JURNAL KIMIA MULAWARMAN
Vol 23, No. 2, Jan - Jun 2026 pp. 60-69
https://jurnal.kimia.fmipa.unmul.ac.id/index.php/JKM
P-ISSN 1693-5616 E-ISSN 2476-9258

Method Verification for The Determination of Cu and Zn Metal Ions in Seawater using Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES)

Adinda Anno Meitasari [a], Subur P. Pasaribu [b], Aman Sentosa Panggabean [c,*]

[a] Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman, Samarinda, Indonesia
* Corresponding Author: amanspanggabean@yahoo.com

ABSTRACT

Research on verification of the method for determining Cu and Zn metal ions using ICP-OES for seawater samples, namely AL-1 and AL-2, has been carried out. The verification value for Cu metal is Linearity = 1,000; Accuracy (% trueness) = 100.7; % bias = -0.74; Precision (% RSD = 1.47 ≤ 2/3 % CV Horwitz = 16.82); % Recovery = 100.2%; MDL = 0.01; LOQ = 0.05; Uncertainty value = 0.03; Low repeatability (% RSD = 2.17 < 0.5 CV Horwitz = 7.13); middle (% RSD = 0.67 < 0.5 CV Horwitz = 6.72); high (% RSD = 0.72 < 0.5 CV Horwitz = 5.85); Reproducibility (horrat value) low = 0.58; middle = 0.38 and high = 0.34. The verification value of Zn metal is Linearity = 1,000; Accuracy (% trueness) = 95.1; % bias = 4.93; Precision (% RSD = 10.10 ≤ 2/3 % CV Horwitz = 16.94); % Recovery = 95.6%; MDL = 0.01; LOQ = 0.05; Uncertainty value = 0.04. Low repeatability (% RSD = 1.17 < 0.5 CV Horwitz = 7.17); middle (% RSD = 0.69 < 0.5 CV Horwitz = 6.28); high (% RSD = 0.70 < 0.5 CV Horwitz = 5.85). Reproducibility (horrat value) low concentration = 0.57; medium concentration = 0.50; high concentration = 0.33. The sample concentrations and uncertainties of Cu and Zn metals are AL-1 (0.25 ± 0.03) and (0.01 ± 0.04); AL-2 (0.30 ± 0.03) and (0.40 ± 0.04). The measurement results show that the verification parameter values are requirements for determining metals in seawater.

This is an open-access article under the CC–BY-SA license.

OPEN ACCESS

Article History
Received 2024-11-22
Revised 2026-04-21
Accepted 2026-05-24
Publish 2026-05-31

Keywords
Verification,
Cu,
Zn,
ICP-OES.

1. Pendahuluan

Laut merupakan salah satu sumber kehidupan makhluk hidup. Kualitas suatu perairan dapat diketahui dengan mengukur parameter fisika dan juga kimia [1]. Pemerintah Indonesia telah mengeluarkan peraturan penyelenggaraan perlindungan dan pengelolaan lingkungan hidup Nomor 22 tahun 2021 tentang baku mutu air laut yang mencakup parameter fisika, kimia dan biologi [2]. Adapun peneliti telah melakukan analisa terhadap kualitas air laut dan sebaran indeks pencemaran dipesisir utara Kecamatan Palang-Tuban dimusim kemarau sesuai dengan PPRI No 22 tahun 2021 [3] dan Penentuan kualitas status baku mutu air laut yang menggunakan standar indeks pencemaran pada perairan Bontang sesuai dengan PPRI No. 22 tahun 2021 [4].

Dalam hal analisis, ICP-OES juga dapat digunakan sebagai salah satu instrument analisa untuk sample air khususnya air laut. ICP-OES adalah alat ukur yang mampu mengidentifikasi dan mengukur unsur logam secara bersamaan dan berbeda. ICP-OES sangat cocok untuk mengukur berbagai konsentrasi unsur mulai dari ultra-trace hingga komponen utama. Hal ini karena batas deteksi umumnya rendah pada kisaran mg/L sampai dengan µg/L [5].

Metode Validasi/Verifikasi merupakan salah satu teknik untuk mengkonformasi suatu metode yang telah dibuat oleh suatu badan standarisasi melalui serangkaian penelitian yang kemudian prosedur dan data yang diperoleh dapat dijadikan standar atau landasan untuk

melakukan serangkaian penelitian ulang terhadap metode tersebut di tempat, kondisi dan peralatan yang berbeda [6]. Parameter yang dilakukan kerap kali lebih lengkap jika dibandingkan dengan metode analisis rutin yaitu linearitas, akurasi, presisi, limit deteksi dan batas kuantisasi [5].

