

**KOMPARASI METODE SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL DAN
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM PADA ANALISIS KATION
TIMBAL (Pb) DI LIMBAH CAIR LABORATORIUM UNIVERSITAS
SETIA BUDI SURAKARTA BERDASARKAN PARAMETER VALIDASI**

**KARYA TULIS ILMIAH
Untuk memenuhi sebagian persyaratan sebagai
Ahli Madya Analis Kimia**



Oleh :

**RISCA LOSA UTAMI
27141134F**

**PROGRAM STUDI D-III ANALIS KIMIA
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SETIA BUDI
SURAKARTA
2017**

LEMBAR PERSETUJUAN

Karya Tulis Ilmiah :

KOMPARASI METODE SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL DAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM PADA ANALISIS KATION TIMBAL (Pb) DI LIMBAH CAIR LABORATORIUM UNIVERSITAS SETIA BUDI SURAKARTA BERDASARKAN PARAMETER VALIDASI

Oleh :

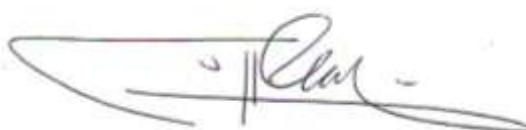
RISCA LOSA UTAMI

27141134F

Surakarta, Juli 2017

Menyetujui,

Pembimbing



Wisnu Arfian A. S, S.Si., M.Sc.

NIS : 01201310161178

LEMBAR PENGESAHAN

Karya Tulis Ilmiah

KOMPARASI METODE SPEKTROFOTOMETRI VISIBEL DAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM PADA ANALISIS KATION TIMBAL (Pb) DI LIMBAH CAIR LABORATORIUM UNIVERSITAS SETIA BUDI SURAKARTA BERDASARKAN PARAMETER VALIDASI

Oleh :

RISCA LOSA UTAMI

27141134F

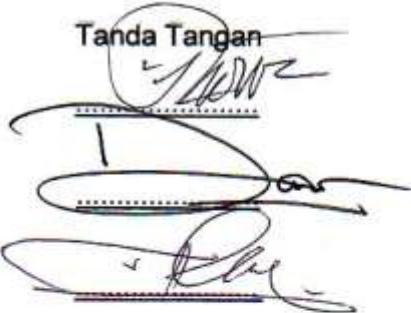
Telah disetujui oleh Tim Penguji

Pada tanggal

Nama

Penguji I : Drs. Suseno, M.Si

Tanda Tangan



Penguji II : Ir. Petrus Darmawan, S.T., M.T

Penguji III : Wisnu Arfian A. S, S.Si., M.Sc

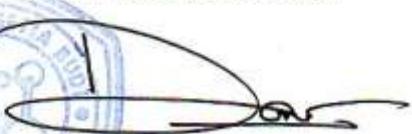
Mengetahui,

Dekan Fakultas Teknik

Ketua Program Studi

Universitas Setia Budi

D-III Analis Kimia



Ir. Petrus Darmawan, S.T., M.T

NIS : 01.99.038



Ir. Argoto Mahayana S.T., M.T

NIS : 01.99.039

HALAMAN PERSEMPAHAN

Puji syukur kepada Allah SWT dengan segenap kerendahan hati dan jiwa sehingga penulis dapat menyelesaikan Karya Tulis ini. Karya Tulis ini penulis persembahkan untuk :

1. Kedua Orang Tua

Kepada Ayahanda Anharuddin (Alm), terima kasih atas limpahan kasih sayang semasa hidup hingga memberikan rasa rindu yang teramat berarti dan Ibunda Sur'aini, terima kasih telah menjadi penguat saat aku mulai rapuh, terima kasih atas do'a yang tak pernah putus dan kasih sayang yang tak terhingga yang tiada mungkin dapat terbalas hanya dengan selembar kertas yang bertuliskan kata cinta dan persembahan. Semoga ini menjadi langkah awal untuk membuat Ayah dan Ibu bahagia.

2. Kedua Saudara Sepupu

Kepada Eni Kurnia Sari dan Muhammad Ramadhan Nabil Prangganata, terima kasih atas segala perhatian, kasih sayang, telah memberikan semangat dan inspirasi dalam menyelesaikan Tugas Akhir ini.

3. Sahabat

Kepada Pratiwi Kurnia Lestari dan Nabilah, terima kasih untuk motivasi dan semangat yang kalian berikan.

4. Agashi Team

Kepada Arsinta Larasati, City Hajra dan Riska Sukma Wardani, terima kasih untuk 3 tahun ini, tidak bisa diungkapkan dengan kata-kata. Alhamdulillah bisa dipertemukan dengan kalian. Semoga persahabatan kita menjadi persaudaraan yang abadi selamanya.

5. Dosen Pembimbing

Kepada Bapak Wisnu Arfian A.S., S.Si., M.Sc, terima kasih untuk ilmu yang diberikan, kesabaran dan bimbingan yang luar biasa, selalu ada kapanpun untuk konsultasi.

6. Kedua Dosen Pengaji

Kepada Bapak Drs. Suseno, M.Si dan Bapak Ir Petrus Darmawan, ST.,MT, terima kasih untuk kritik dan saran yang sangat membangun, meluangkan waktu untuk bimbingan.

7. Seluruh Dosen Pengajar di Fakultas Teknik

Terima kasih untuk semua ilmu, didikan dan pengalaman yang sangat berarti.

8. Kakak Tingkat

Kepada Cyntia, Pradita, Rury, Bekti, Fenti, Suci dan Alfian, terima kasih sudah berbagi pengalaman, memberikan masukan dan saran.

9. Teman-teman Analis Kimia Angkatan 2014

Kepada Rahayu, Afif, Puput, Arief, Setyo, Ida, Verdiana, teman senasib, seperjuangan dan sepenanggungan, terima kasih atas gelak tawa dan solidaritas yang luar biasa hingga membuat hari-hari semasa kuliah menjadi lebih berarti. Semoga tak ada lagi duka nestapa di dada melainkan suka dan bahagia.

10. Kampus Universitas Setia Budi Surakarta

Terima kasih sudah memberi kesempatan untuk kuliah di Universitas Setia Budi ini dan tak akan lupa untuk selalu menjaga almamater ini.

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa tugas akhir ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar Ahli Madya di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila tugas akhir ini merupakan jiplakan dari penelitian/karya ilmiah/skripsi orang lain, maka saya siap menerima sanksi, baik secara akademis maupun hukum.

Surakarta, 7 Juni 2017



RISCA LOSA UTAMI

KATA PENGANTAR

Puji dan Syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah dengan judul “Komparasi Metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom Pada Analisis Kation Timbal (Pb) Di Limbah Cair Laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta Berdasarkan Parameter Validasi”.

Adapun penulisan Karya Tulis Ilmiah ini untuk melengkapi tugas serta memenuhi syarat guna mencapai gelar Ahli Madya Analis Kimia, Universitas Setia Budi, Surakarta. Dalam menyusun Karya Tulis Ilmiah ini penulis telah banyak mendapatkan bantuan serta bimbingan dari berbagai pihak. Maka pada kesempatan ini dengan segala kerendahan hati penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Dr. Ir. Djoni Tarigan, M.BA, selaku Rektor Universitas Setia Budi.
2. Ir. Petrus Darmawan, S.T.,M.T, selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Setia Budi dan Penguji II pada ujian Karya Tulis Ilmiah ini.
3. Ir. Argoto Mahayana, S.T.,M.T, selaku Ketua Jurusan Program Analis Kimia Universitas Setia Budi.
4. Wisnu Arfian A.S., S.Si., M.Sc, selaku Pembimbing yang telah memberikan bimbingan selama penyusunan laporan ini.
5. Drs. Suseno, M.Si, selaku Penguji I pada ujian Karya Tulis Ilmiah ini.
6. Dosen Fakultas Teknik, yang telah memberikan ilmunya sehingga penulisan ini dapat terselesaikan.

7. Staff Balai Mutu Hasil Pertanian dan Perkebunan yang telah membantu dan membimbing penulis dalam melaksanakan praktik Karya Tulis Ilmiah dengan baik.
8. Bapak dan Ibu dirumah atas do'a, dukungan, semangat dan kasih sayangnya selama ini.
9. Teman-teman D-III Analis Kimia tahun angkatan 2014 atas kebaikan, nasehat, dan do'anya yang selalu menyemangati selama 3 tahun ini.
10. Dan semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan karya tulis ini.

Terima Kasih atas bantuan dan pertolongannya.

Penulis menyadari bahwasannya Karya Tulis Ilmiah ini jauh dari sempurna, meskipun penulis sudah berusaha dengan maksimal, untuk itu kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan dari pembaca.

Penulis berharap, semoga laporan ini bermanfaat bagi pembaca dan pihak-pihak yang berkepentingan.

Surakarta, Juli 2017

Risca Losa Utami

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PERSETUJUAN.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
INTISARI	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Tujuan.....	3
1.4. Manfaat.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. Limbah Cair Laboratorium.....	5
2.2. Logam Berat	6
2.2.1. Logam Berat Timbal (Pb)	6
2.2.3. Spektrofotometri UV-Vis.....	7
2.3.1. Pengertian Spektrofotometri UV-Vis	7
2.3.2. Prinsip Dasar Spektrofotometri UV-Vis	8
2.4. Spektrofotometri Serapan Atom	8
2.4.1. Pengertian Spektrofotometri Serapan Atom	8
2.4.2. Prinsip Dasar Spektrofotometri Serapan Atom	9
2.5. Validasi Metode Uji	9
2.5.1. Akurasi	10
2.5.2. Presisi	11
2.5.3. Linearitas.....	12
2.5.4. Selektivitas	13
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	15
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	15
3.2 Bahan Penelitian.....	15
3.3 Alat Penelitian	15
3.4 Teknik Sampling	15
3.5 Cara Penelitian	16
3.5.1. Metode Spektrofotometri Visibel (APHA 3500-Pb B, 2005)....	16
3.5.2. Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SNI 6989.8:2009)	17
3.6 Validasi Metode (Riyanto, 2014)	19
3.6.1. Uji Akurasi	19
3.6.2. Uji Presisi	19
3.6.3. Uji Linearitas.....	19
3.6.4. Uji Selektivitas	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	20
4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Timbal Ditizonat	20

4.2	Penentuan <i>Operating Time</i>	21
4.3	Analisis Kation Timbal pada Sampel	22
4.4	Validasi Metode	25
4.4.1	Penentuan Akurasi	26
4.4.2	Penentuan Presisi	27
4.4.3	Penentuan Linieritas	28
4.4.4	Penentuan Selektivitas	29
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN	32
5.1	Kesimpulan	32
5.2	Saran	32
DAFTAR PUSTAKA.....		P-1
LAMPIRAN		L-1

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 4.1 Panjang Gelombang Maksimum Timbal Ditizonat	20
Gambar 4.2 Reaksi Kompleks Timbal Ditizonat	23
Gambar 4.3 Hubungan antara Konsentrasi dengan Absorbansi pada Metode Spektrofotometri Visibel	28
Gambar 4.4 Hubungan antara Konsentrasi dengan Absorbansi pada Metode Spektrofotometri Serapan Atom	28

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Nilai Persen <i>Recovery</i> Berdasarkan Nilai Konsentrasi Sampel.....	11
Tabel 4.1 Hasil Penentuan <i>Operating Time</i>	21
Tabel 4.2 Hasil Analisis Kation Timbal pada Sampel.....	24
Tabel 4.3 Hasil Output SPSS Uji Kolmogorov Smirnov pada Analisis Timbal Metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom	24
Tabel 4.4 Hasil Output SPSS Uji Paired Sample T-Test pada Analisis Timbal Metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom.....	25
Tabel 4.5 Hasil Persen <i>Recovery</i> (Perolehan Kembali) pada Sampel Hari Ke- 4.....	26
Tabel 4.6 Hasil Presisi pada Sampel Hari ke- 3.....	27
Tabel 4.7 Hasil Penentuan Selektivitas	29
Tabel 4.8 Hasil Output SPSS Uji T-Test pada Selektivitas Metode Spektrofotometri Visibel.....	30
Tabel 4.9 Hasil Output SPSS Uji T-Test pada Selektivitas Metode Spektrofotometri Serapan Atom.....	30

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Pembuatan Larutan	L-1
Lampiran 2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Timbal Ditizonat	L-2
Lampiran 3. Penentuan <i>Operating Time</i> Timbal Ditizonat.....	L-3
Lampiran 4. Data Absorbansi Pengukuran Sampel	L-7
Lampiran 5. Perhitungan Konsentrasi Sampel	L-8
Lampiran 6. Hasil Output SPSS Uji Kolmogorov-Smirnov dan Uji Paired Sample T-Test	L-12
Lampiran 7. Perhitungan Akurasi.....	L-13
Lampiran 8. Perhitungan Presisi.....	L-15
Lampiran 9. Tabel Linearitas	L-17
Lampiran 10. Penentuan Selektivitas.....	L-19
Lampiran 11. Gambar Sampel Limbah Cair.....	L-21
Lampiran 12. Gambar Proses Analisis Metode Spektrofotometri Visibel.....	L-23
Lampiran 13. Gambar Proses Analisis Metode Spektrofotometri Serapan Atom	L-25

INTISARI

Utami, R. L. 2017. *Komparasi Metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom Pada Analisis Kation Timbal (Pb) Di Limbah Cair Laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta Berdasarkan Parameter Validasi*. "Karya Tulis Ilmiah", Program Studi D-III Analis Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Setia Budi Surakarta.

