LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE UJI PENETAPAN KALSIUM (Ca) DALAM SAMPEL TANAMAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM DI BALAI PENGKAJIAN DAN TEKNOLOGI PERTANIAN YOGYAKARTA

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

Disusun oleh :

Eilien Ferrawaty

Nim : 18231007

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

2021

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE UJI PENETAPAN KALSIUM (Ca) DALAM SAMPEL TANAMAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM DI BALAI PENGKAJIAN DAN TEKNOLOGI PERTANIAN YOGYAKARTA

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

Disusun oleh :

Eilien Ferrawaty

Nim : 18231007

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

2021

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE UJI PENETAPAN KALSIUM (Ca) DALAM SAMPEL TANAMAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM (SSA) DI BALAI PENGKAJIAN DAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP) YOGYAKARTA

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Eilien Ferrawaty
NIM: 18231007

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan
Program Studi DIII Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
pada tanggal 18 April 2021

Menyetujui,

Ketua Program Studi	Pembimbing Program Studi
Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.	**Kuntari, S.Si., M.Sc.**
NIK. 132311102	**NIK. 162310401**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

VALIDASI METODE UJI PENETAPAN KALSIUM (Ca) DALAM SAMPEL TANAMAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM (SSA) DI BALAI PENGKAJIAN DAN TEKNOLOGI PERTANIAN (BPTP) YOGYAKARTA

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Eilien Ferrawaty
NIM: 18231007

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/ Penguji

Kuntari, S.Si., M.Sc.
NIK. 162310401

Penguji I

NIK.

Penguji II

NIK.

Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UII

Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.
NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul validasi metode penentuan kadar protein pada tepung biji salak dengan kjeldahl terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Science atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka. Saya memperbolehkan sebagian pengutipan karya ini sebagai materi praktikum setelah penerbitan karya ini.

Yogyakarta,
Penyusun,



Eilien Ferrawaty

MOTTO

Allah tidak akan membebani hamba-Nya di luar kesanggupannya
(Al-Baqarah : 286)

Barang siapa yang keluar untuk mencari ilmu, maka ia akan berada dijalan Allah sampai ia kembali
(HR.Tirmidzi)

Jika kita mencintai diri sendiri lebih daripada dunia, maka kita bisa memegang dunia. Di sisi lain, jika menyerahkan seluruh diri kita untuk mencintai dunia, bagaimana kita bisa memegang dunia?
(Lao Zi)

Orang yang bijak menggunakan hatinya seperti cermin. Ia membiarkan hal yang pergi untuk pergi, dan membiarkan hal yang datang untuk datang. Menerima dan tidak menyembunyikannya.
(Zhuangzi)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirabbil'alamin...

Sujud serta syukur kepada Allah *Subhanahu wa Ta'ala* selalu saya panjatkan atas Rahmat dan Hidayah-Nya yang tak terhingga yang berlimpah sehingga memberikan saya kekuatan dan semangat dalam menuntut ilmu di program studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII. Berkat kekuasaan-Nya saya dapat menyelesaikan studi dan laporan Tugas Akhir yang sederhana ini semaksimal mungkin untuk mendapatkan gelar Ahli Madya Science (Amd.Si.).

Bapak, Ibu, dan Adik Saya yang Tercinta

Bapak Supriyanto dan Ibu Mariyah selaku orang tua saya yang selalu memberi *support* agar segera menyelesaikan kuliah secepatnya. Terimakasih atas dukungan, motivasi, dan usaha kalian untuk saya bisa bertahan di kampus, mengusahakan saya untuk bisa kuliah dengan usaha kalian. Bapak yang memberikan dukungan dan kasih sayangnya. Ibu yang sangat saya sayangi melebihi bapak yang merawatku dari kecil hingga saat ini, selalu memberikan asupan yang bergizi dan selalu kontrol aku dimanapun dan kapanpun, serta adikku yang sudah membantu saya untuk terus semangat. Semoga ilmu yang saya miliki menjadi barokah yang dapat menghantarkan engkau ke syurganya Allah ya Pak Bu dan Dik.

Dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia serta Almamater UII yang Saya Banggakan

Terimakasih yang sebesar-besarnya saya ucapkan kepada dosen-dosen dan staff program studi DIII Analisis Kimia yang banyak memberikan ilmunya untuk menuntun saya lebih banyak mengetahui banyak pengetahuan khususnya dibidang kimia terapan. Semoga kita dapat kita semua data selalu istiqomah berada dijalan-Nya yang lurus. Aamiin.
Analisis Kimia Jaya.

Teman-Teman Seperjuangan Angkatan 2018 DIII Analisis Kimia

Teman seperjuanganku, yang selalu memberi dukungan, membantu dalam proses pembelajaran maupun dikala lagi kesusahan terimakasih atas segala yang kalian berikan selama 3 tahun ini. Semoga ukhuwah diantara kita akan terus erat hingga menuju jannah-Nya Aamiin.

Bapak dan Ibu di Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta

Terimakasih kepada pemimpin Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta yang telah memberikan kesempatan bagi saya untuk melakukan Praktik Kerja Lapangan (PKL), serta kepada Bapak Widada, A.Md. selaku pembimbing PKL terimakasih atas bimbingan, arahan, dan ilmunya selama saya melakukan Praktik Kerja Lapangan dan Bapak Sri Widodo, Ibu Niken Pawestri, Bapak Gunawan Ari, dan Ibu Widowati yang telah banyak memberi arahan dan ilmunya untuk bisa melakukan pengujian di Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta.

Teman sekaligus sahabat yang selalu mendukung saya

Terimakasih kepada Wanda, Nilam, Elsa, Sari, Nafiska, Sherlyn, Syahla, Cahyaning, Milati, Elisa, Tenti, Desya, Carina, Masya, Mbak Ulul dan Fitta yang telah mendengarkan semua keluh kesah saya selama ini, mengajarkan pelajaran jika saya tidak mengerti, memberikan dukungan serta motivasi agar segera bangkit jika saya terjatuh. Terimakasih juga kepada member Bangtan Boys (BTS) Kim Namjoon, Kim Seokjin, Min Yoongi, Jung Hoseok, Park Jimin, Kim Taehyung, Jeon Jungkook dan *the biggest fans* ARMY yang telah memberikan kekuatan selama ini, memberikan saya kebahagian dan mengajarkan saya untuk mengerti apa itu tulusnya cinta dan kesetiaan. Mengajarkan saya untuk dapat mencintai diri saya sendiri dan dapat memaafkan diri saya sendiri. Sukses terus untuk kalian semua.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Alahamudulillah, puji serta syukur penulis haturkan kehadirat Allah SWT atas segala berkat kehidupan dan keiluman-Nya, sehinga dengan ijin-Nya penulisan Laporan Tugas Akhir yang berjudul "Validasi Metode Uji Penetapan Kalsium (Ca) Dalam Sampel Tanaman Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) di Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta" dapat diselesaikan dengan tepat pada waktunya. Sholawat serta salam tak lupa haturkan kepada Nabi yang terakhir, yakni Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing umatnya dengan suri tauladan dan akhlakul karimah.

Laporan Tugas Akhir ini disusun dengan tujuan mampu memberikan informasi secara benar terkait kandunga kalsium (Ca) dalam tanaman yang dianalisis dan dampak kandungan tersebut terhadap lingkungan hidup. Selama pelaksanaan hingga penyelesaian Laporan Tugas Akhir penulis banyak mendapatkan berbagai bantuan dan pengetahuan dari berbagai pihak. Penulis mengucapkan banyak termasikasih keapda semua pihak yang telah mendukung dan membantu dalam penyusunan laporan ini antara lain:

1. Bapak Prof Riyanto, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, M.Si., selaku Ketua Program D III Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia.
3. Ibu Kuntari, S.Si., M.Sc., selaku dosen pembimbing Praktik Kerja Lapangan yang telah memberikan banyak perhatian, bimbingan, saran dan nasihat.
4. Bapak Thorikul Huda, M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik.
5. Bapak Agung Iswadi, M.Si., selaku Kepala Seksi Balai Kerjasama dan Pelayanan Pengkajian BPTP Yogyakarta
6. Bapak Widada, A.Md., selaku Deputi Manager Teknis Laboratorium Tanah Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian Yogyakarta.
7. Bapak/ibu Sri Widodo, Ardian Trihastuti A.Md., A.K., Niken Pawesti, A.Md., Gunawan Ari K, A.Md., selaku pembimbing instansi Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian Yogyakarta.

   Penyusun menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam laporan ini, oleh karena itu penyusun berharap adanya kritik dan saran serta arahan yang

membangun untuk terciptanya laporan yang lebih baik kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi semua pihak yang terkait.

Wassalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta, 18 April 2021

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL i
HALAMAN PENGESAHAN iii
HALAMAN PENGESAHAN iv
PERNYATAAN v
MOTTO vi
HALAMAN PERSEMBAHAN vii
KATA PENGANTAR ix
DAFTAR ISI xi
DAFTAR TABEL xiii
DAFTAR GAMBAR xiv
DAFTAR LAMPIRAN xv
INTISARI xvi
BAB I PENDAHULUAN 1
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 2
1.3 Tujuan 2
1.4 Manfaat 2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA 3
2.1 Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta 3
2.2.1 Profil instansi 3
2.2.2 Visi dan misi BPTP Yogyakarta 4
2.2 Tanaman 4
2.3 Unsur Hara 6
2.4 Kandungan Unsur Hara Makro dalam Tumbuhan 7
2.5 Analisis Unsur Kalsium (Ca) 8
2.5.1 Analisis kuantitatif 9
2.5.2 Kadar air 10
2.5.3 Destruksi basah 11
2.5.4 Spektrofotometri serapan atom (SSA) 11
2.5.5 Intrumentasi spektrofotometer serapan atom (SSA) 12
2.6 Validasi Metode 15
2.6.1 Linearitas 16

