LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM DAUN JATI MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBEL

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) Analisis Kimia Program Studi DIII Analisis Kimia

Disusun oleh:

Aulia Safira Dwi Oktaviani

NIM : 17231036

PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2020

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM DAUN JATI MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBEL

METHODS VALIDATION OF PHOSPHATE ANALYSIS IN TEAK LEAVES USING UV-VISIBLE SPECTROPHOTOMETRY

Disusun oleh:

Aulia Safira Dwi Oktaviani

NIM : 17231036

PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2020

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM DAUN JATI MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBEL

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Aulia Safira Dwi Oktaviani
NIM: 17231036

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi DIII Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
pada tanggal Juli 2020

Menyetujui,

Ketua Program Studi	**Pembimbing**
Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.	**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.**
NIK. 132311102	**NIK. 132311102**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM DAUN JATI MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBEL

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Aulia Safira Dwi Oktaviani

NIM: 17231036

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 07 Juli 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/ Penguji

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

NIK. 132311102

Penguji I

Muhaimin, M.Sc

NIK. 156141305

Penguji II

Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc

NIK. 132311101

Mengetahui,

Dekan Fakultas MIPA UII

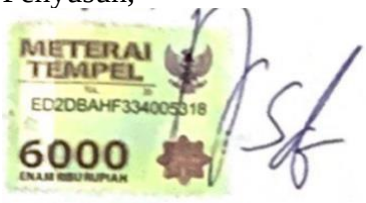
Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak ditemukan bagian yang pernah dipergunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Sains atau gelar yang lainnya di institusi Pendidikan manapun dan sepengetahuan say tidak didapatkan bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan oleh orang lain. Kecuali yang tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka. Saya mengizinkan sebagai pengutipan karya ilmiah ini sebagai materu pembelajaran setelah karya ini diterbitkan.

Yogyakarta, 12 Juni 2020
Penyusun,



Aulia Safira Dwi Oktaviani

MOTTO

God will create ease after hardship.

(Qur'an 65: 7)

"Kepanikan adalah separuh penyakit, ketenangan adalah separuh obat, dan kesabaran adalah permulaan kesembuhan."

(Ibnu Sina, Rahimullah)

"Jika kamu tidak sanggup menahan lelahnya belajar, maka kamu harus sanggup menahan perihnya kebodohan"

(Imam Syafi'i)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirrahmanirrahim

Alhamdulillahirobbila'alamin, tidak sedetik pun saya berhenti menghantarkan syukur kepada Allah *Subhanahu Wa Ta'ala* yang telah memberi segala kecukupan sampai saat ini penulis memasuki tahap akhir pembelajaran di Program Studi Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia. Segala canda tawa, resah, ketakutan serta sedih yang saya alami ketika menimba ilmu disini rasanya tidak sia-sia karena Allah *Subhanahu Wa Ta'ala* selalu membersamai penulis di langkah yang sesulit apapun hingga penulis dapat melewati itu semua.

Dengan Menyebut Nama Allah yang Maha Penyayang lagi maha pengasih. Penulis sangat berterima kasih tak terhingga kepada keluarga inti penulis yang selalu membersamai saya dalam setiap apapun langkah saya. Mami, Papi, Mba Tyas, this is for you.

Dosen dan staff Program Studi DIII Analisis Kimia serta kampus UII tercinta yang selalu memberi kemudahan dalam akses belajar, efektivitas jadwal, dan lain-lain yang tidak bisa saya sebutkan disini.

Terima kasih, Ghifari Pandu Priasmoro, yang udah ngasih semangat terus LDR Jakarta-jogja yang sama sekali gak mudah, dan mau diresein kalo moodnya lagi jelek buat bikin laporan ini, juga, yang sudah membimbing aku sepenuh hati dan sekuat tenaga.

Teruntuk keluargaku di Jogja dari pihak mami, hampir 3 tahun saya tinggal disini dan urusannya selalu dipermudah. Terima kasih untuk bantuannya. Alm. Eyang kung Bisowarno selaku kakek penulis, Mba Uning selaku bibi penulis yang selalu masakin dan nemenin kemanapun fira ada urusan. Sepupuku Almira dan Gunawan, Tetangga di lingkungan alm. eyang yang super baik, dan adik aku di Jogja, Gustavo, you always brighten up my day.

Terima kasih banyak untuk Mayya, Mba Indah dan semua teman-teman seperjuangan di Analisis Kimia UII. Yang selalu saling dukung, saling mempermudah satu sama lain. Kalian sudah bukan kayak teman, tapi sudah lebih seperti saudara yang ada saat saya susah, dan merasa sakit pun dirawat. Love love

Terima kasih untuk Mba Aisyah Tri, Mba Bryna, Mba Pipit Noviandri yang sudah meluangkan waktunya untuk membimbing saya secara tidak langsung melalui pengerjaan laporan tugas akhirnya di tahun-tahun sebelumnya.

Terima kasih untuk orang-orang yang menginspirasi saya yang mohon maaf tidak bisa saya sebutkan satu persatu di kertas yang terbatas ini. Karena merekalah saya yakin saya pun bisa meraih apa yang saya inginkan jika saya berusaha keras dan berdoa.

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahiim

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Alhamdulillahirobbila'alamin, puji syukur kehadirat Allah *Subhanahu Wa Ta'ala* yang senantiasa memberi nikmat yang tak terhingga kepada umat-umat yang dikasihi-nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul "Validasi Metode Penentuan Kadar Fosfat dalam Daun Jati menggunakan Spektrofotometer UV-Visibel" tidak lupa kita hanturkan shalawat serta salam kepada baginda Nabi Muhammad *Shalallahu A'laihi Wasallam* yang telah membawa umatnya menuju titik terang jalan yang lurus dan menjauhi kejahiliyahan.

Laporan Tugas Akhir dibuat sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Ahli Madya Sains (A.Md.Si) pada Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia (UII) Yogyakarta. Selama proses pengerjaan laporan ini penulis menyadari bahwa banyak pihak yang berkontribusi untuk mendukung sedari proses pembelajaran di kampus hingga tercapailah pembuatan laporan ini. Oleh karena itu, pada kesempatan kal ini penulis mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya pada:

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia dan dosen Pembimbing Tugas Akhir yang banyak membantu dalam pengerjaan laporan tugas akhir
3. Reni Banowati Istiningrum, M.Sc selaku dosen pembimbing akademik
4. Dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII yang selalu sigap membantu dan memberikan ilmu yang bermanfaat

5. Widada, selaku deputi manajer teknis BPTP Yogyakarta yang mengizinkan saya melakukan penelitian, memberi ilmu-ilmu baru yang belum saya ketahui, dan juga membimbing.
6. Sri Widodo, Mba Yumaroh, Ibu Niken Prameswari, Bapak Gunawan, Ibu Widodo dan Mba Dian di instansi BPTP Yogyakarta yang memberikan ilmu baru dan memberikan kesempatan saya untuk melakukan pekerjaan rutin di instansi BPTP Yogyakarta dan sudah saya anggap seperti keluarga tempat saya berpulang.
7. Rekan PKL saya yaitu Fisnah dan Wildan yang membantu saya melakukan penelitian, melakukan pengerjaan laporan dan saling memberi dukungan di tempat PKL maupun diluar tempat PKL.
8. Kedua orang tua yang memberikan dukungan berupa material dan moral, menyokong Pendidikan hingga saat ini
9. Teman-teman kelas A Analisis Kimia 2017 yang sangat kompak dari semester 1 hingga saat ini

Yogyakarta,12 Juni 2020



Aulia Safira Dwi Oktaviani

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL i
HALAMAN PENGESAHAN ii
HALAMAN PERNYATAAN iv
MOTTO v
HALAMAN PERSEMBAHAN vi
KATA PENGANTAR viii
DAFTAR ISI x
DAFTAR GAMBAR xii
DAFTAR TABEL xiii
DAFTAR LAMPIRAN xiv
INTISARI xv
BAB I PENDAHULUAN 1
4.1 Latar Belakang 1
4.2 Rumusan Masalah 3
4.3 Tujuan 3
4.4 Manfaat 3
BAB II DASAR TEORI 5
2.1 Profil Instansi 5
2.2 Tanaman Jati 6
2.3 Fosfat 7
2.4 Spektrofotometer UV-Visibel 8
2.5 Validasi Metode 13
2.5.1 Linieritas 13
2.5.2 *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantitation* (LOQ) 14

2.5.3 Presisi 15
2.5.4 Akurasi 17
2.5.5 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran 19

BAB III METODOLOGI 22
3.1 Alat 22
3.2 Bahan 22
3.3 Skema Kerja 22
3.3.1 Penentuan Kandungan Fosfat dalam daun jati 22
3.3.2 Validasi Metode 24

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 25
4.5 Penentuan Kandungan Fosfat 25
4.5.1 Destruksi Sampel 25
4.5.2 Penentuan Kurva Kalibrasi 26
4.5.3 Penentuan Kandungan Fosfat 27
4.6 Validasi Metode 30
4.6.1 Linearitas 30
4.6.2 *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantitation* (LOQ) 31
4.6.3 Presisi 32
4.6.4 Akurasi 34
4.6.5 Hasil Kesesuaian 35
4.7 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran 36

BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN 40
5.1 Kesimpulan 40
5.2 Saran 40

DAFTAR PUSTAKA 41
LAMPIRAN 44

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema Alat Spektrofotometer UV-Visibel 10
Gambar 4.1 Deret Kurva Kalibrasi Standar 27
Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan 37

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Nilai % Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit 17
Tabel 2.2 Nilai % *Recovery* Berdasarkan Konsentrasi Analit 18
Tabel 4.1 Data Penentuan Kadar Fosfat 29
Tabel 4.2 Hasil Penentuan Kadar Air 30
Tabel 4.3 Data Pengukuran Larutan Standar Fosfat 31
Tabel 4.4 Data Hasil Perhitungan LOD dan LOQ 32
Tabel 4.5 Data Hasil Perhitungan Presisi 33
Tabel 4.6 Data Hasil Perhitungan Akurasi 34
Tabel 4.7 Data Pengujian Sampel Tanaman Jati 35
Tabel 4.8 Presentase Penyumbang Ketidakpastian 38

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 PENENTUAN VALIDASI METODE 45
1. Penentuan Kadar fosfat dalam sampel tanaman jati 45
2. Penentuan Linearitas 46
3. Penentuan LOD & LOQ..... 46
4. Penentuan Presisi 47
5. Penentuan Akurasi 48

LAMPIRAN 2 PENENTUAN KADAR AIR & FAKTOR KOREKSI 50
1. Penentuan Kadar Air 50
2. Penentuan Faktor Koreksi 50

LAMPIRAN 3 PENENTUAN ESTIMASI KETIDAKPASTIAN 51
1. Prosedur Penentuan Ketidakpastian Fosfat dalam Tanaman Jati 51
2. Rumus Penentuan Kadar Fosfat dalam Tanaman Jati 52
3. Diagram Tulang Ikan 52
4. Penentuan Estimasi Ketidakpastian dalam Tanaman Jati 53

VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR FOSFAT DALAM DAUN JATI MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-VISIBEL

Aulia Safira Dwi Oktaviani

Program Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia

Jl. Kaliurang Km. 14,5 Yogyakarta

Email: auliasafiraoktavia@gmail.com

INTISARI

Telah dilakukan pengujian kadar fosfat dalam sampel tanaman jati menggunakan spektrofotometer UV-Visibel yang bertujuan untuk menentukan kandungan fosfat dalam daun jati secara spektrofotometer UV-Visibel dan menentukan hasil pengukuran fosfat dalam daun jati dengan parameter validasi metode. Sampel tanaman didestruksi menggunakan Asam Sulfat pekat. Eks trak sampel yang didapatkan diencerkan menggunakan air bebas ion dengan perbandingan sampel : air bebas ion (1:9) lalu ekstrak sampel tersebut ditambahkan reagen pewarna asam askorbat dan diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum 693 nm. Parameter validasi yang dilakukan uji kuantitatif meliputi: kadar air, linearitas, *limit of detection* (LOD), *limit of quantitation* (LOQ), presisi akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran. Penentuan kadar air pada suhu 105°C adalah sebesar 10%; kadar fosfat yang didapatkan sebesar 5,28%; koefisien determinasi yang didapatkan sebesar 0,987; %RSD yang sebesar 6,83%, KV Horwitz sebesar 35,22% dan 2/3 KV Horwitz 23,48% (%RSD < 2/3 KV Horwitz); % recovery sebesar 172,23 %; LOD & LOQ berturut-turut sebesar 0,7191 mg/L dan 2,3972 mg/L. Berdasarkan perolehan tersebut dapat dinyatakan bahwa metode analisis penentuan kadar fosfat dalam sampel tanaman menggunakan spektrofotometer UV-Visibel belum valid

Kata Kunci : Validasi, Fosfat, Daun Jati, Spektrofotometer UV-Visibel, destruksi basah

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tanaman Jati (*Tectona Grandis*) merupakan tanaman yang berasal dari india. Tanaman jati cenderung kokoh dan berumur Panjang, serta tahan terhadap genangan air. Daun tanaman jati di kalangan masyarakat jawa dimanfaatkan untuk alat pembungkus, misalnya makanan bahkan alat pembungkus tempe. Daun tanaman jati dapat digunakan juga sebagai pewarna dalam pengolahan makanan dan juga alternatif pengobatan herbal (Goswami, 2010).

Sama halnya seperti makhluk hidup lain, tanaman jati juga membutuhkan nutrisi seperti air dan unsur hara makro dan mikro yang berasal dari tanah sebagai lahan untuk bertumbuh dan berkembang tanamannya. Unsur hara makro yaitu C, P, N, K dan unsur hara mikro logam diantaranya Ca, Mg dan Na. kadar unsur hara makro dan mikro yang ditetapkan pun berbeda tergantung usia dari pohon jati tersebut. Kandungan unsur hara dalam biomassa tanaman (daun) dapat berbeda karena genetik dan lingkungannya, antara lain berupa : bahan induk, tanah (kesuburan), iklim, dan letak dari aktivitas manusia seperti jarak dari industri/pabrik dan jalan besar/transportasi (Luangjame et al., 2001).

Maka dari itu, fosfat yang mengandung unsur P yang dimana unsur P diperlukan dalam pertumbuhan tanaman. Unsur hara jenis makro yang terbatas menyebabkan tanaman kurang optimal untuk menyerap unsur hara lainnya. (Soepardi, 1983). Menurut Buckman & Brandy (1982) unsur P dalam tanaman antara lain digunakan untuk pembelahan sel, pembentukan lemak, pembungaan, pembuahan, perkembangan akar, memperkuat batang, kekebalan terhadap penyakit dan lain sebagainya.

Metode pengujian total fosfat dapat dilakukan dengan dua metode, yaitu dengan menggunakan spektrofotometer UV-Visibel dan kromatografi ion. penentuan fosfat

total menggunakan spektrofotometer UV-Visibel, sampel dihidrolisis menggunakan asam sulfat dan kalium persulfate sebelum dimasukkan ke dalam autoklaf, dilakukan penambahan asam sulfat tujuannya untuk menghidrolisis ortofosfat menjadi total fosfat. Setelah oksidasi, ditambahkan asam askorbat dan reagen molibdat ditambah ke sampel. Dalam larutan, ion ortofosfat membentuk kompleks biru dengan molibdat dan antimon (III) yang memungkinkan pengukuran absorbansi dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 880 nm (ISO 6878, 2004). Penentuan fosfat total menggunakan kromatografi ion dilakukan dengan cara standar fosfat dan sampel diinjeksikan (volume injeksi 200 µl) melalui kolom pelindung ke kolom analitik menggunakan eluen borat glukonat (ISO 104301, 2007). Pengujian kali ini menggunakan spektrofotometer UV-Visibel karena reagen mudah didapatkan, dan estimasi biaya yang dikeluarkan dapat ditekan.