Pembimbing : Wisnu Arfian A. S, S.Si., M.Sc.

Limbah cair laboratorium adalah limbah dalam wujud cair yang dihasilkan selama proses aktivitas di laboratorium. Pengujian limbah cair laboratorium bertujuan untuk menganalisis konsentrasi kation Timbal (Pb) dengan metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom dan mengetahui metode yang menuju validitas lebih tinggi berdasarkan parameter validasi.

Analisis dengan metode Spektrofotometri Visibel menggunakan pereaksi ditizon membentuk kompleks timbal ditizonat dan dibaca pada panjang gelombang 515 nm, pada metode Spektrofotometri Serapan Atom sampel diDestruksi dengan asam nitrat dan dibaca pada panjang gelombang 283,3 nm. Kemudian hasil analisis keduanya dikomparasi dengan validasi metode.

Berdasarkan hasil penelitian, pengambilan sampel selama 5 hari diperoleh konsentrasi pada metode Spektrofotometri Visibel adalah 1,0721 mg/L; 0,8443 mg/L; 1,3806 mg/L; 1.0579 mg/L dan 0,9915 mg/L. Konsentrasi pada metode Spektrofotometri Serapan Atom adalah 0,7079 mg/L; 0,0843 mg/L; 1,1011 mg/L; 0,3708 mg/L dan 0,1292 mg/L. Metode yang menuju validitas lebih tinggi didapatkan dengan Spektrofotometri Serapan Atom yang memiliki akurasi 95,99%; presisi 1,21%; linearitas 0,9995 dan selektivitasnya baik sehingga dapat diterima karena tidak ada pengaruh dengan penambahan plasebo.

Kata kunci : Limbah Cair Laboratorium, Kation Timbal (Pb), Spektrofotometri Visibel, Spektrofotometri Serapan Atom, Validasi Metode

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Kegiatan yang dilakukan di laboratorium akan menghasilkan air buangan yang disebut air limbah laboratorium. Air limbah laboratorium bersifat kompleks yang terdiri dari sisa-sisa bahan kimia yang selesai digunakan, air bekas cucian peralatan maupun sisa-sisa sampel yang diuji, ada yang merupakan senyawa organik maupun anorganik, ada yang bersifat asam atau basa dan logam-logam yang bersifat racun. Air limbah laboratorium apabila langsung dibuang ke badan air akan membahayakan kehidupan dan dapat mencemari lingkungan perairan, oleh sebab itu perlu adanya tindakan yang nyata untuk melakukan pengolahan terhadap air limbah laboratorium (Hartini dan Yuantari, 2011).

Bertambahnya jumlah mahasiswa di setiap tahun ajaran baru membuat aktivitas pengujian di laboratorium cukup padat sehingga volume air limbah yang dihasilkan cukup banyak. Universitas Setia Budi (USB) memiliki 14 laboratorium yang sehari-hari digunakan untuk kegiatan praktikum mahasiswa. Kegiatan di laboratorium tersebut meliputi analisis kimia, fisika maupun biologi yang mana dari seluruh kegiatan tersebut menghasilkan air limbah. Semua kegiatan yang menghasilkan limbah tersebut dibuang melalui saluran pembuangan yang ada di masing-masing laboratorium.

Program *monitoring* dan evaluasi sangat dibutuhkan untuk memantau limbah laboratorium yang dihasilkan dari kegiatan praktikum di Universitas Setia Budi secara berkala dalam periode tertentu. Hal ini juga membutuhkan metode yang

tepat dan sesuai, sehingga tidak bisa satu metode disamakan dengan metode lainnya.

Parameter utama yang harus divalidasi dari suatu metode uji mencakup akurasi (ketepatan), presisi (*repeatability* dan *reproducibility*), perolehan kembali (*recovery*), linearitas, limit deteksi, limit kuantisasi, sensitifitas, selektivitas, *ruggedness/robustness* dan ketidakpastian (*uncertainty*) (Anwar, 2007).

Berkaitan dengan validasi metode analisis, Purwanto dkk., (2006) melakukan evaluasi kandungan Al dalam air sungai dengan metode Spektrofotometri UV-Vis. Akurasi dan presisi metode analisis ditentukan dengan standar pembanding *Soil-7*, hasil validasi dengan *Soil-7* diperoleh akurasi (persen *recovery*) 99,4% dan presisi 1,94. Supriyanto dan Purwanto, (2010) melakukan validasi metode Spektrofotometri Serapan Atom pada analisis logam berat Cr, Cu, Cd, Fe, Pb, Zn dan Ni dalam contoh air laut diperoleh akurasi dan presisi untuk logam Pb adalah 95,89% dan 2,67; logam Zn 95,71% dan 2,98. Parameter akurasi dan presisi diperoleh dengan melakukan uji pungut ulang (*recovery*). Validasi metode ini dilakukan dengan menentukan parameter akurasi, presisi, batas deteksi, daerah kerja optimal, selektivitas dan ketidakpastian pengukuran. Purwanto dkk., (2007) melakukan validasi pengujian Cr, Cu dan Pb dalam contoh uji larutan *Soil-7* dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom, hasil percobaan diperoleh akurasi 95,85% dan presisi 2,86 untuk Cr; 103,32% dan 0,45 untuk Cu; 114,14% dan 9,89 untuk Pb.

Berdasarkan uraian di atas, peneliti bermaksud untuk melakukan analisis konsentrasi timbal di limbah cair laboratorium dengan metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom serta memvalidasi kedua metode

tersebut dengan mengamati beberapa parameter analisis yaitu uji akurasi, presisi, linearitas dan selektivitas.

1.2. Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Berapa konsentrasi kation timbal (Pb) dalam limbah cair laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta yang ditentukan dengan metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom ?
2. Berdasarkan parameter validasi yang meliputi akurasi, presisi, linearitas dan selektivitas, metode manakah yang menuju validitas lebih tinggi ?

1.3. Tujuan

Adapun tujuan penelitian ini adalah :

1. Menganalisis konsentrasi kation timbal (Pb) dalam limbah cair laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta yang ditentukan dengan metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom
2. Menganalisis metode yang menuju validitas lebih tinggi berdasarkan parameter validasi yang meliputi akurasi, presisi, linearitas dan selektivitas

1.4. Manfaat

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Bagi Peneliti

Dapat menambah wawasan keilmuan khususnya tentang komparasi metode analisis kation timbal (Pb) dengan Spektrofotometri Visibel dan

Spektrofotometri Serapan Atom pada limbah cair laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta berdasarkan parameter validasi.

2. Bagi Lembaga

Sebagai tambahan pengetahuan dan informasi berupa data limbah cair laboratorium pada lembaga dan sebagai dasar pengambilan kebijakan mengenai instalasi pengolahan air limbah.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Limbah Cair Laboratorium

Limbah cair laboratorium adalah limbah dalam wujud cair yang dihasilkan selama proses aktivitas di laboratorium. Aktivitas penelitian maupun pengujian di laboratorium yang padat menghasilkan volume limbah cair yang cukup signifikan. Dari sisi jumlah sebenarnya limbah cair yang dihasilkan oleh suatu laboratorium umumnya memang relatif sedikit, akan tetapi limbah cair ini tercemar berat oleh berbagai jenis bahan kimia toksik, artinya limbah cair laboratorium memiliki zat pencemar yang sangat variatif sehingga secara kolektif dalam jangka waktu yang lama dapat membahayakan lingkungan (Suprihatin dan Indrasti, 2010).

Pembuangan limbah yang terkontaminasi oleh logam berat ke dalam sumber air bersih (air tanah atau air permukaan) menjadi masalah utama pencemaran karena sifatnya yang toksik dan tidak terdegradasi secara biologis (*nonbiodegradable*). Adanya bahan kimia yang digunakan pada setiap percobaan yang dilakukan dimulai dari pemberian bahan yang diperlukan dari gudang bahan kimia kepada pekerja atau mahasiswa yang melakukan proses analisis. Karena tujuan penggunaannya maka terbentuk bahan awal, produk samping, pelarut yang digunakan dan bahan kimia yang terkontaminasi, dimana bahan tersebut harus dievaluasi kualitasnya sebelum dibuang ke lingkungan (Lasut, 2006).

2.2. Logam Berat

Logam berat termasuk golongan logam dengan kriteria-kriteria yang sama dengan logam-logam lain. Perbedaannya terletak dari pengaruh yang dihasilkan bila logam berat ini berikatan dan atau masuk ke dalam tubuh organisme hidup. Beberapa logam berat yang beracun tersebut adalah As, Cd, Cr, Cu, Pb, Hg, Ni dan Zn (Palar, 2004).

2.2.1. Logam Berat Timbal (Pb)

Kelarutan timbal dalam air cukup rendah mengakibatkan kadarnya relatif sedikit. Kadar dan toksisitas timbal dipengaruhi oleh kesadahan, pH, alkalinitas, dan kadar oksigen. Timbal diserap baik oleh tanah sehingga pengaruhnya terhadap tanaman relatif kecil (Effendi, 2000).

Pencemaran timbal berasal dari sumber alami maupun limbah aktivitas laboratorium dengan jumlah yang terus meningkat, baik di lingkungan air, udara maupun darat. Efek dari keracunan timbal dapat menimbulkan kerusakan pada otak dan penyakit-penyakit yang berhubungan dengan otak, antara lain epilepsi, halusinasi, kerusakan pada otak besar (Palar, 2004). Timbal juga dapat menyebabkan gangguan sintesis hemoglobin darah, gangguan neurologi (susunan syaraf), gangguan pada ginjal, sistem reproduksi, penyakit akut dan kronik sistem syaraf dan gangguan fungsi paru-paru. Toksisitas timbal terjadi apabila dalam darah ditemukan kandungan timbal $\geq 0,08$ mcg atau dalam urine $\geq 0,15$ mg/L (Darmono, 2001).

2.3. Spektrofotometri UV-Vis

2.3.1. Pengertian Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu. Sinar ultraviolet (UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (*visible*) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm. Pengukuran menggunakan spektrofotometer melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Konsentrasi dari analit di dalam larutan sampel bisa ditentukan dengan mengukur absorbansi sinar oleh sampel pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan hukum Lambert-Beer (Rohman, 2007).

Hukum Lambert-Beer menyatakan hubungan linearitas antara absorbansi dengan konsentrasi larutan analit. Dalam hukum Lambert-Beer terdapat beberapa batasan, yaitu :

1. Sinar yang digunakan monokromatis.
2. Penyerapan terjadi dalam suatu volume yang mempunyai penampang yang sama.
3. Senyawa yang menyerap dalam larutan tersebut tidak tergantung terhadap yang lain dalam larutan tersebut.
4. Tidak terjadi fluorensensi atau fosforisensi.
5. Indeks bias tidak tergantung pada konsentrasi larutan.

Hukum Lambert-Beer dinyatakan dalam rumus sbb :

$$A = \epsilon b C$$

Keterangan :

A = absorbansi

ϵ = koefisian absortivitas molar ($M^{-1}cm^{-1}$)

b = tebal kuvet (cm)

C = konsentrasi (M) (Rohman, 2007)

2.3.2. Prinsip Dasar Spektrofotometri UV-Vis

Cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang gelombang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diabsorbsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian diterima oleh detektor. Detektor kemudian akan menghitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel (Rohman, 2007).

2.4. Spektrofotometri Serapan Atom

2.4.1. Pengertian Spektrofotometri Serapan Atom

Spektrofotometri Serapan Atom merupakan salah satu teknik analisis kualitatif dan kuantitatif unsur berdasarkan jumlah energi cahaya yang diserap oleh unsur tersebut dari sumber cahaya yang dipancarkan. Spektrofotometri Serapan Atom digunakan untuk analisis logam dalam jumlah kecil dan sangat kecil. Cara analisis ini memberikan kadar total unsur logam dalam suatu cuplikan

dan tidak tergantung pada bentuk molekul dari logam dalam sampel tersebut (Gandjar dan Rohman, 2009).

2.4.2. Prinsip Dasar Spektrofotometri Serapan Atom

Metode ini didasarkan pada absorpsi atomik yaitu penyerapan radiasi yang dipancarkan dari suatu sumber radiasi oleh suatu medium yang terdiri dari atom-atom bebas yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*). Sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom bebas yang berada pada tingkat energi dasar. Penguraian molekul menjadi atom (atomisasi) ini dilakukan dengan energi api atau arus listrik. Teknik pemanasan dengan pemanfaatan nyala api merupakan cara yang paling umum digunakan, yaitu dengan menyemprotkan larutan yang dianalisis ke dalam nyala tertentu dan pelarut pada sampel akan menguap meninggalkan partikel padat. Setelah itu, terjadi perubahan bentuk dari padatan menjadi gas dan senyawa yang terdapat di dalam sampel akan berdisosiasi menjadi bentuk atom-atomnya (Vandecasteele and Block, 1993; Welz and Michael, 2005).

2.5. Validasi Metode Uji

Validasi adalah proses dimana prosedur dievaluasi untuk menentukan kemanjuran dan keandalan dalam analisis dan untuk menentukan bahwa metode cocok untuk tujuan yang dimaksud. Validasi metode sangat diperlukan karena beberapa alasan yaitu validasi metode merupakan elemen penting dari kontrol kualitas, validasi membantu memberikan jaminan bahwa pengukuran akan dapat diandalkan. Dalam beberapa bidang, validasi metode adalah persyaratan peraturan (Riyanto, 2014).