2.6.2 Presisi (*repeatability* dan *reproducibility*) 17
2.6.3 *Limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ) 18
2.6.4 Akurasi (ketepatan) 19
2.6.5 Estimasi ketidakpastian pengukuran 20
BAB III METODOLOGI 20
3.1 Alat dan Bahan 20
3.1.1 Alat 20
3.2 Bahan 20
3.3 Skema Kerja 20
3.3.1 Pembuatan larutan $LaCl_3$ 0,25 % 20
3.3.2 Pembuatan larutan standar 2,5; 5; 10; 15; 20 dan 25 ppm 20
3.3.3 Pengulangan antara 21
3.3.3.1 Pengulagan antara anak timbang 1 g 21
3.3.3.2 Pengulangan antara anak timbang 0,2 g 21
3.3.4 Pentuan kadar air 21
3.3.5 Penentuan kadar kalsium (Ca) 21
3.3.6 Penentuan presisi 22
3.3.7 Penentuan akurasi 22
3.3.7.1 Penentuan sampel + *spike* 22
3.3.7.2 Penentuan *spike* 22
3.3.8 Penentuan LOD dan LOQ 23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 24
4.1 Penentuan Kadar Kalsium (Ca) Dalam Tanaman 24
4.2 Pengulangan Antara atau Pengecekan Antara 24
4.3 Penentuan Kadar Air 27
4.4 Penentuan Linieritas 28
4.5 Penentuan *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantification* (LOQ) 30
4.6 Penentuan Presisi 31
4.7 Penentuan Akurasi 33
4.8 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran 34
BAB V KESIMPULAN 35
5.1 Kesimpulan 35
5.2 Saran 36
DAFTAR PUSTAKA 37
LAMPIRAN 41

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Hasil penentuan pengulangan antara atau pengcekan antara 1 g 25

Tabel 4. 2 Hasil penentuan pengulangan antara atau pengecekan antara 0,2 g 26

Tabel 4. 3 Absorbansi larutan standar kalsium (Ca) secara *atomic absorption spectrophotometry* (AAS) atau spektrofotometri serapan atom (SSA)..... 29

Tabel 4. 4 Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) pengukuran sampel tanaman..... 30

Tabel 4. 5 Hasil penentuan presisi sampel tanaman 32

Tabel 4. 6 Hasil penentuan sampel tanaman..... 33

Tabel 4. 7 Ketidakpastian asal 36

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. *Electrodless Dischcarge Lamp* (Loon, 1980) 13

Gambar 2. Skema Instrumentasi Spektrofotometer Serapan Atom (Salvin, 1987) 15

Gambar 4. 1 Hubungan antara median massa anak timbang 1 g dengan standar deviasi (SD)..... 25

Gambar 4. 2 Hubungan antara median massa anak timbang 0,2 g dengan standar deviasi (SD)..... 26

Gambar 4. 3 Hubungan antara konsentrasi larutan standar kalsium (Ca) dengan absorbansi..... 29

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Penentuan kadar air suhu 105^{o}C 41
Lampiran 2. Kurva kalibrasi 43
Lampiran 3. Penentuan kadar unsur kalsium (Ca) dalam sampel tanaman 44
Lampiran 4. Penentuan presisi 45
Lampiran 5. Penentuan LOD dan LOQ 46
Lampiran 6. Penentuan *% recovery* 47
Lampiran 7. Estimasi ketidakpastian pengukuran 48

VALIDASI METODE UJI PENETAPAN KALSIUM (Ca) DALAM SAMPEL TANAMAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM DI BALAI PENGKAJIAN DAN TEKNOLOGI PERTANIAN YOGYAKARTA

Eilien Ferrawaty

Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta
Email: 18231007@students.uii.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan validasi metode penentuan kalsium (Ca) pada sampel tanaman menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) di Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta. Tujuan penelitian ini untuk menentukan hasil analisis kuantitatif (penentuan nilai linieritas, repeatibilitas, limit deteksi (LOD), limit kuantitasi (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran) dalam sampel tanaman dan membuktikan bahwa hasil uji validasi metode penentuan kalsium (Ca) telah memenuhi spesifikasi dari Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta. Sampel yang digunakan yakni sampel tanaman sebanyak 0,5 gram. Metode yang digunakan yakni destruksi basah dengan menggunakan asam nitrat (HNO_3) 65 % dan asam perklorat ($HClO_4$) p.a 60 %. Ekstrak yang diperoleh diencerkan dengan larutan $LaCl_3$ 0,25%, kemudian diukur pada panjang gelombang 422,7 nm dengan instrument Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Parameter validasi yang digunakan linieritas, repeatibilitas, limit deteksi (LOD), limit kuantitasi (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran. Berdasarkan hasil penentuan Kalsium (Ca) pada sampel tanaman yang telah dilakukan didapatkan hasil linieritas persamaan garis untuk pengukuran standar sampel tanaman yakni sebesar y = 0,0223x + 0,0198, koefisien kolerasi (r) sebesar 0,9935 dan koefiesien determinasi (R^2) sebesar 0,9897; % RSD 1,49 % dengan CV Horwitz 8,33 % dan 2/3 CV Horwitz 5,55 % (% RSD < CV Horwitz); LOD sebesar 0,0179 mg/L; LOQ sebesar 0,0595 mg/L; % *recovery* sebesar 103,74 % (90 – 110%) dan estimasi ketidakpastian pengukuran sebesar (0,06 $\pm$ 1,64 %). Berdasarkan perolehan data disimpulkan bahwa metode analisis penentuan kalsium (Ca) pada sampel tanaman menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) di Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta telah valid.

Kata kunci : *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) atau Spektofotometer Serapan Atom (SSA), destruksi basah, unsur Kalsium (Ca), uji sampel tanaman, validasi metode.

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kalsium (Ca) yaitu komponen lamela yang terdapat pada bagian tengah dan bagian dinding sel sebagai Ca-pektat. Fungsi dari kalium ini sendiri yaitu untuk menguatkan jaringan-jaringan yang terdapat dalam tanaman. Membrane pada kalsium (Ca) dipertahankan keutuhannya yang digunakan untuk membatasi sitoplasma, vakuola, inti sel dan sebagainya dalam lingkungan pH rendah dan juga terdapat kandungan Na dalam larutan tinggi. Kalsium (Ca) tidak didalam tanaman (floum tanaman). Kalsium (Ca) merupankan suatu bagian yang terdapat dari enzim amilase dan juga terdapat dalam bentuk kristal Ca-karbonat dan Ca-oksalat. Kekurangan kalsium dapat mengakibatkan pertumbuhan pada akar terjadi sangat terhambat, mengakibatkan akar rusak, pada akhirnya akan berubah warna dan mati. Penyebab ini didsarkan pada terhentinya mitosis dan terjadinya sel-sel abnormal dengan inti ganda yang polyploid. Menurut Suprihatin (2011) Kalsium merupakan unsur utama yang diperlukan untuk pertumbuhan dan berfungsinya ujung-ujung akar. Kalsium didalam tanaman sangat penting untuk menetralisasi senyawa asam.

Handayanto *et al*. (2017) menyatakan bahwa unsur hara kalsium (Ca) merupakan unsur hara yang banyak terdapat dalam daun, dan sering mengendap dalam bentuk kristal kalsium oksalat. Persentase kalsium terbesar terdapat pada dinding sel tepatnya pada lamela tengah, yang berperan dalam proses pembelahan dan pengaturan permiabilitas dalam sel serta mendukung pertumbuhan dan perkembangan akar tanaman. Analisis kandungan unsur kalsium (Ca) pada sampel tanaman di Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta merupakan bentuk control kualitas untuk mengembangkan suatu validasi metode yang ada pada laboratorium. Pengujian sampel tanaman kandungan unsur kalsium (Ca) secara kuantitatif perlu dilakukan untuk memastikan sampel tersebut sesuai dengan spesifikasi standar nasional Indonesia (SNI) dan Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta.

Uji validasi unsur hara Kalsium (Ca) dapat dilakukan dengan banyak metode yang terus berkembang. Secara umum, uji unsur Kalsium (Ca) bertujuan untuk menentukan beberapa parameter dari unsur Kalsium (Ca) yang terdapat pada sampel tanaman yaitu linieritas, repeatibitilas, limit deteksi (LOD), limit kuantitasi (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

Terkait dengan tugasnya, BPTP melakukan secara rutin analisa kualitas lahan pertanian, selain itu BPTP juga melakukan validasi analisa untuk mengembangkan metode yang kemudian metode tersebut dibakukan untuk metode tetap. Unsur Kalsium dapat ditentukan dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) yang diukur pada panjang gelombang 422,7 nm. Jenis analisa dan metode tersebut diharapkan dapat memberikan wawasan dan pengalaman bagi mahasiswa serta kesempatan untuk menerapkan konsep dan keterampilan kimia yang dimiliki, khususnya kimia analitik.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang permasalahan yang ada, maka diperoleh beberapa rumusan masalah antara lain:

1. Berapakah kadar unsur kalsium serta batas maksimum, nilai linieritas, repeatibilitas, limit deteksi (LOD), limit kuantitasi (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran yang diperolehkan unsur kalsium yang terdapat pada sampel tanaman?
2. Bagaimana hasil validasi metode penentuan unsur kalsium pada sampel tanaman menggunakan instrument Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)?

1.3 Tujuan

Berdasarkan latar belakang dan rumusan masalah yang ada, maka percobaan ini bertujuan untuk:

1. Mengetahui kadar kalsium serta batas maksimum, nilai linieritas, repeatibilitas, limit deteksi (LOD), limit kuantitasi (LOQ), akurasi dan estimasi ketidakpastian pengukuran yang diperbolehkan dalam sampel tanaman yang akan diuji.
2. Mengetahui hasil validasi metode penentuan unsur kalsium dalam sampel tanaman menggunakan instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

1.4 Manfaat

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah:

1. Menambah dan memperluas ilmu pengetahuan, pengalaman dan memperluas wawasan sebelum terjun kedalam dunia kerja.
2. Memperoleh kualitas, keterampilan dan kreativitas dalam diri, serta menjalin hubungan kerja sama yang baik antara Universitas dan instalasi atau lembaga yang bersangkuan dalam bidang penelitian dan tenaga kerja.
3. Membuktikan bahwa kadar Kalsium (Ca) pada sampel tanaman yang didapatkan dapat masuk kedalam batas maksimum yang telah ditetapkan.

4. Memperoleh hasil validasi metode uji sampel tanaman menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) sehingga dapat dijadikan referensi pada pengujian Kalsium (Ca).

