

# Prosiding

# **SEMINAR NASIONAL KIMIA 2015**

**MENGGALI POTENSI KIMIA DAERAH SUMATERA UTARA  
UNTUK MENINGKATKAN DAYA SAING  
GENERASI PENERUS BANGSA**

**19 Mei 2015**  
**Hotel Madani Medan**

**Reviewer :**

Prof. Basuki Wirjosentono, M.S., Ph.D.  
Prof. Dr. Harlem Marpaung  
Prof. Dr. Seri Bima Sembiring, M.Sc.  
Prof. Dr. Tonel Barus  
Prof. Dr. Ramlan Silaban, M.Si

**Editor :**

Subur P. Pasaribu, S.Si, M.Si  
Wimpy Prendika  
Rahmad Zebua



**Kerjasama :**  
Pascasarjana Ilmu Kimia dan Departemen Kimia  
FMEIPA Universitas Sumatera Utara  
dengan  
Pascasarjana Pendidikan Kimia  
Universitas Negeri Medan

**Prosiding**  
**Seminar Nasional Kimia 2015**

**Menggali Potensi Kimia Daerah Sumatera Utara Untuk  
Meningkatkan Daya Saing Generasi Penerus Bangsa**

**Hotel Madani Medan, Selasa/ 19 Mei 2015**

**Kerjasama :**


**Pascasarjana Ilmu Kimia dan Departemen Kimia FMIPA  
Universitas Sumatera Utara  
dengan  
Pascasarjana Pendidikan Kimia  
Universitas Negeri Medan**

**Editor ;**

**Subur P Pasaribu, S.Si, M.Si  
Wimpy Prendika  
Rahmad Zebua**

**Reviewer ;**

**Prof. Basuki Wirjosentono, M.S., Ph.D  
Prof. Dr. Harlem Marpaung  
Prof. Dr. Seri Bima Sembiring, M.Sc  
Prof. Dr. Tonel Barus  
Prof. Dr. Ramlan Silaban, M.Si**

 **USU**press  
2015

**USU Press**

*Art Design, Publishing & Printing*

Gedung F

Jl. Universitas No. 9, Kampus USU

Medan, Indonesia

Telp. 061-8213737; Fax 061-8213737

Kunjungi kami di:

<http://usupress.usu.ac.id>

© USU Press 2015

Hak cipta dilindungi oleh undang-undang; dilarang memperbanyak, menyalin, merekam sebagian atau seluruh bagian buku ini dalam bahasa atau bentuk apapun tanpa izin tertulis dari penerbit.

ISBN: 979 458 819 9

*Perpustakaan Nasional: Katalog Dalam Terbitan (KDT)*

Prosiding Seminar Nasional Kimia 2015: Menggali Potensi Kimia Daerah Sumatera Utara untuk Meningkatkan Daya Saing Generasi Penerus Bangsa / Subur P Pasaribu [et.al] – Medan: USU Press, 2015

xxiii, 550 p.: ilus. ; 29 cm.

Bibliografi, Indeks.

ISBN: 979-458-819-9

1. Potensi
  2. Geneasi Penerus
- I. Judul

Dicetak di Medan, Indonesia

## KATA PENGANTAR

Puji Syukur kita panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas Karunia-Nya Prosiding Seminar Nasional Kimia 2015, yang diselenggarakan pada tanggal 19 Mei 2015 di Hotel Madani Medan Sumatera Utara yang mengangkat tema: **"Menggali Potensi Kimia Daerah Sumatera Utara untuk Meningkatkan Daya Saing Generasi Penerus Bangsa"**, dapat diselesaikan. Kami juga menyampaikan terima kasih kepada semua pihak yang telah banyak membantu dalam penyusunan prosiding ini

Seminar Nasional Kimia ini adalah seminar tahunan yang selalu diselenggarakan oleh Program Pascasarjana Kimia dan Departemen Kimia FMIPA USU. Pada Tahun ini seminar dilaksanakan kembali oleh Program Pascasarjana Kimia dan Departemen Kimia FMIPA USU yang bekerjasama dengan Program Pascasarjana Pendidikan Kimia UNIMED. Melalui seminar ini diharapkan dapat terpublikasi berbagai hasil penelitian, ide dan pemikiran para ilmuwan di bidang kimia, praktisi kimia dan pendidikan kimia dan menjadi media bagi peneliti, pemerintah dan *stake holder* lainnya untuk bekerjasama dan *sharing* terkait peran strategis kimia dan pendidikan kimia dalam upaya mempersiapkan dan meningkatkan daya saing generasi penerus dalam pembangunan bangsa Indonesia. Makalah yang termuat dalam Prosiding terdiri dari beberapa bagian yang mencakup makalah dari *Keynote Speaker* maupun yang telah melalui proses seleksi dalam Bidang Ilmu Kimia; Kimia Analitik dan Anorganik, Kimia Organik dan Biokimia, Kimia Fisika dan Polimer serta Pendidikan Kimia.