Organisasi yang mengharuskan validasi metode uji adalah *International Standards Organization* (ISO) yaitu ISO 17025, *AOAC International (Association of Official Analytical Chemists)*, *ASTM International (American Society for Testing and Materials)*, *ILAC (International Laboratory Accreditation Cooperation)* (Riyanto, 2014).

2.5.1. Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Akurasi dapat ditentukan melalui dua cara, yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*).

Pada metode simulasi, sejumlah analit ditambahkan ke dalam placebo (semua campuran reagen yang digunakan minus analit), lalu campuran tersebut dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar standar yang ditambahkan (kadar yang sebenarnya) sedangkan dalam metode adisi (penambahan baku), sampel dianalisis lalu sejumlah tertentu analit yang diperiksa (*pure analit/standar*) ditambahkan ke dalam sampel, dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (hasil yang diharapkan). Pada metode penambahan baku, pengukuran blanko tidak diperlukan lagi. Metode ini tidak dapat digunakan jika penambahan analit dapat mengganggu pengukuran, misalnya analit yang ditambahkan menyebabkan kekurangan pereaksi, mengubah pH atau kapasitas dapar (Riyanto, 2014).

Akurasi merupakan derajat ketepatan antara nilai yang diukur dengan nilai sebenarnya yang diterima (Gary, 1997). Uji akurasi dilihat dari bahan kontrol

dan dihitung sebagai persen *recovery* (%R), sehingga diperoleh metode yang akurat.

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{A - B}{C} \times 100 \%$$

Keterangan :

A = Konsentrasi sampel yang di-*spike*

B = Konsentrasi sampel yang tidak di-*spike*

C = Konsentrasi standar yang diperoleh

Rentang kesalahan yang diizinkan pada setiap analit pada matriks dapat dilihat pada tabel berikut :

Tabel 2.1 Nilai Persen Recovery Berdasarkan Nilai Konsentrasi Sampel

Analit pada matriks sampel	Recovery yang diterima (%)
$10 < A \leq 100 \text{ (\%)} \text{}$	98 – 102
$1 < A \leq 10 \text{ (\%)} \text{}$	97 – 103
$0,1 < A \leq 1 \text{ (\%)} \text{}$	95 – 105
$0,001 < A \leq 0,1 \text{ (\%)} \text{}$	90 – 107
$100 \text{ ppb} < A \leq 1 \text{ ppm}$	80 – 110
$10 \text{ ppb} < A \leq 100 \text{ ppb}$	60 – 115
$1 \text{ ppb} < A \leq 10 \text{ ppb}$	40 – 120

Sumber: Harmita (2004)

2.5.2. Presisi

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi) (Riyanto, 2014). Presisi metode dapat dinyatakan sebagai *repeatability* (keterulangan), *intermediate precision* (presisi antara) dan *reproducibility* (ketertiruan).

Repeatability adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang

pendek. Presisi antara adalah pengukuran kinerja metode dimana sampel-sampel diuji dan dibandingkan menggunakan tenaga analis berbeda, peralatan berbeda atau hari berbeda, sedangkan *reproducibility* adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Biasanya analisis dilakukan dalam laboratorium-laboratorium yang berbeda menggunakan peralatan, perekusi, pelarut, dan analis yang berbeda pula (Riyanto, 2014). Presisi dari metode uji ditentukan dengan rumus :

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \cdot 100\%$$

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

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n}$$

Keterangan

SD : Standar Deviasi

\bar{x} : Nilai Rata-rata

n : Ulangan

RSD : *Relatif Standar Deviation*

Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang. Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium (Riyanto, 2014).

2.5.3. Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linier $y = a + bx$. Koefisien korelasi adalah suatu ukuran hubungan linier antara dua set

data dan ditandai dengan r . Hubungan linier yang $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis. Parameter hubungan kelinieran yang digunakan yaitu koefisien korelasi (r) pada analisis regresi linier $y = bx + a$ (b adalah slope, a adalah intersep, x adalah konsentrasi analit dan y adalah respon instrumen). Linearitas menunjukkan kemampuan metode analisis untuk menghasilkan respon yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran atau rentang yang ada (Riyanto, 2014).

2.5.4. Selektivitas

Selektivitas suatu metode adalah kemampuan suatu metode yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel. Selektivitas dapat dinyatakan sebagai derajat penyimpangan (*degree of bias*) metode yang dilakukan terhadap sampel yang mengandung bahan yang ditambahkan berupa cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya dan dibandingkan terhadap hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan. Derajat kesesuaian kedua hasil analisis tersebut merupakan ukuran selektivitas (Riyanto, 2014). Uji selektivitas juga dapat dilakukan melalui uji T-Test pada statistik. Uji T-Tes digunakan untuk mengevaluasi nilai konsentrasi atau absorbansi larutan standar tanpa dan dengan adanya campuran (Pratama dkk. 2015). Pengujian satu sampel pada prinsipnya ingin menguji pada suatu nilai tertentu (yang diberikan sebagai pembanding) berbeda secara nyata ataukah tidak. Nilai tertentu di sini pada umumnya adalah sebuah nilai parameter untuk mengukur suatu populasi.

Selektivitas mengacu pada sejauh mana metode dapat digunakan untuk menentukan analit tertentu dalam campuran tanpa gangguan dari komponen lain

dari perlaquan serupa. Hal tersebut menunjukkan bahwa selektivitas dianggap sebagai sesuatu yang dapat dinilai. Metode analisis dapat digambarkan memiliki selektivitas yang baik atau kurang baik (Vessman *et al.*, 2001).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Balai Mutu Hasil Pertanian dan Perkebunan Mojosongo Surakarta pada bulan April – Juni 2017.

3.2 Bahan Penelitian

Sampel adalah limbah cair laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta, ammonium hidroksida (NH_4OH) 0,1 N (Merck), kristal kalium sianida (KCN) (Merck), ditizon 0,01 % b/v, asam nitrat (HNO_3) pekat (Merck), Larutan Standar Pb 1000 mg/L (Merck), Larutan Standar Cd 1000 mg/L (Merck), Larutan Standar Cu 1000 mg/L (Merck), aqua demineral (Kafur) dan kloroform (CHCl_3) (Merck).

3.3 Alat Penelitian

Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu 1800), Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) (Shimadzu AA-7000), lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*) Pb, alat gelas 100 mL dan 250 mL, pipet volumetrik 5 mL, 10 mL, 25 mL dan 50 mL, corong gelas, corong pisah, kertas saring *whatman* 42, labu takar 25 mL, 50 mL dan 100 mL, kaca arloji, timbangan analitik digital (Ohaus Pioneer PA214), botol semprot dan pH meter digital (ATC pH-009).

3.4 Teknik Sampling

Sampel yang digunakan adalah limbah cair laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta. Alat pengambilan sampel berupa botol plastik (SNI

6989.59.2008). Sampel dimasukkan ke dalam botol plastik yang telah dicuci bersih. Pengambilan sampel dilakukan selama 5 hari pada pukul 09.00 WIB.

3.5 Cara Penelitian

3.5.1. Metode Spektrofotometri Visibel (APHA 3500-Pb B, 2005)

Pembuatan Larutan Standar Timbal 100 mg/L. Memipet 10 mL larutan standar timbal 1000 mg/L ke dalam labu takar 100 mL dan menepatkan dengan aqua demineral sampai tanda batas lalu menghomogenkannya.

Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 mg/L. Memipet 10 mL larutan standar timbal 100 mg/L ke dalam labu takar 100 mL dan menepatkan dengan aqua demineral sampai tanda batas lalu menghomogenkannya.

Pembuatan Larutan Seri Standar Timbal 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 1,5 mg/L ; 2,0 mg/L; 2,5 mg/L; 3,0 mg/L dan 3,5 mg/L. Memipet 2,5 mL; 5 mL; 7,5 mL; 10 mL; 12,5 mL; 15 mL dan 17,5 mL larutan standar timbal 10 mg/L ke dalam 7 buah labu takar 50 mL dan menepatkan dengan aqua demineral sampai tanda batas lalu menghomogenkannya hingga diperoleh larutan seri standar timbal 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 1,5 mg/L ; 2,0 mg/L; 2,5 mg/L; 3,0 mg/L dan 3,5 mg/L.

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Timbal Ditizonat.

Memipet 10 mL larutan standar timbal 2 mg/L dan menambahkan NH_4OH 0,1 N sampai pH 8,5 kemudian menambahkan 0,5 gram kristal kalium sianida sebagai peng kompleks dan 10 mL ditizon 0,01 % b/v. Menghomogenkan larutan sampai terbentuk lapisan air dan lapisan ditizon lalu mengukur absorbansinya pada panjang gelombang yang bervariasi antara 480-580 nm dan membuat kurva absorbansi versus panjang gelombang dan menentukan panjang gelombang maksimum yaitu panjang gelombang yang menghasilkan absorbansi terbesar.

Penentuan *Operating Time* Timbal Ditizonat. Memipet 10 mL larutan standar timbal 2 mg/L dan menambahkan NH₄OH 0,1 N sampai pH 8,5 kemudian menambahkan 0,5 gram kristal kalium sianida sebagai peng kompleks dan 10 mL ditizon 0,01 % b/v. Menghomogenkan larutan sampai terbentuk lapisan air dan lapisan ditizon lalu mengukur absorbansinya dalam rentang waktu 0-60 menit pada panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan.

Pembuatan Kurva Standar. Memipet masing-masing 10 mL larutan standar timbal dengan variasi konsentrasi 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 1,5 mg/L ; 2,0 mg/L; 2,5 mg/L; 3,0 mg/L dan 3,5 mg/L. Menambahkan NH₄OH 0,1 N sampai pH 8,5 kemudian menambahkan kristal kalium sianida 0,5 gram sebagai peng kompleks dan 10 mL ditizon 0,01 % b/v. Menghomogenkan larutan sampai terbentuk lapisan air dan lapisan ditizon lalu mengukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hasil yang diperoleh selanjutnya dibuat kurva kalibrasi.

Penentuan Kadar Timbal dalam Sampel. Memipet 10 mL sampel limbah cair laboratorium dan menambahkan NH₄OH 0,1 N sampai pH 8,5 kemudian menambahkan kristal kalium sianida 0,5 gram sebagai peng kompleks dan 10 mL ditizon 0,01 % b/v. Menghomogenkan larutan sampai terbentuk lapisan air dan lapisan ditizon lalu mengukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.5.2. Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SNI 6989.8:2009)

Pengawetan Sampel. Mengawetkan sampel yang tidak segera dianalisis dengan penambahan HNO₃ pekat sampai pH ≤ 2 dengan waktu simpan maksimal 6 bulan pada suhu ruang.

Preparasi Sampel. Memipet 50 mL sampel limbah cair laboratorium yang sudah dihomogenkan dan memasukkannya dalam erlenmeyer 100 mL kemudian menambah 10 mL HNO_3 pekat dan memanaskan sampai larutan sampel hampir kering. Menambahkan sampel dengan larutan pengencer (HNO_3 pekat dalam aqua demineral hingga pH 2) melalui kertas saring ke dalam labu takar 50 mL dan menepatkan sampai tanda batas lalu menghomogenkannya.

Pembuatan Larutan Standar Timbal 100 mg/L. Memipet 10 mL larutan standar timbal 1000 mg/L ke dalam labu takar 100 mL dan menepatkan dengan larutan pengencer (HNO_3 pekat dalam aqua demineral hingga pH 2) sampai tanda batas lalu menghomogenkannya.

Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 mg/L. Memipet 10 mL larutan standar timbal 100 mg/L ke dalam labu takar 100 mL dan menepatkan dengan larutan pengencer (HNO_3 pekat dalam aqua demineral hingga pH 2) sampai tanda batas lalu menghomogenkannya.

Pembuatan Larutan Seri Standar Timbal 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L; 0,8 mg/L; 1,0 mg/L; 1,2 mg/L; 1,4 mg/L; 2,5 mg/L; 5,0 mg/L; 10 mg/L. Memipet 0,5 mL; 1,0 mL; 1,5 mL; 2,0 mL; 2,5 mL; 3,0 mL; 3,5 mL; 6,25 mL; 12,5 mL dan 25 mL larutan standar timbal 10 mg/L ke dalam 10 buah labu takar 25 mL dan menepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda batas lalu menghomogenkannya hingga diperoleh larutan seri standar timbal 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L; 0,8 mg/L; 1,0 mg/L; 1,2 mg/L; 1,4 mg/L; 2,5 mg/L; 5,0 mg/L; 10 mg/L.

Pembuatan Kurva Standar. Mengukur absorbansi larutan seri standar timbal 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L; 0,8 mg/L; 1,0 mg/L; 1,2 mg/L; 1,4 mg/L; 2,5 mg/L; 5,0 mg/L dan 10 mg/L dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom pada $\lambda = 283,3$ nm (SNI 6989.08:2009). Selanjutnya membuat kurva

kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi. Kemudian melanjutkan dengan pengukuran sampel yang sudah disiapkan.

3.6 Validasi Metode (Riyanto, 2014)

3.6.1. Uji Akurasi

Uji akurasi dilakukan melalui uji perolehan kembali. Dilakukan dengan *spiking* yaitu dengan cara menambahkan sejumlah larutan standar timbal ke dalam suatu sampel yang kadarnya telah diketahui sebelumnya dan analisis memberikan hasil pengukuran yang identik dengan nilai sebenarnya. Uji akurasi dilakukan dengan metode adisi standar (*standard addition method*).