Prosedur penentuan kandungan fosfat dalam daun jati menggunakan spektrofotometri UV-Visibel dari SNI 06-6989.31-2005 telah diadopsi dan dirombak oleh Laboratorium Kimia Balai Pengkajian Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta. Perombakan dilakukan pada jenis sampel, indikator pewarna dan volume sampel, pada SNI 06-6989.31-2005 digunakan indikator fenolfthalein dan dan volume sampel yang digunakan yaitu 50 mL sedangkan pada penelitian ini digunakan hanya reagen pewarna asam askorbat saja, dan volume ekstrak sampel yang dipipet 1 mL lalu dilakukan pengenceran 10x dengan akuades lalu ditambahkan reagen pewarna asam askorbat. Perombakan dilakukan untuk mengoptimalkan hasil yang akan diperoleh dan dapat dipertanggungjawabkan (Sumardi, 2002). Metode yang dilakukan tentunya menjadi metode tidak baku dan harus dilakukan validasi metode. Parameter yang akan diujikan diantaranya linearitas, nilai LOD dan LOQ, presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran

Penentuan kandungan fosfat dalam daun jati dilakukan menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Visibel. Instrumen spektrofotometer UV-Visibel memiliki kemampuan untuk menganalisis koloid yang terkandung dalam suatu senyawa. Senyawa yang diuji dengan spektrofotometer UV-Visibel memiliki koloid

yang menyebabkan sinar UV mampu menghamburkan cahaya kemudian cahaya diteruskan menuju detector. Metode ini dinilai mudah untuk dilakukan, murah, cepat dan memiliki selektifitas dan sensitifitas tinggi (Kristianingrum, 2014). Penelitian ini dilakukan untuk mengukur ketidakpastian pengukuran berdasarkan alat-alat, hasil pengukuran serta komponen komponen lain yang terlibat dalam pengukuran sehingga metode pengukuran penentuan fosfat dalam sampel tanaman sehingga metode dapat dinyatakan valid dan dapat diajukan untuk dilakukan sebagai analisis rutin di Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta.

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Berapa kandungan fosfat dalam tanaman jati yang diuji secara spektrofotomteri UV-Visibel?
2. Bagaimana validitas pengujian fosfat secara spektrofotometri UV-Visibel jika dilihat dari parameter linieritas, LOD, LOQ, presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian yang dilakukan adalah:

1. Menentukan kandungan fosfat yang diuji secara spektrofotometri UV-Visible
2. Menentukan validitas pengujian fosfat dalam daun jati secara spektrofotometri UV-Visibel dengan parameter validasi metode linieritas, LOD, LOQ, presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran

1.4 Manfaat

Penelitian ini bermanfaat untuk mengetahui kadar fosfat dalam tanaman jati, sehingga dapat diketahui rata-rata besarnya kadar fosfat yang normal diserap oleh

tanaman dari tanah, karena rata-rata tanah memiliki kandungan fosfat yang tinggi sementara tanaman hanya dapat menyerap sedikit dari kandungan fosfat dalam tanah untuk pertumbuhan internal tanaman jati.

BAB II
DASAR TEORI

2.1 Profil Instansi

Berdasarkan SK Mentan Nomor 350/Kpts/OT.210/6/2001, Balai pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta didirikan pada tanggal 14 Juni 2001. Berdasarkan Peraturan Menteri Pertanian Nomor 16/Permentan/OT.140/3/2006 tanggal 1 Maret 2006, Kepala Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian menaungi dan menerima tanggung jawab pekerjaan dari BPTP Yogyakarta yang merupakan Unit Pengembangan Pertanian dan Pelaksana Teknis Badan Penelitian, dan dikoordinasikan oleh Kepala Balai Besar Pengkajian dan Pengembangan Teknologi Pertanian (BBP2TP).

BPTP Yogyakarta didirikan dengan tujuan diantaranya: untuk menghasilkan teknologi spesifik lokasi, memperpendek rantai informasi, mempercepat dan memperlancar diseminasi hasil penelitian (alih teknologi) kepada pelaku pertanian dan juga para pengguna teknologi lainnya. BPTP Yogyakarta telah berubah nama semenjak tahun 2001 yang sebelumnya merupakan Lembaga non struktural yang sebelumnya Instalasi Penelitian dan Pengkajian Teknologi Pertanian (IPPTP) Yogyakarta yang merupakan instalasi dari BPTP jawa tengah.

Tugas dan Fungsi Instansi

Tugas dan Fungsi Berdasarkan peraturan Menteri Pertanian, BPTP mempunyai tugas melaksanakan pengkajian, perakitan dan pengembangan teknologi tepat guna spesifik lokasi. BPTP dalam menjalankan fungsi tersebut juga menyelenggarakan fungsi:

1. Penyiapan informasi, kerjasama, dokumentasi, serta penyebarluasan dan pendayagunaan hasil perakitan, pengkajian, dan pengembangan teknologi pertanian tepat

2. Pemberian pelayanan teknik kegiatan pengkajian, perakitan dan pengembangan teknologi pertanian
3. Pelaksanaan urusan administrasi dan tata usaha balai.

Visi dan Misi Instansi

Visi

Menjadi institusi penghasil teknologi pertanian spesifik lokasi menuju pertanian industrial unggul berkelanjutan berstandar internasional untuk meningkatkan kemandirian pangan, nilai tambah, ekspor dan kesejahteraan masyarakat pertanian.

Misi

1. Mendukung pembangunan pertanian dalam sektor wilayah dengan menghasilkan dan mengembangkan inovasi pertanian untuk lokasi spesifik yang diperlukan dan dimanafaatkan oleh pelaku pertanian, stake holder sesuai permintaan pasar
2. Mengoptimalkan percepatan diseminasi teknologi pertanian inovatif dan spesifik lokasi,
3. Memperluas jaringan kerjasama dengan lembaga penelitian pertanian tingkat internasional, nasional, maupun pihak swasta.
4. Mengembangkan kapasitas kelembagaan BPTP dalam rangka meningkatkan pelayanan prima.

2.2 Tanaman Jati (*Tectona Grandis*)

Menurut Heyne (1987), Jati adalah sejenis pohon penghasil kayu bermutu tinggi. Pohon besar, berbatang lurus, dapat tumbuh mencapai tinggi 30-40 m. Berdaun besar, yang luruh di musim kemarau. Jati memiliki pertumbuhan yang lambat dengan germinasi rendah (biasanya kurang dari 50%) yang membuat proses propagasi secara alami menjadi sulit sehingga tidak cukup untuk menutupi permintaan atas kayu jati.

Menurut Lyngdoh et al. (2010) kayu jati merupakan kayu premium yang diperdagangkan di perdagangan kayu dunia. Kelas Kuat II menyaratkan kayu jati

memiliki corak dekoratif dan bersifat kuat serta kelas Awet II menyaratkan kayu bersifat tahan terhadap berbagai faktor perusak. Kelas-kelas kayu tersebut membuat kayu jati digunakan sebagai bahan baku furniture, kerajinan, dan bangunan yang bernilai tinggi. Berdasarkan riset dan data penelitian diketahui bahwa harga kayu jati meningkat 2 kali lipat per lima tahun (Holillah, 2011)

Salah satu tanaman yang pada proses pertumbuhannya membutuhkan unsur hara makro dan mikro ialah tanaman jati. Unsur kimia pokok yang mendukung pertumbuhan tanaman jati yaitu: Kalium (K), Fosfor (P), Nitrogen (N) dan kalsium (Ca). potensi dan kapasitas bahan organik dari serasah hutan memengaruhi sumber hara yang diserap oleh hutan jati alam. Unsur hara yang berperan penting dan diserap dalam jumlah besar dan menentukan kualitas tanaman jati yaitu kalsium (Ca). unsur hara nitrogen (N), fosfor (P), Kalium (K), Magnesium (Mg) dan sulfur (S) adalah jenis unsur hara makro lain yang diserap dalam jumlah banyak oleh tanaman. Sementara, usnur lain masuk dalam unsur hara mikro yaitu jenis unsur hara yang diserap tanaman dalam jumlah sedikit yaitu besi (Fe), Boron (B), seng (Zn) dan Mangan (Mn) (Tini dan Amri, 2002).

2.3 Fosfat

Fosfat adalah bentuk anion utama yang menyediakan unsur fosfor (P) bagi tanaman. Ion fosfat merupakan ion yang sangat vital karena menjadi bagian utama dan kerangka bahan genetik tanaman (DNA dan RNA) serta menjadi pembawa energi pada senyawa ATP dan NADP. Karena itu, ketersediaan fosfat yang mencukup dalam tanaman sangat penting.

Menurut PubChem (2013), dibandingakan unsur kimia lainnya, unsur fosfor adalah unsur yang perputarannya relatif sederhana, dan juga memiliki peranan sangat penting sebagai pembawa energi dalam bentuk ATP (adenin trifosfat). Seperti halnya kalsium, perputaran hara unsur fosfat juga menghasilkan endapan. Senyawa usnur fosfor ditemukan dalam bentuk partikel-partikel padat dalam atmosfer. Tumbuhan-

tumbuhan menggunakan senyawa-senyawa fosfat yang terlarut dalam air tanah yang dimana senyawa-senyawa fosfat ini terbentuk diakibatkan oleh pengikisan tanah dari batu karang fosfat. Hal ini dilakukan untung menopang kehidupan/pertumbuhannya. Senyawa-senyawa fosfat yang dapat membantu menyuburkan tanah untuk kebutuhan pertanian dihasilkan dari penguraian senyawa organic (tumbuh-tumbuhan dan hewan yang mati serta limbah rumah tangga). Senyawa fosfat yang mengendap dalam air tanah akan terbawa oleh aliran air sungai, lalu dilanjutkan ke danau atau laut, kemudian mengendap di dalamnya.

Pengujian mengenai fosfat telah diadopsi dan diterjemahkan ke Bahasa Indonesia lalu dituangkan dalam SNI 06-6989.31-2005 mengenai pengujian fosfat dalam air limbah. Dalam kasus ini, sampel yang diuji berbeda dengan SNI 06-6989.31-2005 tetapi metode yang digunakan tidak berbeda serta reagen yang digunakan dirombak sedikit untuk mengoptimalkan hasil dari penelitian. Parameter-parameter validasi diatur dalam penjaminan mutu SNI 06-6989.31-2005 diantaranya:

1) koefisien korelasi (r) sebesar 0,97 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi
2) perbedaan % relatif lebih kecil atau sama dengan 5 %. Jika melebihi batas ini maka dibandingkan dengan 2/3 CV horwitz
3) kisaran persen temu balik adalah 85-115 %

2.4 Spektrofotometer UV-Visibel

Menurut Rohman dan Sumantrti (2002), instrumen kimia spektrofotometer UV-Visibel memiliki fungi untuk mengukur banyaknya intensitas cahaya yang terkandung dalam suatu senyawa kimia pada Panjang gelombang tertentu (Day and Underwood, 1993). Ultra violet memiliki Panjang gelombang antara 200-400 dan pada sinar tampak Panjang gelombangnya antara 400-800 nm. Spektrofotometer UV-Visibel berfungsi untuk pengukuran kuantitatif. Konsentrasi yang terkandung pada analit dapat ditentukan dengan melakukan pengukuran serapan pada rentang panjang gelombang tertentu berdasarkan hukum Lambert-Beer.

Spektrofotometer UV-Visibel memiliki prinsip kerja yaitu melakukan pengukuran intensitas cahaya yang didapat dari lampu wolfarm maupun deuterium yang bersifat polikromatis lalu diteruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada alat spektrofotomter dan menuju filter cahaya pada fotometer. Tugas monokramator adalah merombak cahaya-cahaya polikromatis menjadi monokromatis (tunggal).

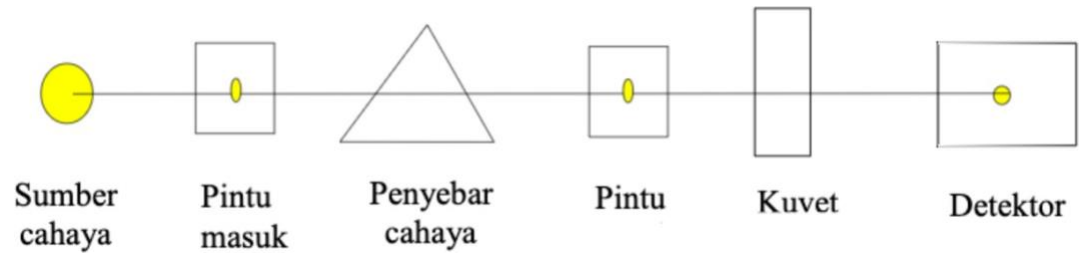
Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Sampel yang memiliki senyawa dengan konsentrasi tertentu akan dilalui oleh berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu. Maka dari itu, didapatkan cahaya yang diserap dan dilewatkan, cahaya yang dilewatkan akan masuk dan diterima oleh detektor. Fungsi detektor adalah menghitung cahaya yang masuk ke dalamnya dan sekaligus mengetahui cahaya yang diserap dari sampel. Konsentrasi senyawa yang terkandung dalam sampel akan memiliki nilai samadengan cahaya yang diserap sehingga dapat diketahui secara kuantitatif konsentrasi zat dalam sampel (Sastrohamidjojo, 1991).

Suatu paparan sumber dapat menyebabkan terjadinya Radiasi elektromagnetik dapat disebabkan oleh suatu paparan sumber. Salah satu contoh radiasi elektromagnetik dalam kehidupan sehari-hari ialah paparan sinar matahari. salah satu sifat yang dimiliki oleh radiasi olektromagnetik adalah sifat ganda cahaya yaitu sebagai gelombang dan partikel-partikel energi yang disebut foton dan gelombang. Spektroskopi diklasifikasikan menjadi 3 jenis berbeda, diantaranya: spektroskopi adsorpsi, spektroskopi emisi dan spektroskopi hamburan. Terbentuinya ketiga spektrofotometri tersebut disebabkan oleh adanya interaksi antara materi dan radiasi elektromagnetik (Sastrohamidjojo, 1991).

Pada dasarnya, pengertian spektrofotometer dan spektrofotometri adalah sama yaitu didasarkan antara radiasi elektromagnetik dan materi. Interaksi antara cahaya (baik yang terlihat maupun tidak) dengan materi (Sastrohamidjojo, 1991). Saat pengujian, perlu diketahui parameter penting yang perlu diketahui definisinya misalnya: frekuensi, energi pada tiap foton dan Panjang gelombang. Panjang

gelombang (wavelength) didefinisikan sebagai jarak antara dua puncak. (Fessenden and Fessenden, 1997).

Spektrofotometri UV-Visibel dapat menganalisis suatu senyawa pada suatu larutan yang di daerah *visible* memiliki panjang gelombang, tidak berwarna, serta memiliki gugus kromoform dan auksoform pada strukturnya. Pada daerah UV, kromoform berfungsi untuk mengadsorpsi cahaya pada bagian molekul tertentu. Kromofor merupakan bagian paling sensitif jika berinteraksi dengan cahaya. Dibutuhkan semacam alat-alat gelombang elektromagnetik pada panjang gelombang tertentu dar cahaya merupakan fungsi kromoform. Jumlah ikatan terkonjugasi dapat mempengaruhi panjang gelombang adsorpsi dalam keadaan maksimum (Kristianingrum, 2014). Menurut Wiryawan, (2008) ada 3 jenis kromofor sederhana yaitu ikatan ganda antara dua atom yang memiliki cincin benzene, yang memiliki pasangan electron bebas serta ikatan ganda antara dua atom yang tidak mempunyai pasangan elektron bebas.
Rangkaian alat spektrofotometri UV-Visibel dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur alat spektrofotomteri UV-Visibel (Skoog & West, 1971).

1. Sumber cahaya

Sumber cahaya yang dimiliki spektrofotometri UV-Visibel harus memiliki intensitas yang tinggi dan pancaran radiasi yang stabil. Pada spektrofotometeri, ada 2 macam cahaya sumber cahaya yaitu:

1) Lampu Tungsten atau Wolfarm

Pada daerah sinar tampak, digunakan jenis lampu Tungsten untuk mengukur senyawa dalam sampel. Umumnya bekerja pada daerah Panjang gelombang sekitar 350-2200 nm. Spektrum radiasinya merupakan garis lengkung.

Umumnya lampu jenis ini memiliki waktu ketahanan selama 1000 jam pemakaian.

2) Lampu Deuterium

Pada daerah sinar UV, digunakan jenis lampu deuterium untuk mengukur senyawa dalam sampel. Umumnya bekerja pada daerah Panjang gelombang sekitar 190-380 nm. Spektrum energinya adalah lurus. Umumnya lampu jenis ini memiliki waktu ketahanan selama 5000 jam pemakaian.