Akhirnya kami mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penerbitan prosiding ini dan semoga Prosiding ini dapat bermanfaat baik untuk kalangan kimiawan, pengguna ilmu kimia, pendidikan kimia maupun pembaca yang lain

Medan, Mei 2015

**Tim Editor**

## DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR.....	iii
SAMBUTAN KETUA PANITIA.....	iv
SAMBUTAN KETUA PROGRAM STUDI S2/S3 KIMIA SEKOLAH PASCASARJANA FMIPA USU.....	v
SAMBUTAN DEKAN FMIPA USU.....	vi
DAFTAR ISI.....	vii
SUSUNAN ACARA SEMINAR NASIONAL KIMIA 2015.....	xiv
JADWAL SEMINAR NASIONAL KIMIA 2015.....	xv

### MAKALAH KUNCI

TEKNOLOGI INFORMASI DAN KOMUNIKASI; PENERAPANNYA UNTUK SEKTOR KIMIA Dr. Ashwin Sasongko Sastrohubroto, M.Sc.....	3
PELUANG ILMU KIMIA DALAM PENGEMBANGAN AGROINDUSTRI DI SUMATERA UTARA Dr. Khrisna Surya Bhuana, M.S.....	6
MENGGALI UNGGULAN NASIONAL DAN DIAKUI GLOBAL BERBASIS SUMBER DAYA SUMATERA UTARA Prof. Basuki Wirjosentono, MS, Ph.D.....	11
PEMBELAJARAN KIMIA YANG MENDASAR SEBAGAI SALAH SATU SARANA UNTUK MENCIPTAKAN GENERASI EMAS Prof. Drs. Effendy, M.Pd, Ph.D.....	14
ARAH, STRATEGI DAN PENGEMBANGAN PEMBELAJARAN KIMIA DI INDONESIA Prof. Dr. Ramlan Silaban, M.Si.....	21

### MAKALAH UTAMA

VALIDASI METODE UJI DAN ESTIMASI KETIDAKPASTIAN PENETAPAN KADAR ION Cu DALAM AIR LIMBAH SECARA <i>INDUCTIVELY COUPLE PLASMA OPTICAL EMISSION SPECTROMETRY</i> (ICP-OES) (Studi Kasus di PT Pupuk Kalimantan Timur) Aman Sentosa Panggabean, Revita Pratiwi, Alimuddin.....	29
PERBANDINGAN EFEKTIVITAS I <sub>2</sub> DAN NaI SEBAGAI AGEN REAKSI FINKELSTEIN PADA NITRILISASI <i>P</i> -METOKSIBENZILKLORIDA Dwimaryam Suciati.....	39
EFISIENSI PENURUNAN ION LOGAM Cd <sup>2+</sup> DENGAN KOMBINASI BENTONIT DAN ARANG AKTIF TEMPURUNG KELAPA Irfan Syahputra, Zul Phadli Parinduri, Dewi Kasita, Pevi Riani.....	46

**VALIDASI METODE UJI DAN ESTIMASI KETIDAKPASTIAN PENETAPAN  
KADAR ION Cu DALAM AIR LIMBAH SECARA *INDUCTIVELY COUPLED  
PLASMA OPTICAL EMISSION SPECTROMETRY (ICP-OES)*  
(Studi Kasus di PT Pupuk Kalimantan Timur)**

Aman Sentosa Panggabean<sup>\*</sup>, Revita Pratiwi, Alimuddin  
Program Studi Kimia FMIPA Universitas Mulawarman-75119  
Email: amanspanggabean@yahoo.com

**ABSTRAK**

Penelitian tentang validasi metode dan estimasi ketidakpastian penetapan kadar ion Cu dalam air limbah secara *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES)* telah dilakukan. Validasi yang dilakukan meliputi penentuan linieritas, akurasi, presisi, limit deteksi, dan limit kuantitasi. Pada estimasi ketidakpastian pengukuran diperoleh beberapa parameter pengukuran seperti volume sampel, kemurnian standar, dan kedapatulangan. Kinerja analitik penentuan ion Cu dengan ICP-OES sangat baik, ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,999; kedapatulangan sebagai nilai RSD adalah 1,93 %, persentase perolehan kembali adalah  $102,13 \pm 3,58$  %. Limit deteksi (intensitas) 20,2402; limit kuantisasi (intensitas) 22,5554, dan ketidakpastian pengukuran adalah  $(0,0086 \pm 0,0019)$  mg/L. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ICP-OES dapat digunakan untuk analisis rutin pada penentuan ion Cu dalam sampel air limbah.