Dalam hal ini telah dilakukan serangkaian validasi oleh beberapa peneliti dengan instrumen Inductively Coupled Plasma diantaranya adalah validasi metode logam Pb, Cr, Cu, Zn, Ni, Co, Fe dan Mn pada air dengan ICP-OES [7]. Validasi metode penentuan Pb, Cd dan Cr yang terlarut dalam limbah cair industri tekstil ICP-OES Prodigy7 [8]. Verifikasi metode uji penentuan boron pada pupuk campuran NPK menggunakan Inductively Couple Plasma Optical Emission Spectrometry [5]. Beberapa penelitian yang melakukan validasi dengan uji ripitabilitas, reprodusibilitas (nilai horrat) dan ketidakpastian adalah sebagai berikut; modifikasi pemisahan gas-cair pada CV-AAS pada penentuan merkuri dalam sampel air limbah industri [9]. Prakonsenrasi ion Cd (II) pada sampel pupuk NPK menggunakan material alumina teraktivasi sebagai pengisi kolom [10]. Komparasi metode aktivasi neutron dengan SSA pada unsur atom Zn dalam sampel makanan [11].

Dalam penelitian ini, telah dilakukan verifikasi logam Cu dan Zn dengan metode Inductively Couple Plasma (ICP-OES). Kebaruan penelitian ini adalah pada tingkat metode analisa yang spesifik terhadap air laut sehingga nilai yang dihasil dapat dianggap mampu telusur. Kemudian pada tahap akurasi menggunakan Certificate Reference Material (CRM) dari ERA dimana ERA adalah salah satu providers terkemuka dalam penyelenggara profesiensi dan material tersertifikasi lebih dari 80 negara.

2. Metode

Berikut adalah beberapa metode yang diaplikasikan pada penelitian ini, dimulai dari preparasi contoh hingga uji Reprodusibilitas.

2.1. Preparasi contoh uji (digest dengan HNO3 / HCl)

Pindahkan volume terukur sampel 100 mL yang sudah homogen dengan pengawet contoh ke dalam gelas piala dan disesuaikan dengan perkiraan konsentrasi contoh uji. Tambahkan 3 mL HNO3 pekat dan tutup dengan kaca arloji (lakukan di dalam lemari asam). Tempatkan gelas piala di atas penangas air dan uapkan dengan hati-hati sampai kurang dari 5 mL. Dinginkan dan bilas dinding gelas piala dengan air bebas mineral dan tambahkan 5 mL HNO3 pekat. Tutup wadah dengan kaca arloji dan simpan di atas pemanas listrik. Tingkatkan suhu pemanas listrik sedemikian hingga mendidih. Lanjutkan pemanasan sampai tidak terbentuk gas NO2 (umumnya ditunjukkan dengan perubahan warna menjadi kuning kecoklatan). Jika destruksi belum sempurna (ditandai dengan contoh uji yang keruh) tambahkan asam sesuai kebutuhan. Setelah dingin tambahkan 10 mL HCl 1:1 dan 15 mL air bebas mineral, kemudian panaskan kembali hingga 15 menit. Dinginkan, cuci dinding gelas piala dan kaca arloji dengan air bebas mineral, kemudian pindahkan filtrat secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL.

2.2. Blanko koreksi

Kurangi hasil pembacaan standar dengan hasil pembacaan blanko kalibrasi untuk mengkompensasi fluktuasi baseline. Pastikan bahwa blanko kalibrasi yang digunakan untuk koreksi standar tidak terkontaminasi pada saat pengukuran. Gunakan hasil pengujian blanko metode untuk mengkoreksi kontaminasi pereaksi.

2.3. Uji Linearitas dan Sampel

Aspirasikan larutan blanko pengujian dan larutan kerja logam campuran ke dalam ICP-OES. Buatlah kurva kalibrasi dan ditentukan persamaan garis lurusnya. Jika koefisien korelasi regresi linier (r) lebih kecil dari 0,995, ulangi langkah sebelumnya hingga diperoleh nilai koefisien r ≥ 0,995. Aspirasikan larutan blanko metode dan contoh uji ke dalam ICP-OES, kemudian rekam hasil pengukuran.

2.4. Uji Akurasi (Trueness)

Penentuan trueness dilakukan dengan menggunakan Certified Reffrance Material (CRM) Supply Metals dari ERA yang dibuat dalam 1000 mL. Sebanyak 2 mL HNO3 0,01 % dipipet ke

 ISSN 2476-9258

dalam labu ukur 1000 mL yang sebelumnya telah ditambahkan sekitar 100 mL aquabides. Homogenkan campuran secara perlahan kemudian pipet 5 mL (CRM) Supply Metals dari ERA ke dalam campuran tersebut dan tambahkan aquades hingga tanda tera. Langkah selanjutnya adalah mempreparasi CRM yang telah dibuat sesuai dengan preparasi sampel kemudian dibaca menggunakan ICP-OES untuk logam Cu pada panjang gelombang 324,754 nm dan 213,857 nm untuk logam Zn. Langkah pembacaan CRM pada ICP-OES diulangi sebanyak 10 kali pengulangan untuk mendapatkan nilai akurasi. Penentuan bias diperoleh dari pengukuran Certified Reffrance Material (CRM) Supply Metals dari ERA yang dimana nilai %R trueness yang dikurang dengan 100 dalam satuan persen (%).