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta

2.2.1 Profil instansi

Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta mulai di rilis sejak yahun 1985 sebagai proyek informasi pertanian Yogayakarta. Pada tahun 1992, proyek tersebut dilembagakan menjadi Balai Informasi Pertanian (BIP) Yogyakarta. Lembaga ini merupakan balai penyuluahan tingkat provisi Yogayakarta di bawah Badan Diklat Pertanian.

Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta merupakan Unit Pelaksanaan Teknis Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian. Departemen Pertanian dibentuk berdasarkan Surat Keputusan (SK) Meteri Pertanian No.350/Kpts/OT.210/12/2003 yang terdiri dari satu pekabat ekselon III a (Kepala Balai) dan dua pejabat ekselon IV a yaitu sub bagian tata usaha dan kepala seksi pelayanan teknis serta pejabat fungsional (Peneliti/ Penyuluh/ Fungsional lainnya). Seiring dengan penyempurnaan organisasi dan tata kerja balai yang tertuang dalam Peraturan Meteri Pertanian No. 16/Pertentan/OT.140/3/2006 tertanggal 1 Maret 2006. BPTP Yogyakarta merupakan Unit Pelaksaaan Teknis Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian yang bertanggung jawab kepada Kepala Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian yang bertanggung jawab kepada Kepala Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian serta dalam pelaksanaan sehari-hari dikoordinasikan oleh Kepala Balai Besar Pengakajian dan Pengembangan Teknologi Pertanian (BBPPTP).

Pembentukan BPTP mempunyai tujuan agar menghasilkan teknologi spesifik lokasi, mempercepat dan memperlancar di seminasi hasil penelitian (alih teknologi) kepada petani dan pengguna teknologi lainnya. Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta juga merupakan proyeksi informasi pertanian di Yogyakarta yang telah berdiri sejak tahun 1985. Tahun 1992 telah ditetapkan berdirinya Balai Informasi Pertanian (BIP) Yogyakarta. Balai tersebut merupakan tempat penyuluh tingkat Provinsi Yogyakarta yang ditempatkan ke dalam struktur organisasi penyuluhan di bawah Badan Diklat Pertanian.

Berdasarkan surat keputusan Menteri No. 96 Tahun 1994 tentang organisasi dan cara kerja, perubahan organisasi Balai Infomasi Pertanian (BIP) menjadi Badan Litbang Pertanian. Badan Informasi Pertanian digabungkan dengan unit kerja Penelitian Tanah

dan Agroklimat serta Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta dengan alamat di Jalan Stadion Maguwoharjo, N.28, Demangan Baru yang terletak di Dusun Karangsari, Kelurahan Wedomartani, Kecamatan Ngemplak, Kabupaten Sleman, Provinsi Daerah Istimewa Yogyakarta. Jarak kantor BPTP Yogyakarta dengan Ibu kota Provinsi $\pm$ 7 km. Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta terletak diketinggian 115 mdpl. Tanaman yang cocok dibudidayakan di wilayah ini sangat beranekaragam diantaranya adalah palawija, padi, tanaman horikultural dan sayuran.

2.2.2 Visi dan misi BPTP Yogyakarta

Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta memiliki visi yakni menjadikan BPTP sebagai institusi penghasil teknologi pertanian spesifik lokasi yang sesuai dengan kebutuhan di wilayah Provinsi Daerah Istimewa Yogyakarta (DIY) dan sesuai dengan dinamika pasar. Sedangkan misi yang dimiliki oleh Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta anatara lain:

1. Menghasilkan dan mengembangkan inovasi-inovasi pertanian spesifik lokasi yang diperlukan dan dimanfaatkan oleh petani, *stakeholder* dan sesuai permintaan pasar guna mendukung pembangunan sektor pertanian wilayah.
2. Mengingkatkan percepatan diseminasi teknologi pertanian inovatif dan spesifik lokasi.
3. Meningkatkan jaringan kerjasama dengan lembaga penelitian pertanian internasional, nasional maupun pihak swasta.
4. Mengembangkan kapasitas kelembagaan BPTP dalam rangka mengingkatkan pelayanan prima.

Laboratorium Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta memiliki jasa yakni melayani analisis tanah selain lingkup BPTP Yogyakarta dan juga melayani masyarakat, pemerintah daerah, swasta, perguruan tinggi, mahasiswa dan petani. Layanan di laboratorium tanah meliputi analisis fisika tanah, analisis kimia tanah dan jaringan tanah.

2.2 Tanaman

Tanaman yang muncul di bumi menjadi suatu perdebatan yang dilakukan oleh para ahli. Kemunculan tanaman yang dipercaya sebagai organisme pertama yang terdapat di bumi sebagai awalan sejarah munculnya makhluk hidup lainnya. Tanaman merupakan suatu makhluk hidup yang tidak dapat berpindah tempat sebdirinya dan memproduksi makanannya sendiri, ini sangat berbeda dengan

makhluk hidup lainnya, seperti hewan terutama manusia yang menggantungkan hidupnya dengan makhluk hidup lainnya, tumbuhan yaitu organisme *autotroph* yang memanfaatkan klorofil sebagai komponen yang mengubah energi foton dari cahaya matahari menjadi energi kimiawi dalam bentuk gula. Proses pengalihan ini di kenal sebagai fotosintesis.“Asimilasi karbon” yaitu sebuah istilah yang digunakan juga untuk proses ini karena memerlukan karbon yang diperoleh dari CO_2 bebas dari udara. Karena sifatnya yang autotroph, tumbuhan selalu menempati posisi pertaman dalam rantai energi melalui organisme hidup (rantai makanan).

Proses fotosintesis pada tanaman yang dilakukan pada siang hari. Proses ini merupakan sebuah proses biokimia yang biasanya dilakukan oleh jenis lumut dan bakteri sebagai produksi makanan. Photos yang artinya cahaya, maka dengan menggunakan cahaya matahari tanaman dapat mengubah karbondioksida dan unsur-unsur mineral yang terdapat dalam tanah serta air yang digunakan untuk menghasilkan gula (glukosa) dan oksigen. Proses yang dilakukan oleh suatu zat hijau daun yaitu klorofil yang terdapat pada daun dan biasanya di simpan tumbuhan yang berfungsi sebagai cadangan makanan atau energi dan oksigen yang dihasilkan.

Bumi tercipta pertama kali karena memiliki oksigen dan karena itu bumi dapat ditempati oleh makhluk hidup. Proses pertama kali munculnya oksigen dibumi ditimbulkan setelah terdapat organisme pertama dibumi, yang dipercaya seabagai lumut atau ganggang-ganggangan, yang menghasilkan proses fotosintesis, pengubahan karbon yang pada saat itu memenuhi bumi dan menciptakan oksigen. Ganggang-ganggang pertaman tersebut akhirnya berevolusi dan membentuk tumbuh-tumbuhan seperti yang ada hingga sekarang dan menciptakan bumi seperti sekarang ini dimana oksigen di peroleh secara bebas oleh mahluk hidup lainnya.

Tanaman di bagi menjadi beberapa jenis, yaitu seperti lumut, *bryophita, pteridophita* dan tumbuhan berbiji dengan perkiraan terdapat sejumlah 350.000 spesies yang terbesar diseluruh dunia. Sebanyak 287.655 spesies tanaman sudah berhasil di identifikasi dan sebagian sisanya belum teridentifkasi. Tanaman selama ini di pelajari sebagai suatu objek dari sebuah cabang ilmu pengetahuan, cabang ilmu tersebut disebut sebagai botani atau ethnobotani.

Pengetian morfologi yaitu suatu ilmu yang mengkaji berbagai organ yang terdapat dalam tumbuhan baik bagian-bagian, bentuk maupun fungsinya. Organ yang terdapat dalam tumbuhan secara umum di bagi menjadi tiga organ dasar antara lain yaitu akar, batang dan daun serta yang terdapat berbagai sekunder yaitu antara lain bunga, buah dan biji.

2.3 Unsur Hara

Hasil penelitian para ahli menunjukan bahwa tanaman itu terdiri dari air sebanyak 90 % dan bahan kering atau *dry metter* sebanyak 10 %. Bahan kering terdiri dari bahan-bahan organik dan anorganik. Tanaman selama masa pertumbuhan dan perkembangannya memerlukan 16 unsur hara esensial yang dapat dibagi menjadi unsur hara makro dan mikro. Unsur hara makro relatif lebih banyak diperlukan oleh tanaman, sedangkan unsur hara mikro juga sama pentingnya dengan unsur hara makro, namun kebutuhan tanaman terhadap zat-zat ini hanya sedikit (Sutedjo, 1987).

Unsur hara makro meliputi: karbon (K), hydrogen (H), oksigen (O), nitrogen (N), posfor (P), kalium (K), kalsium (Ca), magnesium (Mg) dan sulfur (S). Unsur hara mikro meliputi: besi (Fe), mangan (Mn), boron (B), molibdenum (Mo), tembaga (Cu), zink (Zn) dan klor (Cl). Tidak lengkapnya unsur hara makro dan mikro, dapat mengakibatkan hambatan bagi pertumbuhan atau perkembangan tanaman dan produktivitasnya. Kekurangan salah satu atau beberapa zat hara tanaman dapat diperbaiki dengan unsur tertentu dalam tanah (Sutejo, 1987).

Tanaman dalam proses metabolisme membutuhkan makanan berupa unsur hara. Unsur hara yang dibutuhkan secara alami dapat berasal dari tanah, akan tetapi ketersediaannya yang terbatas maka penambahan unsur hara tanaman dapat diberikan melalui kegiatan pemupukan. Secara garis besar, tanaman atau tumbuhan memerlukan 2 (dua) jenis unsur hara untuk menunjang pertumbuhan dan perkembangan yang optimal. Dua jenis unsur hara tersebut disebut unsur hara makro dan unsur hara mikro. Unsur hara makro adalah unsur-unsur hara yang dibutuhkan tumbuhan dalam jumlah yang relatif besar. Unsur hara makro yaitu meliputi nitrogen (N), fosfor atau phosphor (P), kalium (K), magnesium (Mg), kalsium (Ca) dan belerang atau sulfur (S). sedangkan untuk unsur hara mikro adalah unsur yang diperlukan tanaman dalam jumlah sedikit. Walaupun hanya diserap dalam jumlah kecil, tetapi sangat penting untuk menunjang keberhasilan proses-proses dalam tumbuhan. Tanpa unsur mikro, bunga adenium tidak tampil prima. Bunga akan lunglai dan lain-lain. Unsur makro yaitu meliputi boron (B), besi atau ferro (Fe),

tembaga (Cu), mangan (Mn), seng atau zinc (Zn), molibdenum (Mo), khlor (Cl), natrium (Na), cobalt (Co), silicon (Si) dan nikel (Ni).