**Kata Kunci:** Validasi, ketidakpastian, Cu, ICP-OES.

**PENDAHULUAN**

Tuntutan perdagangan global dan diberlukukannya perdagangan bebas, menuntut industri di Indonesia untuk menyesuaikan aturan-aturan yang berlaku sejalan dengan aturan internasional. Salah satu cara yang ditempuh adalah dengan menerapkan pengelolaan laboratorium berdasarkan ISO/IEC 17025:2008. Dalam salah satu persyaratan teknis ISO/IEC 17025:2008 terdapat klausul yang mengatur tentang validasi metode pengujian dan estimasi ketidakpastian hasil uji yang harus ditetapkan pula.

Analisis kadar ion logam-logam berat dalam limbah cair di PT. Pupuk Kalimantan Timur telah dilakukan secara rutin di Laboratorium Lingkungan. Mengingat pentingnya analisis tersebut, pemilihan metode analisis yang tepat sangat diperlukan, sehingga menghasilkan metode yang baik.

Salah satu metode yang digunakan di laboratorium untuk menganalisis kadar ion logam seperti Cr, P, Ti dan logam-logam berat seperti Cd, Cu, Pb dan Zn dalam air limbah adalah ICP-OES (*Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*) (Abdullah *et al.*, 2007; Nugroho dkk., 2006). Metode analisis ion logam menggunakan ICP-OES di laboratorium belum masuk dalam ruang lingkup akreditasi KAN (Komite Akreditasi Nasional) (Anonim, 2008).

Untuk mengetahui kinerja peralatan uji dan memastikan bahwa metode pengukuran yang digunakan memberikan hasil yang dipercaya, maka validasi harus dilakukan (Panggabean *et al.*, 2013). Setelah dilakukan validasi dan estimasi ketidakpastian maka parameter ini dapat diajukan ke KAN untuk dimasukkan ke dalam ruang lingkup akreditasi sesuai dengan sistem mutu ISO/IEC 17025:2008.

Pada penelitian ini telah dilakukan validasi metode dan pengujian ketidakpastian pengukuran ion logam Cu menggunakan ICP-OES Varian 720 ES (Varian, 2006). Diharapkan dari hasil penelitian dapat diketahui kelayakan ICP-OES dalam menganalisis ion logam berat yang terkandung pada limbah cair, sehingga layak digunakan dalam analisis rutin di laboratorium lingkungan PT. Pupuk Kalimantan Timur dan dapat diajukan ke KAN untuk diakreditasi sebagai rujukan untuk masuk ruang lingkup akreditasi.

## METODOLOGI PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah ICP-OES Varian 720 ES, labu takar, buret, gelas ukur, pipet tetes, gelas piala, kaca arloji, hotplate, strirer, batang pengaduk, statif dan botol sampling.

Bahan-bahan yang digunakan terdiri dari larutan standar Cu 2 ppm bersertifikat ICP Multi Element Standard Solution V CentriPUR 1.10714.0500 Lot No. HC965804, contoh air limbah pabrik NPK, asam nitrat, aquabides, dan kertas saring.

### Persiapan Contoh

Jika sampel tidak jernih (terdapat endapan), dilakukan langkah awal yaitu sampel dimasukkan ke dalam gelas piala, ditambahkan 5 mL  $\text{HNO}_3$  pekat, ditutup dengan kaca arloji, lalu didestruksi menggunakan *hot plate*, dipanaskan perlahan-lahan hingga larutan menjadi jernih. Jika belum jernih, maka tambahkan lagi 5 mL  $\text{HNO}_3$  pekat dan dipanaskan kembali. Langkah ini dilakukan berulang hingga sampel jernih.

### Linieritas

Larutan standar Cu dengan variasi konsentrasi 0,05 - 2,00 mg/L diukur menggunakan ICP-OES sehingga diperoleh nilai intensitas dari deret standar.

### Akurasi

Pengukuran akurasi metode dilakukan dengan melakukan pengukuran standar adisi 0,1 mg/L sehingga diperoleh nilai intensitas yang akan dihitung perolehan kembalinya.

### Presisi

Presisi metode dilakukan dengan melakukan pengukuran sebanyak tujuh kali pengulangan terhadap salah satu standar, dalam hal ini dipilih standar 0,02 mg/L.

### Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi

Limit deteksi ditentukan dengan pengukuran intensitas ion Cu sebanyak tujuh kali pengulangan dalam larutan blanko.

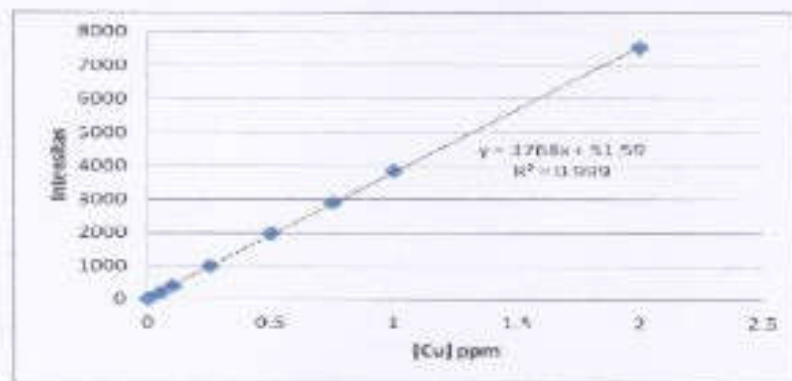
### Penetapan Ketidakpastian

*Repeatability* atau kedapatulangan ditetapkan dengan melakukan pengulangan pengukuran contoh yang sama sebanyak 7 kali. Penetapan ketidakpastian ion logam dalam limbah ditetapkan menggunakan perhitungan statistik dan non statistik melalui tahapan penentuan formula, identifikasi sumber kesalahan, penetapan ketidakpastian baku masing-masing sumber kesalahan dan ketidakpastian gabungannya, serta ketidakpastian diperluas. Hasil penetapan dilaporkan dalam format pelaporan hasil uji  $y \pm U$  (Anonim, 2007).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode memperoleh hasil uji berbanding lurus dengan konsentrasi analit dalam suatu rentang yang ditetapkan (Panggabean dkk., 2012). Linearitas ditetapkan untuk mengetahui sampai sejauh mana rentang hasil pembacaan suatu alat dapat memberikan hasil yang linier. Hasil pembacaan dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva Kalibrasi Ion Logam Cu

Dari hasil pengujian linearitas, diperoleh koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,999 untuk logam Cu. Nilai koefisien korelasi yang diperoleh ini lebih besar dari persyaratan yaitu  $> 0,995$  (Miller dan Miller, 1991). Hal ini menunjukkan bahwa hubungan antara konsentrasi dan absorbansi berbanding lurus dimana semakin besar konsentrasi, semakin besar pula intensitasnya. Cu dalam standar bersifat stabil, matriks pengganggu jumlahnya sedikit sehingga dalam pengujian standar, nilai koefisien korelasi bisa mendekati satu. Jika dilihat dari linearitasnya metode ini layak untuk digunakan.

### Akurasi

Akurasi merupakan ukuran ketepatan dari suatu metode pengujian, atau kedekatan antara nilai hasil uji yang diukur, atau nilai konvensional atau nilai acuan yang dapat diterima (Anonim, 2003). Pada penelitian ini, akurasi diukur dengan metode spike standar. Standar yang digunakan adalah standar 0,01 mg/L. Hasil pengukuran dapat dilihat pada Tabel 1.

Larutan yang digunakan untuk mencari nilai akurasi adalah standar bersertifikat. Standar tersebut telah diencerkan sedemikian rupa hingga diperoleh nilai standar yang terkecil dan mendekati nilai konsentrasi sampel. Hasil % *Recovery* yang diperoleh sebesar  $102,13 \pm 3,58\%$ . Nilai % *Recovery* yang diperoleh memenuhi syarat sehingga metode ini layak digunakan (Anonim, 2003).



Tabel 1. Data pengukuran akurasi ion Cu

Ulangan	Konsentrasi Sampel + Standar	%Recovery
1	0,0184	104,25
2	0,0182	102,13
3	0,0185	105,32
4	0,0179	98,94
5	0,0176	95,75
6	0,0185	105,32
7	0,0183	103,19
Rata-Rata		102,13 ± 3,58

Keterangan : Konsentrasi Sampel = 0,0086 mg/L

Konsentrasi standar (*spike*) = 0,0094 mg/L

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

#### Presisi

Presisi diperoleh dengan menggunakan data hasil pengukuran akurasi, yaitu mengukur standar konsentrasi 0,02 mg/L. Dari hasil pengukuran, diperoleh data seperti dalam Tabel 2.