2. Monokromator

Monokromator merupakan alat yang akan berfungsi melebur cahaya polikromatis menjadi cahaya tunggal (monokromatis) berdasarkan intensitas panjang gelombang tertentu. Bagian-bagian monokromator, yaitu :

1) Prisma

Fungsi prisma adalah mendeispersikan sebanyak mungkin radiasi elektromagnetik agar hasil resolusi dari radiasi polikromatis baik.

2) Grafting (kisi difraksi)

Kisi difraksi membantu mendispersikan radiasi elektromagnetik secara merata untuk mendapat hasil yang lebih baik.

3) Celah optis

Fungsi dari celah optis adalah untuk memandu sinar dari sumber radiasi. posisi celah yang tepat akan membantu rotasi radiasi memlalui prisma, sehingga didapatkan Panjang gelombang yang diharapakan.

4) Filter

fungsi dari filter adalah untuk menyerap warna yang bersifat komplementer sehingga menghasilkan cahaya berwarna yang sesuai dengan Panjang gelombang yang digunakan. (Skoog and West, 1971).

3. Wadah sampel

Penggunaan wadah sampel plastik kartel untuk mengukur sampel pada daerah UV dilakukan karena bahan dari kuvet ini dapat menembus cahaya masuk ke dalam

wadah sampel dan diteruskan. Umumnya ukuran diameter ketebalan kuvet adalah 10 mm, tetapi tidak menjadi masalah karena kuvet yang lebih kecil ataupun besar dapat digunakan.kuvet yang biasanya digunakan adalah yang berbentuk persegi atau silinder. Kuvet yang baik adalah kuvet yang terbuat dari gelas hasil leburan serta sama keseluruhannya. (Khopkar, 1990)

4. Detektor

Radiasi untuk mendeteksi senyawa yang dianalisis yang dihubungkan dengan sistem pencatat sebagai hasil respon cahaya yang diukur pada Panjang gelombang tertentu (Khopkar, 1990)

5. Rekorder

Rekorder berfungsi untuk mengubah Panjang gelombang dari detector yang diperkuat oleh amplifier menjadi radiasi yang ditangkap oleh detector kemudian diubah menjadi sinyal-sinyal listrik dalam bentuk spektrum. Spektrum yang dihasilkan kemudian dipindahkan lalu terbaca oleh monitor dalam bentuk transmitan atau absorbansi (Day and Underwood, 1993).

Pada spektrofotometri UV-Visibel, pengukuran absorbansi atau konsentrasi dibuat berdasarkan seri larutan pada panjang gelombang yang telah ditetapkan. Panjang gelombang yang paling sesuai ditentukan dengan membuat spektrum absorbsi dimana panjang gelombang yang paling sesuai adalah yang menghasilkan absorbansi maksimum. Dengan menggunakan panjang gelombang dari absorbansi yang maksimum, maka jika terjadi penyimpangan (deviasi) kecil panjang gelombang dari cahaya masuk hanya akan menyebabkan kesalahan yang kecil dalam pengukuran tersebut (Harmita, 2004).

Fosfat yang mengandung unsur fosfor yang memiliki rumus kimia tunggal yaitu P, agar fosfor tersebut dapat dianalisis dengan spektrofotometri UV-Visibel maka harus ditambahkan pereaksi warna asam askorbat. Fosfor memiliki panjang gelombang berkisar antara 670-720 nm (Randel, et al 2007). Menyebutkan dalam penelitiannya panjang gelombang maksimum Fosfat menggunakan pereaksi warna pada panjang gelombang 693 nm.

2.5 Validasi Metode

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk pengujiannya (Harmita, 2004). Menurut Harvey (2000), validasi merupakan suatu proses evaluasi kecermatan dan keseksamaan yang dihasilkan oleh suatu prosedur dengan nilai yang dapat diterima. Sedangkan menurut (Eurochem, 2002), definisi lain validasi yaitu konfirmasi melalui pemeriksaan dan pengadaan bukti objektif bahwa prasyarat tertentu untuk penggunaan yang dimaksudkan tertentu dipenuhi.

Tujuan validasi metode yaitu memastikan bahwa metode analisis yang diteliti telah sesuai dengan peruntukannya. Metode analisis yang baru dan dikembangkan diperlukan untuk melalui validasi metode. Validasi metode dilakukan dengan memerhatikan beberapa parameter yaitu linieritas, LOD & LOQ, presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran

2.5.1 Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode analisis yang akan memberikan respon yang memadai terhadap konsentrasi suatu analit yang terkandung dalam contoh sampel pada kisaran yang ada (Spiegel, 1998). Uji linieritas ini dipraktikkan untuk mengetahui kapabilitas dari standar untuk mendeteksi sejumlah analit dalam sampel. Uji linearitas kebanyakan dinyatakan dalam istilah variasi sekitar arah regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang didapat dari hasil analisis analit yang terkandung dalam contoh sampel dengan variasi konsentrasi tertentu. Uji linearitas dapat menjabarkan tingginya ketelitian dari pelaksanaan analisis dari suatu metode yang kemudian ditunjukkan oleh nilai koefisien determinasi (R) sebesar >0,997 (Chan, 2004).

Uji linieritas dapat dilaksanakan dengan menggunakan minimal empat variasi konsentrasi seri larutan standar yang berbeda-beda dengan rentang 50-150% dari besar

kadar analit yang terkandung dalam sampel. Parameter yang digunakan pada analisis regresi linier untuk menguji hubungan kelinieran ada 2 yaitu koefisien determinasi (R) dan koefisien korelasi (r) (Spiegel, 1988).

$$y = bx + a$$

Keterangan:

b : slope

a : intersep

x : kosentrasi analit

y : respon instrumen

2.5.2 Limit of Detection (LOD) & Limit of Quantitation (LOQ)

Batas deteksi ialah jumlah terkecil analit yang terkandung dalam sampel yang mampu terdeteksi yang masih memberikan respon yang signifikan bila dibandingkan dengan blangko. Batas kuantisasi ialah kuantitas terkecil terkandung dalam sampel yang dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Menentukan nilai LOD dan LOQ dapat ditentukan dengan 3 cara, yaitu :

1. *Signal-to-noise*

   Menentukan nilai LOD & LOQ menggunakan metode *signal-to-noise* dilakukan untuk mengukur kebisingan dari puncak ke puncak di sekitar waktu retensi suatu analit, lalu kemudian sinyal yang dihasilkan dari konsentrasi analit akan sama dengan nilai tertentu dan kebisingan untuk rasio. Menentukan nilai LOD menggunakan sinyal *noise* rasio (S/N) dari tiga, untuk menentukan nilai LOQ menggunakan sinyal *noise* rasio (S/N) dari sepuluh. Metode ini dikhususkan untuk metode analisis yang menunjukkan suara dasar.

2. Penentuan blanko

   Penentuan blanko dilakukan ketika hasil blanko standar deviasi yang didapatkan tidak sama dengan nol. Nilai LOD dinyatakan sebagai konsentrasi sampel dikurangi jumlah blanko lalu ditambah tiga standar deviasi dan nilai LOQ dinyatakan sebagai konsentrasi sampel dikurangi jumlah blanko lalu

ditambah sepuluh standar deviasi, perhitungan matematis diuraikan dalam persamaan berikut:

LOD = x + 3Sb

LOQ = x + 10Sb

Keterangan:

X adalah konsentrasi rata-rata blanko

Sb adalah standar deviasi dari blanko

3. Kurva kalibrasi

   Dalam penggunaan kurva kalibrasi linear, diartikan konsentrasi x standar untuk rentang yang terbatas konsentrasi berbanding linear dengan respon instrument y. hal ini dapat dinyatakan dalam persamaan y = bx + a. persamaan tersebut digunakan untuk menghitung nilai LOD dan LOQ serta sensitivitas b. oleh karena itu, nilai LOD dan LOQ dapat dinyatakan seperti persamaan di bawah:

   LOD = 3Sa/b

   LOQ = 10Sa/b

2.5.3 Presisi

Presisi merupakan skala besaran derajat kesesuiaan hasil uji individual yang dilakukan secara berulang pada suatu sampel homogen. Presisi seringkali diukur sebagai simpangan baku/simpangan baku relatif (koefisien variasi). Presisi diklasifikasikan menjadi 2 bagian yaitu keterulangan (repeatability) dan ketertiruan (reproducibility).

Keterulangan (repeatability) adalah keseksamaan dari metode yang diterapkan ketika dilakukan berulang kali pada kondisi yang sama, oleh analis yang sama dan dalam interval waktu yang cenderung pendek sedangkan reproducibility (ketertiruan) adalah keseksamaan metode saat dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Biasanya analisis dilakukan dalam laboratorium yang berbeda-beda menggunakan pelarut, pereaksi peralatan serta analis yang berbeda.

Kriteria dapat dinyatakan seksama ketika hasil dari metode yang diuji menghasilkan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (KV) 2% atau kurang. Akan tetapi, kriteria ini sangat fleksibel tergantung faktor-faktor internal laboratorium, contoh: konsentrasi analit yang diuji, jumlah sampel serta kondisi laboratorium. Dari penelitian yang telah dilakukan didapatkan bahwa koefisien variasi (KV) meningkat dengan menurunnya kadar analit yang diujikan.

Ketika ditemui RSD lebih dari 2%, maka metode uji yang digunakan dapat dinyatakan memiliki presisi yang tidak baik. Penentuan pengukuran presisi secara kuantitatif dilakukan dengan menganalisis contoh larutan secara berulang (minimal 6x pengulangan), dan menghitung nilai simpangan baku (SD), setelah itu dihitung nilai simpangan deviasi relatif dengan rumus:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^{n}(x_{i-}\bar{x})^2}{n-1}}$$

$$\text{KV} = \frac{SD}{\bar{x}}\ x\ 100\%$$

Nilai KV/RSD yang telah dihitung dibandingkan dengan KV Horwitz, KV Horwitz adalah kurva yang menghubungkan reproduksibilitas dengan konsentrasi analit yang terkandung dalam sampel. Presisi dari metode pengujian analisis dinyatakan sebagai rumus dari variasi konsentrasi melalui persamaan berikut:

$$\text{KV (\%)} = 2^{1-0,5\log c}$$

Diasumsikan C adalah fraksi yang dinyatakan sebagai pangkat 10. Presisi dari suatu metode dinyatakan dapat diterima jika koefisien variasi yang diperoleh dari percobaan hasilnya lebih kecil dari KV Horwitz .

Menurut American pre-veterinary medical association (APVMA) (2004) tingkat presisi yang harus dipenuhi berdasarkan konsentrasi analit yang diuji diuraikan dalam Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Nilai % Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit

Jumlah analit terukur dalam sampel (x)	Tingkat presisi (y)
x ≥ 10 %	y ≤ 2 %
1,00 % ≤ x ≤ 10,00 %	y ≤ 2 %
0,10 % ≤ x ≤ 1,00 %	y ≤ 10 %
X ≤ 0,10 %	y ≤ 20 %

2.5.4 Akurasi

Akurasi merupakan tolak ukur yang menunjukkan kedekatan hasil analisis dengan kadar analit sebenarnya (Gary, 1994). Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) dari penambahan suatu analit. Penentuan akurasi dapat dilakukan dengan 2 cara, yaitu metode penambahan baku (*standard addition method*) dan metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) (Riyanto, 2004).

Metode simulasi ini menggunakan sejumlah analit bahan murni yang 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). *Recovery* dapat ditentukan dengan cara membuat sampel *placebo* (eksepien obat, cairan biologis) kemudian analit dengan konsentrasi tertentu ditambahkan (biasanya 80% sampai 120% dari kadar analit yang diperkirakan), kemudian dianalisis dan divalidasi.

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 ini, pengukuran blangko tidak diperlukan lagi. Metode ini tidak dapat digunakan lagi jika penambahan analit dapat mengganggu pengukuran.

Dalam kedua metode tersebut, nilai *recovery* ditunjukkan sebagai rasio antara hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya. Rentang kesalahan yang diperbolehkan pada tiap konsentrasi analit pada matriks dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Nilai % *Recovery* berdasarkan Konsentrasi Analit

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

Sumber: Harmita (2004)

Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) suatu analit yang ditambahkan. Kriteria akurasi yang baik tergantung pada konsentrasi analit dalam matriks sampel dan keseksamaan (RSD). Salah satu metode analisis yang digunakan untuk menentukan *recovery* yaitu metode menggunakan CRM (*Certified Reference Material*) dan adisi standar. Larutan CRM memiliki nilai nilai tertelusur ke SI yang dapat dijadikan sebagai nilai acuan (*reference value*) untuk nilai sebenarnya. Syarat CRM yang digunakan yaitu matriks cocok dengan contoh uji (mempunyai komposisi matriks yang mirip matriks contoh uji). Ketika CRM sulit didapatkan atau tidak memadai, maka dapat menggunakan bahan yang karakteristiknya mirip contoh uji yang diperkaya analit dengan kemurnian tingkat tinggi atau disebut metode adisi standar (Harmita, 2004).

Menurut Harmita (2004), penentuan akurasi suatu metode tidak luput dari kesalahan-kesalahan yang menyebabkan nilai akurasi keluar dari rentang yang diterima atau tidak 100%. Kesalahan seperti ini disebabkan oleh kesalahan personal analis contohnya kesalahan saat pemipetan, larutan yang dibiarkan terlalu lama, kesalahan instrumen, pereaksi, reagen yang digunakan serta kesalahan sistematis lainnya. Untuk mengecek efisiensi proses pretreatment dan preparasi tersebut maka dilakukan uji perolehan kembali (*recovery test*, %R) yang dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$\text{Recovery}\ (\%) = \frac{[C]\text{contoh uji + spike} - [C]\ \text{contoh uji}}{[C]\ \text{spike}} \times 100\%$$

2.5.5 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran adalah parameter yang menetapkan rentang nilai dimana dalam rentang nilai tersebut diperkirakan ada nilai benar yang terukur (Damastuti Dkk., 2009). Ketidakpastian pengukuran dilakukan saat melakukan percobaan dan menghasilkan hasil numerik (kuantitatif). Tujuan pengukuran adalah mengetahui nilai sebenarnya dari pengukuran yang dilakukan pada tiap komponen. Hasil pengukuran akan dianggap lengkap apabila menampilkan nilai ketidakpastian dalam pengukuran tersebut. Misalnya kesalahan sistematis seperti saat pemipetan, kesalahan instrument, adanya kebisingan atau alat-alat gelas yang tidak terkalibrasi, konstruksi neraca yang tidak tepat dan sebagainya (Tetrasari, 2003).

Estimasi ketidakpastian pengukuran terdiri dari beberapa komponen yang dapat diklasifikasikan menurut metode yang digunakan untuk menaksir nilai numeriknya (Damastuti dkk., 2009)

1. Tipe A adalah ketidakpastian yang ditentukan berdasarkan pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian berulang
2. Tipe B adalah ketidakpastian yang ditentukan berdasarkan informasi atau data yang dapat dipercaya, contoh: sertifikat

Komponen ketidakpastian yang berasal dari kesalahan sistematik yang dalam suatu kasus dievaluasi dengan tipe A, tetapi bila tidak tersedia atau tidak praktis dapat dialihkan menjadi evaluasi tipe B. demikian juga komponen ketidakpastian yang berasal dari pengaruh acak.