Penggolongan yang kedua yaitu yang didasarkan pada tergantinya oleh unsur lain. Golongan tersebut yaitu unsur hara esensial dan non esensial. Unsur hara yang termasuk golongan esensial yaitu antara lain belerang (S), kalsium (Ca), seng (Zn), oksigen (O), fosfor (P), besi (Fe), molibdenum (Mo), boron (B), mangan (Mn), karbon (C). Unsur esensial yang artinya unsur-unsur tersebut keberadaannya tidak dapat tergantikan dengan unsur lainnya. Hilangnya unsur esensial akan berakibat pada tanaman yaitu akan tumbuh dengan tidak normal. Keterbalikan dengan unsur esensial, yaitu unsur non esensial hanya akan berperan kecil terhadap pertumbuhan pada tanaman, sehingga unsur non esensial tersebut dapat digantikan oleh unsur lainnya. Contoh unsur non esensial ini antara lain yaitu natrium (Na), silikon (Si), brom (Br), dan fluor (F) (Arwansyah, 2019).

2.4 Kandungan Unsur Hara Makro dalam Tumbuhan

Peningkatan yang terjadi pada suatu produksi dapat mempengaruhi suatu usaha yang dilakukan. Peningkatan yang terjadi tersebut dapat dilakukan secara intensifikasi. Proses terjadi pada insensifikasi dilakukan mulai tanaman dipembibitan sampai umur tanaman tidak produktif. Aspek pemupukan yang dilakukan merupakan salah satu faktor yang diperhatikan dalam intensifikasi. Unsur hara pada tanaman dibutuhkan secara terus menerus, unsur hara tersebut tidak dapat disediakan oleh tanah secara alami, sehingga diperlukan adanya penambahan hara dari luar. Pemupukan yang dilakukan mendapatkan manfaat antara lain yaitu untuk melengkapi ketersediaan hara yang terdapat dalam tanah serta dapat mengantikan unsur hara yang sudah hilang, hilangnya unsur hara disebabkan karena pencucian dan terangkat pada waktu panen sehingga kondisi tanah baik untuk pertumbuhan dan perkembangan tanaman (Paham, 2007).

Unsur hara seperti kalium (K), calsium (Ca) dan magnesium (Mg) adalah unsur hara makro yang telah banyak dikaji keseimbangannya. Ketiga unsur hara tersebut saling berinteraksi satu dengan lainnya di dalam tanah, jika konsentrasi salah satu unsur hara yang terlalu tinggi maka dapat menyebabkan hara yang lainnya menjadi tertekan. Kasno *et all*. (2004) mengatakan bahwa ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} selama ini dapat bersaing secara efektif dengan K di dalam kompleks jerapan tanah sehingga persaingan tersebut dapat mempengaruhi ketersediaan K yang terdapat dalam tanah. Sementara itu Loide (2004) menyatakan bahwa kelebihan Mg yang tertukarkan di dalam tanah tidak seimbang dengan

Ca akan menyebabkan memburuknya karakteristik fisiologi akar dan menyebabkan menurunnya produksi tanaman (Ginting, dkk 2013).

Tanaman dapat tumbuh dengan baik tergantung pada kesuburan tanah itu sendiri. Menurut Risza (2010) sifat tanah yang baik dan mampu menyediakan unsur hara dalam jumlah cukup. Sifat tanah yaitu antara lain sifat kimia, sifat ini yang derajat kemasaman tanah dan komposisi kandungan hara mineral yang ada. Derajat kemasaman yang berpengaruh terhadap ketersediaan hara yang dapat diserap oleh tanah. Terdapat unsur hara penting yaitu kalsium (Ca), unsur ini penting setelah unsur esensial (N, P dan K) yang berguna sebagai pasokan pada nutrisi tanaman. Menurut Plaster (1992) fungsi kalsium yang terdapat dalam tanaman dapat digunakan sebagai pembangun pada dinding sel. Sebagian besar dari kalsium dapat digunakan sebagai control terhadap pH tanah dan membantu terbentuknya agregat tanah, peranan kalsium yaitu sebagai pembentukan protein dan pergerakan karbohidrat (Hupudio, dkk 2016).

Pemberian kalsium (Ca) berpengaruh terhadap kandungan kalsium pada daun. Pada saat pemberian kalsium terjadi peningkatan juga pada kalsium (Ca). Hal ini disebabkan karena kalsium (Ca) merupakan unsur hara makro yang bersifat immobil, diangkut dari akar ke bagian lain pada tanaman bersama air melalui aliran transpirasi (Gardner *et all*. 1991). Air biasanya ditranspirasikan melalui daun sehingga kalsium banyak terakumulasi dalam daun sebagai organ yang memiliki laju transpirasi yang paling tinggi.

2.5 Analisis Unsur Kalsium (Ca)

Kalsium merupakan salah satu mineral makro yang memiliki peran penting dalam tubuh. Kekurangan kalsium pada anak dan remaja dapat menyebabkan gangguan pertumbuhan, proses pengerasan tulang menjadi terhambat dan menyebabkan *rickets*. Kekurangan kalsium pada kelompok dewasa akan menyebabkan osteoporosis yang ditandai dengan hilangnya kepadatan tulang sehingga tulang menjadi rapuh dan rentan terhadap kejadian patah tulang jika penderita terjatuh (Almatsier, 2003).

Kalsium termasuk unsur hara yang esensia bagi tumbuhan, unsur ini mempunyai dua fungsi utama dalam pertumbuhan tanaman yaitu mengatur tekanan osmotic getah sel dan sebagai pengatur metabolism tanaman. Kalsium sangat penting untuk pertumbuhan meristem tanaman, terutama untuk memfungsikan ujung-ujung akar. Kalsium merupakan penyusun kalsium pektat, yang mengisi lamella tengah dinding sel. Kalsium yang diserap tanaman dalambentuk Ca^{2+}. Kekurangan kalsium menyebabkan kuncup tidak dapat

membuka, sehingga tetap menggulung, terutama untuk tanaman kacang-kacangan, ketela, bawang dan ketang. Untuk tanaman lain kekurangan Ca dapat menyebabkan gejala pada ujung akar (Afandi, 2005).

Disamping itu kalsium berasal dari pelapukan sejumlah mineral dan batuan yang sangat dominasi, meliputi feldspar, apatit, limestone dan gypsum. Mineral-mineral tersebut sangat banyak jumlahnya, sehingga kebanyakan tanah mengandung kalsium yang cukup untuk kebutuhan kalsium tanaman. Tanah yang terbentuk dari bahan induk yang berkadar kapur tinggi yang mungkin memiliki tingkat kandungan kapur yang lebih tinggi dari kapur bebas (Poerwowidodo, 1995).

Kalsium diambil tanaman dalam bentuk ion Ca^{2+}, berperan sebagai komponen dinding sel, dalam pembentukan struktur dan permeabilitas memberan sel. Kalsium rata-rata menyusun 0,5 % tubuh tanaman, banyak terdapat dalam daun dan pada beberapa tanaman mengendap sebagai Ca-oksalat dalam sel-sel. Kekurangan usnur ini akan menyebabkan terhentinya pertumbuhan tanaman akibat terganggunya pertumbuhan pucuk tanaman dan ujung-ujung akar (titik-titik tumbuh), serta jaringan penyimpan. Hal ini sebagai konsekuensi jaringan meristematik akibat rusaknya permeabilitas dan struktur membran sel-sel (Hanafiah, 2005).

2.5.1 Analisis kuantitatif

Cahaya dengan panjang gelombang tertentu akan dilewatkan melalui suatu sel, dalam sel tersebut terkandung atom-atom bebas yang saling bersangkutan maka cahaya tersebut sebagian akan diserap dan intensitas hasil penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada pada sel. Hubungan yang terjadi antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari:

Hukum Lambert: suatu sumber sinar monokromatik yang melewati suatu medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorbsi.

Hukum Beer: Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan:

$$A = \varepsilon . b . c$$

Dimana:

ε = absortivitas molar

b = panjang medium

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

A = absrobansi

Dari persamaan di atas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Underwood, 1989).

2.5.2 Kadar air

Kadar air merupakan perbedaan antara berat sampel sebelum dan sesudah dilakukan pemanasan. Setiap sampel yang diletakkan pada udara terbuka kadar airnya akan mencapai keseimbangan dengan kelembaban udara di sekitarnya. Kadar air ini dapat disebut dengan kadar air seimbang. Setiap hasil kelembaban relatif tertentu dapat menghasilkan kadar air yang seimbang tertentu pula, maka dapat terjadi hubungan antara kadar air yang seimbang dengan kelembaban yang relatif. Pada istilah kadar air, terdapat juga kadar air keseimbangan. Kadar air keseimbang merupakan kadar air yang dimana laju perindahan air yang terjadi dari bahan ke udara sama dengan laju perpisahan air yang terjadi dari udara ke bahan. Kadar air keseimbangan biasanya digunakan untuk mengetahui hasil kadar air terendah yang diperoleh untuk mencapai proses pengeringan terjadi dengan menggunakan tingkat suhu dan kelembaban udara relatif tertentu atau dapat pula disebut dengan kadar air minimum yang dapat dicapai dalam kondisi udara pengeringan yang tetap atau pada suhu dan kelembaban relatif yang tetap (Sudarmadji, dkk., 1989).

Tanaman dengan berat basah yaitu suatu berat mula-mula, sedangkan tanaman dengan berat kering yaitu berat tanaman yang telah dilakukan pengeringan. Pengeringan biasanya dilakukan dengan cara mengoven bahan hingga kandungan air yang terdapat dalam bahan akan menguap. Pada saat air mengalami penguapan maka secara otomatis berat bahan tersebut akan berkurang. Jumlah pengurangan yang terjadi ini dapat disebut sebagai selisih antara berat basah dan hasil dari berat kering. Perbandingan dari pengurangan berat ini dan berat awal yang akan diubah menjadi persen dari kadar air yang ditentukan. Kadar air yang terdapat pada organ tumbuhan sangat bervariasi, tergantung dari jenis tumbuhan, struktur dan usi dari jaringan organ (Ellya, 2009).

