersep}}{\text{Slope}}$$

$$X_i = \frac{0,0840 - (-0,0026)}{0,0048}$$

$$X_i = 18,0417$$

vi. Sampel 6

$$X_i = \frac{\text{Absorbansi-Intersep}}{\text{Slope}}$$

$$X_i = \frac{0,0881 - (-0,0026)}{0,0048}$$

$$X_i = 18,8958$$

vii. Sampel 7

$$X_i = \frac{\text{Absorbansi-Intersep}}{\text{Slope}}$$

$$X_i = \frac{0,0860 - (-0,0026)}{0,0048}$$

$$X_i = 18,4653$$

b) Penentuan SD

$$SD = \sqrt{\frac{\sum X - \bar{X}}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{0,5243}{7-1}}$$

$$SD = 0,2956$$

c) Penentuan %RSD

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

$$\%RSD = \frac{0,2956}{8,352} \times 100$$

$$\%RSD = 0,02\%$$

## 5. Penentuan Akurasi (%Recovery)

a) Cspike

i. Spike 1

$$C_{spike} = \frac{\text{Absorbansi-Intersep}}{\text{Slope}} \times FP$$

$$C_{spike} = \frac{0,0987 - (-0,0026)}{0,0048} \times 1$$

$$C_{spike} = 21,0972$$

ii. Spike 2

$$C_{spike} = \frac{\text{Absorbansi-Intersep}}{\text{Slope}} \times FP$$

$$C_{spike} = \frac{0,0986 - (-0,0026)}{0,0048} \times 1$$

$$C_{spike} = 21,0903$$

iii. Spike 3

$$C_{\text{spike}} = \frac{\text{Absorbansi-Intersep}}{\text{Slope}} \times \text{FP}$$
$$C_{\text{spike}} = \frac{0,0987 - (-0,0026)}{0,0048} \times 1$$
$$C_{\text{spike}} = 21,1042$$

b)

Ctarget

$$C_{\text{target}} = \frac{V_{\text{standar}} \times C_{\text{standar}}}{V_{\text{total}}} \times \text{FP}$$
$$C_{\text{target}} = \frac{1 \text{ mL} \times 125 \text{ mg/L}}{50 \text{ mL}} \times 1$$
$$C_{\text{target}} = 2,5 \text{ mg/L}$$

c)

Csampel

$$C_{\text{sampel}} = \bar{X}$$
$$C_{\text{sampel}} = 18,3532$$

d) %R

i. Spike 1

$$\%R = \frac{C_{\text{spike}} - C_{\text{sampel}}}{C_{\text{target}}} \times 100$$
$$\%R = \frac{21,0972 - 18,3532}{2,5} \times 100$$
$$\%R = 109,7619\%$$

ii. Spike 2

$$\%R = \frac{C_{\text{spike}} - C_{\text{sampel}}}{C_{\text{target}}} \times 100$$
$$\%R = \frac{21,0903 - 18,3532}{2,5} \times 100$$

$$\%R = 109,4841\%$$

iii. Spike 3

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

$$\%R = \frac{21,1042 - 18,3532}{2,5} \times 100$$

$$\%R = 110,0397\%$$

## 6. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Tabel 6. Penentuan Ketidakpastian Pengukuran Kurva Kalibrasi

No	Cj (mg/L)	Aj	B0+(B1*Cj)	$\frac{A_j - (B_0 + (B_1 * C_j))^2}{(B_0 + (B_1 * C_j))^2}$	Cj-Cbar	(Cj-Cbar) <sup>2</sup>
1	0,0000	0,0000	-0,0026	0,000007	-12,5000	156,2500
2	5,0000	0,0230	0,0214	0,000003	-7,5000	56,2500
3	10,0000	0,0420	0,0454	0,000012	-2,5000	6,2500
4	15,0000	0,0680	0,0694	0,000002	2,5000	6,2500
5	20,0000	0,0920	0,0934	0,000002	7,5000	56,2500
6	25,0000	0,1230	0,1174	0,000031	12,5000	156,2500
Cbar	12,5000		$\frac{\sum A_j - (B_0 + (B_1 * C_j))^2}{(B_0 + (B_1 * C_j))^2}$	0,0001	Sxx	437,5000