Menurut KAN (2003), sumber ketidakpastian pengukuran mencakup:

1. Definisi besaran ukur yang tidak lengkap
2. Realisasi definisi besaran ukur yang tidak sempurna
3. Pengambilan sampel yang tidak mewakili kesuluruhan besaran ukur yang didefinisikan
4. Pengetahuan yang tidak memadai tentang pengaruh kondisi lingkungan terhadap proses pengukuran atau pengukuran kondisi lingkungan yang tidak sempurna

5. Bias personil dalam membaca peralatan analog
6. Resolusi atau diskriminasi peralatan
7. Pendekatan dan asumsi yang tercakup dalam metode dan prosedur pengukuran
8. Variasi pengamatan berulang terhadap besaran ukur dalam kondisi yang tetap sama

Kesalahan-kesalahan yang terjadi saat menentukan estimasi ketidakpastian pengukuran dibagi menjadi dua kategori, yaitu (Day and Underwood, 1999) :

1. Kesalahan sistematis atau kesalahan pasti

   Kesalahan sistematis ini merupakan jenis kesalahan yang dapat minimalkan, umumnya kesalahan sistematis berhubungan dengan alat-alat tertentu atau dari cara pengukuran yang digunakan. Kesalahan sistematis ini menuju ke satu arah atau berpola tetap serta bersifat konstan, sehingga tidak mungkin memperoleh hasil yang tetap dan sangat mempengaruhi pengukuran dan nilai akurasi. Kesalahan sistematik diklasifikasikan menjadi :

   1) Kesalahan metodik, yaitu kesalahan yang disebabkan oleh metode analisis yang dilakukan dan mencerminkan sifat kimiawi dari sistem yang terlibat.
   2) Kesalahan operatif, yaitu kesalahan yang disebabkan oleh personel atau pelaku eksperimen yang melakukan percoban serta kurangnya pengetahuan personel tersebut.
   3) Kesalahan instrumental yaitu kesalahan yang disebabkan oleh ketidakmampuan instrumen yang digunakan untuk bekerja sesuai dengan standar yang diperlukan
2. Kesalahan tidak tentu/tidak pasti

   Kesalahan tidak pasti merupakan kesalahan yang tidak dapat diterka dan nilainya befluktuasi. Kesalahan ini jarang terjadi dan cenderung mengarah ke hasil yang tinggi dan rendah dengan probabilitas yang sama. Kesalahan jenis ini tidak dapat dikoreksi karena merupakan keterbatasan final pada pengukuran tersebut. Kesalahan jenis ini dapat terjadi dari variasi kesalahan tertentu ataupun dari sumber lainnya yang bersifat acak dan mempengaruhi nilai presisi dari pengukuran

BAB III
METODOLOGI

3.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah berbagai alat-alat gelas, plastic, dan kaca, Neraca analitik (OHAUS), Digestion (Gerhardt 1), Vortex (Ika Vortex Genius 3), Oven (Memmert), Spektrofotometer UV-Visible (Thermo Scientific Genesys 200).

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian kali ini adalah: sampel tanaman yang sudah dihaluskan, akuades, asam sulfat pekat, hidrogen peroksida, ammonium molibdat tetrahidrat, asam askorbat, kalium antimonil tartrat, dan kertas saring.

3.3 Skema kerja

3.3.1 Penentuan Kandungan Fosfat dalam Tanaman

1) Penentuan kadar air

Cawan kosong ditimbang sebagai (M1) , lalu cawan + sampel ditimbang sebanyak 1 gram sebelum dikeringkan sebagai (M2), lalu cawan + sampel ditimbang sebanyak 1 gram setelah dikeringkan sebagai (M3)

2) Pembuatan pereaksi P pekat

Sebanyak 12 gram $(NH_4)_6\ MO_7O_{24}.H_2O$ dilarutkan dalam 100 mL air bebas ion, lalu perlahan-lahan ditambahkan 140 mL H_2SO_4 pekat dan 0,227 gram $K(SbO)C_4H_4O_6$ $0{,}5.H_2O$ dijadikan 1 L dengan air bebas ion. Larutan dihomogenkan dan ditempatkan dalam botol kimia gelap

3) Pembuatan pereaksi pewarna P

Sebanyak 1,06 gram asam askorbat ditimbang lalu dipindahkan ke labu ukur 100 mL. Sebanyak 10 ml Pereaksi P pekat ditambahkan lalu diencerkan dengan air bebas ion sampai tanda batas dan dihomogenkan.

4) Pembuatan larutan standar induk 1000 ppm PO_4 (Titrisol)

Larutan standar induk PO4 Titrisol di dalam ampul dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 1 L. Larutan diimpitkan dengan air bebas ion sampai tanda batas lalu dipindahkan ke botol kimia gelap dan disimpan di suhu dibawah ruangan (kulkas)

5) Pembuatan larutan standar 100 ppm PO_4 (Titrisol)

Sebanyak 10 mL larutan standar induk PO4 1000 ppm dipipet, lalu dipindahkan ke labu ukur 100 mL. Larutan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dan dihomogenkan

6) Pembuatan deret standar 0; 1; 2; 3; 4; 5 ppm PO_4 (Titrisol)

Sebanyak 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 mLlarutan standar 100 ppm PO4 (Titrisol) dipipet lalu dipindahkan ke labu ukur 10 mL. Larutan iencerkan dengan air bebas ion dan dihomogenkan.

7) Penentuan Fosfat dalam tanaman

Sampel tanaman jati ditimbang sebanyak 0,25 gram lalu dipindahkan ke tabung digestion. Sebanyak 3 mL asam sulfat pekat ditambahkan. Larutan dipanaskan mulai suhu 100 C, suhu dinaikkan setiap 1 jam sekali. Setiap suhu 100; 200; 300 °C, larutan didinginkan dan diberi 2 mL hidrogen peroksida 80% lalu dilakukan destruksi kembali mulai dari suhu 100° C. Proses destruksi diakhiri jika uap putih hilang, larutan berwarna coklat jernih, dan ekstrak sampel tersisa 0,5 mL. Larutan didinginkan lalu ditera ke labu ukur 50 mL dan diencerkan menggunakan akuades. Larutan disaring menggunakan kertas saring dan ditempatkan di wadah sampel. Sebanyak 1 mL larutan sampel dipindahkan ke tabung reaksi (10 kali pengulangan) dan akuades ditambahkan sebanyak 9 mL. larutan divortex lalu didiamkan selama 15 menit. Setelah itu, larutan sampel yang sudah diencerkan 10x dan deret larutan standar 0; 1; 2; 3; 4; 5 ppm PO_4 dipipet sebanyak 1 mL, dipindahkan ke tabung reaksi, dan ditambahkan 5 mL pereaksi pewarna P. Larutan divortex dan didiamkan kembali selama 15 menit. absorbansinya diukur menggunakan Spektrofotometer UV-Visibel pada panjang gelombang maksimum P yaitu 693 nm sesuai petunjuk pengoperasian alat.

3.3.2 Validasi Metode

1) Penentuan LOD dan LOQ

Penentuan limit deteksi dan limit kuantisasi dilakukan dengan cara penentuan kurva kalibrasi deret larutan standar 0; 1; 2; 3; 4; 5 ppm fosfat

2) Penentuan akurasi dan *spike* fosfat

Sampel tanaman ditimbang sebanyak 0,25 gram lalu dipindahkan ke tabung digestion. Larutan standar induk 1000 ppm PO_4 (Titrisol) ditambahkan sebanyak 1 mL lalu ditambahkan 3 mL asam sulfat pekat. Larutan dipanaskan mulai suhu 100°C, suhu dinaikkan setiap 1 jam sekali. Setiap suhu 100; 200; 300°C, larutan didinginkan dan diberi 2 mL hidrogen peroksida 80% lalu dilakukan destruksi kembali mulai dari suhu 100°C. Proses destruksi diakhiri jika jika uap putih hilang, larutan berwarna coklat jernih, dan ekstrak sampel tersisa 0,5 mL. Larutan didinginkan lalu ditera ke labu 50 mL dan diencerkan menggunakan akuades. Larutan disaring menggunakan kertas saring whatmann no. 41 dan ditempatkan di wadah sampel. Sebanyak 1 mL larutan sampel dipindahkan ke tabung reaksi dan ditambah akuades sebanyak 9 mL, larutan divortex dan didiamkan selama 15 menit. Setelah itu, dipipet 1 mL larutan sampel yang telah diencerkan 10x, dipindahkan ke tabung reaksi, dan ditambahkan 5 mL pereaksi pewarna P. Larutan divortex dan didiamkan kembali selama 15 menit. Diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Visibel pada panjang gelombang maksimum P yaitu 693 nm sesuai petunjuk pengoperasian alat.

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian validasi metode penentuan kadar fosfat dalam sampel tanaman menggunakan spektrofotometer UV-Visibel ini bertujuan untuk mengetahui kadar fosfat dalam sampel tanaman dan menentukan hasil dari validasi metode itu sendiri yang memiliki parameter linearitas, limit deteksi, limit kuantisasi,presisi dan akurasi. Penjelasan mengenai data yang diperoleh dan hasil pengujian yang telah dilakukan adalah sebagai berikut.

4.1 Penentuan Kandungan Fosfat

4.1.1 Destruksi Sampel

Penentuan kadar fosfat dalam penelitian ini yaitu dengan mendestruksi sampel. Tahap pertama, sampel tanaman ditimbang sebanyak 0,25 gram sampel pupuk tersebut kemudian ditambahkan H_2SO_4 95% sebanyak 3 mL lalu dilakukan proses destruksi sampel. Jenis destruksi yang digunakan dalam proses analisis ini adalah destruksi basah dengan menggunakan H_2SO_4 sebanyak 3 mL. Jenis asam yang digunakan merupakan oksidator kuat. Asam yang digunakan bertugas mengoksidasi senyawa organik yang terdapat dalam sampel tanaman. Perendaman sampel dengan asam tersebut memakan waktu cukup lama yaitu sekitar 40 jam hari agar proses destruksi berlangsung secara optimal. Proses destruksi dibantu dengan pemanasan menggunakan suhu dimulai dari 100°C. Selama proses pemanasan berlangsung, keluar gas SO_2 yang berwarna kuning kecoklatan dari *digestion block*. Setelah uap kuning habis, suhu dinaikkan sampai 200°C untuk menyempurnakan proses oksidasi senyawa organik yang ada pada sampel. Pada suhu 100 dan 200 proses destruksi dihentikan dan sampel didinginkan, lalu ditambahkan larutan H_2O_2 sebanyak 2 mL untuk lebih mengoptimalkan proses oksidasi yang berlangsung selama proses destruksi. Destruksi diakhiri setelah keluar uap putih dan ekstrak sampel yang dimasak tersisa sekitar 0,5 mL. sampel telah terurai

bebas ditandai dengan keluarnya uap putih pada proses pemasakan. Reaksi yang terbentuk adalah:

Senyawa organik yang terdapat di dalam sampel ($(CHO)_n$), yang mengandung senyawa fosfat (PO_4) didekomposisi oleh asam sulfat menghasilkan gas CO_2 dan SO.

$$PO_4^{3-}(CHO)_{n(s)} + H_2SO_{4\,(aq)} \rightarrow PO_4^{3-}(SO_4)_{x\,(aq)} + CO_{2\,(g)} + 2SO_{\,(g)} + H_2O_{\,(l)}$$

$$2SO_{(g)} + O_{2\,(g)} \rightarrow 2\,SO_{2\,(g)}$$

Gas SO_2 muncul akibat bereaksinya gas SO (sebagai hasil samping destruksi) dengan O_2 bebas di udara. Gas tersebut mengindikasikan bahwa asam sulfat telah mengoksidasi bahan organik secara sempurna.Penambahan H_2O_2, yang selama proses destruksi berlangsung terurai menjadi H_2O dan O_2, menyebabkan terjadinya kontak antara H_2O dengan gas SO_2 yang dihasilkan akibat penambahan H_2SO_4 di awal, sehingga terjadi reaksi sebagai berikut :

$$2H_2O_{2\,(aq)} \rightarrow 2\,H_2O_{\,(l)} + O_{2\,(g)}$$

$$4SO_{2\,(g)} + 2H_2O_{\,(l)} \rightarrow 2HSO_{2\,(aq)} + 2HSO_{2\,(aq)}$$

Larutan H_2SO_4 yang terbentuk pada reaksi tahap 2 kemudian akan mendestruksi bahan organik yang masih tersisa, sedangkan HSO_2 akan terurai menjadi gas SO_2 gas SO, dan hasil samping H_2O.

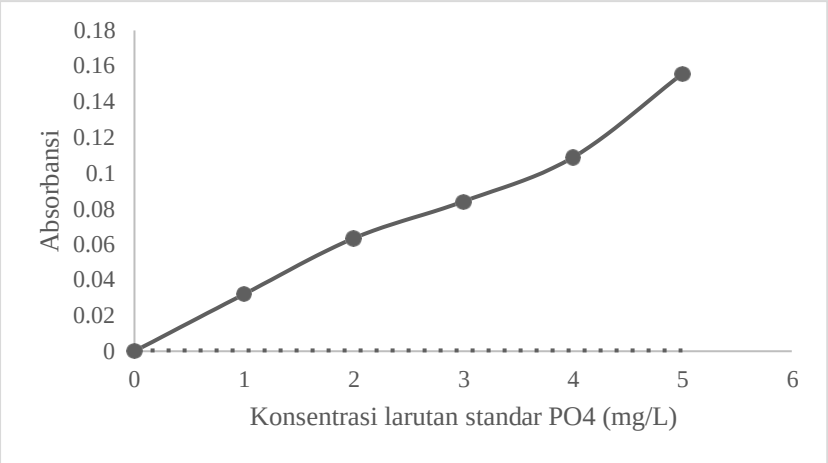
$$2HSO_{2\,(aq)} \rightarrow SO_{2\,(g)} + SO_{(g)} + H_2O_{(l)}$$

4.1.2 Penentuan Kurva Kalibrasi

Metode kurva kalibrasi adalah metode standar yang digunakan untuk menentukan nilai konsentrasi dari suatu analit berdasarkan hukum Lambert-Beer. Penentuan metode kurva kalibrasi dilakukan dengan menguji berbagai variasi konsentrasi larutan seri standar PO_4 diantaranya adalah 0; 1; 2; 3; 4; 5 mg/L pada Panjang gelombang maksimum P yaitu 693 nm. Pengukuran absorbansi fosfat dilakukan pada panjang gelombang tersebut karena pada daerah tersebut diperoleh titik serapan terbesar untuk setiap standar P. Panjang gelombang tersebut menunjukan bahwa serapan fosfat

terdapat pada daerah visibel karena masuk pada rentang panjang gelombang 400-800 nm.

Konsentrasi fosfat dalam larutan sampel diperoleh dari hasil interpolasi absorbansi larutan sampel ke dalam persamaan garis lurus yang diperoleh dengan menggunakan persamaan regresi linier pada kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi larutan standar PO4 versus absorbansi ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Standar Fosfat

Berdasarkan gambar 4.1. diperoleh persamaan regresi linear y = 0,0294x + 0,0004 koefisien determinasi $(R)^2$ sebesar 0,987 dan koefisien korelasi (r) sebesar 0,993. Y merupakan respon instrument, dan koefisien korelasi adalah suatu ukuran hubungan linier antara dua set data dan ditandai dengan r. Berdasarkan penjaminan mutu SNI 06-6989.31-2005 koefisien korelasi yang diterima adalah ≥ 0,97 maka dari itu, koefisien korelasi yang diperoleh dapat diterima.

4.1.3 Penentuan Kandungan fosfat

Pengukuran kuantitatif kadar fosfat secara spektrofotometri UV-Visibel menggunakan pereaksi pewarna P untuk penentuan fosfat, yang terdiri dari campuran larutan amonium molibdat, asam sulfat pekat, kalium antimoniltartrat, dan asam askorbat. Ortofosfat dalam suasana asam membentuk kompleks fosfomolibdenum yang berwarna kuning dengan molibdat. Asam askorbat bereperan sebagai agen

pereduksi yang berfungsi untuk mereduksi Kompleks fosfomolibdat sehingga intensitas warna biru terbentuk. Hal ini bertujuan agar absorbansinya dapat diukur, Senyawa antimoniltartrat digunakan untuk melengkapi reduksi kompleks fosfomolibdenum kuning menjadi kompleks fosfomolibdat berwarna biru. Antimoniltartrat meningkatkan intensitas warna biru dan menyebabkan pengukuran absorbansi yang lebih sensitif. Reaksi yang terbentuk dijabarkan di bawah ini (Walinga, 1995):

$$PO_4^{3-}{}_{(aq)} + 12\ MoO_4^{2-}{}_{(aq)} + 27\ H^+{}_{(g)} \rightarrow\ H_7[P(Mo_2O_7)_6]_{(aq)}$$

$$H_7[P(Mo_2O_7)_6]\ {}_{(aq)} + 10H_2O_{(l)} + H_7[P(Mo_2O_7)_6]\ {}_{(aq)} + C_6H_8O_6\ {}_{(s)} \rightarrow \text{biru molibdat}$$

Penentuan kadar fosfat dalam sampel menggunakan metode kurva kalibrasi. Perbedaan antara pengujian sampel dan larutan standar fosfat adalah ekstrak sampel jernih yang telah disaring dipipet 1 mL dan diencerkan dengan 9 mL air bebas ion, divortex lalu ditunggu 15 menit. Setelah itu, perlakuan disamakan dengan larutan standar untuk metode kurva kalibrasi yaitu dipipet 1 mL ekstrak sampel dan larutan standar PO_4 lalu ditambahkan 5 mL pereaksi pewarna P. Larutan campuran tersebut divortex dan ditunggu 15-20 menit, larutan yang telah divortex semakin besar serapannya maka semakin tinggi intensitas warna biru yang nampak. Pemberian pereaksi pewarna P bertujuan agar reaksi pengompleks-an ortofosfat, reduksi pada kompleks fosfomolibdat serta pemantapan intensitas warna biru berlangsung sempurna. Larutan standar dan sampel diukur dengan spektrofotometer uv-visibel *single beam* pada panjang gelombang 693 nm, sehingga diperoleh absorbansi larutan standar dan sampel.