Tabel 2. Data pengukuran presisi standar Cu 0,02 mg/L

No	Cu	
	[mg/L]	Intensitas
1	0,0188	131,90
2	0,0186	131,33
3	0,0189	132,41
4	0,0182	129,77
5	0,0179	128,75
6	0,0188	131,97
7	0,0186	131,82
Rata-rata	0,0186	131,14
SD	0,0036	1,35
% RSD	1,93	1,03

Dari hasil pengujian repeatabilitas, standar deviasi yang diperoleh yaitu 0,0036. Hal ini menunjukkan bahwa hasil pengujian contoh cukup bervariasi. RSD yang diperoleh sebesar 1,93%, nilai ini masih memenuhi persyaratan (Kantawibrata, 2005). Hal ini menunjukkan bahwa metode ini memberikan hasil pengukuran yang cukup konsisten. Variasi data yang diperoleh dapat terjadi karena adanya kesalahan acak. Kesalahan ini memiliki sifat tidak tetap dan dapat menimbulkan penyimpangan yang tidak membentuk pola. Kesalahan ini dapat mengakibatkan data yang tidak beraturan. Kesalahan acak ini disebabkan antara lain karena kondisi lingkungan yang tidak stabil dan sikap atau kesalahan analis pada saat pengambilan contoh.

### Limit Deteksi dan Limit Kuantitas

Limit deteksi ditetapkan dengan mengukur absorbansi larutan blanko sebanyak 7 kali ulangan. Data yang diperoleh dihitung rata-rata dan simpangan baku. Nilai ini telah memberikan respon intensitas terkecil yang dapat dideteksi oleh alat. Sebelumnya, dilakukan percobaan dengan menggunakan standar 0,010 mg/L dan dapat terbaca, kemudian dilakukan lagi pengenceran yaitu 0,005 mg/L. Setelah itu dicoba lagi mengukur larutan dengan konsentrasi lebih kecil dari 0,005 mg/L yaitu 0 mg/L.

Tabel 3. Nilai Limit Deteksi dan Limit Kuantitas.

No	Intensitas Blanko
1	19,543
2	19,720
3	19,429
4	18,939
5	19,015
6	19,247
7	18,843
Rata-rata	19,248
SD	0,3308
LOD	20,2402
LOQ	22,5554

Limit Deteksi (LOD)

$$\text{LOD} = \bar{X} + 3\text{SD}$$

$$\text{LOD} = 19,248 + (3 \times 0,3307481)$$

$$\text{LOD} = 20,240244$$

Limit Kuantisasi (LOQ)

$$\text{LOQ} = \bar{X} + 10\text{SD}$$

$$\text{LOQ} = 19,248 + (10 \times 0,3307481)$$

$$\text{LOQ} = 22,555481$$

Standar Deviasi (SD) yang ditetapkan berdasarkan perhitungan secara statistik dari pengukuran larutan blanko. Limit deteksi dihitung dengan cara konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai rata-rata blanko contoh + 3 SD. Besarnya limit deteksi (intensitas) yang diperoleh dari perhitungan adalah 20,2402. Sedangkan nilai limit kuantisasi yang diperoleh dari perhitungan konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai rata-rata blanko contoh + 10 SD. Besarnya limit kuantisasi (intensitas) yang diperoleh adalah 22,5554. Nilai limit kuantisasi ini dianggap sebagai nilai batas pelaporan atau nilai yang dianggap layak dan aman untuk dilaporkan sebagai konsentrasi terkecil yang akan terbaca melalui metode yang divalidasi (Miller dan Miller, 1991).

Pada konsentrasi kecil alat sangat terbatas dalam membedakan sinyal. Sangat sulit bagi detektor dapat membedakan antara blanko atau pelarut dengan sample dalam

rentang konsentrasi ini. Hal ini mengakibatkan bervariasinya konsentrasi yang diperoleh pada penelitian.

#### Estimasi Ketidakpastian

Pada penelitian ini estimasi ketidakpastian penetapan konsentrasi Cu dalam sampel limbah dilakukan sebanyak tujuh kali pengulangan. Hasil dari penetapan konsentrasi Cu dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Data pengukuran konsentrasi Cu dalam sampel