3.6.2. Uji Presisi

Uji presisi dilakukan dengan menganalisis sampel berulang-ulang sebanyak 7 kali dan menghitung nilai simpangan baku (Standar Deviasi), kemudian dapat ditentukan nilai *Relatif Standar Deviation*. Uji presisi yang dilakukan termasuk uji keterulangan (*repeatability*).

3.6.3. Uji Linearitas

Uji linearitas dilakukan dengan membuat deret standar. Analisis dilakukan pada masing-masing konsentrasi menggunakan metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom dengan pengulangan sebanyak 3 kali. Korelasi antara respon analitik rerata yang didapat dengan konsentrasi teoritis analit dapat dihitung.

3.6.4. Uji Selektivitas

Uji selektivitas dilakukan dengan mengukur absorbansi standar Pb dengan penambahan plasebo yang mengandung standar Cd dan Cu. Kemudian standar Pb tanpa penambahan plasebo. Dari data yang diperoleh dapat dibandingkan.

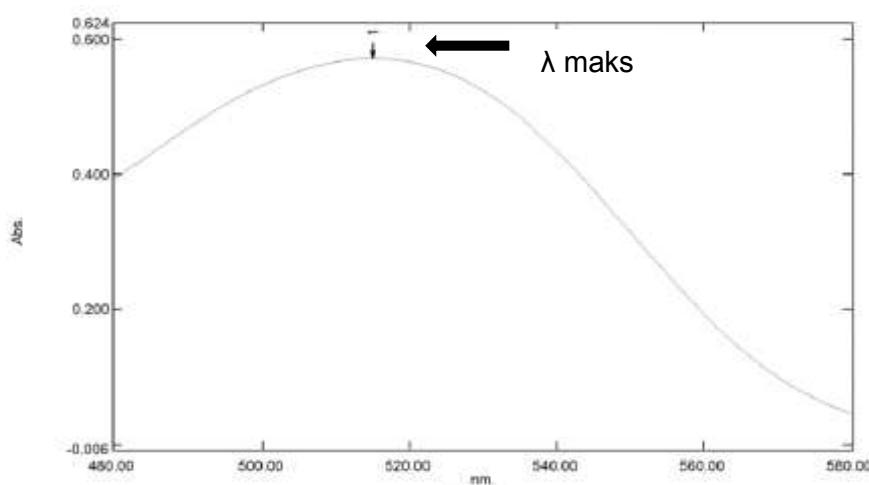
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil penelitian dan pembahasan tentang komparasi metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom pada analisis kation timbal (Pb) di limbah cair laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta berdasarkan parameter validasi yang dikemukakan pada bab ini meliputi, penentuan panjang gelombang maksimum senyawa kompleks timbal ditizonat, penentuan *operating time*, analisis kation timbal pada sampel, validasi metode analisis dengan parameter akurasi, presisi, linearitas dan selektivitas.

4.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Timbal Ditizonat

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada kisaran panjang gelombang maksimum yang mengacu pada APHA (*American Public Health Association*) 3500-Pb B, 2005 yaitu dari 480 sampai 580 nm. Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum disajikan dalam gambar 4.1



Gambar 4.1 Panjang Gelombang Maksimum Timbal Ditizonat

Berdasarkan gambar di atas, diperoleh panjang gelombang maksimum 515 nm pada konsentrasi 2 mg/L. Hasil panjang gelombang yang diperoleh sedikit mengalami pergeseran panjang gelombang dengan literatur. Hal ini terjadi karena kondisi analisis baik waktu, keadaan lingkungan, bahan kimia/pereaksi yang digunakan dan praktikan yang berbeda, sehingga memungkinkan ada perbedaan pada panjang gelombang maksimum yang didapatkan. Penentuan panjang gelombang maksimum dimaksudkan untuk mengetahui absorbansi larutan paling tinggi karena sinar yang terserap oleh detektor lebih tinggi daripada yang lain.

4.2 Penentuan *Operating Time*

Setelah menentukan panjang gelombang maksimum perlu dilakukan *operating time* untuk mengetahui waktu kestabilan optimal. Penentuan *operating time* ditentukan dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan dalam penelitian ini yaitu 515 nm dengan rentang waktu 1–60 menit. Hasil pengukuran *operating time* disajikan dalam tabel 4.1

Tabel 4.1 Hasil Penentuan *Operating Time*

Menit ke-	Absorbansi	Menit ke-	Absorbansi
1	0,553	31	0,551
2	0,551	32	0,551
3	0,549	33	0,551
4	0,553	34	0,551
5	0,549	35	0,551
6	0,550	36	0,551
7	0,550	37	0,551
8	0,549	38	0,551
9	0,550	39	0,551
10	0,550	40	0,551
11	0,550	41	0,551
12	0,550	42	0,551
13	0,550	43	0,551
14	0,550	44	0,551
15	0,550	45	0,551
16	0,550	46	0,551

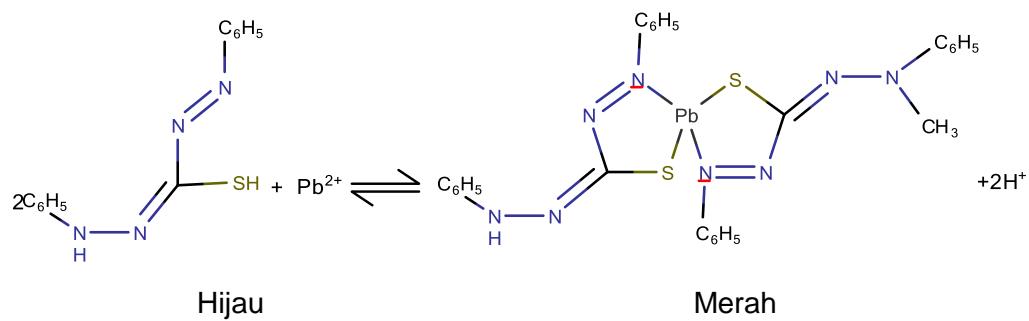
17	0,550	47	0,551
18	0,550	48	0,552
19	0,550	49	0,552
20	0,550	50	0,552
21	0,550	51	0,552
22	0,550	52	0,552
23	0,550	53	0,552
24	0,550	54	0,552
25	0,550	55	0,552
26	0,551	56	0,552
27	0,550	57	0,552
28	0,551	58	0,552
29	0,550	59	0,552
30	0,551	60	0,551

Tabel di atas menunjukkan absorbansi yang stabil sejak menit ke- 9 hingga menit ke- 25 dengan hasil absorbansi yaitu 0,550. Berdasarkan kestabilannya, waktu optimal untuk pembacaan absorbansi adalah pada 25 menit awal. Pada saat awal terjadi reaksi, absorbansi senyawa yang berwarna ini meningkat sampai waktu tertentu hingga diperoleh absorbansi yang stabil. Semakin lama waktu pengukuran, maka ada kemungkinan senyawa yang berwarna tersebut menjadi rusak atau terurai sehingga intensitas warnanya turun akibatnya absorbansinya juga turun. Karena alasan inilah pengukuran senyawa berwarna harus dilakukan pada saat waktu operasional (Gandjar dan Rohman, 2009).

4.3 Analisis Kation Timbal pada Sampel

Analisis kation timbal dilakukan dengan metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom. Analisis senyawa logam dengan Spektrofotometri Visibel secara khas bergantung pada spektrum absorpsi dari kompleks yang terbentuk antara ditizon dengan logam yang akan dianalisis. Setiap logam memiliki kondisi tertentu agar dapat membentuk kompleks dengan ditizon (Kustiawan dan Pratiwi, 2017). Penambahan KCN sebagai zat penopeng (*masking agent*) karena merupakan ligan kuat serta mampu membentuk kompleks bermuatan yang cukup stabil (Apriyando, 2012).

Dalam suasana basa, ion OH^- akan berikatan dengan salah satu ion H^+ pada ditizon sehingga membentuk anion ditizonat. Bentuk anion ini akan membentuk kompleks yang stabil dengan Pb^{2+} . Adapun pada suasana asam, terjadi kompetisi antara ion Pb^{2+} dengan H^+ untuk berikatan dengan ditizon. Jika H^+ berikatan dengan ditizon maka akan terbentuk asam ditizonat sedangkan bila Pb^{2+} berikatan dengan ditizon akan terbentuk kompleks ditizon- Pb^{2+} yang tidak stabil (Lang *et al.*, 2008). Ditizon akan membentuk kompleks dengan ion logam Pb^{2+} membentuk kompleks berwarna merah. Reaksi yang terjadi disajikan pada gambar 4.2 (Harris, 2010).



Gambar 4.2 Reaksi Kompleks Timbal Ditizonat (Harris, 2010)

Diantara pereaksi-pereaksi yang telah dilaporkan, ditizon adalah yang paling sering digunakan karena dinilai sederhana, praktis dan mudah diperoleh (Cahyani, 2014). Ditizon mampu bereaksi dengan beberapa ion logam membentuk senyawa kompleks logam ditizonat yang larut dalam pelarut organik. Kelarutan ditizon dalam kloroform adalah 20 mg/mL (Chalmer *et al.*, 1970). Beberapa logam yang dapat membentuk senyawa kompleks logam ditizonat antara lain adalah Ag, Au, Bi, Cd, Cu, Co, Fe, Hg, Ni, Pb, Te dan Zn. (Christian and O'Reily, 1988).

Pada metode Spektrofotometri Serapan Atom, panjang gelombang yang digunakan adalah 283,3 nm. Sebelumnya dilakukan destruksi sampel terlebih

dahulu agar ikatan unsur logam dengan matriks sampel terpisah dan diperoleh logam dalam bentuk bebas sehingga dapat dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom. Destruksi sampel dilakukan dengan metode destruksi basah yaitu dalam suasana asam menggunakan asam nitrat, hal ini dikarenakan dalam keadaan panas asam ini merupakan oksidator kuat yang dapat melarutkan hampir semua logam dan dapat mencegah pengendapan unsur. Dengan pemanasan hingga mendidih, proses destruksi akan lebih cepat berlangsung. Unsur-unsur logam dalam sampel dapat dilepas ikatannya dengan cara destruksi menggunakan asam nitrat (Murtini dkk. 2009).

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, konsentrasi kation timbal dalam sampel limbah cair laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta pada kedua metode tersebut memiliki nilai yang berbeda. Data hasil analisis kation disajikan pada tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil Analisis Kation Timbal pada Sampel

Metode	Konsentrasi Rata-rata Timbal Hari ke- (mg/L)				
	1	2	3	4	5
Spektrofotometri Visibel	1,0721	0,8443	1,3806	1,0579	0,9915
Spektrofotometri Serapan Atom	0,7079	0,0843	1,1011	0,3708	0,1292

Dari tabel di atas, konsentrasi timbal pada metode Spektrofotometri Visibel lebih tinggi dibandingkan dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom. Berdasarkan data statistik (T-Test) menunjukkan pengujian kedua metode tersebut menghasilkan perbedaan secara signifikan disajikan pada tabel 4.3

Tabel 4.3 Hasil Output SPSS Uji Kolmogorov Smirnov pada Analisis Timbal Metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom

Metode	Asymp. Sig. (2-tailed)
Spektrofotometri Visibel	0,780
Spektrofotometri Serapan Atom	0,988

Berdasarkan output SPSS hasil uji normalitas Kolmogorov Smirnov menunjukkan nilai Asymp. Sig. (2-tailed) sebesar 0,780 untuk metode

Spektrofotometri Visibel dan Asymp. Sig. (2-tailed) sebesar 0,988 untuk metode Spektrofotometri Serapan Atom. Karena nilai Signifikansinya yang lebih besar dari 0,05 sehingga data untuk kedua metode tersebut berdistribusi normal.

Tabel 4.4 Hasil Output SPSS Uji Paired Sample T-Test pada Analisis Timbal Metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom

Metode	t	Sig. (2-tailed)
Spektrofotometri Visibel- Spektrofotometri Serapan Atom	5,181	0,007

Syarat uji Paired Sample T-Test adalah perbedaan dua kelompok data berdistribusi normal. Maka harus dilakukan terlebih dahulu dengan uji normalitas pada perbedaan kedua kelompok tersebut menggunakan Kolmogorov Smirnov. Berdasarkan output SPSS di atas menunjukkan bahwa signifikansi nilai-t lebih kecil dari 0,05 berarti nilai-t signifikan, sehingga analisis kation timbal pada metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom menghasilkan konsentrasi yang berbeda secara signifikan. Penerimaan data hasil analisis berdasarkan validasi metode.

4.4 Validasi Metode

Untuk mengetahui sejauh mana tingkat validitas suatu metode adalah dengan melakukan beberapa pengujian parameter validasi metode yang meliputi akurasi, presisi, linearitas dan selektivitas. Validasi terhadap suatu metode analisis menjadi faktor penting karena hanya metode analisis yang telah dibuktikan validitasnya maka hasil pengukurannya bisa dipertanggungjawabkan dan dipergunakan sebagai landasan dalam perhitungan berikutnya (Sugihartini dkk. 2014).