2.5. Uji Presisi, Recovery, MDL dan LOQ

Sebanyak 1 mL larutan standar campuran 2 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 50 mL. Larutan dalam labu ukur ditera menggunakan sampel yang sebelumnya telah diukur dengan ICP-OES dan diketahui konsentrasinya. Ulangi langkah tersebut 10 kali dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang Cu 324,754 nm dan Zn 213,587 nm.

2.6. Uji Ripitabilitas

Penentuan ripitabilitas dilakukan dengan menggunakan 3 konsentrasi larutan standar yaitu lowrange, middlerange dan highrange. Pengerjaan dilakukan dengan analis yang sama. Diulangi langkah menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 324,754 nm untuk logam Cu dan 213,857 nm untuk logam Zn.

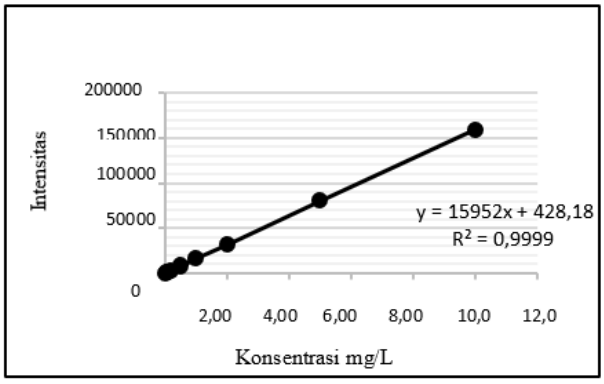
2.7. Uji Reprodusibilitas

Penentuan reprodusibilitas dilakukan dengan analis yang berbeda dan menggunakan 3 konsentrasi larutan standar yaitu lowrange, middlerange dan highrange. Diulangi langkah sebanyak 10 kali dan ukur serapan intensitas menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 324,754 nm untuk logam Cu dan 213,857 nm untuk logam Zn dengan analis yang berbeda.

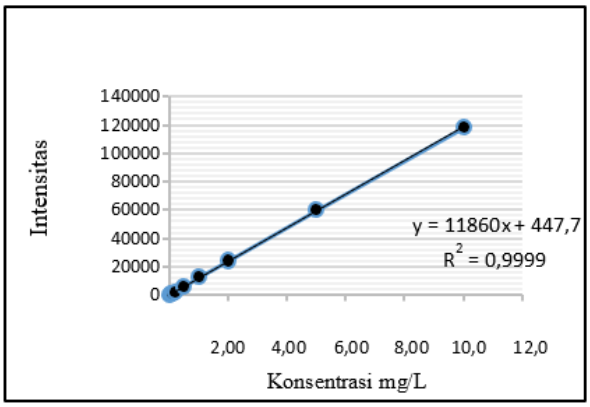
3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Linearitas

Linearitas adalah koefisien korelasi antara konsentrasi suatu analit dengan respon instrument yang digunakan. Koefisien korelasi dilambangkan dengan rumus r atau R2. Linieritas yang baik berada pada nilai r = 1 [5]. Dalam hal ini, alat yang diverifikasi adalah ICP-OES yang merupakan salah satu instrument pembacaan logam yang termasuk kategori selektif, spesifik dan sensitif untuk mendeteksi logam berat. Korelasi tersebut tertuang dalam kurva absorbansi berbanding dengan konsentrasi yang akan dijabarkan dalam gambar berikut.



Gambar 1. Kurva Linearitas Pengukuran Logam Cu Konsentrasi mg/L



Gambar 2. Kurva Linearitas Pengukuran Logam Zn Konsentrasi mg/L

Hasil uji linearitas menunjukkan nilai yang diperoleh pada masing-masing logam yaitu Cu dan Zn. Pada tabel 4.2. Nilai kurva kalibrasi logam Cu dan Zn, keduanya memberikan nilai korelasi r = 1 dan nilai R2 yang sama yaitu 0,9999. Yang menandakan bahwa tingkat linieritas 1 atau dinyatakan linier. Pada logam Cu nilai y memberikan nilai 11860x + 447,7 yang menyatakan bahwa nilai a > 0 yang ditunjukkan pada 11860. Nilai tersebut menggambarkan tentang garis pada persamaan linear akan bergerak dari kiri bawah ke kanan atas. Sedangkan nilai b yang bernilai positif ditunjukan dengan angka +447,7. Pada logam Zn, nilai y adalah 15952x + 428,18. Hal ini sama dengan logam Cu. Dimana garis persamaan linier akan bergerak dari arah kiri bawah ke kanan atas.

3.2. Akurasi

Akurasi ialah suatu nilai yang menunjukan derajat kesamaan nilai hasil analisis yang dibandingkan dengan keadaan asli dari nilai konsentrasi sebenarnya [12]. Dalam hal ini, telah dilakukan penentuan akurasi dengan nilai sebagai berikut.