Konsentrasi fosfat dalam larutan sampel diperoleh dari hasil interpolasi absorbansi larutan sampel ke dalam persamaan garis lurus yang diperoleh dengan menggunakan persamaan regresi linier pada kurva kalibrasi. Hasil penentuan kadar fosfor dan fosfat dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data Penentuan Kadar Fosfat & Fosfor pada Sampel Daun Jati

Pengulangan sampel ke	Absorbansi	Konsentrasi PO_4 kurva (mg/L)	Faktor koreksi	Konsentrasi PO4 (mg/L)	Konsentrasi P (mg/L)
1	0,072	2,435	1,027	0,05	0,016
2	0,07	2,367	1,027	0,048	0,015
3	0,071	2,401	1,027	0,049	0,015
4	0,071	2,401	1,027	0,049	0,015
5	0,078	2,639	1,027	0,054	0,169
6	0,084	2,843	1,027	0,058	0,018
7	0,074	2,503	1,027	0,051	0,016
8	0,083	2,809	1,027	0,057	0,018
9	0,077	2,605	1,027	0,053	0,017
10	0,08	2,707	1,027	0,055	0,017
			Kadar P dan PO4 (ppm)	0,052	0,032
			kadar P dan PO4 (%)	5,285	3,213

Berdasarkan Tabel 4.1. didapatkan hasil rata-rata kadar fosfat dalam tanaman yaitu 5,28% dan kadar fosfor 3,21% yang berarti kadar fosfor yang dideroleh melebihi kadar fosfor yang baik untuk tanaman tersebut. Nilai kandungan kadar P pada tanaman (daun) berkisar 0,08-1,2% (Sumarna, 2003).

Kadar air merupakan banyaknya air yang terkandung di dalam sampel yang dinyatakan dalam persen (%). Penentuan kadar air dilakukan dengan menimbang cawan kosong sebagai (W0) sejumlah sampel tanaman ditambah cawan kosong sebelum dioven sebagai (W1) serta sejumlah sampel tanaman ditambah cawan kosong setelah dioven sebagai (W2). Variabel yang telah disiapkan (W1),(W2) dan (W3) pada suhu 105℃ selama 5 jam untuk menghilangkan kandungan air yang terkandung dalam sampel tanaman yang akan dianalisis. Setelah selesai dipanaskan, cawan dan sampel yang kering yang sudah konstan sebagai (W3) didinginkan dalam desikator selama 10

menit, lalu ditimbang. Perbedaan yang terdapat setelah dan sebelum penimbangan adalah kadar air yang terkandung (Darmanik, 2011). Penentuan kadar air didapatkan dari penimbangan komponen-komponen di atas (W0, W1, W2) dan didapatkan hasil seperti Tabel 4.2

Tabel 4.2 Data Penentuan Kadar Air (TNM 20)

Sampel	Satuan	Nilai satuan
Berat cawan kosong (W0)	gram	3,60
Berat cawan + sampel basah (W1)	gram	4,60
Berat cawan + sampel kering (W2)	gram	4,50
Berat sampel kering	gram	1,00
Berat air	gram	0,10
Kadar air	%	10,00

4.2 Validasi Metode

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan atau penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan penggunaannya. Validasi metode bersifat sangat krusial karena merupakan elemen yang sangat penting untuk control kualitas dan memberikan jaminan bahwa pengukuran tersebut dapat dipertanggungjawabkan untuk datanya disebarluaskan ke luar laboratorium. Validasi memiliki beberapa parameter untuk diuji yaitu linearitas, LOD & LOQ, presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

4.2.1 Penentuan Linearitas Fosfat

Linearitas merupakan bukti keterkaitan antara absorbansi larutan standar dan konsentrasi larutan itu sendiri. Menurut hokum Lambert-Beer, konsentrasi analit yang terdapat dalam larutan berbanding lurus dengan melihat respon metode selama jangkauan kerja yang dihasilkan. Semakin tinggi konsentrasi seri larutan standar, maka akan semakin besar juga respon yang dihasilkan. Linearitas dari metode kurva kalibrasi akan menghasilkan koefisien determinasi $(R)_2$ dan koefisien korelasi $(r)_2$. Koefisien korelasi menunjukkan hubungan antara larutan seri standar fosfat dan

absorbansi sementara koefisien determinasi menunjukkan jarak kedekatan regresi linear dengan titik sebenarnya. Linearitas menunjukkan ketelitian metode analisis ketika $(R)_2$ lebih besar dari 0,995 (Chan, 2004).

Tabel 4.3 Data pengukuran larutan Standar fosfat

Konsentrasi std PO_4 (ppm)	Absorbansi			
	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Rata-rata
0	0	0	0	0
1	0,029	0,036	0,031	0,032
2	0,066	0,062	0,062	0,063
3	0,081	0,085	0,086	0,084
4	0,114	0,106	0,106	0,108
5	0,15	0,164	0,153	0,155

Tabel 4.3. menunjukkan absorbansi yang diperoleh dari pengujian standar fosfat. Koefisien korelasi (r) yang didapat adalah 0,993 dan koefisien determinasi (R) yang didapat 0,987. Menurut jaminan mutu SNI 06-6989.31-2005 koefisien korelasi yang diterima adalah lebih dari sama dengan 0,97 maka dapat disimpulkan bahwa koefisien korelasi (r) diterima.

4.2.2 Penentuan Limit Deteksi (LOD) dan Limit Kuantisasi (LOQ)

Limit deteksi adalah nilai Batasan jumlah terkecil analit dari contoh sampel yang dapat dideteksi dan menghasilkan respon yang kongkrit bila dibandingkan dengan blanko dan berada dalam kondisi yang telah disepakati, sedangkan limit kuantisasi merupakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang salah satunya dapat ditentukan dengan akurasi atau presisi yang dapat diterima di bawah situasi yang sudah disepakati (Holilah, 2016).

Penentuan nilai LOD dan LOQ dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu diantaranya dengan metode kurva kalibrasi, signal to noise dan penentuan blanko. Untuk metode konvensional atau tidak menggunakan instrument dapat dilakukan dengan pengenceran bertingkat pada larutan sampel sedangkan menggunakan instrument dilakukan dengan mengukur respon blangko beberapa kali lalu dihitung

simpangan baku respon terhadap blangko (Prihatin, 2016). Data perhitungan LOD dan LOQ dapat dilihat pada tabel 4.4.

Tabel 4.4 Data Hasil Perhitungan LOD dan LOQ

Konsentrasi larutan std (ppm)	Abs rata-rata	$(X-\bar{X})$	$(X-\bar{X})^2$	yc	y-yc	$(y-yc)_2$
0	0	-2,5	6,25	0,0004	-0,0004	1,6E-07
1	0,03	-1,5	2,25	0,0298	0,0022	4,84E-06
2	0,06	-0,5	0,25	0,0592	0,0041	1,70E-05
3	0,08	0,5	0,25	0,0886	-0,0046	2,11E-05
4	0,10	1,5	2,25	0,118	-0,0093	8,71E-05
5	0,15	2,5	6,25	0,1474	0,0082	6,83E-05
$\bar{x}$ = 2,5					Jumlah	1,98E-04
					Sy/x	0,0070
					LOD	0,7191
					LOQ	2,3972

Berdasarkan perhitungan yang telah dilakukan, didapatkan nilai LOD sebesar 0,7191 mg/L. Nilai LOD menunjukkan batas terkecil analit yang dapat terdeteksi oleh Spektrofotometri UV-Visibel. Nilai LOD yang diperoleh lebih besar dari intersepsi yang didapat, menurut jaminan mutu SNI 06-6989.31-2005 hasil nilai LOD yang diperoleh dapat diterima karena lebih besar sama dengan intersepsi yang diperoleh. Untuk nilai LOQ didapatkan nilai sebesar 2,39 mg/L. Nilai tersebut merupakan batas terkecil analit yang terkuantisasi. Namun, dikarenakan nilai kuantisasi yang tinggi, maka disarankan untuk melakukan pengukuran contoh sampel yang konsentrasinya diatas nilai LOQ karena pengukuran dibawah nilai kuantisasi dimungkinkan hasilnya kurang akurat karena nilai LOQ yang dipeoleh sangat besar.

4.2.3 Penentuan Presisi

Presisi merupakan tolak ukur yang memperlihatkan kedekatan antara hasil nilai pengukuran dari nilai sampel yang telah dihomogenkan pada kondisi yang normal atau sampel yang diuji dengan diberikan perlakuan yang sama, contoh: menggunakan instrumen yang sama, waktu yang berdekatan, analis yang sama. Pengujian dilakukan

dengan menguji sampel contoh pada panjang gelombang optimum unsur fosfat sebanyak 10 kali pengulangan. Sampel dengan 10 kali pengulangan menunjukkan bahwa adanya kedekatan nilai hasil antara satu dengan yang lainnya. Berikut hasil data pengukuran presisi kadar sampel fosfat dalam sampel tanaman dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Data Hasil Perhitungan Presisi

Pengulangan ke	Abs sampel	Konsentrasi PO_4 kurva (mg/L)	Konsentrasi sampel (mg/L)	$(X-\bar{X})$	$(X-\bar{X})^2$
1	0,072	2,4353	0,0500	-0,0027	7,82E-06
2	0,07	2,3673	0,0486	-0,0041	1,75E-05
3	0,071	2,4013	0,0493	-0,0034	1,22E-05
4	0,071	2,4013	0,0493	-0,0034	1,22E-05
5	0,078	2,6394	0,0542	0,0013	1,955E-06
6	0,084	2,8435	0,0584	0,0055	3,12E-05
7	0,074	2,5034	0,0514	-0,0013	1,95E-06
8	0,083	2,8095	0,0577	0,0048	2,39E-05
9	0,077	2,6054	0,0535	0,0006	4,88E-07
10	0,08	2,7074	0,0556	0,0027	7,82E-06
		Rata-rata	0,0528	Jumlah	1,17E-04
		Jumlah	0,5285	SD	0,0036
				%RSD	6,8306
				KV Horwitz	35,2232
				2/3 KV Horwitz	23,4821

Berdasarkan Tabel 4.5 presisi ditentukan dengan membandingkan nilai %RSD dengan 2/3 nilai KV Horwitz. Sebelumnya, nilai %RSD sebesar 6,83 % dibandingkan dengan batas keberterimaan jaminan mutu SNI 06-6989.31-2005 yaitu kurang dari sama dengan 5%, nilai yang diperoleh melebihi batas keberterimaan tersebut maka %RSD dibandingkan dengan 2/3 KV Horwitz. Nilai relatif standar deviasi (%RSD) diperoleh sebesar 6,83 %, nilai KV Horwitz didapatkan 35,22 dan nilai 2/3 KV Horwitz 23,48 %. Hasil menunjukkan %RSD < 2/3 KV Horwitz maka dapat dinyatakan bahwa repeatibilitas sampel dapat diterima dan sampel sudah presisi

4.2.4 Penentuan Akurasi

Penentuan parameter akurasi dilakukan untuk mengetahui keakuratan suatu analisis metode. evaluasi hasil uji melalui uji perolehan kembali (*recovery*) adalah perlakuan dasar yang harus dilakukan. Akurasi dinyatakan sebagai nilai persen perolehan kembali (*recovery*) contoh analit yang ditambahkan. Akurasi adalah kemampuan metode analisis untuk mendapatkan nilai pengujian setelah sampel dilakukan pengujian secara berulang. Semakin dekat keberulangan analisis dengan sampel maka analisis tersebut semakin akurat (Khan, 1996). Penentuan akurasi dilakukan dengan metode penambahan baku, yaitu dengan cara, sejumlah sampel yang akan dianalisis ditambahkan dengan contoh larutan standar ke dalam larutan sampel yang sudah diketahui konsentrasinya. Sampel yang akan dianalisis dengan nilai sejumlah tertentu analit (standar atau *pure analyte*) ditambah ke dalam contoh sampel, dicampurkan lalu selanjutnya dianalisis lagi (Riyanto, 2014).

Tabel 4.6 Data hasil perhitungan akurasi

Pengulangan ke	C Contoh (mg/L)	C *spike* (mg/L)	C contoh + spike (mg/L)	%Recovery
1	0,0556	0,0199	0,0878	160,83
2	0,0486	0,0199	0,0948	230,76
3	0,0493	0,0185	0,0899	218,04
4	0,0493	0,0178	0,0899	226,56
5	0,0542	0,0206	0,0836	141,89
6	0,0584	0,0206	0,0906	155,40
7	0,0514	0,0192	0,0871	184,78
8	0,0577	0,0248	0,0892	126,40
9	0,0535	0,0248	0,0871	134,83
10	0,0556	0,0234	0,0892	142,85
			Rata-rata	172,23

Berdasarkan Tabel 4.6. hasil %*recovery* diperoleh sebesar 172,23%. Hal ini menunjukkan bahwa sampel tanaman daun jati memiliki tingkat akurasi yang kurang baik dimana menurut jaminan mutu SNI 06-6989.31-2005 batas yang diterima berkisar

85-115% saja. Metode pengujian yang dilakukan dalam penelitian ini dinyatakan kurang baik karena tidak masuk rentang nilai akurasi yang baik berkisar 85-115%.

4.2.5 Hasil kesesuaian

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, hasil dari kesesuaian penentuan kandungan fosfat dalam daun jati dapat disimpulkan baik sehingga metode ini bisa diajukan menjadi pengujian rutin sampel analisis kadar fosfat selanjutnya. Dapat dilihat pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Data pengujian Hasil Validasi Metode pada Sampel Daun Jati

parameter	persamaan	hasil	Nilai keberterimaan
Linearitas	Y = ax + b	R = 0,993	0,97 (jaminan mutu SNI 06-6989.31-2005)
Presisi	RSD = $\frac{SD}{X}x$ 100%	6,830 %	%RSD < 2/3 KV Horwitz (jaminan mutu SNI 06-6989.31-2005)
Akurasi	$\frac{C2-C1}{C3}$x 100%	172,23%	85-115% (jaminan mutu SNI 06-6989.31-2005)
LOD	(3 x Sy/x)/slope	0,7191 mg/L	≥ intersepsi pengukuran (jaminan mutu SNI 06-6989.31-2005)
LOQ	(10 x Sy/x)/slope	2,3972 mg/L	≤ larutan konsentrasi terendah larutan standar

Berdasarkan hasil yang diperoleh, hasil pengujian kandungan kadar fosfat dalam daun jati memiliki hasil yang cukup baik. Nilai linearitas masuk batas keberterimaan, nilai presisi menunjukkan nilai yang akurat karena < 2/3 CV horwitz, untuk hasil akurasi nilai yang didapatakan melampaui batas keberterimaan yaitu 85-115% (jaminan mutu SNI 06-6989.31-2005). Parameter nilai LOD lebih besar dari nilai intersepsi pengukuran, sementara nilai LOQ melampaui batas keberterimaan dimana konsentrasi terendah larutan standar adalah 1 mg/L sementara hasil nilai LOQ 2,3972 mg/L. Hal ini menunjukkan bahwa laboratorium Kimia Tanah di Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Yogyakarta mampu melakukan pengujian tersebut dan beberapa

hal yang dapat ditingkatkan untuk menunjang keakuratan data yang dihasilkan.