No	Deskripsi	Nilai
1	S	0,0037
2	B1	0,0048
3	P	7,0000
4	N	6,0000
5	C0	18,3532
6	Cbar	12,5000
7	Sxx	437,5000
8	$\mu(C_0)$	0,4861

### 4.5.1. Ketidakpastian baku labu ukur 50 mL



Tabel 7. Penentuan Ketidakpastian Labu Ukur 50 mL

Faktor Kalibrasi			Faktor Muai		
No	Deskripsi	Nilai	No	Deskripsi	Nilai
1	a	0,0800	1	Volume alat	50
2	$\sqrt{6}$	2,4495	2	$\Delta T$	5
3	$\mu(\text{FK})$	0,0327	3	a	0,00021
			4	$\sqrt{3}$	1,7321
			5	$\mu(\text{FM})$	0,0303
			6	$\mu(\text{LU})$	0,0446

Perhitungan yang digunakan menggunakan tipe A dengan informasi berasal dari alat yaitu ketidakpastian alat  $\pm 0,08$  dengan menggunakan distribusi triangular dikarenakan alat gelas yang digunakan tidak terkalibrasi dan hanya mendapatkan nilai ketidakpastian dari alat labu ukur yang digunakan.

#### 4.5.2. Ketidakpastian baku pipet volume 25 mL

Tabel 8. Penentuan Ketidakpastian Pipet Volume 25 mL

Faktor Kalibrasi			Faktor Muai		
No	Deskripsi	Nilai	No	Deskripsi	Nilai
1	A	0,0300	1	Volume alat	25
2	$\sqrt{6}$	2,4495	2	$\Delta T$	5
3	$\mu(\text{FK})$	0,0122	3	a	0,00021
			4	$\sqrt{3}$	1,7321
			5	$\mu(\text{FM})$	0,0152
			6	$\mu(\text{PU})$	0,0195

Perhitungan yang digunakan menggunakan tipe A dengan informasi berasal dari alat yaitu ketidakpastian alat  $\pm 0,08$  dengan menggunakan distribusi triangular dikarenakan alat gelas yang digunakan tidak terkalibrasi dan hanya mendapatkan nilai ketidakpastian dari alat labu ukur yang digunakan.

#### 4.5.3. Ketidakpastian baku presisi

Tabel 9. Penentuan Ketidakpastian Presisi

No	Deskripsi	Nilai
1	%RSD	0,0161
2	100	100,0000
3	$\mu(p)$	0,0002

#### 4.5.4. Ketidakpastian baku akurasi

Tabel 10. Penentuan Ketidakpastian Akurasi

No	Deskripsi	Nilai
1	%R	9,7619
2	100	100,0000
3	$\mu(R)$	0,0976

#### 4.5.5. Ketidakpastian baku gabungan dan diperluas

Tabel 11. Penentuan Ketidakpastian Gabungan dan Diperluas

No	Lambang	Deskripsi	Nilai (x)	Satuan	Ketidakpastian baku ( $\mu(x)$ )	Ketidakpastian relatif ( $\mu(x)/x$ )
1	(C0)	Konsentrasi asal kurva kalibrasi Sulfat	18,3532	mg/L	0,4861	0,0265
2	(LU)	Labu Ukur	50	ml	0,0446	0,0009
3	(PU)	Pipet Ukur	25	ml	0,0195	0,0008
4	(p)	Presisi	1	-	0,0002	0,0002
5	(R)	Akurasi	1	-	0,0976	0,0976
					<u>Ketidakpastian Gabungan (<math>\mu_c</math>)</u>	1,8565
					<u>Ketidakpastian Diperluas (<math>\mu</math>)</u>	3,7131

## Dokumentasi