Tabel 1. Nilai %trueness dan %bias Logam Cu dan Zn dalam air laut

Informasi Certificate Reference Material (CRM) Supply Metals						
Logam Cu (mg/L)			**Logam Zn (mg/L)**			
Cat No.	697		Cat No.	697		
Lot No.	S312-697		Lot No.	S312-697		
Certified value (mg/L)	0,41		Certified value (mg/L)	1,42		
Acceptance Limits (mg/L)	0,36-0,45		Acceptance Limits (mg/L)	1,29-1,56		
Uncertainty (%)	1,60		Uncertainty (%)	2,20		
	Hasil (mg/L)		**Trueness (% R)**		**% Bias Metode**	
	Cu	**Zn**	**Cu**	**Zn**	**Cu**	**Zn**
Rerata	0,42	1,35	100,7	95,1	-0,74	4,93

Dari tabel berikut memperlihatkan nilai yang tertera yaitu ada 3 jenis yaitu nilai rerata pembacaan CRM Supply Metals dalam satuan mg/L, Trueness (%R) dan bias Metode (%). Masing-masing logam memberikan hasil yang berbeda. Untuk logam Cu, rerata hasil pembacaan CRM Supply Metals memberikan nilai 0,41 mg/L sedangkan logam Zn memberikan nilai 1,35 mg/L. Nilai Trueness masing-masing memberikan nilai Cu adalah 100,7 % dan Zn adalah 95,1 %. Untuk nilai bias metode memberikan nilai Cu adalah -0,74 dan Zn adalah 4,93. Dari data diatas dapat dijelaskan bahwa logam Cu memiliki nilai pembacaan CRM yang mendekati nilai tengah CRM sesuai dengan yang tertera pada sertifikat yaitu 0,407 mg/L dengan nilai %trueness yang spesifik 100 % dan nilai bias rerata yang mendekati nilai 1. Untuk nilai CRM logam Zn memiliki nilai tengah 1,42 mg/L yang dimana nilai pembacaan memberikan hasil dibawah nilai CRM, namun masih masuk dalam range pembacaan CRM yaitu 1,29-1,56 mg/L. Sedangkan nilai trueness mendekati nilai 100% dan nilai bias diatas nilai 1.

Dalam hal ini, peneliti telah menghitung %RSD dibandingkan 0,67 CV horwitz untuk menguji keterulangan data yang disajikan dapat diterima atau tidak. Untuk logam Cu, nilai %RSD adalah

4,88 dan nilai 0,67 x % Cv Horwitz adalah 12,26. Sedangkan Logam Zn memberikan nilai %RSD adalah 2,34 dan nilai 0,67 x % Cv Horwitz adalah 10,25. Dari kedua data logam tersebut dapat disimpulkan bahwa nilai Cv Horwitz lebih kecil dari 0,67 x %Cv Horwitz sehingga uji repitabilitas masing-masing logam dengan data yang bervariasi tersebut dapat diterima.

3.3. Hasil Pengukuran Contoh uji

Contoh uji yang digunakan pada penelitian ini yaitu air laut yang telah dipreparasi sesuai dengan metode standar yang digunakan. Berikut adalah nilai hasil pengukurannya.

Tabel 2. Hasil Analisa Sampel AL-1 dan AL-2

Kode Sampel AL-1 (mg/L)		Kode Sampel AL-2 (mg/L)	
Cu	**Zn**	**Cu**	**Zn**
0,25	0,01	0,30	0,40

Menurut hasil penelitian yang telah dilakukan, kode sampel AL-1 memberikan nilai rata-rata logam Cu adalah 0,25 mg/L dan Zn adalah 0,01 mg/L, sedangkan sampel air laut dengan kode sampel AL-2 memberikan nilai rata-rata untuk logam Cu adalah 0,30 mg/L dan Zn adalah 0,40 mg/L.

3.4. Presisi, Recovery, MDL, dan LOQ

Recovery adalah nilai yang diperoleh dari pengulangan pembacaan sampel yang di-spike dengan larutan standar yang diketahui nilai konsentrasinya. Selanjutnya, nilai rerata dibandingkan dengan %recovery secara teori yaitu 80-120% [12].

Presisi adalah nilai diperoleh dari pengulangan pembacaan sample dan/atau sampel+standar yang telah homogen [13]. MDL adalah batas deteksi metode yang dapat diuji oleh suatu metode pada konsentrasi terendah [14]. LOQ adalah batas nilai suatu analit yang memberikan sinyal paling rendah dan dapat dikuantitaskan [5].

Dalam penelitian ini, penentuan presisi dikerjakan secara bersama dengan uji Recovery sebagai data pelengkap untuk verifikasi metode. Berikut adalah data hasil pengukuran untuk logam Cu dan Zn.

Tabel 3. Hasil Uji Presisi, Recovery, MDL dan LOQ

	Rerata Hasil (mg/L)	Standar Deviasi	%RSD	MDL	LOQ	2/3 CV Horwitz
Cu	0,048	0,005	10,34	0,01	0,05	16,92
Zn	0,048	0,005	10,10	0,01	0,05	16,94

Pada hasil data untuk logam Cu memberikan nilai rata-rata konsentrasi hasil pembacaan adalah 0,048 mg/L dengan nilai STDEV adalah 0,005 dan 10,34 untuk nilai %RSD. Hal ini membuktikan bahwa, 10 data yang diperoleh memiliki kecenderungan deviasi sekitar 0,005 terhadap nilai standar dengan nilai acuannya yaitu 0,05 mg/L. Adapun nilai MDL adalah 0,01, nilai LOQ adalah 0,05 dan Nilai CV Horwitz adalah 16,92. Dari data berikut, nilai MDL yang diperoleh merupakan nilai batas keberterimaan metode yang nantinya digunakan dalam penulisan laporan akhir. Nilai tersebut kemudian menjadi dasar angka laporan jika suatu sampel memberikan nilai konsentrasi dibawah nilai MDL.