4.3 Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Estimasi Ketidakpastian pengukuran merupakan salah satu komponen penting untuk melaksanakan validasi. Penentuan ketidakpastian pengukuran dilakukan untuk mengetahui dan memastikan bahwa hasil yang diperoleh pada penelitian ini memiliki hasil yang sudah terbukti valid. Menentukan estimasi ketidakpastian pengukuran dapat dilakukan dengan pengujian kadar fosfat, menganalisis alur hasil pada saat menggunakan instrumen Spektrofotometer UV-Visibel, dan diagram tulang ikan. Estimasi Ketidakpastian pengukuran dari rumus kadar dapat dilihat sebagai berikut :

$$\text{Kadar Fosfat } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) = \text{ppm kurva x } \frac{\text{~~mL ekstrak~~}}{1000} \text{ x } \frac{100}{\text{mg contoh}} \text{ x FK}$$

Nilai Ketidakpastian pengukuran dapat dilakukan dengan menentukan sumber- sumber ketidakpastian diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan pada Gambar 4.2. sendiri ditentukan dengan menelusuri prosedur keselurahan dalam pengujian, juga berasal dari rumus kadar yang digunakan untuk menentukan kadar fosfat dalam sampel tanaman. Faktor-faktor itu diantaranya volume sampel, faktor pengenceran, ppm kurva, massa sampel, presisi dan kadar air. Selain faktor-faktor tersebut, ditentukan factor- faktor parameter dari perhitungan validasi sebagai variasi yaitu ketidakpastian *recovery*. Diagram tulang ikan digambarkan pada Gambar 4.2. langkah- langkah yang dapat dilakukan untuk menentukan ketidakpastian pengukuran kadar fosfat pada sampel tanaman yaitu :

1. Membuat skema kerja

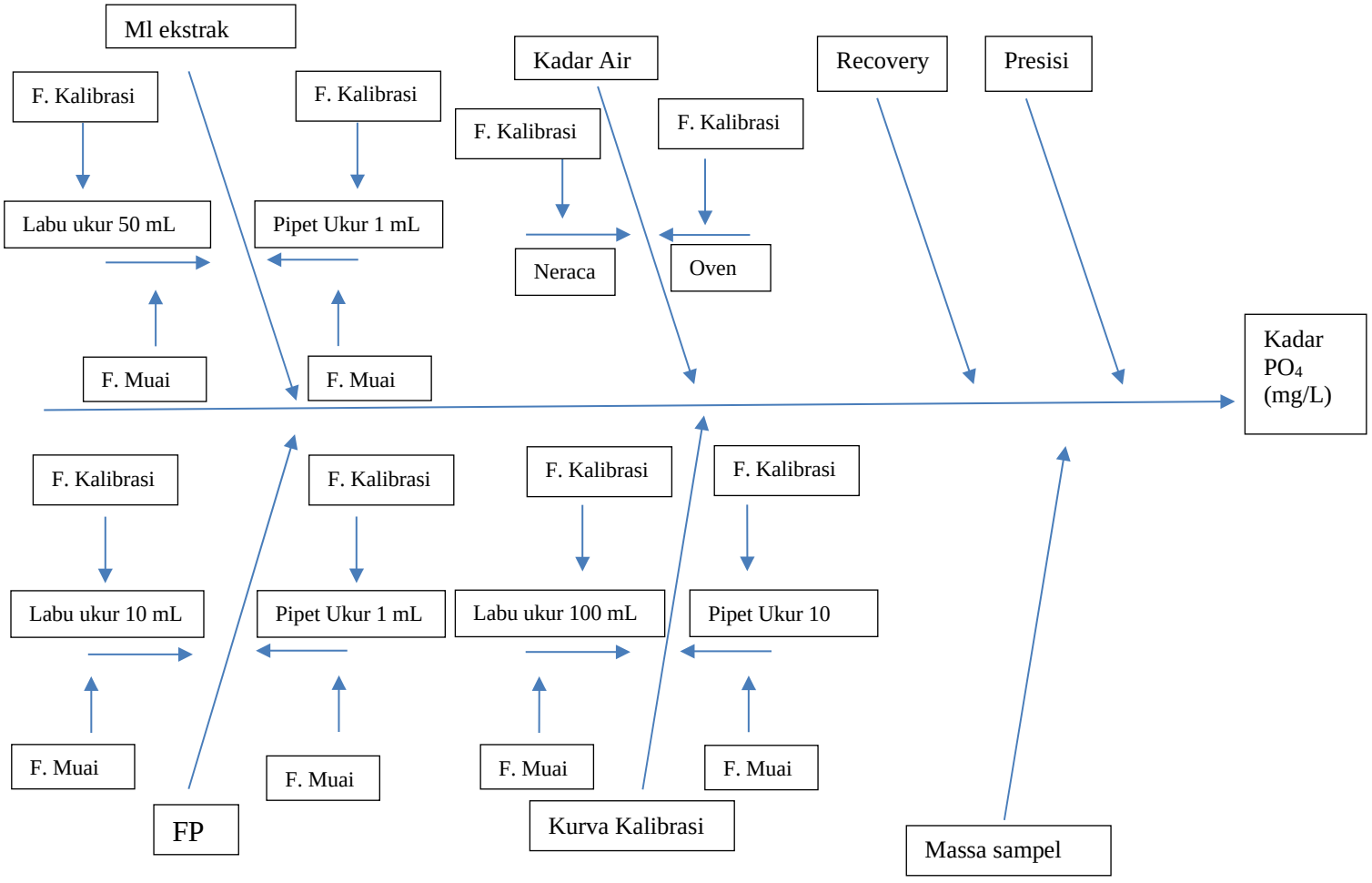
Skema kerja yang dibuat berdasarkan pengujian yang dilakukan untuk menentukan ketidakpastian.

2. Menentukan rumus

Rumus digunakan untuk menentukan nilai target pengujian yang akan digunakan untuk menentukan ketidakpastian.

3. Membuat diagram tulang ikan

Diagram tulang ikan dibuat berdasarkan untuk memberikan informasi tentang faktor-faktor yang mempengaruhi pengukuran kadar fosfat. Penentuan perhitungan ketidakpastian pengukuran berasal dari diagram tulang ikan berdasarkan parameter sumber kesalahan.



Gambar 4.2 Diagram tulang ikan

4. Menentukan ketidakpastian baku

Ketidakpastian baku diperoleh dari factor-faktor pokok yang dijadikan duri di diagram tulang ikan. Cara mengidentifikasi ketidakpastian baku dapat dilihat dari masing-

masing komponen variable yang mempengaruhi ketidakpastian pengukuran. Ketidakpastian baku dapat ditentukan dengan rumus :

$$\mu\ kal = \frac{s}{K}$$

5. Menentukan ketidakpastian gabungan

Penentuan ketidakpastian gabungan dilakukan dengan menggabungkan beberapa sumber ketidakpastian pengukuran yang telah ditentukan. Ketidakpastian gabungan dapat ditentukan dengan rumus :

$$\mu G = \sqrt{(\frac{\mu x}{x})^2 + (\frac{\mu x}{x})^2} + \cdots$$

Tabel 4.8. Presentase penyumbang ketidakpastian

no	Deskripsi	Nilai (x)	(μx)	(μx/x)	Kuadrat gabungan	*μ Gabungan*
1	mL ekstrak	1; 50 mL	0,02 ; 0,05	0,002 ; 0,001	7,8x10-6	0,0027
2	Faktor pengenceran	1; 10	0,02 ; 0,0013	0,002 ; 0,0003	8,48x10-6	0,0029
3	Ppm kurva	10; 100; 2,5	0,041 ; 0,014 ; 0,55	0,0041 ; 1,4x10 ; 0,055	0,057	0,2397
4	Kadar air	105; 1	0,9 ; 0,00005	7,346x10-5 2,5x10-9	7,347x10-5	0,0085
5	Recovery	0,021	0,0014	0,069	0,0047	0,1188
6	presisi	2,645	6,83	2,581	2,581	0,0258
7	Massa sampel	1	2,5x10-9	2,5x10-9	2,5x10-9	5x10-5
					Ketidakpastian gabungan	0,0141 ppm
					Ketidakpastian diperluas	0,0282 ppm

Kadar fosfat yang diperoleh sebesar 0,0528 ppm dengan persamaan tersebut maka diperoleh nilai ketidakpastian gabungan sebesar 0,0141 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa pengukuran yang dilakukan di bawah batas maksimum dan dapat diterima, nilai ketidakpastian pengukuran yang dapat diterima yaitu ≤ 30 % (Riyanto, 2014)

6. Menentukan ketidakpastian diperluas

Langkah terakhir yang harus dilakukan dari perhitungan ketidakpastian adalah mengalikan ketidakpastian gabungan (μx) dengan suatu faktor pencakupan (k) ketidakpastian untuk mendapatkan untuk memperoleh nilai ketidakpastian diperluas (U). dengan tingkat kepercayaan tertentu. Selang tingkat kepercayaan 95% memiliki faktor cakupan (k) sebesar 2, selang tingkat kepercayaan 99% memiliki factor cakupan (k) sebesar 3. Pada penelitian kali ini, selang kepercayaan yang digunakan yaitu 95% yang memiliki faktor cakupan (k) sebesar 2. Nilai ketidakpastian gabungan yang didapatkan dari penelitian yang dilakukan adalah sebesar 0,0141 ppm, dan nilai ketidakpastian diperluas yang diperoleh pada selang kepercayaan 95% adalah sebesar 0,0282 ppm.

Nilai ketidakpastian pengukuran menunjukkan besarnya tingkat kesalahan yang terjadi dalam penentuan kadar fosfat dalam sampel tanaman dengan spektrofotometer UV-Visibel. Nilai ketidakpastian pengukuran yang diperoleh tergolong rendah, hal ini menunjukkan bahwa proses analisis dalam penelitian ini sangat berhati-hati dan teliti sehingga kesalahan yang terjadi bisa ditekan menjadi rendah. Perhitungan estimasi ketidakpastian dilakukan bertujuan untuk memastikan bahwa kadar Fosfat dalam sampel tanaman akurat, serta metode spektrofotometri UV-Visibel yang dilakukan sudah valid.

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penentuan kadar fosfat dalam daun jati dengan menggunakan spektrofotometer UV-Visibel dapat disimpulkan bahwa:

1. Kadar air yang diperoleh sebesar 10%, nilai tersebut masuk ke batas keberterimaan SNI 01-0010-2002 yaitu ≤ 10%
2. Kadar fosfat dalam sampel tanaman jati yang diperoleh sebesar 0,0528 ppm. Nilai koefisien korelasi (r) yang didapatkan 0,993 nilai tersebut masuk ke batas keberterimaan yaitu 0,97. Nilai LOD dan LOQ yang didapatkan adalah 0,7191 mg/L dan 2,3972 mg/L, nilai LOD masuk ke batas keberterimaan yaitu ≥ nilai intersepsi pengukuran sebesar 0,0004 sementara nilai LOQ tidak masuk ke batas keberterimaan yaitu ≤ nilai konsentrasi larutan standar terendah yaitu 1 mg/L. Nilai presisi yang didapatkan adalah 6,83%, nilai tersebut tidak masuk batas keberterimaan %RSD yaitu ≤ 5% lalu nilai %RSD dibandingkan dengan 2/3 CV Horwitz dan hasilnya < 2/3 CV horwitz maka dapat dinyatakan bahwa pengukuran yang dilakukan presisi. Nilai % *Recovery* yang diperoleh 172,23% niali tersebut tidak masuk ke baras keberterimaan yaitu 85-115%. Nilai estimasi ketidakpastian gabungan yang diperoleh 0,0141 ppm nilai tersebut masuk ke batas keberterimaan yaitu ≤ 30%.

5.2 Saran

Saran dari penulis adalah untuk melakukan validasi secara cermat dan bertahap terhadap metode yang digunakan serta melakukan kalibrasi terhadapa alat agar hasil yang diperoleh dapat lebih presisi dan akurat.

DAFTAR PUSTAKA

AOAC, 2005, *Official Method of Analysis of the Association of Official Analytical Chemist,* 18th edition, Virginia. USA.

Balai Penelitian Tanah. 2009. *Petunjuk Teknis Analisis Kimia Tanah, Air, dan Pupuk.* Bogor : Balai Penelitian Tanah

BSN. 2005. SNI 06-6989.31-2005 *Cara Uji Kadar Fosfat dengan Metode Asam Askorbat.* Jakarta : Badan Standardisasi Nasional

BSN. 2002. SNI 01-0010-2002. Panili. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional

Bievre, & Gunzler. (1998). *Eurachem Guidance Document. The Fitness for Purpose of Analytical Methods, a Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics*. London: Laboratory of the Government Chemist.

Day, R., & Underwood, A. (1993). *Analisa Ilmu Kuantitatif Edisi Keempat*. Jakarta: Erlangga

Damastuti, Endah, Muhayatun dan Diah D. L., 2009. Estimasi Ketidakpastian Analisis Aktivasi Neutron pada Penentuan Unsur Zn dalam Cuplikan Makanan. Bandung: PTNBR-BATAN

EURACHEM/CITAC. (2000). *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (Ellssons, S. L. R., Rosslein, M., & Williams, A., Editor) (Second Edition). UK Department of Trade and Industry as Part of The National Measurement System Valid Analytical Measurement* (VAM) Programme.

Fessenden, R., & Fessenden, J. (1997). *Kimia Organik Jilid 2 Diterjemahkan oleh Dra. Irma I. Kartoraharjo.* Jakarta: Erlangga

Gary. (1994). *Analytical Chemistry (5th edition).* New York: John Wiley & Sons Inc.

Harmita. (2004). *Review Artikel. Petunjuk pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Jurnal Majalah Ilmu Kefarmasian Departemen Farmasi FMIPA UI, Vol 1 No. 3

Hidayat, A. (1989). *Pengendalian dan Evaluasi Unjuk Kerja Metode Analisis Kimia*. Warta AKAB: Pusat Pembinaan Latihan Keterampilan dan Kejuruan Industri.

Holilah, I. 2016. *Analisis Logam Merkuri dan Arsen dalam Krim Pemutih Kulit Secara Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (MP-AES)*. Universitas Lampung. Lampung.

KAN. 2003. *Pedoman Evaluasi dan Penetapan Ketidakpastian Pengukuran*, Jakarta: Komite Akreditasi Nasional

Kantasubrata. (2008). *Validasi Metode*. Bandung : Pusat Penelitian LIPI.

Khan. (1996). *Laboratory Statistics (3th edition)*. Inc. Missouri: Mosby Year Book.

Khopkar. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia.

Kristianingrum. 2014. *Spektroskopi Ultra Violet dan Sinar Tampak*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.

Kusumaningtyas, D. I., Sumarno, D., & P. Purnaman., 2016. *Estimasi Ketidakpastian Pengukuran dalam Metode Penentuan Fosfat (P-PO4) Secara Spektrofotometri*. Puslitbangkan. Vol. 14 No. 1 Juni 2016

Mahfudz dkk., *t.t.*, *Sekilas Jati*. Puslitbang Biotek dan Pemuliaan Tanaman Hutan. Jogyakarta

Riyanto. (2014). *Validasi dan Verifikasi Metode Uji : sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish.

Rohman, A., & Sumantri. (2002). *Analisis Makanan. Yogyakarta*: Gadjah Mada University Press.

Ruhnayat, A., 2007. *Penentuan Kebutuhan Pokok Unsur Hara N, P, K untuk Pertumbuhan Tanaman Panili (Vanilla Planifolia Andrews),* Bul. Littro. Vol. XVIII No. 1, 2007, 49-59

Sastrohamidjojo, H. (1991). *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.

Setyawan, A., 2018. *Validasi Metode Analisis Logam pada Limbah Radioaktif Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom*. PUSPIPTEK. Vol. 15 No.

Simanungkalit RDM, Edi, H., & Saraswati R.,. 2006. *Pupuk Organik dan Pupuk Hayati*. Jawa Barat. Balai Besar Litbang Sumberdaya Lahan Pertanian Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian.