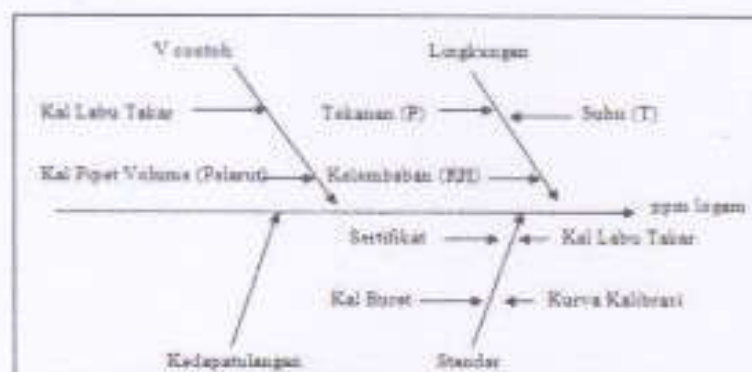
No	Konsentrasi Cu (mg/L)
1	0,008529
2	0,008556
3	0,008560
4	0,008855
5	0,008759
6	0,008731
7	0,008543
Rata-rata	0,008645
SD	0,000131
RSD	0,015184
% RSD	1,52 %

Penetapan Cu dalam air limbah dengan ICP-OES memberikan presentasi relatif standar deviasi yaitu 1,52%. Nilai % RSD menyatakan keterulangan suatu pengukuran analisis, yaitu kemampuan menghasilkan ketelitian hasil uji dengan menggunakan secara berulang prosedur analisis dalam periode singkat, menggunakan laboratorium yang sama dan analisis yang sama. Semakin kecil nilai RSD maka semakin baik keterulangannya dan semakin baik pula presisi yang diperoleh. Nilai persentase RSD yang diperoleh memenuhi persyaratan Horwitz. Berdasarkan persamaan Horwitz, % RSD yang dapat diterima dari konsentrasi 0.01 mg/L adalah < 21,44% (Kantastabrata, 2005).

Berdasarkan model matematis dari penetapan Cu yaitu:

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{\text{Volume sampel (25 ml)} - \text{Volume HNO}_3 \text{ (2ml)}}{\text{volume sampel (ml)}} \times \text{Pembacaan ICP}$$

maka diidentifikasi sumber-sumber ketidakpastiannya dengan membuat *fishbone* dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Sumber-sumber Ketidakpastian

Karena lingkungan tempat bekerja stabil dan tidak memberikan pengaruh secara langsung terhadap hasil, maka sumber ketidakpastian dari lingkungan dapat diabaikan. Selain itu, pengaruh kesalahan dari lingkungan juga telah terwakili oleh kedapatulangan.

Sumber-sumber ketidakpastian dari penetapan kadar Cu adalah Volume contoh, Kedapatulangan, dan Standar. Penyebab dari setiap pengujian ini dikuantitaskan masing-masing komponennya dengan tipe A atau tipe B. Komponen ini disebut juga sebagai Ketidakpastian Baku ( $u$ ) (Anonim, 2007). Evaluasi dari ketiga sumber utama ketidakpastian baku dalam percobaan ini adalah:

#### 1. Ketidakpastian Baku Asal Volume Contoh

Ketidakpastian baku asal volume contoh merupakan gabungan dari ketidakpastian baku asal volume labu takar dan volume pipet volume.

##### a. Ketidakpastian Baku Asal Volume Labu Takar 25 mL

Ketidakpastian baku diperoleh dari hasil sertifikat kalibrasi labu takar dan efek temperatur. Labu takar merupakan labu yang digunakan ketika melarutkan sampel. Berdasarkan hasil kalibrasi labu takar, diperoleh nilai ketidakpastian 0.012 dengan kepercayaan 95% ( $k=2$ ) sehingga diperoleh ketidakpastian asal kalibrasi adalah 0.006. Ketidakpastian dari efek temperatur diperoleh dari rumus:  $u \times C \times V/\sqrt{3}$ , dengan nilai  $u$  adalah koefisien muai air yaitu  $0.00021 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ,  $C$  adalah variasi suhu di laboratorium yaitu  $\pm 5 \text{ } ^\circ\text{C}$  dan  $V$  adalah volume labu takar yang digunakan. Dari rumus ini diperoleh nilai ketidakpastian efek temperatur sebesar 0.015155445. Dengan demikian ketidakpastian baku volume labu takar 25 mL adalah 0.016299923 mL.