4.4.1 Penentuan Akurasi

Untuk memberikan pengaruh yang nyata terhadap evaluasi akurasi melalui uji perolehan kembali maka metode pengujian akurasi menggunakan *spike*-matriks. Hal yang harus dipertimbangkan adalah analit yang ditambahkan ke sampel berbentuk padatan bila memungkinkan atau larutan yang sangat pekat. Hal ini dimaksudkan agar tidak merubah matriks sampel serta menghindari pengenceran yang dapat mempengaruhi konsentrasi sampel. Sehubungan dengan hal tersebut maka volume analit yang ditambahkan ke sampel tidak melebihi 2% (Hadi, 2014).

Secara teoritis, penambahan konsentrasi larutan *spike* harus dihitung terlebih dahulu berdasarkan rata-rata konsentrasi sampel yang diperoleh untuk sampel hari ke- 4 pada metode Spektrofotometri Visibel yaitu 1,0579 mg/L dan metode Spektrofotometri Serapan Atom 0,3708 mg/L. Hasil perhitungan perolehan kembali untuk metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom disajikan pada tabel 4.5

Tabel 4.5 Hasil *Persen Recovery* (Perolehan Kembali) pada Sampel Hari ke- 4

Metode	Konsentrasi Rata-rata Timbal Pada Sampel Hari ke- 4 (mg/L)	Recovery (%)
Spektrofotometri Visibel	1,0579	80,84
Spektrofotometri Serapan Atom	0,3708	95,99

Hasil perhitungan menunjukkan bahwa *persen recovery* yang diperoleh 80,84% untuk metode Spektrofotometri Visibel dan 95,99% untuk metode Spektrofotometri Serapan Atom. Persen perolehan kembali ini dapat diterima karena memenuhi syarat akurasi yaitu pada rentang rata-rata persen perolehan kembali 80-110% (Harmita, 2004). Hal ini menunjukkan bahwa uji perolehan kembali untuk analisis kation timbal dalam limbah cair laboratorium pada kedua metode tersebut memiliki akurasi yang baik.

4.4.2 Penentuan Presisi

Metode analisis yang teliti akan memberikan hasil pengukuran tetap pada setiap waktu dari sampel yang sama (Sugihartini dkk. 2014). Presisi dinyatakan sebagai *Relative Standard Deviation (RSD)*. Presisi menggambarkan kedekatan kesepakatan (derajat penyebaran) antara serangkaian pengukuran yang diperoleh dari beberapa pengujian sampel, untuk mengevaluasi ketelitian dari data analisis adalah dengan hari ke- 3 dengan pengulangan sebanyak 7 kali. Hasil perhitungan nilai RSD disajikan pada tabel 4.6

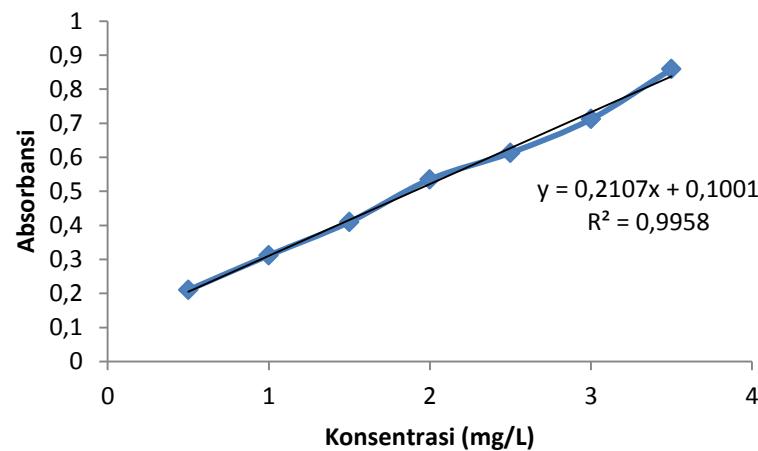
Tabel 4.6 Hasil Presisi pada Sampel Hari ke- 3

Metode	RSD (%)
Spektrofotometri Visibel	1,93
Spektrofotometri Serapan	1,21
Atom	

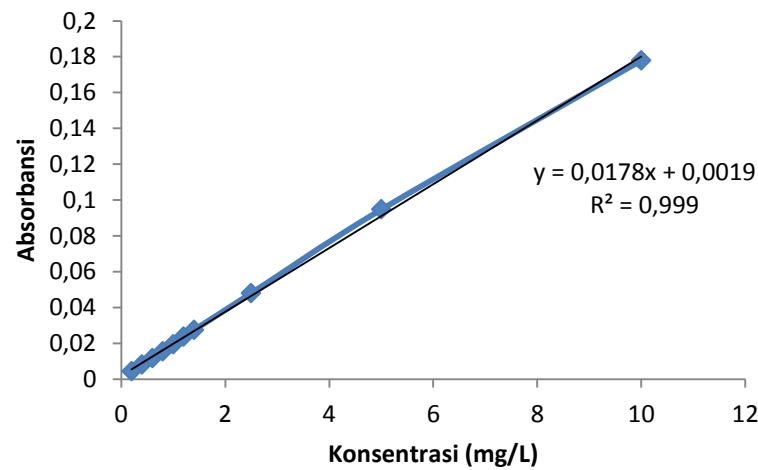
Berdasarkan tabel di atas menunjukkan bahwa nilai RSD pada metode Spektrofotometri Visibel sebesar 1,93% dan pada metode Spektrofotometri Serapan Atom 1,21%. Menurut Harmita (2004), nilai RSD<2% menunjukkan presisi yang baik. Besarnya nilai RSD kemungkinan disebabkan adanya kesalahan random yang terjadi selama uji. Metode Spektrofotometri Serapan Atom memiliki presisi yang lebih baik dari metode Spektrofotometri Visibel karena semakin banyak prosedur atau cara kerja yang dilakukan dalam suatu metode maka tingkat kesalahan dalam pengulangannya akan semakin besar. Sebab dalam metode Spektrofotometri Visibel, preparasi sampel dilakukan dengan ekstraksi sehingga memungkinkan terjadi kesalahan baik waktu dan cara mengekstraksi dengan corong pisah, sedangkan metode Spektrofotometri Serapan Atom tingkat kesalahannya kemungkinan sangat kecil karena preparasi sampelnya hanya dengan destruksi basah.

4.4.3 Penentuan Linieritas

Koefisien korelasi (r) menunjukkan tingkat linearitas hubungan antara konsentrasi analit dengan respon detektor. Persamaan yang menyatakan hubungan antara konsentrasi analit dengan respon detektor disajikan pada gambar 4.3 dan gambar 4.4



Gambar 4.3 Hubungan antara Konsentrasi dengan Absorbansi pada Metode Spektrofotometri Visibel



Gambar 4.4 Hubungan antara Konsentrasi dengan Absorbansi pada Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Berdasarkan data di atas, diperoleh nilai $r = 0,9979$ untuk metode Spektrofotometri Visibel dan nilai $r = 0,9995$ untuk metode Spektrofotometri

Serapan Atom. Batas penerimaan yang dikehendaki adalah $r = 0,995$ (Harmita, 2004). Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa kedua metode analisis memiliki nilai linearitas yang baik. Kurva kalibrasi harus linear yang ditunjukkan dengan nilai R^2 mendekati 1. Jika kurva kalibrasi tidak linear maka kesalahan hasil dalam analisis semakin besar.

4.4.4 Penentuan Selektivitas

Pengujian selektivitas digunakan untuk melihat pengaruh senyawa-senyawa lain pada senyawa uji dalam metode analisis yang digunakan (Oktavia, 2006). Hasil pengujian selektivitas disajikan pada tabel 4.7

Tabel 4.7 Hasil Penentuan Selektivitas

Metode Spektrofotometri Visibel		Metode Spektrofotometri Serapan Atom	
Absorbansi			
Standar Pb	Standar Pb + Plasebo	Standar Pb	Standar Pb + Plasebo
0,295	0,463	0,023	0,022
0,297	0,477	0,022	0,023
0,307	0,477	0,023	0,023
0,293	0,479	0,023	0,023
0,289	0,488	0,022	0,022
0,297	0,476	0,023	0,023
0,295	0,481	0,022	0,022
Rata-rata = 0,296	Rata-rata = 0,477	Rata-rata = 0,023	Rata-rata = 0,023
%RSD = 1,86	%RSD = 1,57	%RSD = 1,65	%RSD = 1,65

Pada metode Spektrofotometri Visibel, larutan standar setelah ditambah plasebo menghasilkan absorbansi yang lebih besar daripada larutan standar tanpa penambahan plasebo. Plasebo adalah zat pengisi yang tidak mengandung zat aktif. Berdasarkan data statistik (T-Test) menunjukkan pengujian metode tersebut menghasilkan perbedaan secara signifikan yang disajikan pada tabel 4.8

Tabel 4.8 Hasil Output SPSS Uji T-Test pada Selektivitas Metode Spektrofotometri Visibel

Levene's Test		t-test for Equality of Means	
Equality of Variances		Sig.	t
Equal variances assumed	0,700	-51,467	0,000

Pada pengolahan dengan SPSS, tidak perlu membandingkan nilai-t hitung dengan nilai-t tabel tetapi cukup melihat signifikansi nilai-t (*sig. 2 tailed*). Pertama dilihat dari *Levene's Test*, signifikansinya adalah 0,700 lebih besar dari 0,05 ($p>0,05$), maka dianggap bahwa varian dari kedua metode sama atau dianggap homogen. Nilai *Levene's Test* ini akan mengarah ke nilai-t. Jika nilai signifikansi dari nilai-t lebih kecil dari 0,05 berarti nilai-t signifikan. Sebaliknya, jika signifikansi nilai-t lebih besar dari 0,05 berarti nilai-t tidak signifikan. Berdasarkan Output SPSS di atas, bahwa signifikansi nilai-t lebih kecil dari 0,05 berarti nilai-t bersifat signifikan ($p<0,05$). Ini berarti bahwa larutan standar dengan atau tanpa penambahan plasebo berbeda secara signifikan, sehingga metode Spektrofotometri Visibel untuk analisis timbal memiliki selektivitas yang kurang baik karena sangat dipengaruhi oleh penambahan plasebo.

Berbeda dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom, larutan standar setelah ditambah plasebo menghasilkan absorbansi yang hampir tidak ada bedanya dengan larutan standar tanpa penambahan plasebo. Berdasarkan data statistik (T-Test) menunjukkan pengujian metode tersebut tidak berbeda secara signifikan yang disajikan pada tabel 4.9

Tabel 4.9 Hasil output SPSS uji T-Test pada selektivitas metode Spektrofotometri Serapan Atom

Levene's Test		t-test for Equality of Means	
Equality of Variances		Sig.	T
Equal variances assumed	1,000	0,000	1,000

Berdasarkan Output SPSS di atas, signifikansi nilai-t lebih besar dari 0,05 ($p>0,05$) berarti nilai-t tidak signifikan. Ini berarti bahwa larutan standar dengan atau tanpa penambahan placebo tidak berbeda secara signifikan, sehingga metode Spektrofotometri Serapan Atom untuk analisis timbal memiliki selektivitas yang baik dan dapat diterima karena tidak dipengaruhi oleh penambahan placebo.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Berdasarkan hasil penelitian analisis kation timbal di limbah cair laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta selama 5 hari menggunakan metode Spektrofotometri Visibel diperoleh konsentrasi 1,0721 mg/L; 0,8443 mg/L; 1,3806 mg/L; 1.0579 mg/L dan 0,9915 mg/L dan untuk metode Spektrofotometri Serapan Atom diperoleh konsentrasi 0,7079 mg/L; 0,0843 mg/L; 1,1011 mg/L; 0,3708 mg/L dan 0,1292 mg/L.
2. Berdasarkan hasil validasi metode yang dilakukan, diperoleh metode yang menuju validitas lebih tinggi adalah Spektrofotometri Serapan Atom dengan akurasi 95,99%; presisi 1,21%; linearitas 0,9995 dan selektivitas yang baik dan dapat diterima.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk parameter analisis lainnya dengan komparasi metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom pada sampel limbah cair laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta.

DAFTAR PUSTAKA

- American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWA) and Water Environment Federation (WEF). 2005. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 21th ed. Washington, DC: American Public Health Associated
- Anwar, C. 2007. Teknik dan Evaluasi Validasi Metode serta Pemilihan Parameter Validasi Metode, makalah yang disampaikan dalam Pelatihan Validasi Metode Analisis Kuantitatif 14-15 April 2009, Bogor.
- Apriyando, 2012. Ditizon, Ligam Pengompleks Logam. (Online), (<http://docsslide.net/documents/ditizon-paper.html>, diakses 25 Mei 2017).
- Badan Standar Nasional. 2009. SNI 6989.8:2009. *Cara Uji Timbal (Pb) dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala*. Jakarta: BSN.
- Badan Standar Nasional. 2008. SNI 6989.59:2008. *Metoda Pengambilan Contoh Air Limbah*. Jakarta: BSN.
- Cahyani, D, A. 2014. Pengujian Metode Spektrofotometri UV-visible Untuk Penentuan Hg(II) dalam Limbah Cair Laboratorium Kimia Analitik FMIPA UGM dengan Preaksi Ditizon. *Skripsi*. Yogyakarta: Fakultas MIPA, Universitas Gajah Mada.
- Chalmer, R.A., Khopkar, S.M., and De, A.K., 1970. *Solvent Extraction of Metals*, First edition, Van Nostrand Reinhold, London.
- Christian, G.D., and O'Reilly, J.E., 1988, *Instrumental Analysis*, 2nd edition, Allyn and Bacon, Boston.
- Darmono, 2001. *Lingkungan Hidup dan Pencemaran (Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa Logam)*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Effendi, H. 2000. *Telaah Kualitas Air: Bagi Pengelolaan Sumberdaya dan Lingkungan Perairan*. Penerbit Kanisius. Yogyakarta.
- Gandjar, G., dan Rohman, A. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar. Hal 298-322.
- Gary, C. D. 1994. *Analytical Chemistry*. (5th edition). New York: Jhon Wiley and Sons Inc.
- Hadi, A. 2014. Penentuan akurasi melalui uji perolehan kembali (Recovery test, %R). (Online), (<http://www.infolabling.com/2014/03/penentuan-akurasi-melalui-uji-perolehan.html#..>, diakses 16 April 2017).