Transpirasi tanaman menggunakan air sebanyak 99 % sedangkan 1% digunakan untuk hidrasi, termasuk untuk memelihara dan menyebabkan pertumbuhan yang lebih baik. bahan yang memiliki kandungan kadar air yang tinggi maka akan mempercepat terjadinya pembusukan karena bakteri yang timbul lebih menyukai tempat-tempat yang lembab, sehingga bakteri tersebut dapat mudah dan cepat berkembang (Fardiaz, 1980).

Metode dan prosedur pengujian kadar air sampel tanaman pada beberapa komoditi tanaman pohon telah tertulis secara jelas. Akan tetapi beberapa lainnya belum diatur prosedurnya termasuk pada sampel tanaman. Komoditi sampel tanaman pada prosedur pengujian kadar airnya belum diatur, biasanya menggunakan metode oven pada suhu rendah meskipun demikian permintaan dengan menggunakan suhu tinggi konstan tetap dapat dilakukan bila diperluan walaupun bersifat tidak wajib (ISTA rules, 2017). Hal ini memungkinkan banyak metode dapat dikembangkan. Beberapa peneliti telah melakukan uji kadar air pada tanaman seperti menggunakan oven suhu rendah (110 $\pm$125 ℃) selama 24 jam dalam keadaan sampel udah di haluskan (Suita, 2013).

2.5.3 Destruksi basah

Destruksi basah merupakan suatu proses perombakan logam organik dengan menggunakan pereaksi asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan zat oksidator, sehingga dihasilkan logam anorganik bebas. Destruksi basah sangat sesuai digunakan untuk menentukan unsur-unsur logam yang mudah menguap. Pelarut yang digunakan untuk destruksi basah HNO_3 dan $HClO_4$. Kedua pelarut tersebut dapat digunakan secara tunggal maupun campuran. Kesempurnaan destruksi dapat ditandai dengan larutan destruksi menjadi jernih yang menandakan bahwa semua konstituen yang terdapat dalam larutan telah larut sempurna. Senyawa garam yang terbentuk atau hasil akhir destruksi merupakan senyawa garam yang stabil dan dapat disimpan selama beberapa hari. Destruksi basah umumnya dilakukan dengan metode *kjeldahl*. Kelebihan destruksi basah dibandingkan destruksi kering adalah tidak banyak bahan yang hilang saat dilakukan pengabuan yang sangat tinggi dan waktu yang digunakan tidak lama seperti hanya dstruksi kering (Anif, 2017).

2.5.4 Spektrofotometri serapan atom (SSA)

Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) atau Spektrofotometri serapan atom (SSA) merupakan suatu metode yang digunakan untuk mendeteksi atom logam dalam fase gas. Metode ini seringkali menggunakan nyala untuk mengubah logam dalam larutan sampel menjadi atom logam berbentuk gas yang digunakan untuk analisis kuantitatif dari logam yang ada dalam sampel (Rohman, 2007).

Prinsip spektrofotometri adalah adanya interaksi yang terjadi antara energi dan materi. Pada spektrofotometri serapan atom terjadi penyerapan energi yang dilakukan oleh atom sehingga atom mengalami transisi elektronik dari keadaan dasar menuju ke keadaan tereksitasi. Dalam metode ini, analisa yang didasarkan pada pengukuran intesitas

sinar yang diserap oleh atom sehingga terjadi eksitasi. Untuk dapat terjadinya proses absorbsi atom, diperlukan sumber radiasi monokromatik dan alat untuk menguapkan sampel sehingga diperoleh atom dalam keadaan dasar dari unsur yang diinginkan. Spektrofotometri serapan atom merupakan metode analisis yang tepat untuk analisis analit terutama pada logam dengan konsentrasi rendah (Pecsok, 1976).

Spektrofotometri serapan atom (SSA) didasarkan pada absorbsi atom pada suatu unsur yang dapat mengabsorpsi energi pada panjang gelombang. Banyaknya energi sinar yang diabsorpsi berbanding lurus dengan jumlah atom yang mengabsorpsi. Atom terdiri atas inti atom yang mengandung proton bermuatan positif dan neutron yang berupa partikel netral, dimana inti atom dikelilingi oleh elektron bermuatan negatif yang memiliki tingkat energi berbeda. Jika energi diabsorpsi oleh atom, maka elektron yang berada paling luar akan tereksitasi dari keadaan dasar. Jumlah energi yang dibutuhkan untuk memindahkan elektron ke tingkat energi tertentu dikenal sebagai potensial eksitasi untuk tingkat energi. Waktu kembali ke keadaan dasar, elektron melepaskan energi panas atau energi sinar (Clark, 1979).

Cara kerja SSA adalah berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorbsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang menurut jenis logamnya.

Metode analisis SSA banyak digunakan dalam unsur logam dan secara tidak langsung dapat juga digunakan untuk analisa non logam. Kelebihan SSA adalah tingkat ketelitiannya, tidak memerlukan pemisahan pendahuluan, kepekaannya sampai nanogram dan picogram serta dapat menentukan unsur-unsur (Day dan Underwood, 1980).

2.5.5 Intrumentasi spektrofotometer serapan atom (SSA)

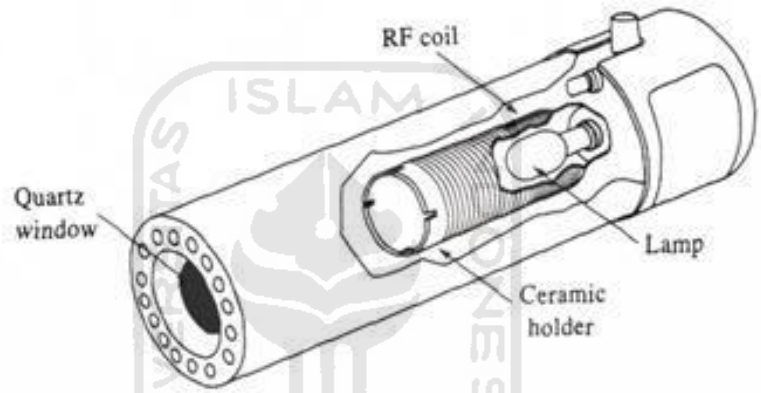
Menurut Slavin (1987) Spektrofotometer Serapan atom memiliki komponen-komponen sebagai berikut:

a. Sumber sinar

Sumber sinar merupakan sistem emisi yang diperlukan untuk menghasilkan sinar yang energinya akan diserap oleh atom bebas. Seperangkat sumber dapat memberikan garis emisi yang tajam dari suatu unsur yang spesifik tertentu dengan menggunakan lampu pijar *Hollow cathode Lamp*. *Hallow Cathode Lamp* terdiri dari katoda cekung yang silindris yang terbuat dari unsur yang sama dengan unsur yang akan dianalisis

dan anoda yang terbuat dari tungsten. Pemberian tegangan pada arus tertentu, logam mulai memijar dan atom logam katoda akan teruapkan dengan pemercikan. Atom akan tereksitasi kemudian mengemisikan radiasi pada panjang gelombang tertentu. Sumber radiasi yang sering dipakai adalah"*Electrodless Dischcarge Lamp*", lampu ini mempunyai prinsip kerja yang hampir sama dengan *Hallow Cathode Lamp* (lampu katoda cekung), tetapi mempunyai *output* radiasi lebih tinggi dan biasanya digunakan untuk analisis unsur-unsur As dan Se, karena lampu HCL untuk unsur-unsur ini mempunyai *signal* yang lemah dan tidak stabil yang bentuknya dapat dilihat pada Gambar 1.

Berikut ini adalah gambar *Electrodless Dischcarge Lamp*:



Gambar 1. *Electrodless Dischcarge Lamp (Loon, 1980)*

b. Sistem pengatoman

Sistem pengatoman merupakan bagian penting karena pada tempat ini senyawa akan dianalisa. Pada sistem pengatoman, unsur yang akan dianalisa diubah bentuknya dari bentuk ion menjadi bentuk atom bebas. Beberapa jenis sistem pengatoman yang lazim digunakan pada setiap alat AAS, antara lain:

1. Sistem pengatoman dengan nyala api

   Sistem pengatoman dengan nyala api menggunakan nyala api untuk mengubah larutan berbentuk ion menjadi atom bebas. Ada 2 bagian penting pada sistem pengatoman dengan nyala api, yaitu sistem pengabut (*nebulizer*) dan sistem pembakar (*burner*), sistem ini sering disebut sistem *burner-nebulizer*. Bahan bakar yang menghasilkan api merupakan campuran dari gas pembakar dengan oksidan dan penggunaannya tergantung dari suhu nyala api yang dikehendaki.

2. Sistem pengatoman dengan tungku grafit

Sistem pengatoman dengan tungku grafit mempuyai keuntungan jika dibandingkan dengan sistem pengatoman nyala api yaitu sampel yang dipakai lebih sedikit, tidak memerlukan gas pembakar, suhu yang ada diburner dapat dimonitor dan lebih peka.

3. Sistem pengatoman dengan pembentukan hidrida

Sistem pengatoman dengan pembentukan hidrida hanya dapat diterapkan pada unsur yang dapat membentuk hidrida, dimana senyawa hidrida dalam bentuk uap yang akan menyerap sinar dari HCL. Sistem ini biasanya dilakukan dengan mereduksi unsur sehingga menjadi valensi yang lebih rendah, kemudian dibentuk sebagai hidrida. Sistem tersebut banyak dilakukan untuk analisa unsur-unsur seperti As, Bi dan Se.