##### b. Ketidakpastian Baku Asal Pipet Volume 2 mL

Ketidakpastian baku diperoleh dari hasil sertifikat kalibrasi pipet volume dan efek temperatur. Pipet volume merupakan pipet yang digunakan saat penambahan  $\text{HNO}_3$ . Berdasarkan hasil kalibrasi pipet volume, diperoleh nilai ketidakpastian 0.0031 dengan kepercayaan 95% ( $k=2$ ) sehingga diperoleh ketidakpastian asal kalibrasi adalah 0.00155. Ketidakpastian dari efek temperatur diperoleh dari rumus:  $u \times C \times V/\sqrt{3}$ , dengan nilai  $u$

adalah koefisien muai air yaitu  $0,00021\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ,  $C$  adalah variasi suhu di laboratorium yaitu  $\pm 5^{\circ}\text{C}$  dan  $V$  adalah volume pipet volume yang digunakan. Dari rumus ini diperoleh nilai ketidakpastian efek temperatur sebesar  $0,001212436$ . Dengan demikian ketidakpastian baku pipet volume  $2\text{ mL}$  adalah  $0,001967867\text{ mL}$ . Dari nilai poin  $a$  dan  $b$  maka diperoleh ketidakpastian baku asal volume contoh yaitu  $0,016418282\text{ mL}$ .

## 2. Ketidakpastian Baku Asal Kedapatulangan

Ketidakpastian baku asal kedapatulangan diperoleh dari nilai pengukuran contoh secara berulang sehingga diperoleh nilai RSD-nya. Berdasarkan hasil pengulangan diperoleh nilai rata-rata  $0,008648\text{ mg/L}$ , SD  $0,0001313$  sehingga diperoleh nilai RSD sebesar  $0,01518445$ . Dengan demikian nilai ketidakpastian baku asal kedapatulangan adalah sama dengan RSD yaitu  $0,01518445$ .

## 3. Ketidakpastian Baku Asal Standar

Ketidakpastian baku asal standar merupakan gabungan dari ketidakpastian baku asal volume buret, labu takar, kurva kalibrasi, dan kemurnian standar.

### a. Ketidakpastian Baku Asal Volume Labu Takar $100\text{ mL}$

Ketidakpastian baku diperoleh dari hasil sertifikat kalibrasi labu takar dan efek temperatur. Labu takar merupakan labu yang digunakan ketika membuat deret standar. Berdasarkan hasil kalibrasi labu takar, diperoleh nilai ketidakpastian  $0,053$  dengan kepercayaan  $95\%$  ( $k=2$ ) sehingga diperoleh ketidakpastian asal kalibrasi adalah  $0,0345$ . Ketidakpastian dari efek temperatur diperoleh dari rumus:  $\alpha \times C \times V/\sqrt{3}$ , dengan nilai  $\alpha$  adalah koefisien muai air yaitu  $0,00021\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ,  $C$  adalah variasi suhu di laboratorium yaitu  $\pm 5^{\circ}\text{C}$  dan  $V$  adalah volume labu takar yang digunakan. Dari rumus tersebut diperoleh nilai ketidakpastian efek temperatur sebesar  $0,000621778$ . Dengan demikian ketidakpastian baku volume labu takar  $100\text{ mL}$  adalah  $0,066160789\text{ mL}$ .

### b. Ketidakpastian Baku Asal Buret $50\text{ mL}$

Ketidakpastian baku diperoleh dari hasil sertifikat kalibrasi buret dan efek temperatur. Buret yang dimaksud adalah buret yang digunakan saat membuat deret standar. Berdasarkan hasil kalibrasi buret, diperoleh nilai ketidakpastian  $0,014$  dengan kepercayaan  $95\%$  ( $k=2$ ) sehingga diperoleh ketidakpastian asal kalibrasi adalah  $0,007$ . Ketidakpastian dari efek temperatur diperoleh dari rumus:  $\alpha \times C \times V/\sqrt{3}$ , dengan nilai  $\alpha$  adalah koefisien muai air yaitu  $0,00021\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ,  $C$  adalah variasi suhu di laboratorium yaitu  $\pm 5^{\circ}\text{C}$  dan  $V$  adalah volume labu takar yang digunakan. Dari rumus tersebut diperoleh nilai ketidakpastian efek temperatur sebesar  $0,030310889$ . Dengan demikian ketidakpastian baku volume buret  $25\text{ mL}$  adalah  $0,03110868\text{ mL}$ .

### c. Ketidakpastian Baku Asal Kurva Kalibrasi

Ketidakpastian baku diperoleh dari hasil pengukuran linieritas (kurva kalibrasi) yang menghasilkan persamaan garis linier ( $y = a + bx$ ). Berdasarkan hasil persamaan regresi linier diperoleh nilai  $y = 3768,714x + 51,59$ .

#### d. Ketidakpastian Baku Asal Kemurnian Standar

Ketidakpastian baku diperoleh dari sertifikat standar ICP yang digunakan. Standar yang digunakan sebagai standar induk adalah konsentrasi 2 mg/L dengan ketidakpastian 20% dari nilai sertifikat, kepercayaan 95% ( $k=2$ ), sehingga diperoleh ketidakpastian baku asal kemurnian standar adalah 0,4 mg/L.