- Harmita. 2004. Review Artikel. Petunjuk Pelaksanaan Validasi. Metode dan Cara Perhitungannya. *Jurnal Majalah Ilmu Kefarmasian, Departemen Farmasi FMIPA UI*, 1(3).
- Harris D. C. 2010. *Quantitative Chemical Analysis 8th ed.* New York: W.H. Fewwman and Company.
- Hartini, E., dan Yuantari, C. M. G. 2011. Pengolahan Air Limbah Laboratorium dengan Menggunakan Koagulan Alum Sulfat dan Poly Alum Chloride Di Laboratorium Kesehatan Universitas Dian Nuswantoro Semarang. *Jurnal Dian*, 11(2).
- Kustiawan, R, U., dan Pratiwi, R. 2017. Dithizon : Agen Pengompleks Untuk Analisis Logam Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Farmasi*, 4(1) : 387-398.
- Lang L., Chiu K., and Lang Q. 2008. Spectrometric determination of lead in agricultural, food, dietary supplement, and pharmaceutical samples. *Pharmaceutical Technology* 32:74-83.
- Lasut, R., 2006. *Implementasi Manajemen Bahan Kimia dan Limbah Laboratorium Kimia.* Semarang: Universitas Diponegoro.
- Murtini, Hastuti, R., dan Gunawan. 2009. Efek Destruksi Terhadap Penentuan Kadar Cu(II) Dalam Air Sumur, Air Laut Dan Air Limbah Pelapisan Krom Menggunakan AAS. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Oktavia, E., 2006. Teknik Validasi Metode Analisis ketoprofen Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Buletin Teknik Pertanian*, 11(1) : 23-28.
- Palar, H. 2004. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat.* Cetakan kedua. Jakarta: PT Rineka Cipta.
- Pratama, D, S., Pirdaus, P., Rinawati., Sagala, S, L., dan Suhelmi, I, R. 2015. Validasi Metode Analisis Logam Na, K, Mg dan Ca Pada Air Tua (Bittern) Menggunakan Microwave Plasma-Atomic Emission Spectrometer (MP-AES). *Jurnal Standarisasi*. 17(3) : 187-198.
- Purwanto, A., Samin, B, K., dan Supriyanto, C. 2006. Evaluasi Kandungan AI dalam Air Sungai Code DIY dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis, Pustek Akselerator dan Proses Bahan, *Prosiding PPI – PDIPTN*, BATAN, Yogyakarta.
- Purwanto, A., Supriyanto, C., dan Samin, P. 2007. Validasi Pengujian Cr, Cu dan Pb dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom, Pustek Akselerator dan Proses Bahan, *Prosiding PPI – PDIPTN*, BATAN, Yogyakarta.
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi.* Deepublish: Yogyakarta.
- Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis.* Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

- Sugihartini, N., Fudholi, A., Pramono, S dan Sismindari. 2014. Validasi Metode Analisa Penetapan Kadar Epigalokatekin Galat dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Jurnal Farmasi*, 4(2) : 111-115.
- Suprihatin dan Indrasti, S. N. 2010. Penyisihan Logam Berat dari Limbah Cair Laboratorium dengan Metode Presipitasi dan Absorpsi. *Jurnal Sains*. 14(1) : 44-50.
- Supriyanto, C., dan Purwanto. A. 2010. Validasi Metode Spektrofotometri Serapan Atom pada Analisis Logam Berat Cr, Cu, Cd, Fe, Pb, Zn dan Ni dalam Contoh Uji Air Laut. *Prosiding PPI-PDIPTN*. 115-121.
- Vandecasteele, C., and Block, C. B. 1993. *Modern method for trace element determination*. Inggris: John Willey & Sons.
- Vessman, J., Stefan, R. I., Van Staden, J. F., Danzer, K., Lindner, W., Burns, D. T., Fajgelj, A., and Muller, A. 2001. Selectivity In Analytical Chemistry (IUPAC Recommendations 2001). *Pure Appl. Chem.*, 37(8)
- Welz, B., and Michael, S. 2005. *Atomic Absorption Spectrometry*. Third Completely Revised Edition. New York: WILEY-VCH. 148.

L

A

M

P

I

R

A

N

Lampiran 1. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan larutan NH_4OH 0,1 N sebanyak 100 mL

$$\begin{aligned} (\text{V} \times \text{C}) \text{ NH}_4\text{OH} \text{ pekat} &= (\text{V} \times \text{C}) \text{ NH}_4\text{OH} 0,1 \text{ N} \\ \text{Volume} \times 14,3 &= 100 \times 0,1 \\ \text{Volume} &= 6,99 \text{ mL} \end{aligned}$$

Jadi, memipet sebanyak 6,99 mL NH_4OH pekat ke dalam labu takar 100 mL kemudian ditambahkan aqua demineral hingga tanda batas.

2. Pembuatan pereaksi Ditizon 0,01 % sebanyak 250 mL

$$\begin{aligned} \text{Massa Ditizon} &= \frac{0,01}{100} \times \text{volume yang dibuat} \\ &= \frac{0,01}{100} \times 250 \\ &= 0,025 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi, menimbang sebanyak 0,025 gram Ditizon ke dalam labu takar 250 mL dan melarutkan dalam kloroform hingga tanda batas.

3. Pembuatan larutan standar Pb 1000 mg/L sebanyak 100 mL

$$\begin{aligned} \text{Massa Pb} &= 1000 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 100 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Pb}(\text{NO}_3)_2 &= \frac{\text{Mr Pb}(\text{NO}_3)_2}{\text{Ar Pb}} \times \text{massa Pb} \\ &= \frac{331,21}{207} \times 100 \\ &= 160 \text{ mg} \\ &= 0,16 \text{ gram} \end{aligned}$$

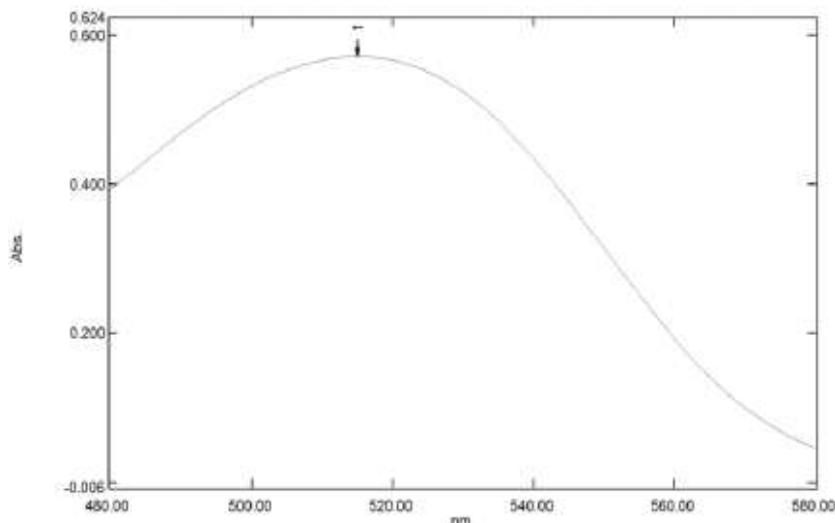
Jadi, menimbang sebanyak 0,16 gram $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ke dalam labu takar 100 mL, kemudian menambahkan 2-3 tetes HNO_3 0,1 N dan aqua demineral hingga tanda batas.

Lampiran 2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Timbal Ditizonat

Spectrum Peak Pick Report

31-05-17 12:57:24 PM

Data Set: panjang gelombang maksimum 2 ppm (515 nm) - RawData



Measurement Properties

Wavelength Range (nm): 480.00 to 580.00
Scan Speed: Medium
Sampling Interval: 1.0
Auto Sampling Interval: Disabled
Scan Mode: Auto

No.	P/V	Wavelength	Abs.	Description
1	●	515.00	0.571	

Instrument Properties

Instrument Type: UV-1800 Series
Measuring Mode: Absorbance
Slit Width: 1.0 mm
Light Source Change Wavelength: 340.8 nm
S/R Exchange: Normal

Attachment Properties

Attachment: None

Sample Preparation Properties

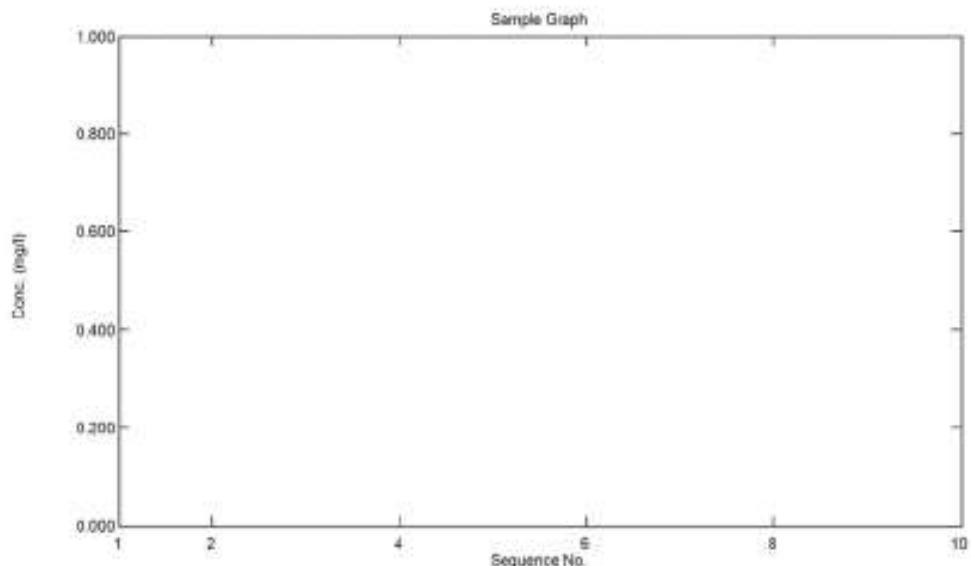
Weight:
Volume:
Dilution:
Path Length:
Additional Information:

Lampiran 3. Penentuan *Operating Time* Timbal Ditizonat

Sample Table Report

19-05-17 09:17:42 AM

File Name: C:\Program Files\Shimadzu\UVProbe\Datavisca\File_170425_090239 OT 1.pho



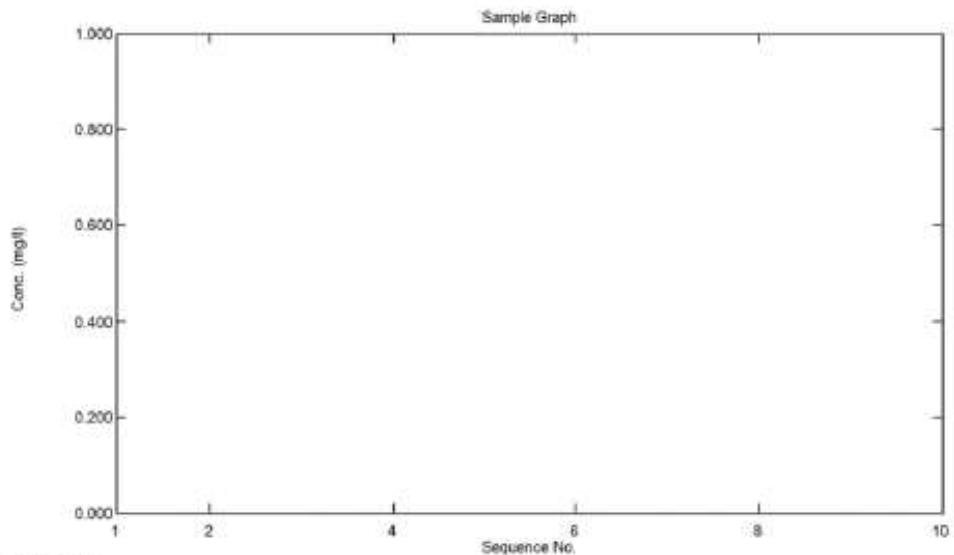
Sample Table

	Sample ID	Type	Ex	Conc.	WL529.0	Comments
1	OT	Unk-Repeat			0.553	
2	OT-2	Unk-Repeat			0.551	
3	OT-3	Unk-Repeat			0.549	
4	OT-4	Unk-Repeat			0.553	
5	OT-5	Unk-Repeat			0.549	
6	OT-6	Unk-Repeat			0.550	
7	OT-7	Unk-Repeat			0.550	
8	OT-8	Unk-Repeat			0.549	
9	OT-9	Unk-Repeat			0.550	
10	OT-10	Unk-Repeat			0.550	
11	OT-11	Unk-Repeat			0.550	
12	OT-12	Unk-Repeat			0.550	
13	OT-13	Unk-Repeat			0.550	
14	OT-14	Unk-Repeat			0.550	
15	OT-15	Unk-Repeat			0.550	
16	OT-16	Unk-Repeat			0.550	
17	OT-17	Unk-Repeat			0.550	
18	OT-18	Unk-Repeat			0.550	