4. Sistem pengatoman dengan uap dingin

Sistem pengatoman dengan uap dingin hanya dilakukan untuk analisa unsur Hg, karena Hg mempunyai tekanan uap yang tinggi, sehingga pada suhu kamar Hg akan berada pada kesetimbangan antara fasa uap dan fasa cair. Cara menganalisis Hg yaitu dengan mereduksi merkuri (Hg) menjadi merkuro (Hg^{2+}), kemudian uapnya dialirkan secara kontinyu kedalam sel serapan yang ditempatkan diatas *burner* (tidak dipanaskan) dan penyerapan terjadi karena Hg berbentuk uap.

c. Monokromator

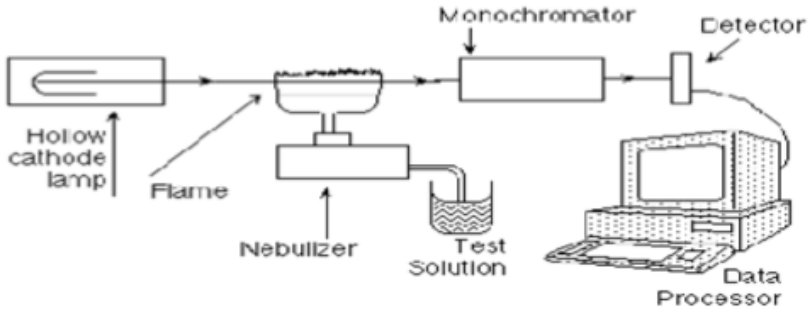
Monokromator merupakan alat yang berfungsi untuk memisahkan radiasi yang tidak diperlukan dari spektrum radiasi lain yang dihasilkan oleh *Hallow Cathode Lamp* (HCL).

d. Detektor

Detektor mempunyai fungsi adalah mengubah energi sinar menjadi energi listrik, dimana energi listrik yang dihasilkan digunakan untuk menghasilkan data. Detektor SSA tergantung pada jenis monokromatornya, jika monokromatornya sederhana yang biasa dipakai untuk analisa alkali, detektor yang digunakan adalah *barier layer cell*. Tetapi pada umumnya yang digunakan adalah detektor *photomultiplier tube.*

Metode SSA sangat tepat untuk analisa zat pada konsentrasi rendah. Logam yang membentuk campuran kompleks dapat dianalisa dan selain itu tidak

diperlukan sumber energi yang besar. Sensitivitas dan batas deteksi merupakan parameter yang sering digunakan dalam SSA. Keduanya dapat bervariasi dengan perubahan temperatur nyala dan lebar pita spektra.



Gambar 2. Skema Instrumentasi Spektrofotometer Serapan Atom (Salvin, 1987)

2.6 Validasi Metode

Validasi merupakan suatu konfirmasi melalui pengujian dan pengadaan bukti objektif bahwa persyaratan tertentu pada suatu maksud khusus dipenuhi, dimana bukti objektif berupa data pendukung eksistensi sesuatu atau kebenaran sesuatu. Persyaratan merupakan kebutuhan atau harapan yang dinyatakan secara umum yang diterapkan dan menjadi keharusan (SNI 19-17025-2005 klausul 5.4.5.1). Sehingga dapat disimpulkan bahwa validasi metode adalah proses pembuktian pada suatu metode yang sesuai untuk maksud atau tujuan tertentu (BSN, 2005).

Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, guna untuk mengetahui dan membuktikan bahwa parameter tersebut telah memenuhi persyaratan penggunaan (Harmita, 2004). Validasi adalah salah satu proses penilaian kecermatan dan keseksamaan suatu prosedur dengan nilai yang dapat diterima. Validasi dapat menerangkan dan memastikan bahwa suatu prosedur tertentu memiliki detail yang jelas sehingga dapat dilaksanakan oleh analis atau laboratorium yang berbeda dengan hasil yang sebanding (Harvey, 2000).

Menurut (Riyanto, 2014) validasi adalah suatu konfirmasi kembali, melalui pengujian dan pengadaan bukti objektif yang menunjukkan bahwa suatu persyaratan tertentu untuk maksud khusus dapat dipenuhi. Laboratorium penguji wajib melaksanakan suatu validasi metode uji apabila menggunakan metode yang tidak baku, metode yang didesain atau dikembangkan oleh laboratorium, metode baku yang digunakan di luar ruang lingkup yang dimaksud, metode baku yang dimodifikasi dan metode untuk menegaskan dan mengkonfirmasi bahwa metode yang digunakan telah sesuai untuk penggunaan yang dimaksudkan (Magnusson, 1988).

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

2.6.1 Linearitas

Linearitas merupakan kemampuan pada suatu metode untuk memperoleh hasil uji secara langsung dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Pada metode linieritas parameter statistik yaitu koefisien korelasi, residual plot dan residual standar deviasi.

Linieritas metode ditentukan melalui suatu cara pada contoh homogen dan stabil yang memiliki kandungan matriks dengan volume yang cukup. Analisis dilakukan berulang terhadap contoh tersebut guna untuk menetapkan konsentrasi uji *baseline*, preparat deret kalibrasi dibuat dengan menambahkan secara kuantitatif analit standar yang diketahui konsentrasinya secara pasti ke dalam contoh yang telah dipilih. Analit standar yang ditambahkan yaitu meliputi konsentrasi 2,5; 5; 10; 15; 20 dan 25 ppm Ca. Analisis dilakukan pada masing-masing preparat menggunakan metode yang akan di validasi dengan jumlah pengulangan sebanyak dua kali. Menghitung korelasi antara respon analitik rata-rata yang didapat dengan konsentrasi teoritis analit dalam preparat. Metode dapat dikatakan linier pada rentang konsentrasi tertentu apabila didapatkan nilai koefisien korelasi (r) $\leq$ 0,995.

Linieritas sebagai suatu metode uji analisis menunjukan kemampuan suatu metode guna memperoleh hasil uji yang baik, dengan transformasi matematis yang baik, proporsional dengan konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran yang ada (Leyva, 2008). Menurut Riyanto (2014), linieritas merupakan kemampuan dari suatu metode analisis khususnya instrument dalam memberikan respon yang signifikan terhadap konsentrasi dari suatu analit dalam sampel. Uji linieritas dilakukan melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi suatu analit. Linieritas diperoleh dengan menggunakan satu seri larutan yang berbeda konsentrasinya, kemudian dilihat berdasarkan besarnya respon analit yang terbaca oleh metode atau instrument tersebut.

Linearitas suatu metode yaitu ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon (y) dan konsentrsi (x) dengan persamaan y = a + bx. Hubungan linear yang dikatakan ideal dapat dicapai apabila nilai b = 0 dan r = +1 atau -

1 yang bergantung pada arah garis. Sedangkan nilai a menunjukkan kepekaan analisis terutama pada instrumen yang digunakan. Nilai koefisien korelasi (r) yang memenuhi persyaratan adalah sebesar $\leq 0{,}995$ (Harmita, 2004).

2.6.2 Presisi (*repeatability dan reproducibility)*

Presisi merupakan metode yang dapat ditentukan melalui teknik repitabilitas dengan suatu contoh homogen dan representatif. Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, dimana ukuran derajat kesesuaian hasil uji tersebut diperoleh melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata apabila uji tersebut diperoleh melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata apabila prosedur tersebut ditetapkan secara berulang pada sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Harmita, 2004). Presisi terdiri atas dua yakni keseksamaan (*repeatability*) dan ketertiruan, dimana *repeatability* merupakan keseksamaan metode uji yang dilakukan secara berulang minimal enam kali ulangan oleh analis yang sama pada waktu yang berdekatan, menggunakan peralatan dan pereksi dari *batch* yang sama.

Reproducibility yaitu suatu keseksaman metode tersebut dilakukan pada kondisi atau situasi yang berbeda. Umumnya analisis metode tersebut dilakukan menggunakan segenap peralatan, pelarut, pereaksi dengan analis yang berbeda dan laboratorium yang berbeda pula (Riyanto, 2014).

Pengujian dikatakan presisi jika diperoleh nilai RSD < 2 %, tetapi parameter ini fleksibel tergantung dari jumlah sampel, dan kondisi laboratoirum. Dari penelitian dijumpai bahwa koefisien variasi mengingkat dengan menurunnya kadar analisit yang dianalisis. Ditemukan bahwa koefisien variasi meningkat seiring dengan menurunnya konsentrasi analit, pada kadar 1 % atau lebih standar deviasi relatif antara laboratorium adalah sekitar 2,5 % ada pada satu per seribu adalah 5 %. Pada kadar satu per sejuta (ppm) RSD nya adalah 16% pada metode yang sangat kritia, secara umum diterima bahwa RSD harus lebih dari 2 %.

Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif. Presisi merupakan ukuran derajat keterulangan pada metode analisis, kemudian memberikan hasil yang sama pada beberapa perulangan. Presisi dapat dinyatakan sebagai *Relative Standar Deviation* (RSD). Penentuan simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (RSD) dapat dilakukan pada pengukuran sampel dengan pengulangan sebanyak 3 kali. RSD ditentukan dari hasil replikasi pengujian dibawah kondisi yang ditentukan. RSD dinyatakan melalui persamaan sebagai berikut:

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

$$RSD = \frac{SD}{M} \times 100\%$$

Keterangan:

xi = nilai data pengukuran

x = rata-rata pengukuran

n = jumlah pengulangan pengukuran

SD = simpangan baku dari sampel

$\bar{M}$ = nilai rata-rata

Proses dalam hal ripitabilitas diperoleh dari hasil perhitungan *relative standard deviation* atau simpangan baku relatif (RSD) dari beberapa pengulangan dan dari nilai simpangan baku. Nilai simpangan baku tersebut dapat diperoleh nilai dari koefisien variasi (CV). Nilai koefisien variasi (CV) yang diperoleh dibandingkan dengan CV Horwitz yaitu suatu kurva yang menghubungkan reprodusibilitas (presisi yang ditanyakan sebagai % CV) dengan konsentrasi analit. Presisi metode analisis dinyatakan sebagai fungsi dari konsentrasi memalui persamaan:

CV Horwitz = $2^{1\text{-}0,\ 5 \log C}$

Dengan menggunakan faktor pembanding CV Horwitz nilai yang rusak dalam rentang keberterimaan untuk ripitabilitas merupakan nilai CV yang telah terhitung dari beberapa pengulangan yang ada dan harus kurangdari 2/3 dari nilai CV Horwitz (Harvey, 2000). Hasil analisis berulang yang didapatkan tersebut dihitung nilai koefisien variasi (CV) lalu dibandingkan dengan nilai 2/3 x $CV_{Horwitz}$. Metode yang memiliki *repeatability* baik apabila hasil yang diperoleh nilai CV $\leq$ 2/3 x $CV_{Horwitz.}$

2.6.3 *Limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ)

Limit of detection (LOD) dapat ditentukan dengan metode evaluasi visual atau dikenal dengan teknik *Trial & Error*. LOD dievaluasi dengan menambahkan contoh analit standar pada berbagai level konsentrasi rendah yang diduga sebagai nilai LOD. Dilakukan analisis berulangan terhadap masing-masing preparat. Konsentrasi analit terendah dalam contoh yang dapat terdeteksi oleh mekanisme pengukuran analitik metode tersebut ditetapkan sebagai *limit of detection* (LOD). Batas deteksi pada suatu metode

analisis adalah nilai parameter uji batas, yaitu konsentrasi analit terendah yang dapat dideteksi, tetapi tidak dikuantitasi pada kondisi percobaan yang dilakukan. Batas deteksi juga merupakan konsentrasi analit pada sampel. (Satiadarma dkk, 2004).