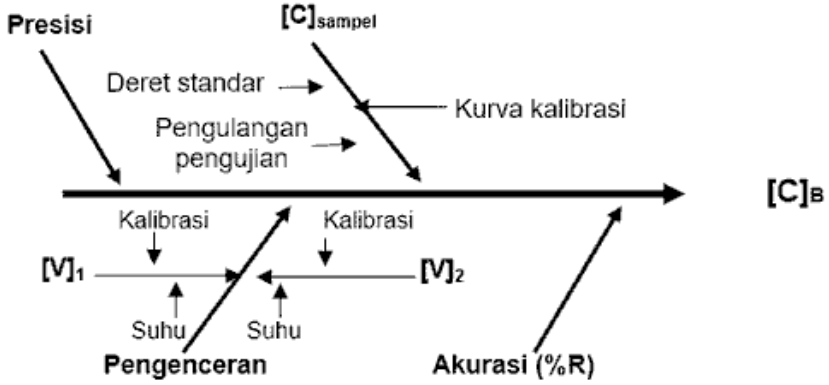
Syarat lain dari nilai MDL diantaranya lebih rendah dari nilai peraturan pemerintah. Dalam penelitian ini, PPRI No. 22 Tahun 2021 [2] khususnya jenis air laut lampiran VIII dengan sub kategori yaitu wisata Bahari menjadi dasar baku mutu pada perairan air laut. Peraturan ini melampirkan angka baku mutu untuk logam Cu adalah 0,05 mg/L. Jika dibandingkan terhadap nilai MDL yang diperoleh, maka nilai tersebut dapat diterima sebagai syarat keberterimaan karena nilai MDL harus lebih kecil dari nilai peraturan pemerintah. Persen recovery dari logam Cu memberikan nilai 96,4% yang artinya keterulangan data masuk dalam rentang 80-120% [12]. Pada data hasil untuk logam Zn memberikan nilai rata-rata konsentrasi hasil pembacaan adalah 0,048 mg/L dengan nilai STDEV adalah 0,0048 dan nilai %RSD adalah 10,10. Nilai MDL sebesar 0,01, nilai LOQ adalah 0,05 dan Nilai CV Horwitz adalah 16,94.

Sama halnya dengan logam Cu, hasil nilai MDL digunakan sebagai dasar penulisan batas terendah keberterimaan metode yang digunakan pada penulisan laporan akhir hasil analisa.

Dalam peraturan pemerintah republik Indonesia No. 22 tahun 2021 [2], baku mutu logam Zn adalah 0,09 mg/L. Jika nilai baku mutu dibandingkan terhadap nilai MDL maka nilai baku mutu lebih besar daripada MDL. Hal ini menandakan bahwa nilai MDL dapat diterima. Adapun nilai persen recovery dari hasil penelitian ini adalah 95,6% dimana nilai tersebut masuk dalam rentang %recovery 80-120% [12].

3.5. Ketidakpastian

Ketidakpastian adalah parameter yang berhubungan terhadap hasil suatu pengukuran yang memberikan gambaran penyebaran dari nilai pengukuran tersebut [15]. Berikut adalah hasil perhitungan ketidakpastian logam Cu dan Zn.



Gambar 3. Fish Bone pengujian air laut logam Cu dan Zn

Berdasarkan gambar berikut, logam Cu dan Zn menyumbangkan ketidakpastian yang sama yaitu presisi, akurasi, [c] sampel, dan pengenceran. Untuk [c] sampel (konsentrasi sampel) memberikan sumbangan ketidakpastian yaitu deret standar, pengulangan pengujian dan kurva kalibrasi yang dilakukan pada parameter penentuan logam Cu dan Zn. Pengenceran memberikan sumbangan untuk volum V1 adalah pipet volume 1 mL dan V2 adalah labu ukur 50 mL yang digunakan dalam spike sampel terhadap deret standar pada pengerjaan presisi. Berikut adalah tabel sumber ketidakpastian logam Cu dan Zn.