Sample Table Report

19-05-17 09:17:42 AM

File Name: C:\Program Files\Shimadzu\UVProbe\Data\visca\File_170425_090239 OT 1.pho



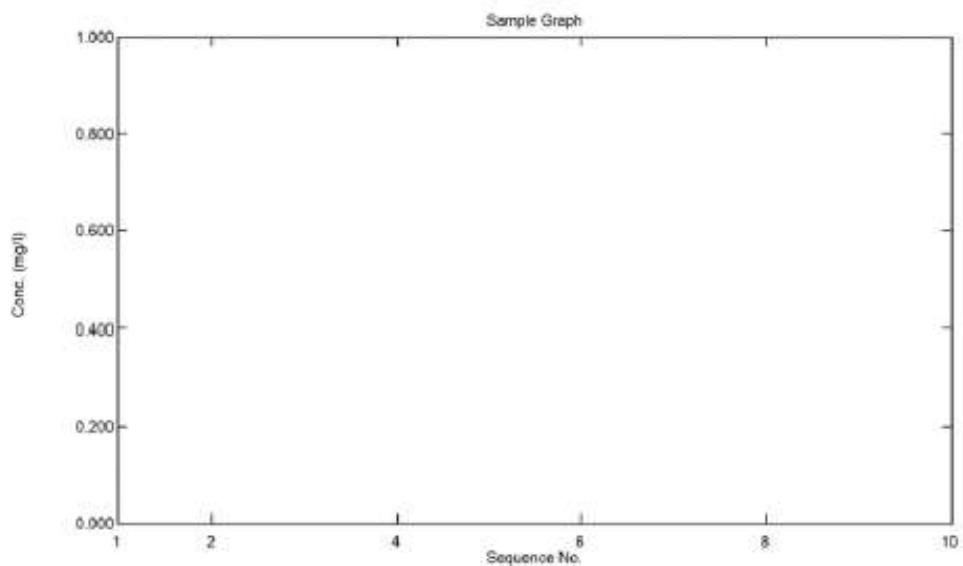
Sample Table

	Sample ID	Type	Ex	Conc	WL529.0	Comments
19	OT-19	Unk-Repeat			0.550	
20	OT-20	Unk-Repeat			0.550	
21	OT-21	Unk-Repeat			0.550	
22	OT-22	Unk-Repeat			0.550	
23	OT-23	Unk-Repeat			0.550	
24	OT-24	Unk-Repeat			0.550	
25	OT-25	Unk-Repeat			0.550	
26	OT-26	Unk-Repeat			0.551	
27	OT-27	Unk-Repeat			0.550	
28	OT-28	Unk-Repeat			0.551	
29	OT-29	Unk-Repeat			0.550	
30	OT-30	Unk-Repeat			0.551	
31	OT-31	Unk-Repeat			0.551	
32	OT-32	Unk-Repeat			0.551	
33	OT-33	Unk-Repeat			0.551	
34	OT-34	Unk-Repeat			0.551	
35	OT-35	Unk-Repeat			0.551	
36	OT-36	Unk-Repeat			0.551	

Sample Table Report

19-05-17 09:17:42 AM

File Name: C:\Program Files\Shimadzu\UVProbe\Data\visca\File_170425_090239 OT 1.pho



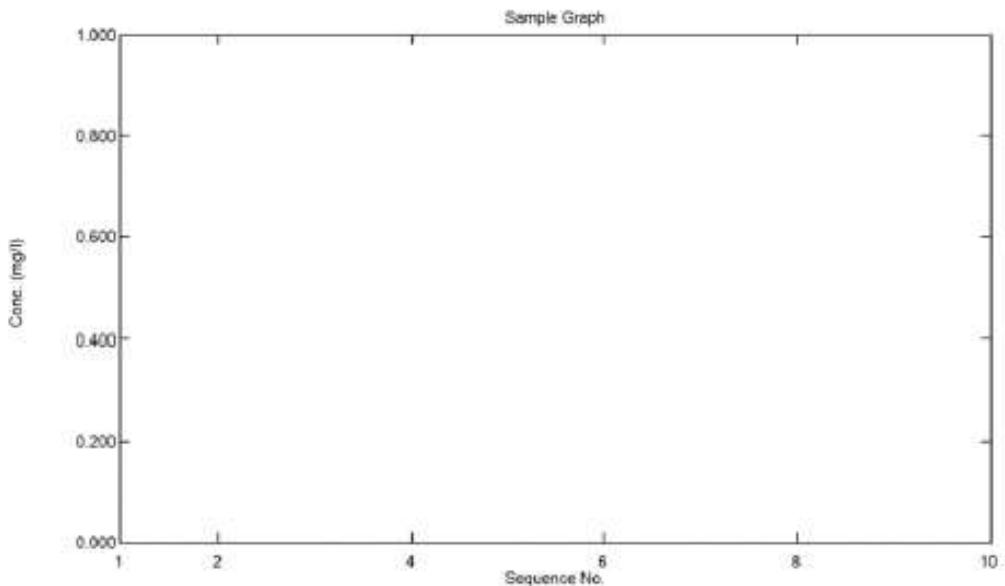
Sample Table

	Sample-ID	Type	Ex	Conc	WL529.0	Comments
37	OT-37	Unk-Repeat			0.551	
38	OT-38	Unk-Repeat			0.551	
39	OT-39	Unk-Repeat			0.551	
40	OT-40	Unk-Repeat			0.551	
41	OT-41	Unk-Repeat			0.551	
42	OT-42	Unk-Repeat			0.551	
43	OT-43	Unk-Repeat			0.551	
44	OT-44	Unk-Repeat			0.551	
45	OT-45	Unk-Repeat			0.551	
46	OT-46	Unk-Repeat			0.551	
47	OT-47	Unk-Repeat			0.551	
48	OT-48	Unk-Repeat			0.552	
49	OT-49	Unk-Repeat			0.552	
50	OT-50	Unk-Repeat			0.552	
51	OT-51	Unk-Repeat			0.552	
52	OT-52	Unk-Repeat			0.552	
53	OT-53	Unk-Repeat			0.552	
54	OT-54	Unk-Repeat			0.552	

Sample Table Report

19-05-17 09:17:42 AM

File Name: C:\Program Files\Shimadzu\UVProbe\Data\visca\File_170425_090239 OT 1.pho



Sample Table

	Sample ID	Type	Ex	Conc	WL529.0	Comments
55	OT-55	Unk-Repeat			0.552	
56	OT-56	Unk-Repeat			0.552	
57	OT-57	Unk-Repeat			0.552	
58	OT-58	Unk-Repeat			0.552	
59	OT-59	Unk-Repeat			0.552	
60	OT-60	Unk-Repeat			0.552	
61	OT-Avg	Average	****	0.551		Avg of preceding 60 Samples
62						

Lampiran 4. Data Absorbansi Pengukuran Sampel

1. Metode Spektrofotometri Visibel

Sampel	Absorbansi
Hari ke- 1	0,326
Hari ke- 1-2	0,326
Hari ke- 1-3	0,326
Hari ke- 1 rata-rata	0,326
Hari ke- 2	0,278
Hari ke- 2-2	0,278
Hari ke- 2-3	0,278
Hari ke- 2 rata-rata	0,278
Hari ke- 3	0,391
Hari ke- 3-2	0,391
Hari ke- 3-3	0,391
Hari ke- 3 rata-rata	0,391
Hari ke- 4	0,323
Hari ke- 4-2	0,323
Hari ke- 4-3	0,323
Hari ke- 4 rata-rata	0,323
Hari ke- 5	0,309
Hari ke- 5-2	0,309
Hari ke- 5-3	0,309
Hari ke- 5 rata-rata	0,309

2. Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Sampel	Absorbansi
Hari ke- 1	0,012
Hari ke- 1-2	0,014
Hari ke- 1-3	0,017
Hari ke- 1 rata-rata	0,014
Hari ke- 2	0,003
Hari ke- 2-2	0,002
Hari ke- 2-3	0,008
Hari ke- 2 rata-rata	0,003
Hari ke- 3	0,019
Hari ke- 3-2	0,024
Hari ke- 3-3	0,021
Hari ke- 3 rata-rata	0,021
Hari ke- 4	0,008
Hari ke- 4-2	0,013
Hari ke- 4-3	0,004
Hari ke- 4 rata-rata	0,008
Hari ke- 5	0,004
Hari ke- 5-2	0,004
Hari ke- 5-3	0,005
Hari ke- 5 rata-rata	0,004

Lampiran 5. Perhitungan Konsentrasi Sampel

1. Metode Spektrofotometri Visibel

Diketahui :

$$\text{Persamaan Garis Linear : } y = 0,2107x + 0,1001$$

$$\text{Absorbansi Sampel hari ke 1} = 0,326$$

Ditanya : Konsentrasi Timbal dalam Sampel hari ke 1 = . . . ?

Jawab :

$$y = 0,2107x + 0,1001$$

$$0,326 = 0,2107x + 0,1001$$

$$0,326 - 0,1001 = 0,2107x$$

$$x = 1,0721 \text{ mg/L}$$

Diketahui :

$$\text{Persamaan Garis Linear : } y = 0,2107x + 0,1001$$

$$\text{Absorbansi Sampel hari ke 2} = 0,278$$

Ditanya : Konsentrasi Timbal dalam Sampel hari ke 2 = . . . ?

Jawab :

$$y = 0,2107x + 0,1001$$

$$0,278 = 0,2107x + 0,1001$$

$$0,278 - 0,1001 = 0,2107x$$

$$x = 0,8443 \text{ mg/L}$$

Diketahui :

$$\text{Persamaan Garis Linear : } y = 0,2107x + 0,1001$$

$$\text{Absorbansi Sampel hari ke 3} = 0,391$$

Ditanya : Konsentrasi Timbal dalam Sampel hari ke 3 = . . . ?

Jawab :

$$\begin{aligned}
 y &= 0,2107x + 0,1001 \\
 0,391 &= 0,2107x + 0,1001 \\
 0,391 - 0,1001 &= 0,2107x \\
 x &= 1,3806 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

Diketahui :

$$\begin{aligned}
 \text{Persamaan Garis Linear : } y &= 0,2107x + 0,1001 \\
 \text{Absorbansi Sampel hari ke 4} &= 0,323 \\
 \text{Ditanya : Konsentrasi Timbal dalam Sampel hari ke 4} &= \dots?
 \end{aligned}$$

Jawab :

$$\begin{aligned}
 y &= 0,2107x + 0,1001 \\
 0,323 &= 0,2107x + 0,1001 \\
 0,323 - 0,1001 &= 0,2107x \\
 x &= 1,0579 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

Diketahui :

$$\begin{aligned}
 \text{Persamaan Garis Linear : } y &= 0,2107x + 0,1001 \\
 \text{Absorbansi Sampel hari ke 5} &= 0,309 \\
 \text{Ditanya : Konsentrasi Timbal dalam Sampel hari ke 5} &= \dots?
 \end{aligned}$$

Jawab :

$$\begin{aligned}
 y &= 0,2107x + 0,1001 \\
 0,309 &= 0,2107x + 0,1001 \\
 0,309 - 0,1001 &= 0,2107x \\
 x &= 0,9915 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

2. Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Diketahui :

$$\text{Persamaan Garis Linear : } y = 0,0178x + 0,0019$$

$$\text{Absorbansi Sampel hari ke 1} = 0,014$$

Ditanya : Konsentrasi Timbal dalam Sampel hari ke 1 = . . . ?

Jawab :

$$y = 0,0178x + 0,0019$$

$$0,014 = 0,0178x + 0,0019$$

$$0,014 - 0,0019 = 0,0178x$$

$$x = 0,7079 \text{ mg/L}$$

Diketahui :

$$\text{Persamaan Garis Linear : } y = 0,0178x + 0,0019$$

$$\text{Absorbansi Sampel hari ke 2} = 0,003$$

Ditanya : Konsentrasi Timbal dalam Sampel hari ke 2 = . . . ?

Jawab :

$$y = 0,0178x + 0,0019$$

$$0,278 = 0,0178x + 0,0019$$

$$0,003 - 0,0019 = 0,0178x$$

$$x = 0,0843 \text{ mg/L}$$

Diketahui :

$$\text{Persamaan Garis Linear : } y = 0,0178x + 0,0019$$

$$\text{Absorbansi Sampel hari ke 3} = 0,021$$

Ditanya : Konsentrasi Timbal dalam Sampel hari ke 3 = . . . ?

Jawab :

$$y = 0,0178x + 0,0019$$

$$0,021 = 0,0178x + 0,0019$$

$$0,021 - 0,0019 = 0,0178x$$

$$x = 1,1011 \text{ mg/L}$$

Diketahui :

$$\text{Persamaan Garis Linear : } y = 0,0178x + 0,0019$$

$$\text{Absorbansi Sampel hari ke 4} = 0,008$$

Ditanya : Konsentrasi Timbal dalam Sampel hari ke 4 = . . . ?