Limit of quantification (LOQ) dapat dievaluasi menggunakan teknik pendekatan yang sama dengan LOD, hanya dalam LOQ nilai yang didapatkan harus dibuktikan tingkat presisi dan akurasi sebanyak minimal 7 kali pengulangan. Nilai yang didapatkan ditetapkan sebagai LOQ apabila nilai CV $<$ 2/3 CV Horwitz dan uji beda nyata menyatakan bahwa hasil yang didapatkan tidak berbeda nyata.

Batas kuantisasi pada suatu metode analisis disebut sebagai nilai parameter penentuan kuantitatif senyawa dalam konsentrasi rendah terdapat dalam matriks. Batas kuantisasi adalah konsentrasi analit terkecil pada sampel yang ditetapkan dengan diperolehnya presisi dan akurasi dapat diterima pada kondisi yang ditetapkan. Batasan kuantitatif dari konsentrasi analit dinyatakan dalam (persen, bagian per milyar) pada sampel (Satiadarma dkk, 2004).

Penentuan batas deteksi dapat ditentukan dengan menghitung standar deviasi (SD), respon dan kemiringan (*slope*) serta linieritas baku dengan rumus:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(y - yi)^2}{n - 2}}$$

$$LOD = \frac{3 \times SD}{slope}$$

Sedangkan untuk rumus penentuan batas kuantitatif dapat digunakan dengan rumus sebagai berikut:

$$LOQ = \frac{10 \times SD}{slope}$$

Keterangan:

LOD = *Limit of detection*

LOQ = *Limit of quantitation*

SD = Simpangan baku residual (Harmita, 2004)

2.6.4 Akurasi (ketepatan)

Akurasi didefinisikan sebagai kesesuaian antar hasil analisis dengan nilai besar analit atau nilai acuan analit data yang diterima. Akurasi ditentukan melalui cara yaitu pemakaian *Certified Reference Material* (CRM), perbandingan dengan metode lain dan

standar adisi. Untuk mendapatkan nilai akurasi dari suatu metode dapat menggunakan Uji T.

Akurasi merupakan kedekatan atau kesesuaian antara hasil suatu pengukuran dan nilai benar dari kuantitas yang diukur atau suatu pengukuran posisi yaitu seberapa dekat hasil pengukuran dengan nilai benar yang diperkirakan. Akurasi dapat dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan.

Persen perolehan kembali (*recovery*) dapat ditentukan dengan persamaan berikut:

$$\%\ Recovery = \frac{Mean}{Spike\ Level} \times 100\%$$

Keterangan:

Mean = nilai rata-rata

Spike Level = kosentrasi *reference material* (larutan yang telah diketahui konsentrasinya)

2.6.5 Estimasi ketidakpastian pengukuran

Salah satu kebijakan Komite Akreditasi Nasional (KAN) tentang persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian yang terakreditasi adalah pengawasan mutu terhadap kualitas hasil pengujian yang tercakup pada butir 7.6 standar SNI ISO/IEC 17025: 2017 (Komite Akreditasi Nasional, 2018). Kualitas hasil pengujian yang akurasi dan teliti secara kuantitatif memerlukan penanganan prosedur yang benar dan melalui beberapa Langkah pengukuran dengan suatu besaran yang disebut ketidakpastian (*uncertainly*). Dalam hal ini, laboratorium harus mengidentifikasi semua sumber ketidakpastian dan membuat estimasi yang wajar serta memastikan bentuk pelaporan hasil yang benar terhadap suautu metode pengujian.

Ketidakpatian (μ) merupakan suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang didalamnya terdapat nilai benar (*true value*) dan memadukan semua kesalahan yang diketahui menjadi satu rentang tunggal. Menurut Kusumaningtyas *et al.* (2016), estimasi ketidakpastian merupakan indikator yang dapat digunakan untuk menentukan keandalan atau kapabilitas suatu laboratorium pengujian.

Ketidakpastian digunakan untuk mengevaluasi unjuk kerja laboratorium uji yang ikut dalam uji profisiensi. Tujuan dari suatu percobaan adalah untuk mengambil suatu data dengan melakukan pengujian dan diperoleh adalah *true value* (nilai benar) dengan tingkat kepercayaan yang kuat dari suatu besaran fisis yang diukur. Namun hasil pengujian tersebut tidak sepenuhnya memberikan hasil pengukuran yang tepat atau tanpa suatu kesalahan (Uly, 2012).

BAB III
METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam analisis ini adalah wadah sampel, sendok sungu, gelas ukur 50 mL (*iwaki),* gelas beaker 100 mL, pipet ukur 1mL, 5 mL dan 10 mL (*iwaki),* pipet tetes, labu ukur 50 mL, 100 mL, 1000 mL (*iwaki),* corong gelas, timbangan analitik (OHAUS PA224), *shaker* (*Thermolyne Type* 65800), kertas saring, pro-pipet, Oven, Spektrofotometer Serapan Atom (VGA 77 AA), tabung *digestion*, pemanas *digestion*, tabung reaksi, rak tabung reaksi, anak timbang 1 gram dan 0,2 gram, pinset, *vortex*, sarung tangan, kalkulator dan cawan.

3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel tanaman, label, akuades, larutan asam nitrit (HNO_3), larutan asam perklorat, larutan H_2SO_4 p.a, larutan H_2O_2 p.a, larutan $LaCl_3$, larutan standar Ca 1000 ppm, *tissue*.

3.3 Skema Kerja

3.3.1 Pembuatan larutan $LaCl_3$ 0,25 %

Larutan $LaCl_3$ 2,5 % di disiapkan sebanyak 100 mL didalam gelas ukur 100 mL, kemudian di encerkan dengan aquadest. Larutan tersebut kemudian di masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Larutan tersebut ditambahkan aquadest sedikit demi sedikit sampai tanda batas dan di homogenan. Larutan yang suka jadi kemudian di seka dan digojog ulang agar benar-benar homogen. Larutan tersebut kemudian dipindahkan ke dalam wadah gelap tertutup rapat.

3.3.2 Pembuatan larutan standar 2,5; 5; 10; 15; 20 dan 25 ppm

Larutan standar Ca 1000 μg/ L dipipet sebanyak 1,25; 2,5; 5; 7,5; 10 dan 12,5 mL. larutan standar Ca yang telah dipipet dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan dengan pelarut $LaCl_3$ 0,25 % hingga tanda batas. Larutan kemudian diukur untuk mengetahui absorbansinya pada panjang gelombang 422,7 nm menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

3.3.3 Pengulangan antara

3.3.3.1 Pengulagan antara anak timbang 1 g

Anak timbang 1 g di timbang dengan menggunakan timbangan neraca analitik (OHAUS PA224). Penimbangan dilakukan dengan letak anak timbang di tengah lempengan neraca. Penimbang dilakukan pengulangan sebanyak 5 kali pengulangan. Penimbangan pengulangan antara anak timbang 1gram dilakukan selama 10 hari untuk mendapatkan hasil yang konstan.

3.3.3.2 Pengulangan antara anak timbang 0,2 g

Anak timbang 0,2 g di timbang dengan menggunakan timbangan neraca analitik (OHAUS PA224). Penimbangan dilakukan dengan letak anak timbang di tengah lempengan neraca. Penimbang dilakukan pengulangan sebanyak 5 kali pengulangan. Penimbangan pengulangan antara anak timbang 0,2 g dilakukan selama 10 hari untuk mendapatkan hasil yang konstan.

3.3.4 Pentuan kadar air

Penentukan kadar air dapat dilakukan dengan menimbang cawan kosong kemudian menimbang sebanyak 1 mg sampel tanaman. Sampel tersebut di panaskan kedalam oven pada suhu 105 ℃ selama 4 jam, setelah selesai kemudian diinginkan semalam. Kemudian ditimbang kembali sampel dan cawan tersebut. Penentuan kadar air dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan. Dicatat hasil penimbangan, kemudaian di rata-rata hasilnya.

3.3.5 Penentuan kadar kalsium (Ca)

Penentuan kadar kalium (Ca) dapat dilakukan dengan menimbang sampel tanaman sebanyak 0,5gram kemudian dimasukan kedalam labu ukur 100 mL. sampel tersebut ditambahkan larutan asam nitrat (HNO3) p.a 65 % sebanyak 5,5 mL dan ditambahkan larutan asam perklorat ($HClO_4$) p.a 60 % sebanyak 0,5 mL. Larutan tersebut kemudian didiamkan selama semalam. Larutan tersebut didestruksi pada suhu 50 ℃ selama 1 jam, setelah 1 jam kemudian suhu dinaikan menjadi 100 ℃ dan didestruksi kembali selama 1 jam. Suhu dinaikan kembali menjadi 150 ℃ dan didestruksi selama 1 jam, setelah 1 jam suhu dinaikan menjadi 170 ℃ selama 1 jam. Jika larutan tidak mengalami perubahan warna dari warna kekuningan menjadi tidak berwarna (bening) maka suhu dinaikan kembali menjadi 170 ℃ dan didestruksi selama ± 1 jam kembali. Diamati larutan tersebut hingga tidak berwarna (bening), jika sudah tidak berwarna (bening) maka

destruksi telah selesai. Larutan tersebut diencerkan hingga tanda batas. Labu ukur di seka menggunakan kertas saring dan digojog hingga homogen. Dilakukan dengan perlakuan yang sama untuk blanko.