Tabel 4. Sumber ketidakpastian pengujian logam Cu dan Zn

Sumber Ketidakpastian	AL-1 Cu	AL-1 Zn	AL-2 Cu	AL-2 Zn
Ugabungan	0,013	0,018	0,013	0,018
μ(95%) = 2 μ(sampel)	0,03	0,04	0,03	0,04
RSU	10,43	354,10	8,74	9,04
2/3 CV Horwitz	13,21	21,44	12,85	12,31
Laporan (mg/L)	0,25 ± 0,03	0,01 ± 0,04	0,30 ± 0,03	0,40 ± 0,04

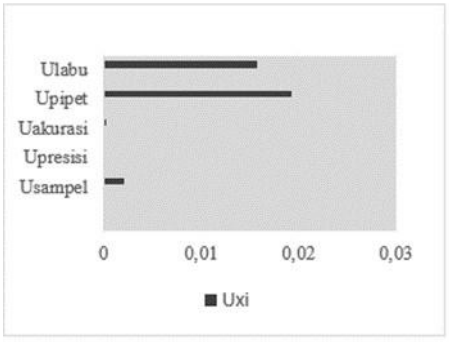
Hasil nilai ketidakpastian (RSU) lebih kecil dari nilai 2/3 CV Horwitz, maka perhitungan ketidakpastian dikatakan sesuai [15]. Dari data berikut, diperoleh nilai ketidakpastian gabungan untuk logam Cu dengan kode sampel AL-1 adalah 0,013, ketidakpastian diperluas μ (95%) adalah 0,026, nilai Relatif Standar Uncertaninty (RSU) 10,43 dan nilai 2/3 CV Horwitz adalah 13,21. Dari perhitungan RSU dibandingkan CV Horwitz, nilai RSU lebih kecil.

Hal ini menunjukkan bahwa perhitungan ketidakpastian ini dapat dikatakan sesuai untuk dilaporkan yaitu 0,25 ± 0,03. Dari data sampel logam Cu untuk kode sampel AL-2, nilai ketidakpastian gabungan adalah 0,013, nilai ketidakpastian diperluas μ (95%) adalah 0,026, nilai RSU adalah 8,74, nilai 2/3 CV Horwitz adalah 12,85. Dari nilai RSU dibandingkan dengan nilai 2/3 CV Horwitz.

Hal ini juga terjadi pada kode sampel AL-2 logam Zn, nilai ketidakpastian gabungan adalah 0,018, nilai ketidakpastian diperluas μ (95%) adalah 0,036, nilai RSU adalah 9,04. Nilai 2/3 CV

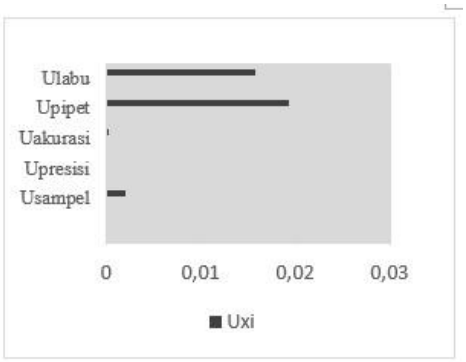
Horwitz adalah 12,31. Hal ini berbeda dengan kode sampel AL-1 logam Zn, dimana nilai ketidakpastian gabungan adalah 0,013, nilai ketidakpastian diperluas μ (95%) adalah 0,035, nilai RSU adalah 354,10 dan nilai 2/3 CV Horwitz adalah 21,44.

Dalam hal ini, nilai RSU lebih besar daripada 2/3 CV Horwitz. Hal ini terjadi beberapa kemungkinan, diantaranya menggunakan pipet ukur dan labu ukur dengan nilai ketidakpastian yang besar, atau menggunakan material standar yang tersertifikasi dengan nilai konsentrasinya cukup besar sehingga mempengaruhi nilai ketidakpastian untuk sampel dengan konsentrasi 0,01 mg/L. Berikut adalah grafik sumber ketidakpastian.



Gambar 4. Sumber-sumber Ketidakpastian Logam Cu

Pada grafik logam Cu, ketidakpastian pipet (Upipet) menyumbangkan nilai ketidakpastian pertama, sedangkan ketidakpastian labu (Ulabu) menyumbangkan nilai ketidakpastian kedua disusul dengan ketidakpastian sampel (Usampel) diurutan ketiga dan ketidakpastian presisi (Upresisi) pada urutan terakhir.



Gambar 5. Sumber-sumber Ketidakpastian Logam Zn

Grafik terakhir yaitu logam Zn, memiliki kesamaan pada logam Cu. Dimana logam Zn memiliki sumbangan ketidakpastian tertinggi pada Upipet dan yang terkecil pada Upresisi. Hal ini dapat ditinjau sebagai faktor yang semestinya diperbaiki dalam penelitian selanjutnya yang mana pipet dan labu perlu adanya penggantian jika mengalami kondisi kerusakan visible maupun not visible.

Kajian ulang terhadap kondisi pipet not visible, dapat kita runut mulai dari penggunaan pipet yang bercampur saat memipet asam/basa, kondisi aus pada bulb yang menyebabkan hasil pemipetnya kurang akurat, ujung pipet yang tergerus atau tidak utuh dan kurang telitinya seorang analis dalam menggunakan pipet. Hal ini, dapat menjadi kesamaan terhadap labu ukur yang digunakan. Perlunya pemantauan laboran menjadi wajib terhadap penggunaan alat laboratorium, kalibrasi ulang alat gelas yang digunakan dan jika telah dikalibrasi maka hasil nilai ketidakpastian yang termutakhir dapat digunakan dengan catatan melakukan perhitungan ulang dari awal pengerjaan analisa dimulai.