Dari nilai poin a, b, c dan d maka diperoleh ketidakpastian baku asal standar yaitu 0,213228577. Hasil perhitungan dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Sumber-Sumber Ketidakpastian Cu

Asal	$\mu x$	Satuan	x	Satuan	$\mu x/x$	$(\mu x/x)^2$
Volume Contoh	0,016418282	mL	25	mL	0,00066	0,0000004313
Standar	0,213228577	mg/L	2	mg/L	0,10661	0,0113666065
Kedapatulangan	0,01518445	-	1	-	0,01518	0,0002305675

Jumlah 0,0115976053

$\mu c$  0,1076921786

$$\begin{aligned} \text{Ketidakpastian sampel } (\mu c) &= \text{kadar sampel} \times \mu c \\ &= 0,00864 \text{ mg/L} \times 0,1076921786 \\ &= 0,000931276 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Ketidakpastian diperluas (U)} &= k \times \mu c ; (\text{nilai } k = 2 \text{ dengan kepercayaan } 95\%) \\ &= 2 \times 0,000931276 \text{ mg/L} \\ &= 0,0019 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{mg/L Pelaporan Hasil Cu} &= Y \pm U \\ &= (0,0086 \pm 0,0019) \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Dari data di atas dapat diperoleh hasil yaitu ketidakpastian baku gabungan adalah 0,1076921786 mg/L, ketidakpastian sampel adalah 0,000931276 mg/L dan ketidakpastian diperluas adalah 0,0019 mg/L. Dengan demikian, pelaporan hasil untuk penetapan ion Cu menggunakan ICP OES yaitu  $(0,0086 \pm 0,0019) \text{ mg/L}$  dengan kepercayaan 95%.

#### KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Hasil pengukuran kinerja analitik pada penentuan kadar ion Cu dengan ICP-OES diperoleh Linearitas dengan koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,999, % Recovery 102,13  $\pm$  3,58 %, uji presisi dengan nilai RSD sebesar 1,93%, limit deteksi dan limit kuantitasi (intensitas) adalah 20,2402 dan 22,5554, dan ketidakpastian penetapan yaitu  $(0,0086 \pm 0,0019) \text{ mg/L}$ .

2. Berdasarkan hasil diatas, metode analisis ion logam Cu menggunakan ICP-OES pada limbah cair telah memenuhi syarat laboratorium, sehingga dapat diujikan ke dalam ruang lingkup akreditasi KAN dan dapat digunakan untuk analisis rutin.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih diucapkan kepada Pimpinan dan staf PT. Pupuk Kalimantan Timur atas fasilitas laboratorium dan sampel yang diberikan, dalam pelaksanaan penelitian ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M.H, Sisi, J., and Azis, A.Z. (2007). *Heavy metals (Cd, Cu, Cr, Pb dan Zn) in Meretix Roding, Water, and Sediments from Estuarine in Sabah, North Borneo*. Int. J. of Env. and Sci Edu. 2, pp. 69-74.
- Anonim. (2003). *Kursus Ketelurusan Pengukuran dan Validasi Metode*. Pusat Penelitian Kimia LIPI, Bandung.
- Anonim. (2007). *Ketidaktepatan Pengukuran*. Pusat Penelitian KIM LIPI Serpong.
- Anonim. (2008). *ISO/IEC 17025:2008*. Komite Akreditasi Nasional. Jakarta.
- Kantasubrata, J. (2005). *Validasi Metode*. Pusat Penelitian Kimia LIPI Bandung.
- Miller, J.C. dan J.N. Miller. (1991). *Statistika untuk Kimia Analitik*. Edisi ke dua. Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Nugroho A., Wahyono H dan Fatima S. (2006). *Validasi Metode ICP-AES Plasma 40 untuk Pengukuran Unsur Cr, P, Ti*. Jurnal Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir, BATAN, 12(2), Hal. 100-107.
- Panggabean, A.S., Pasaribu, S.P., Sari, I.Y.L. 2012. *Prakonsentrasi ion Cu(II) Berbasis Mikrokapsul Ca-Alginat Secara off-Line Dengan Metode kolom*. Chemistry Progress 5(2), Hal. 70-76.
- Panggabean, A.S., Pasaribu, S.P., Anron, M.B., Buchari (2013). *Gas-liquid Separator Integrated to HG-QFAAS Method for Determination of Tin at Trace Levels in the Water Samples*. Eurasian Journal of Analytical Chemistry, 8(1), pp. 17-27.
- Varian. (2006). *Manual Book Varian 700-ESSeries ICP Optical Emission Spectrometers*. Australia.