Jawab :

$$y = 0,0178x + 0,0019$$

$$0,008 = 0,0178x + 0,0019$$

$$0,008 - 0,0019 = 0,0178x$$

$$x = 0,3708 \text{ mg/L}$$

Diketahui :

$$\text{Persamaan Garis Linear : } y = 0,0178x + 0,0019$$

$$\text{Absorbansi Sampel hari ke 5} = 0,004$$

Ditanya : Konsentrasi Timbal dalam Sampel hari ke 5 = . . . ?

Jawab :

$$y = 0,0178x + 0,0019$$

$$0,004 = 0,0178x + 0,0019$$

$$0,004 - 0,0019 = 0,0178x$$

$$x = 0,1292 \text{ mg/L}$$

Lampiran 6. Hasil Output SPSS Uji Kolmogorov-Smirnov dan Uji Paired Sample T-Test

- Hasil Output SPSS Uji Kolmogorov-Smirnov pada Analisis Konsentrasi Kation Timbal pada Metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom

One-Sample Kolmogorov-Smirnov Test

		Spektrofotometri Visibel	Spektrofotometri Serapan Atom
N		5	5
Normal Parameters ^{a,b}	Mean	1,0693	,4787
	Std. Deviation	,19604	,42698
	Absolute	,294	,200
Most Extreme Differences	Positive	,294	,200
	Negative	-,146	-,178
Kolmogorov-Smirnov Z		,658	,447
Asymp. Sig. (2-tailed)		,780	,988

- Hasil Output SPSS Uji Paired Sample T-Test pada Analisis Konsentrasi Kation Timbal pada Metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom

Paired Samples Test

		Paired Differences					t	df	Sig. (2-tailed)			
		Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference							
					Lower	Upper						
Pair 1	Spektrofotometri Visibel - Spektrofotometri Serapan Atom	,59062	,25489	,11399	,27414	,90710	5,181	4	,007			

Lampiran 7. Perhitungan Akurasi

1. Metode Spektrofotometri Visibel

Konsentrasi Timbal pada sampel hari ke- 4 = 1,0579 mg/L

Konsentrasi sampel + spike = 1,9216 mg/L

$$Target = \frac{(C \times V)_{\text{sampel}} + (C \times V)_{\text{spike}}}{V_{\text{sampel}} + V_{\text{spike}}}$$

$$2(1,0579) = \frac{(1,0579 \times 9,9)_{\text{sampel}} + (C \times 0,1)_{\text{spike}}}{9,9 + 0,1}$$

$$C = 106,848 \text{ mg/L}$$

Maka, konsentrasi *spike* dalam 10 mL :

$$C_{\text{spike}} = \frac{(C \times V)_{\text{std}}}{V_{\text{total}}} = \frac{(106,848 \times 0,1)}{10} = 1,0684 \text{ mg/L}$$

Dengan demikian, %R dapat dihitung sebagai berikut :

$$Recovery = \frac{[C]_{\text{sampel}} + \text{spike} - [C]_{\text{sampel}}}{[C]_{\text{spike}}} \times 100 \%$$

$$Recovery = \frac{1,9216 - 1,0579}{1,0684} \times 100 \%$$

$$= 80,84 \%$$

2. Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Konsentrasi Timbal pada sampel hari ke- 4 = 0,3708 mg/L

Konsentrasi sampel + spike = 0,7303 mg/L

$$Target = \frac{(C \times V) sampel + (C \times V) spike}{V sampel + V spike}$$

$$2 (0,3708) = \frac{(0,3708 \times 49,5) sampel + (C \times 0,5) spike}{49,5 + 0,5}$$

$$C = 37,452 \text{ mg/L}$$

Maka, konsentrasi *spike* dalam 50 mL :

$$C_{spike} = \frac{(C \times V) std}{V total} = \frac{(37,452 \times 0,5)}{50} = 0,3745 \text{ mg/L}$$

Dengan demikian, $\%R$ dapat dihitung sebagai berikut :

$$Recovery = \frac{[C] sampel + spike - [C] sampel}{[C] spike} \times 100 \%$$

$$Recovery = \frac{0,7303 - 0,3708}{0,3745} \times 100 \%$$

$$= 95,99 \%$$

Lampiran 8. Perhitungan Presisi

1. Metode Spektrofotometri Visibel

Ukur ke	Konsentrasi Timbal pada sampel hari ke- 3 (mg/L)	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	1,3331	-0,010	0,000
2	1,3996	0,055	0,003
3	1,3141	-0,029	0,001
4	1,3474	0,003	0,000
5	1,3331	-0,010	0,000
6	1,3426	-0,001	0,000
7	1,3379	-0,006	0,000
rata-rata	1,3439		
Jumlah			0,004

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,004}{7 - 1}}$$

$$SD = 0,026$$

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

$$RSD = \frac{0,026}{1,3439} \cdot 100\%$$

$$RSD = 1,93\%$$

2. Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Ukur ke	Konsentrasi Timbal pada sampel hari ke- 3 (mg/L)	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	1,0674	-0,007	0,000
2	1,0786	0,004	0,000
3	1,0786	0,004	0,000
4	1,0505	-0,024	0,001
5	1,0955	0,021	0,000
6	1,0730	-0,002	0,000
7	1,0786	0,004	0,000
rata-rata	1,0746		
jumlah			0,001

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,001}{7-1}}$$

$$SD = 0,013$$

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

$$RSD = \frac{0,013}{1,0746} \cdot 100\%$$

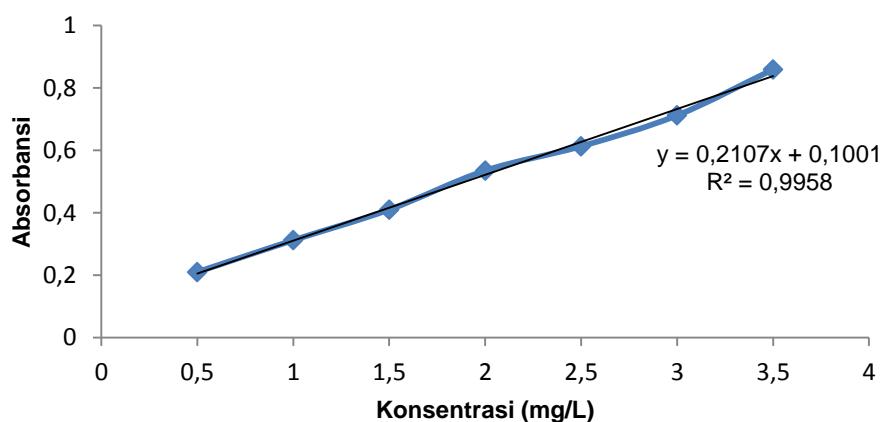
$$RSD = 1,21\%$$

Lampiran 9. Tabel Linearitas

1. Deret Larutan Standar di Spektrofotometri Visibel

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0,5	0,210
1	0,312
1,5	0,410
2	0,535
2,5	0,613
3	0,712
3,5	0,859

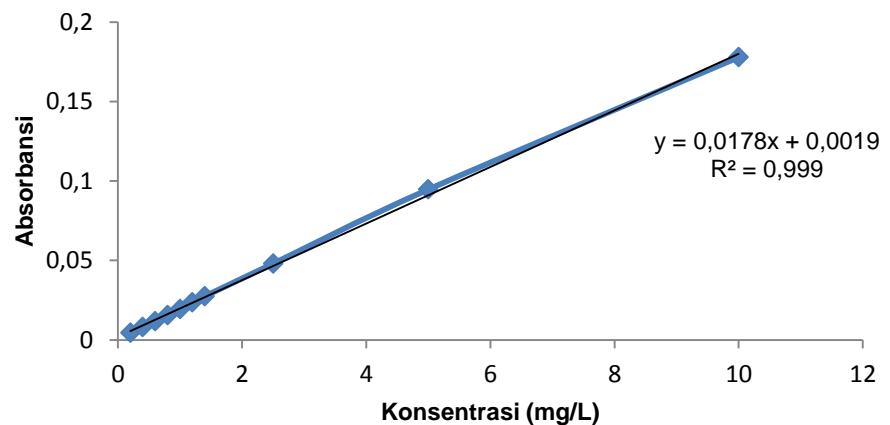
Hubungan Konsentrasi vs Absorbansi



2. Deret Larutan Standar di Spektrofotometri Serapan Atom

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0,2	0,004
0,4	0,008
0,6	0,012
0,8	0,016
1,0	0,019
1,2	0,024
1,4	0,027
2,5	0,048
5	0,095
10	0,178

Hubungan Konsentrasi vs Absorbansi



Lampiran 10. Penentuan Selektivitas

1. Metode Spektrofotometri Visibel

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi Standar Pb	Absorbansi Standar Pb + plasebo (Standar Cd dan Standar Cu)
1	0,295	0,463
1	0,297	0,477
1	0,307	0,477
1	0,293	0,479
1	0,289	0,488
1	0,297	0,476
1	0,295	0,481
Rata-rata	0,296	0,477
RSD	1,86%	1,57%

Hasil Output SPSS Uji T-Test Selektivitas Metode Spektrofotometri Visibel

Independent Samples Test

	Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means						95% Confidence Interval of the Difference	
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	Std. Error Difference	Lower	Upper	
Abs	Equal variances assumed	.156	.700	-51.467	12	.000	-.181143	.003520	-.1888	-.173474
	Equal variances not assumed			-51.467	11.027	.000	-.181143	.003520	.1888	.173399

2. Metode Spektrofotometri Serapan Atom

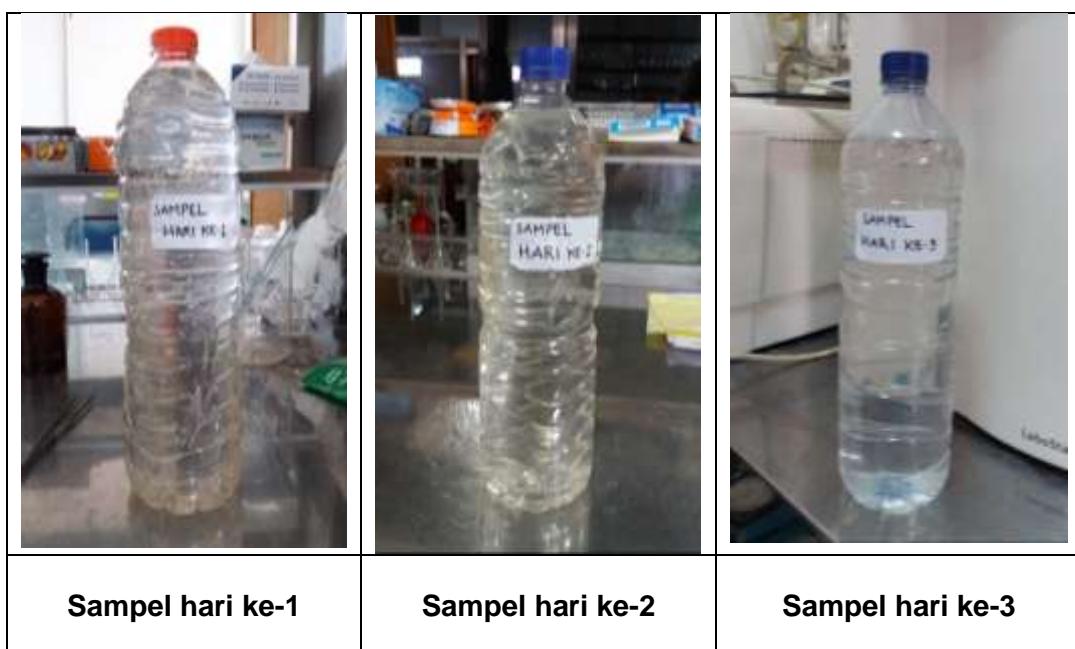
Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi	
	Standar Pb	Standar Pb + plasebo (Standar Cd dan Standar Cu)
1	0,023	0,022
1	0,023	0,023
1	0,023	0,023
1	0,023	0,023
1	0,022	0,023
1	0,023	0,023
1	0,023	0,023
Rata-rata	0,023	0,023
RSD	1,65%	1,65%

Hasil Output SPSS Uji T-Test Selektivitas Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Independent Samples Test

		Levene's Test for Equality of Variances		t-test for Equality of Means						95% Confidence Interval of the Difference	
		F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	Std. Error Difference	Lower	Upper	
Abs	Equal variances assumed	.000	1.000	.000	12	1.000	.000000	.000286	-.000623	.000623	
	Equal variances not assumed			.000	12.000	1.000	.000000	.000286	-.000623	.000623	

Lampiran 11. Gambar Sampel Limbah Cair



	
Sampel hari ke-4	Sampel hari ke-5

Lampiran 12. Gambar Proses Analisis Metode Spektrofotometri Visibel

	
Pengaturan pH larutan standar/sampel	Proses ekstraksi hingga membentuk lapisan air dan organik


Larutan seri standar timbal



Pengulangan preparasi sebanyak 7 kali pada salah satu sampel untuk uji presisi



Hasil ekstraksi blanko dan salah satu sampel

Lampiran 13. Gambar Proses Analisis Metode Spektrofotometri Serapan Atom

	
Proses destruksi sampel dengan HNO_3	Penyaringan sampel yang telah didestrusi

		
Hasil penyaringan sampel hari ke 1	Hasil penyaringan sampel hari ke 2	Hasil penyaringan sampel hari ke 3



Hasil penyaringan sampel
hari ke 4

Hasil penyaringan sampel
hari ke 5



Larutan seri standar timbal