3.6. Ripitabilitas

Ripitabilitas adalah nilai yang tersaji dari seluruh pengukuran yang dihasilkan oleh seorang analis dalam periode yang ditentukan, menggunakan contoh yang sama, pereaksi dan peralatan yang sama dalam laboratorium yang sama [14]. Dari hasil penelitian, diperoleh hasil sebagai berikut untuk logam Cu dan Zn dalam satuan mg/L.

Tabel 5. Ripitabilitas Logam Cu dan Zn dalam konsentrasi rendah, sedang dan tinggi dalam satuan mg/L

	Range Rendah 2 mg/L		Range Sedang 5 mg/L		Range Tinggi 8 mg/L	
	Cu	Zn	Cu	Zn	Cu	Zn
Nilai Rata-rata	2,16	2,06	5,04	5,02	8,01	7,98
Stdev	0,047	0,024	0,034	0,035	0,058	0,056
%RSD	2,17	1,17	0,67	0,69	0,72	0,70
0,5 CV Horwitz	7,13	7,17	6,72	6,28	5,85	5,85

Dari data range rendah dapat diperoleh, nilai Cu dan Zn masing masing memberikan nilai rata-rata secara berurutan yaitu 2,16 mg/L dan 2,06 mg/L. Untuk nilai standar deviasi masing-masing adalah 0,047 dan 0,024. Nilai %RSD dan 0,5 CV Horwitz masing masing sebesar 2,17 berbanding 7,13 dan 1,17 berbanding 7,17. Syarat keberterimaan ripitabilitas adalah nilai persen relative standar deviasi lebih kecil daripada 0,5 CV horwitz. Sehingga dapat disimpulkan bahwa nilai ripitabilitas untuk range rendah adalah diterima. Data range sedang memberikan nilai masing-masing secara berturut pada logam Cu dan Zn adalah nilai rata-rata 5,04 mg/L dan 5,02 mg/L. Nilai standar deviasi adalah 0,034 dan 0,035. Sedangkan untuk nilai % RSD berbanding 0,5 CV Horwitz secara berturut adalah 0,67 berbanding 6,72 dan 0,69 berbanding 6,28. Dari range data tinggi, diperoleh data dari masing-masing logam yaitu Cu dan Zn masing-masing sebesar 8,01 mg/L dan 7,98 mg/L dengan nilai standar deviasi masing-masing adalah sebesar 0,058 dan 0,056. Sedangkan untuk nilai %RSD berbanding 0,5 CV Horwitz adalah 0,72 banding 5,85 dan 0,70 banding 5,85. Dari data berikut dapat dinyatakan bahwa nilai %RSD lebih kecil daripada 0,5 CV Horwitz. Hal ini membuktikan bahwa pengukuran ripitabilitas untuk logam Cu dan Zn sesuai dengan syarat keberterimaan.

3.7. Reprodusibilitas

Reprodusibilitas merupakan jenis pengukuran presisi terhadap beberapa cakupan nilai dari suatu parameter analisa. Batas keberterimaan pengukuran reprodusibilitas yaitu pada kisaran nilai horrat 0,3-1,5 untuk interlaboratory dan 0,5-2 untuk exterlaboratory [6]. Dalam penelitian ini, telah dilakukan pengukuran reprodusibilitas interlaboratory pada parameter analisa untuk pengukuran logam Cu dan Zn dengan hasil sebagai berikut.

Tabel 6. Hasil Uji Reprodusibilitas (Nilai Horrat)

	Analis 1 & 2					
	Range Rendah 2 mg/L		Range Sedang 5 mg/L		Range Tinggi 8 mg/L	
	Cu	Zn	Cu	Zn	Cu	Zn
Nilai Rata-rata	2,07	2,24	5,14	5,34	8,12	8,28
Stdev	0,171	0,181	0,246	0,333	0,322	0,314
%RSD	8,27	8,08	4,78	6,23	3,97	3,79
CV Horwitz	14,30	14,17	12,50	12,43	11,67	11,64
2/3 CV Horwitz	9,61	9,50	8,38	8,33	7,82	7,80
Horrat	0,58	0,57	0,38	0,50	0,34	0,33

Dari data hasil penelitian, diperoleh nilai Horrat pada masing-masing logam Cu dan Zn yang dibuat pada rentang konsentrasi rendah, sedang dan tinggi. Nilai horrat pada konsentrasi rendah untuk logam Cu dan Zn secara berurutan adalah 0,58 dan 0,57. Sedangkan untuk konsentrasi sedang adalah 0,38 dan 0,50. Dan untuk konsentrasi tinggi adalah 0,34 dan 0,33. Dari data yang telah tersaji, maka dapat disimpulkan bahwa nilai horrat pada masing-masing

konsentrasi masuk dalam rentang nilai horrat yaitu 0,3-1,5 [6]. Variasi data yang terjadi disebabkan karena perbedaan keterampilan antar analis 1 dan analis 2 dalam mengerjakan parameter logam Cu dan Zn.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa nilai verifikasi yang diperoleh pada penelitian ini yang meliputi nilai uji Linearitas, Akurasi, Recovery, Presisi, MDL, LOQ, Ripitabilitas, dan Reprodusibilitas, telah memenuhi syarat keberterimaan metode analisis logam Cu dan Zn untuk sampel air laut.