Spiegel M, R., 1988. *Seri Buku Schaum : Statistika, edisi ke-2*. Bandung: Erlangga

Sumardi. 2002. *Validasi Metode Pengujian.* Jakarta : Pusar Standarissi dan Akreditasi Sekretariat Jenderal Departemen Pertanian.

Sumarna, Yana. 2007. Budidaya Jati. Penebar Swadaya, Jakarta. Bio Teak. 2011.

Tetrasari, H., 2003. *Validasi Metode Analisis*. Jakarta: Pusat Pengkajian dan Penelitian Makanan BPPOM

Walinga, I., 1995, *Plant Analysis Procedures*, Waganingen Agricultural University, Netherland.

Zakiyah, N. Z., Rahmawati, C & Fatimah, I., 2013. *Analisis Kadar Fosfor dan Kalium Pada Pupuk Organik di Laboratorium Terpadu Dinas Pertanian Kabupaten Jombang.* IJCR. Vol. 3, No. 2, Hal. *38-48*

LAMPIRAN

LAMPIRAN 1

Penentuan Validasi Metode

1. **Penentuan Kadar Fosfat dalam sampel tanaman jati**

   Kadar PO_4 (mg/L) = ppm kurva x ml ekstrak/1000mL x 100/mg contoh x FK

   Keterangan :

   Ppm kurva = $(\frac{abs\ sampel - intersep}{slope})$

   Ml ekstrak = volume labu takar (mL)

   Massa = berat sampel tanaman (mg)

   Fk = faktor koreksi

   Konsentrasi sampel 1 = 2,43 mg/L x 0,05 mL x 0,4 mg x 1,027 g
   = 0,05 mg/L

   Konsentrasi sampel 2 = 2,36 mg/L x 0,05 mL x 0,4 mg x 1,027 g
   = 0,048 mg/L

   Konsentrasi sampel 3 = 2,40 mg/L x 0,05 mL x 0,4 mg x 1,027 g
   = 0,049 mg/L

   Konsentrasi sampel 4 = 2,40 mg/L x 0,05 mL x 0,4 mg x 1,027 g
   = 0,049 mg/L

   Konsentrasi sampel 5 = 2,63 mg/L x 0,05 mL x 0,4 mg x 1,027 g
   = 0,054 mg/L

   Konsentrasi sampel 6 = 2,84 mg/L x 0,05 mL x 0,4 mg x 1,027 g
   = 0,058 mg/L

   Konsentrasi sampel 7 = 2,50 mg/L x 0,05 mL x 0,4 mg x 1,027 g
   = 0,051 mg/L

   Konsentrasi sampel 8 = 2,80 mg/L x 0,05 mL x 0,4 mg x 1,027 g
   = 0,057 mg/L

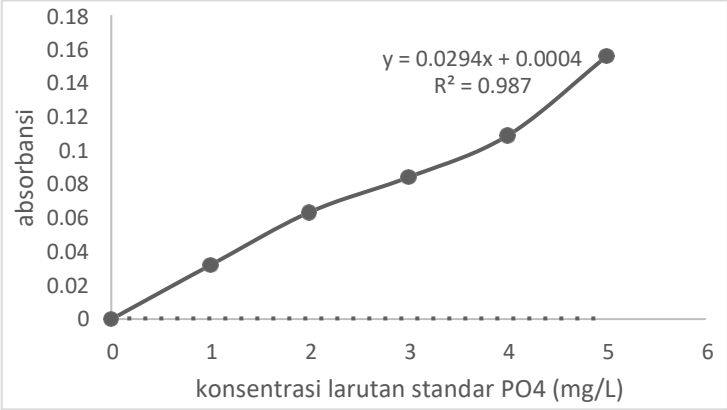
Konsentrasi sampel 9 = 2,60 mg/L x 0,05 mL x 0,4 mg x 1,027 g

= 0,053 mg/L

Konsentrasi sampel 10 = 2,70 mg/L x 0,05 mL x 0,4 mg x 1,027 g

= 0,055 mg/L

2. Penentuan linearitas



Gambar hubungan antara konsentrasi larutan standar fosfat dengan absorbansi

konsentrasi larutan std	abs 1	abs 2	abs 3	abs rata-rata
0	0	0	0	0
1	0,029	0,036	0,031	0,032
2	0,066	0,062	0,062	0,063
3	0,081	0,085	0,086	0,084
4	0,114	0,106	0,106	0,108
5	0,15	0,164	0,153	0,155

3. Penentuan LOD&LOQ

C larutan std	abs rata-rata	(X-Xbar)	$(X-Xbar)_2$	yc	y-yc	$(y-yc)_2$
0	0	-2,5	6,25	0,0004	-0,0004	1,6E-07
1	0,03	-1,5	2,25	0,0298	0,0022	4,84E-06
2	0,06	-0,5	0,25	0,0592	0,0041	1,7084E-05
3	0,08	0,5	0,25	0,0886	-0,0046	2,116E-05

4	0,10	1,5	2,25	0,118	-0,0093	8,7111E-05
5	0,15	2,5	6,25	0,1474	0,0082	6,8338E-05
$\bar{x}$ = 2,5					Jumlah	1,9869E-04
					Sy/x	0,0070
					lod	0,7191
					loq	2,3972

(Sy/x) = $\sqrt{\frac{\sum(y-yc)^2}{n-2}}$

(Sy/x) = $\sqrt{\frac{0,0001}{4}}$

(Sy/x) = 0,007 mg/ L

LOD = (3 x Sy/x)/slope

LOD = (3 x 0,007)/0,0294

LOD = 0,7191 mg/L

LOQ = (10 x 0,007)/0,0294

LOQ = 2,3972 mg/L

4. Penentuan presisi

pengulangan ke	abs sampel	ppm kurva (mg/L)	C konsentrasi sampel	(x-xbar)	$(x-xbar)_2$
1	0,072	2,4353	0,0500	-0,0027966	7,82095E-06
2	0,07	2,3673	0,0486	-0,00419489	1,75971E-05
3	0,071	2,4013	0,0493	-0,00349575	1,22202E-05
4	0,071	2,4013	0,0493	-0,00349575	1,22202E-05
5	0,078	2,6394	0,0542	0,001398298	1,95524E-06
6	0,084	2,8435	0,0584	0,005593193	3,12838E-05
7	0,074	2,5034	0,0514	-0,0013983	1,95524E-06
8	0,083	2,8095	0,0577	0,004894044	2,39517E-05
9	0,077	2,6054	0,0535	0,000699149	4,8881E-07
10	0,08	2,7074	0,0556	0,002796597	7,82095E-06
		Rata-rata	0,0528	Jumlah	1,1731E-04
		Jumlah	0,5285	SD	0,0036
				%RSD	6,8306
				KV horwitz	35,2232

2/3 horwitz	CV	23,4821

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

SD = $\sqrt{\frac{0,0001}{9}}$

SD = 0,0036 mg/L

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

% RSD = $\frac{0,0036}{0,052}\ x\ 100\%$

% RSD = 6,83 %

Nilai % CV horwitz dintentukan dari rumus:

% CV horwitz = $2^{\,1\,-(0,5\,\mathrm{x}\,\log c)}$

% CV horwitz = $2^{\,1\,-(0,5\,\mathrm{x}\,\log 0,0556\,x\,10^{-6})}$

% CV horwitz = $2^{\,1\,-(0,5\,x\,(-7,25)}$

% CV horwitz = $2^{4,62}$

% CV horwitz = 35,22 %

2/3 cv horwitz =23,48 %

Repitibilitas : % RSD $\leq x\ \% \frac{2}{3}$ CV horwitz

6,83% $\leq$ 23,48 %

Maka repitibilitas penentuan fosfat dalam tanaman jati diterima

5. Penentuan Akurasi

pengulangan ke	C Contoh (mg/L)	Cspike (mg/L)	C contoh+spike(mg/L)	%recovery
1	0,0556	0,0199	0,0878	160,83
2	0,0486	0,0199	0,0948	230,76
3	0,0493	0,0185	0,0899	218,04
4	0,0493	0,0178	0,0899	226,56
5	0,0542	0,0206	0,0836	141,89

6	0,0584	0,0206	0,0906	155,40
7	0,0514	0,0192	0,0871	184,78
8	0,0577	0,0248	0,0892	126,40
9	0,0535	0,0248	0,0871	134,83
10	0,0556	0,0234	0,0892	142,85
			Rata-rata	172,23

Perhitungan konsentrasi

Y = a x + b

Y = 0,0294 x + 0,0004

Y : absorbansi

a : slope

b : intersep

X : konsentrasi analit

$$\%R = \left(\frac{(\text{C Contoh+ spike (mg/L)} - \text{C Contoh (mg/L)}}{\text{C spike } (\frac{\text{mg}}{\text{L}})}\right) \text{ x } 100\ \%$$

LAMPIRAN 2

Penentuan Kadar Air dan Faktor Koreksi

Sampel	Satuan	Nilai satuan
Berat cawan kosong (W0)	gram	3,60
Berat cawan + sampel basah (W1)	gram	4,60
Berat cawan + sampel kering (W2)	gram	4,50
Berat sampel kering	gram	1,00
Berat air	gram	0,10
Kadar air	%	10,00
Faktor Koreksi	gram	1,027

% Kadar Air = $\frac{W1-W2}{W1-W0}\ x\ 100\%$

% Kadar Air = $\frac{4,6-4,5}{4,6-3,6}\ x\ 100\%$

% Kadar Air = 10%

Faktor Koreksi = $\frac{massa\ sampel\ ditimbang}{massa\ sampel\ kering}$

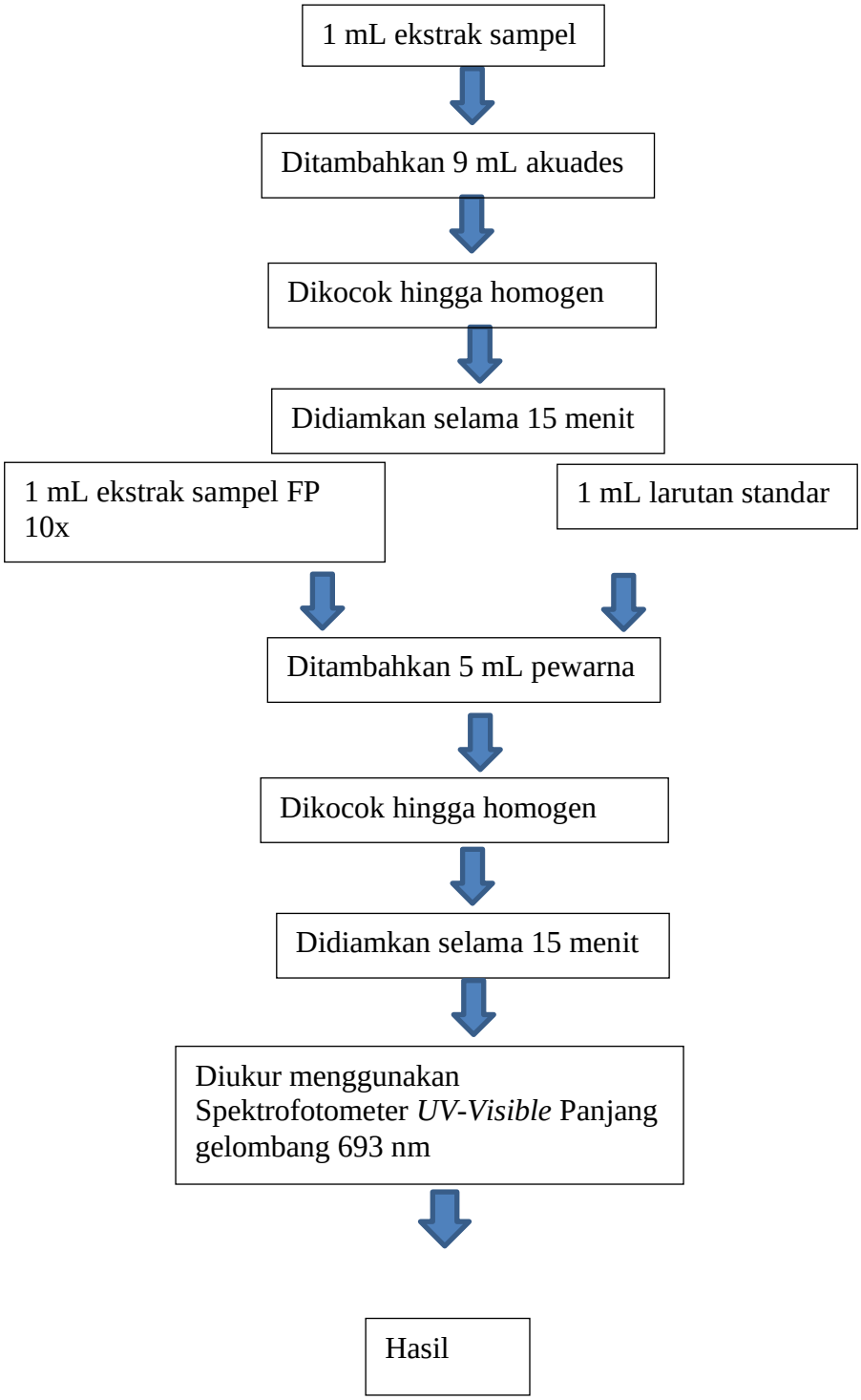
Faktor koreksi = $\frac{1\ gram}{0,9\ gram}$

Faktor koreksi = 1,027

LAMPIRAN 3

Penentuan Estimasi Ketidakpastian Fosfat dalam Tanaman Daun Jati

1. Prosedur Penentuan ketidakpastian fosfat dalam tanaman jati



2. **Rumus Penentuan Kadar Fosfat dalam sampel tanaman**
   Kadar PO_4 (mg/L) = ppm kurva x ml ekstrak/1000mL x 100/mg contoh x FK

   Keterangan :

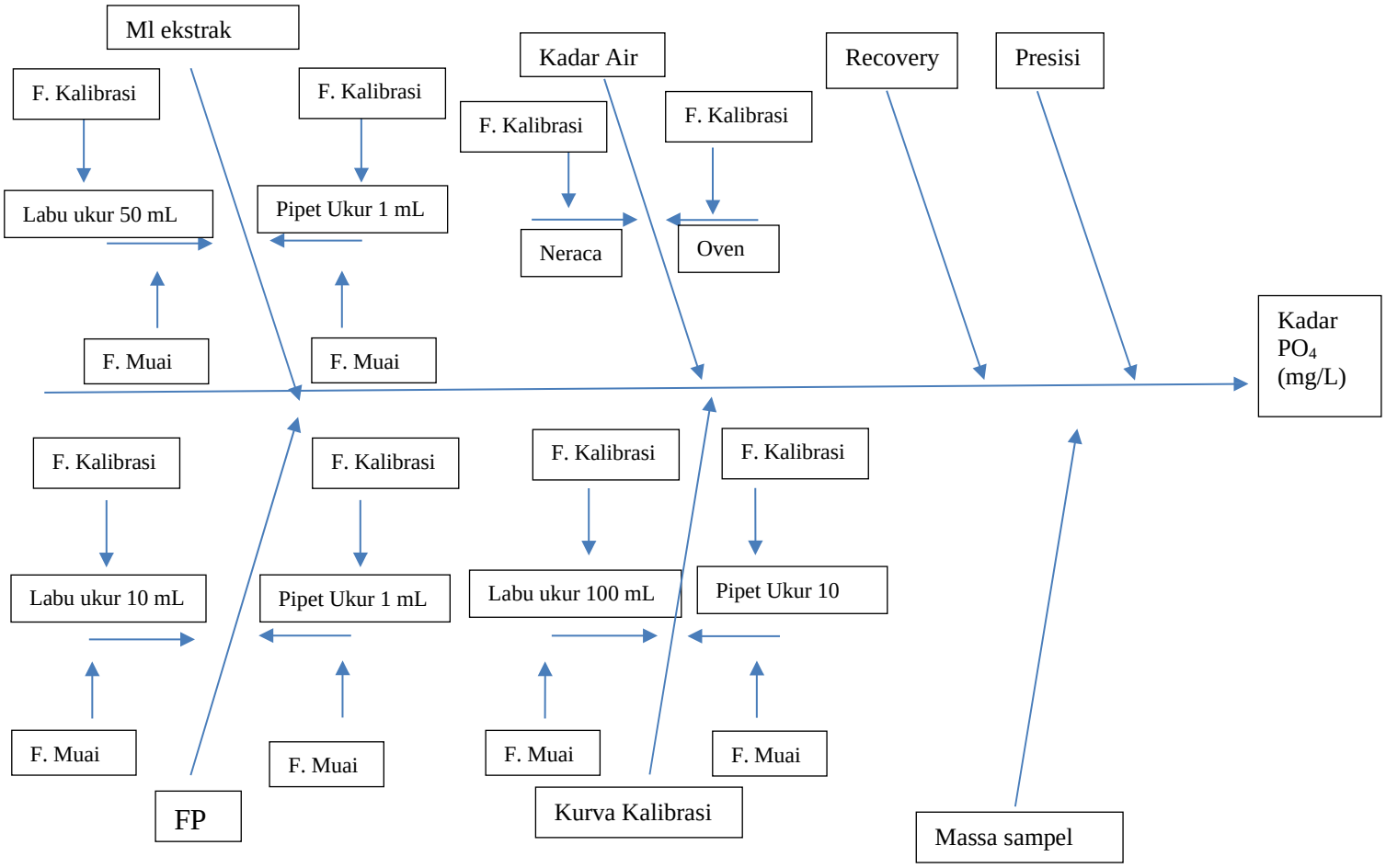
   Ppm kurva = $\left(\frac{\text{Abs sampel} - \text{intersep}}{\text{Slope}}\right)$