References

[1] D. R. Pratama, M. Yusuf, and M. Helmi, "Kajian kondisi dan sebaran kualitas air di perairan selatan Kabupaten Sampang, Ja-Tim," *Jurnal Oseanografi*, vol. 5, no. 4, pp. 479–488, 2016. [Online]. Available: https://ejournal.pnc.ac.id/index.php/jppl/article/view/2161/729.

[2] Pemerintah Republik Indonesia, "Peraturan Pemerintah (PP) Nomor 22 Tahun 2021 tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup," 2021. [Online]. Available: https://peraturan.bpk.go.id

[3] Mukamto, E. N. Hidayah, and Susilowati, "Kajian Kualitas Air Laut dan Sebaran Indeks Pencemaran di Pesisir Utara Kecamatan Palang-Tuban pada Musim Kemarau," *Jurnal Pengendalian Pencemaran Lingkungan (JPPL)*, vol. 6, no. 1, Mar. 2024, doi: 10.35970/jppl.v6i1.2161.

[4] N. Khairunnisa, I. Mandang, and R. Munir, "Penentuan status mutu air laut menggunakan metode indeks pencemaran di perairan Bontang Kalimantan Timur," *Jurnal Geosains Kutai Basin*, vol. 7, no. 1, pp. 1–12, 2024, doi: 10.30872/geofisunmul.v7i1.955.

[5] A. S. Panggabean, R. Malinda, S. Pasaribu, and T. Wirawan, "Verification of the test method for determination of boron in NPK blending fertilizer using inductively coupled plasma-optical emission spectrometry (ICP-OES)," *AIP Conf. Proc.*, vol. 2360, 2021, doi: 10.1063/5.0059480.

[6] A. Hadi, *Verifikasi Metode Pengujian Air dan Air Limbah: Mendukung Penerapan ISO/IEC 17025:2017*. Bogor, Indonesia: IPB Press, 2020.

[7] P. Pirdaus, M. Rahman, Rinawati, N. L. G. R. Juliasih, D. Pratama, and A. A. Kiswandono, "Verifikasi metode analisis logam Pb, Cd, Cr, Cu, Ni, Co, Fe, Mn dan Ba pada air menggunakan inductively coupled plasma-optical emission spectrometer (ICP-OES)," *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*, vol. 3, no. 1, pp. 1–10, Apr. 2018, doi: 10.23960/aec.v3.i1.2018.p1-10.

[8] A. Susanto, T. Mulyani, and S. Nugraha, "Validasi metode analisis penentuan kadar logam berat Pb, Cd dan Cr terlarut dalam limbah cair industri tekstil dengan metode inductively coupled plasma optical emission spectrometry Prodigy7," *Jurnal Ilmu Lingkungan*, vol. 19, no. 1, pp. 191–200, 2021, doi: 10.14710/jil.19.1.191-200.

[9] Sujito, S. P. Pasaribu, T. Wirawan, and A. S. Panggabean, "Gas-liquid separator modified on CV-AAS system for determination of total Hg in the industrial wastewater samples," *Molekul*, vol. 17, no. 3, pp. 292–300, 2022, doi: 10.20884/1.jm.2022.17.3.5039.

[10] L. H. Simanjuntak, E. Erwin, and A. S. Panggabean, "Prakonsentrasi ion Cd(II) dalam sampel pupuk nitrogen, fosfor dan kalium (NPK) menggunakan alumina teraktivasi sebagai material pengisi kolom," *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, vol. 16, no. 2, pp. 1–11, 2020, doi: 10.20961/alchemy.16.2.39363.1-11.

[11] E. Damastuti, S. Kurniawati, and N. Adventini, "Komparasi metode analisis aktivasi neutron dengan spektrometri serapan atom pada analisis unsur atom Zn dalam sampel makanan," *Sains dan Teknologi Nuklir*, pp. 326–333, 2009.

[12] R. Anggraini, R. Hairani, and A. S. Panggabean, "Validasi metode penentuan Hg pada sampel waste water treatment plant dengan menggunakan teknik bejana uap dingin-spektrofotometer serapan atom (CV-AAS)," Jurnal Kimia Mulawarman, vol. 16, no. 1, pp. 10–15, Nov. 2018.

[13] Riyanto, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta, Indonesia: Deepublish, 2014.

[14] A. R. Utami, "Verifikasi metode pengujian sulfat dalam air dan air limbah sesuai SNI 6989.20:2009," *Teknologi Proses dan Inovasi Industri*, vol. 2, no. 1, pp. 19–25, 2017.

[15] A. Hadi, *Ketidakpastian Pengujian: Mendukung Penerapan ISO/IEC 17025:2017*. Bogor, Indonesia: IPB Press, 2019.