   Ml ekstrak = volume labu takar (mL)

   Massa = berat sampel tanaman (mg)

   Fk = factor koreksi

3. **Diagram Tulang Ikan**



Gambar 4.2 Diagram tulang ikan

4. Penentuan Estimasi Ketidakpastian

a. Ketidakpastian mL ekstrak

- Ketidakpastian baku pipet Ukur 1 mL (iwaki)

  Sertifikat Kalibrasi $\pm$ 0,0005 mL pada tingkat kepercayaan 95%

  Evaluasi Tipe A, k =$\sqrt{6}$ (rectangular)

  $$\mu\text{kal} = \frac{\text{qu}}{\text{k}} = \frac{0{,}0006}{\sqrt{6}} = 0{,}0024\text{mL}$$

  Efek temperature

  Evaluasi tipe B, k = $\sqrt{3}$

  Variasi suhu = 27-20℃ = 7℃

  Ketetapan = 0,00021℃

  $$\mu\ \text{ET} = \frac{1 \text{ x } 7 \text{ x } 0{,}00021℃}{\sqrt{3}} = 0{,}00084 \text{ mL}$$

  Ketidakpastian baku gabungan dari pipet Ukur 1 mL

  $$\mu\text{c (pipet 1 mL)} = \sqrt{(\mu \text{ cal})^2 + (\mu \text{ muai})^2}$$
  $$= \sqrt{(0{,}0024)^2 + (0{,}00084)^2}$$
  $$= \sqrt{(6x10^{-6}) + (7{,}20x10^{-7})}$$

  $$\mu\text{c (pipet 1 mL)} = 0{,}0025 \text{ mL}$$

- Ketidakpastian baku labu ukur 50 mL (iwaki)

  Sertifikat Kalibrasi $\pm$ 0,06 mL pada tingkat kepercayaan 95%

  $$\mu\text{kal} = \frac{\text{qu}}{\text{k}} = \frac{0{,}06}{2} = 0{,}03 \text{ mL}$$

  Efek temperature

  Evaluasi Tipe B, k =$\sqrt{3}$ (triangular)

  Variasi suhu = 27-20℃ = 7℃

  Ketetapan = 0,00021℃

  $$\mu\ \text{ET} = \frac{50 \text{ x } 7 \text{ x } 0{,}00021℃}{\sqrt{3}} = 0{,}0424 \text{ mL}$$

  Ketidakpastian baku gabungan dari labu ukur 50 mL

  $$\mu\text{c (labu ukur 50 mL)} = \sqrt{(\mu \text{ cal})^2 + (\mu \text{ muai})^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}03)^2 + (0{,}0424)^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}0009) + (0{,}00018)}$$

μc (labu ukur 50 mL) = 0,0519 mL

- Ketidakpastian baku gabungan dari ml ekstrak

$$(\mu C\ ml\ ekstrak) = \sqrt{\left(\frac{\mu\ pipet\ 1\ ml}{1}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ labu\ 50\ ml}{50}\right)^2}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{0{,}0025\ mL}{1}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0519\ mL}{50}\right)^2}$$

$$= \sqrt{(6{,}72x10^{-6}) + (1{,}08x10^{-6})}$$

$$\mu C\ ml\ ekstrak) = 0{,}0027\ mL$$

b. Ketidakpastian factor pengenceran

- Ketidakpastian baku pipet Ukur 1 mL (iwaki)

Sertifikat Kalibrasi $\pm$ 0,0005 mL pada tingkat kepercayaan 95%

Evaluasi Tipe A, k =$\sqrt{6}$ (rectangular)

$$\mu\text{kal} = \frac{\text{qu}}{\text{k}} = \frac{0{,}0006}{\sqrt{6}} = 0{,}0024\text{mL}$$

Efek temperature

Evaluasi tipe B, k = $\sqrt{3}$

Variasi suhu = 27-20℃ = 7℃

Ketetapan = 0,00021℃

$$\mu\ \text{ET} = \frac{1 \text{ x } 7 \text{ x } 0{,}00021℃}{\sqrt{3}} = 0{,}00084\ \text{mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari pipet Ukur 1 mL

$$\mu\text{c (pipet 1 mL)} = \sqrt{(\mu\ \text{cal})^2 + (\mu\ \text{muai})^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}0024)^2 + (0{,}00084)^2}$$

$$= \sqrt{(6x10^{-6}) + (7{,}20x10^{-7})}$$

$$\mu\text{c (pipet 1 mL)} = 0{,}0025\ \text{mL}$$

- Ketidakpastian baku labu ukur 10 mL (iwaki)

Sertifikat Kalibrasi $\pm$ 0,025 mL pada tingkat kepercayaan 95%

Evaluasi Tipe A, k =$\sqrt{6}$ (rectangular)

$$\mu\text{kal} = \frac{\text{qu}}{\text{k}} = \frac{0{,}025}{\sqrt{6}} = 0{,}0102 \text{ mL}$$

Efek temperature

Evaluasi Tipe B, k =$\sqrt{3}$ (rectangular)

Variasi suhu = 27-20℃ = 7℃

Ketetapan = 0,00021℃

$$\mu \text{ ET} = \frac{10 \text{ x } 7 \text{ x } 0{,}00021℃}{\sqrt{3}} = 0{,}0084 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari labu ukur 10 mL

$$\mu\text{c (labu ukur 10 mL)} = \sqrt{(\mu \text{ cal})^2 + (\mu \text{ muai})^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}0102)^2 + (0{,}0084)^2}$$

$$= \sqrt{(1{,}04x10^{-4}) + (7{,}20x10^{-5})}$$

$$\mu\text{c (labu ukur 10 mL)} = 0{,}0132 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari ml ekstrak

$$(\mu\text{C faktor pengenceran}) = \sqrt{\left(\frac{\mu \, pipet \ 1 \, ml}{1}\right)^2 + \left(\frac{\mu \, labu \ 10 \, ml}{10}\right)^2}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{0{,}0025 \, mL}{1}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0132 \, mL}{10}\right)^2}$$

$$= \sqrt{(6{,}72x10^{-6}) + (1{,}76x10^{-6})}$$

$$\mu C \ faktor \ pengenceran = 0{,}0029 \, mL$$

c. Ketidakpastian baku Ppm Kurva

C std (ppm)	Abs (Yi)	(x-$\bar{x}$)	(x – $\bar{x}$)^2	Yc	(Yi-Yc)	(Yi-Yc)^2
0	0	-2,5	6,25	0,0004	-0,0004	1,6x10^{-7}
1	0,032	-1,5	2,25	0,0298	0,0022	4,84x10^{-6}
2	0,063	-0,5	0,25	0,0592	0,0041	1,68x10^{-5}
3	0,084	0,5	0,25	0,0886	-0,0046	2,1x10^{-5}
4	0,108	1,5	2,25	0,118	-0,0093	8,64x10^{-5}
5	0,155	2,5	6,25	0,1474	0,0008	6,4x10^{-7}
$\bar{x}$	2,5	jumlah	17,5		0,0002	1,9x10^{-4}
					Y sampel rata2	0,076
					Y std rata2	0,073
					(y samp-ystd)^2	4,22x10^{-6}
					Sy/x	0,0070
					Slope	0,0294
					Slope^2	0,00086

$$\mu c = \frac{Sy/x}{slope}\sqrt{\frac{1}{p}+\frac{1}{n}+\frac{(y\ sampel-(ysampel-ystd))^2}{slope^2\sum(x-\bar{x})^2}}$$

$$= \frac{0,0070}{0,0294}\sqrt{\frac{1}{6}+\frac{1}{10}+\frac{(0,076-4,22x10-6)^2}{slope^2\sum(x-\bar{x})^2}}$$

$$= 0,55\ mg/L$$

- Ketidakpastian baku pipet Ukur 10 mL (iwaki)

Sertifikat Kalibrasi $\pm$ 0,1 mL pada tingkat kepercayaan 95%

Evaluasi Tipe A, k =$\sqrt{6}$ (rectangular)

$$\mu kal = \frac{qu}{k} = \frac{0,1}{\sqrt{6}} = 0,0408\ mL$$

Efek temperature

Evaluasi Tipe B, k =$\sqrt{3}$ (rectangular)

Variasi suhu = 27-20℃ = 7℃

Ketetapan = 0,00021℃

$$\mu \text{ ET} = \frac{10 \text{ x } 7 \text{ x } 0{,}00021℃}{\sqrt{3}} = 0{,}00084 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari pipet Ukur 1 mL

$$\mu c \text{ (pipet 10 mL)} = \sqrt{(\mu \text{ cal})^2 + (\mu \text{ muai})^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}0408)^2 + (0{,}00084)^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}0016) + (7{,}20x10^{-5})}$$

$$\mu c \text{ (pipet 10 mL)} = 0{,}0416 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku labu ukur 100 mL (iwaki)

Sertifikat Kalibrasi $\pm$ 0,15 mL pada tingkat kepercayaan 95%

Evaluasi Tipe A, k =$\sqrt{6}$ (rectangular)

$$\mu\text{kal} = \frac{\text{qu}}{\text{k}} = \frac{0{,}015}{\sqrt{6}} = 0{,}0612 \text{ mL}$$

Efek temperature

Evaluasi Tipe B, k =$\sqrt{3}$ (rectangular)

Variasi suhu = 27-20℃ = 7℃

Ketetapan = 0,00021℃

$$\mu \text{ ET} = \frac{100 \text{ x } 7 \text{ x } 0{,}00021℃}{\sqrt{3}} = 0{,}084 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari labu ukur 100 mL

$$\mu c \text{ (labu ukur 100 mL)} = \sqrt{(\mu \text{ cal})^2 + (\mu \text{ muai})^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}0612)^2 + (0{,}084)^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}0037) + (0{,}0072)}$$

$$\mu c \text{ (labu ukur 100 mL)} = 0{,}104 \text{ mL}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari ml ekstrak

$$(\mu\text{C PPM Kurva}) = \sqrt{\left(\frac{\mu\, KC}{\bar{x}}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, pipet\ 10\ ml}{10}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, labu\ 100\ ml}{100}\right)^2}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{0{,}55\frac{mg}{L}}{2{,}5}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0416\ mL}{10}\right)^2 + \left(\frac{0{,}104\ mL}{100}\right)^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}0574) + (1{,}73x10^{-5}) + (1{,}09x10^{-6})}$$

$$(\mu C\ PPM\ Kurva) = 0{,}2397\ mL$$

d. Ketidakpastian Baku Kadar Air

Ketidakpastian baku neraca analitik (ohaus)

Sertifikat Kalibrasi $\pm$ 0,0001 pada tingkat kepercayaan 95%

Factor cakupan = 2

$$\mu kal = \frac{qu}{k} = \frac{0{,}0001}{2} = 0{,}00005 \text{ gram}$$

Efek temperature

$$\mu kal = \frac{qu}{k} = \frac{1{,}8}{2} = 0{,}9 \text{ ℃}$$

Ketidakpastian baku gabungan dari pipet Ukur 1 mL

$$\mu C\ (kadar\ air) = \sqrt{\left(\frac{(\mu\ neraca)}{1}\right)^2 + \left(\frac{(\mu\ oven)}{105}\right)}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{0{,}00005 \text{ gram}}{1}\right)^2 + \left(\frac{0{,}9℃}{105}\right)^2}$$

$$= \sqrt{(2{,}5x10^{-9}) + (7{,}34x10^{-5})}$$

$$\mu C\ kadar\ air) = 0{,}0085\ gram/℃$$

e. Ketidakpastian Baku recovery

pengulangan ke	C Contoh (mg/kg)	Cspike	C contoh+spike	recovery	%recovery
1	0,05565	0,0199	0,0878	1,6083	160,8391
2	0,0486	0,0199	0,0948	2,3076	230,7692
3	0,0493	0,0185	0,0899	2,1804	218,0451
4	0,0493	0,0178	0,0899	2,2656	226,5624
5	0,0542	0,0206	0,0836	1,4189	141,8918
6	0,0584	0,0206	0,0906	1,5540	155,4054
7	0,0514	0,0192	0,0871	1,8478	184,7826
8	0,0577	0,0248	0,0892	1,2640	126,4044
9	0,0535	0,0248	0,0871	1,3483	134,8314
10	0,0556	0,0234	0,0892	1,4285	142,8571
				Rata-rata	172,23%

$$\mu(Rec) = rec \sqrt{\left(\frac{\frac{S}{\sqrt{3}}}{X\ obs}\right)^2}$$

$$\mu(Rec) = 1{,}72 \sqrt{\left(\frac{\frac{0{,}0025}{\sqrt{3}}}{0{,}0210}\right)^2}$$

$$\mu(Rec) = 1{,}72\ x\ \sqrt{(0{,}069)^2}$$

$$\mu(Rec) = 0{,}1188$$

e. Ketidakpastian baku presisi metode

Evaluasi Tipe B, k =$\sqrt{7}$

% RSD = 6,83%

$$\mu c\ presisi = \frac{\%\ RSD}{\sqrt{7}} = 2{,}58\%$$

Ketidakpastian baku gabungan presisi metode

$$\mu c\ presisi\ Gabungan = \frac{2{,}58\%}{100} = 0{,}258$$

f. Ketidakpastian baku massa sampel

Sertifikat Kalibrasi $\pm$ 0,0001 pada tingkat kepercayaan 95%

Faktor cakupan = 2

$$\mu kal = \frac{qu}{k} = \frac{0{,}0001}{2} = 0{,}00005 \text{ gram}$$

Ketidakpastian gabungan massa sampel metode

$$(\mu C\ massa\ sampel) = \sqrt{\left(\frac{\mu\ neraca}{1}\right)^2}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{0{,}00005 \text{ gram}}{1}\right)^2}$$

$$(\mu C\ massa\ sampel) = 0{,}00005$$

g. Ketidakpastian baku Gabungan

$$\mu C = C\ kadar\ fosfat \sqrt{\begin{matrix}(\mu\ mL\ ekstrak)^2 + (\mu\ faktor\ pengenceran)^2 + (\mu\ ppm\ kurva)^2 + \\ + (\mu\ kadar\ air)^2 + (\mu\ recovery)^2 + (\mu\ presisi)^2\ + (\mu\ massa\ sampel)^2\end{matrix}}$$

$$\mu C = 5{,}28\ \%\ x \sqrt{\begin{matrix}(0{,}0027)^2 + (0{,}0029)^2 + (0{,}2397)^2 + \\ + (0{,}0085)^2 + (0{,}1188)^2 + (0{,}258)^2 + (0{,}00005)^2\end{matrix}}$$

$$\mu c = 0{,}0141\ \%$$

h. Ketidakpastian diperluas

$$\mu G = \mu c\ (\%) x\ 2$$

$$\mu G = 0{,}028$$