3.3.6 Penentuan presisi

Sebanyak 0,5 g sampel tanaman $<$ 0,5 mm ke dalam tabung *digest*, ditambahkan 5,5 mL asam nitrat p.a dan 0,5 mL asam perklorat p.a didiamkan satu malam. Kemudian esoknya larutan dipanaskan pada *block digestor* dengan suhu 100 ℃ selama 1 jam 30 menit, kemudian suhu ditingkatkan menjadi 130 ℃ selama 1 jam, suhu ditingkatkan lagi menjadi 150 ℃ selama 2 jam 30 menit (hingga uap kuning habis, apabila masih ada uap kuning waktu pemanasan ditambahkan lagi). Setelah uap kuning habis ada ditingkatan majadi 200 ℃ selama 1 jam (sehingga terbentuk uap putih). Destruksi selasai dengan terbentuknya endapan putih atau sisa larutan jernih sekitar 0,5 mL. Larutan ekstrak didinginkan, kemudian diencerkan dengan larutan $LaCl_3$ 0,25 % menjadi 100 mL hingga tanda batas dan dikocok menjadi hingga homogen. Larutan ekstrask disaring dan ditempatkan pada botol gelap serta diberi label. Langkah tersebut diulangi sebanyak 7 kali pengulangan sampel.

3.3.7 Penentuan akurasi

3.3.7.1 Penentuan sampel + *spike*

Sampel tanaman ditimbang sebanyak 0,5 g kemudian ditambahkan dengan 1 mL larutan standar Ca 1 ppm ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan sampel kemudian ditambahkan 5,5 mL HNO_3 p.a 65 % dan 0,5 mL $HClO_4$ 60 % lalu larutan sampel + *spike* didiamkan semalam. Kemudian larutan dipanaskan pada *block digestor* dengan suhu 105 ℃ hingga uap kuning menghilang. Suhu sebelumnya dinaikkan menjadi 200 ℃ hingga muncul uap putih dan volume ekstrak tersisa $\pm$ 0,5 mL. Hasil larutan ekstrak didinginkan, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Larutan ekstrak tersebut disaring dan ditempatkan pada botol gelap serta diberi label.

3.3.7.2 Penentuan *spike*

Larutan standar Ca 1 ppm dipipet 1 mL ke dalam labu ukur 100 mL. Larutan tersebut kemudian ditambahkan 5,5 mL HNO_3 p.a 65 % dan 0,5 mL $HClO_4$ 60 % lalu larutan *spike* didiamkan semalam. Kemudian larutan dipanaskan pada *block digestor* dengan suhu 105 ℃ hingga uap kuning menghilang. Suhu

dinaikkan menjadi 200 ℃ hingga muncul uap putih dan volume ekstrak tersisa ± 0,5 mL. Larutan ekstrak didinginkan, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Larutan ekstrak disaring dan ditempatkan pada botol gelap serta diberi label.

3.3.8 Penentuan LOD dan LOQ

Penentuan *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ) dilakukan dengan mengukur standar 2,5 ppm Kalsium (Ca) sebanyak 10 kali pengulangan dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) ada panjang gelombang 422,7 nm. Nilai LOD dan LOQ dapat ditentukan dengan rumus sebagai berikut:

$$LOD = 3 \times SD$$

$$LOQ = 10 \times SD$$

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis kali ini dilakukan untuk mentukan kandungan unsur Kalsium (Ca) dalam sampel tanaman di Laboratorium Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta. Sampel tanaman yang dianalisis merupakan sampel tanaman yang berasal dari laboratorium BPTP yang ingin mengetahui kandungan unsur Kalsium (Ca) dalam sampel tanaman tersebut. Penentuan kandungan kalsium (Ca) dilakukan dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

4.1 Penentuan Kadar Kalsium (Ca) Dalam Tanaman

Penentuan kadar kalsium dalam sampel tanaman dilakukan secara *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) atau Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) yang diawali dengan persiapan sampel sebelum di analisis. Penggunaan metode yang tepat akan menghasilkan hasil analisa yang akurat, hasil analisa yang akurat tersebut juga didukung oleh persiapan, proses dan perlakuan awal yang tepat. Persiapan sampel merupakan tahap penyediaan sampel siap timbang untuk dianalisis. Sampel tanaman dari laboratorium BPTP yang telah diterima kemudian dikeringkan secara manual, dihaluskan menggunakan *blender* lalu diayak menggunakan ayakan 0,5 mm untuk memperkecil luas permukaan partikel. Sampel disimpan dalam wadah gelap tertutup rapat.

4.2 Pengulangan Antara atau Pengecekan Antara

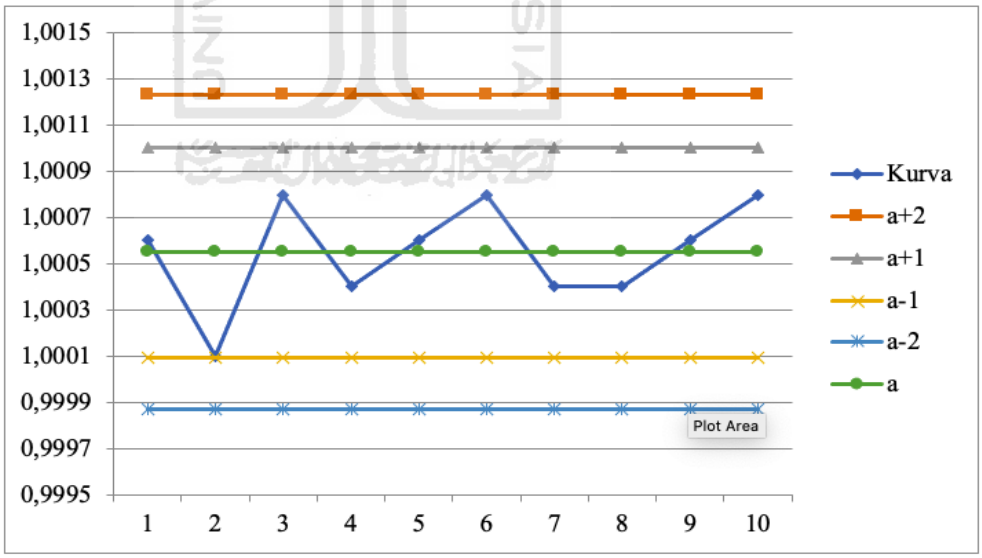
Pengulangan antara atau cek antara diantara masa interval kalibrasi alat ukur yang tergantung penggunaan di laboratorium pada umumnya interval kalibrasi alat ukur diantaranya anak timbang yaitu setiap 1 tahun atau dikarenakan diantaranya terkena suhu ekstrim yang mengakibatkan kekeroposan pada anak timbang. Pengulangan antara atau pengecekan antara dilakukan dengan menimbang massa anak timbang 1 g dan 0,2 g.

Anak timbang atau *test weight* yang dipakai secara operasional maupun untuk kepentingan verifikasi dan kalibrasi direkomendasikan untuk memenuhi klasifikasi alat sehingga sesuai dalam peruntukannya. Setiap anak timbang memiliki klasifikasi dengan kelas tertentu yang memiliki syarat dasar yang berupa

material dan dimensi tertentu. Syarat utama lainnya yaitu batas kesalahan yang diperbolehkan atau *maximum permissible error* (MPE). Serta dalam persyaratan prosedur penggunaan yang ketat dan rumit, serta kehati-hatian dan kecermatan yang tinggi sehingga menunjang ketepatan penimbangan. Data penentuan pengulangan antara atau pengecekan antara dapat dilihat pada tabel 4.1

Tabel 4. 1 Hasil penentuan pengulangan antara atau pengcekan antara 1 g

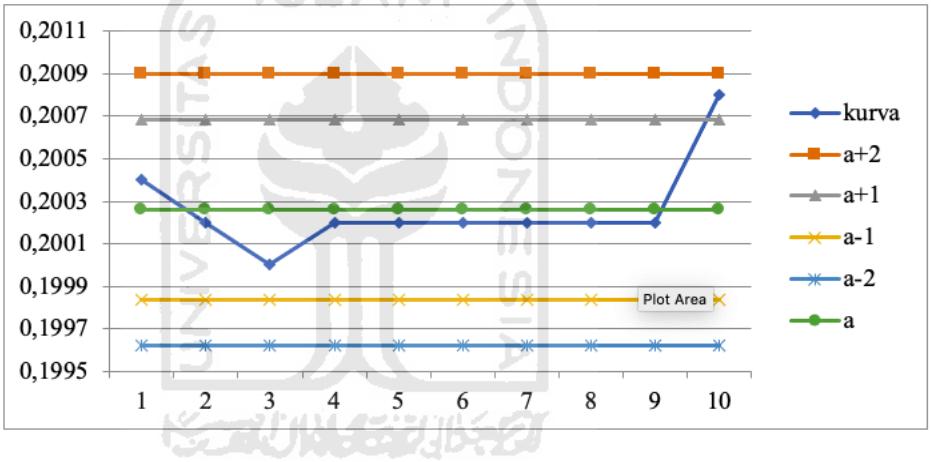
No	1 g	a+2	a+1	a-1	a-2	a
1	1,0006	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
2	1,0001	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
3	1,0008	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
4	1,0004	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
5	1,0006	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
6	1,0008	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
7	1,0004	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
8	1,0004	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
9	1,0006	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
10	1,0008	1,0012	1,0010	1,0001	0,9999	1,0006
Median	1,0006					
SD	0,0002					



Gambar 4. 1 Hubungan antara median massa anak timbang 1 g dengan standar deviasi (SD)

Tabel 4. 2 Hasil penentuan pengulangan antara atau pengecekan antara 0,2 g

No	0,2 g	a+2	a+1	a-1	a-2	a
1	0,2004	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
2	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
3	0,2000	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
4	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
5	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
6	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
7	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
8	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
9	0,2002	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
10	0,2008	0,2009	0,2007	0,1998	0,1996	0,2003
Median	0,2003					
SD	0,0002					



Gambar 4. 2 Hubungan antara median massa anak timbang 0,2 g dengan standar deviasi (SD)

Berdasarkan Tabel 4.1 dan Tabel 4.2 hasil penentuan pengulangan antara atau pengecekan antara pada anak timbangan 1 g dan 0,2 g dapat dilihat jika hasil penentuan pengulangan antara atau pengecekan sangat baik dari hari 1 hingga hari 10. Nilai standar deviasi (SD) untuk penuglangan antara atau pengecekan antara pada anak timbang 1 g didapatkan sebesar 0,0002.

Sedangkan untuk pengulangan anatara atau pengecekan anatara pada anak timbang 0,2 g didapatkan nilai standar deviasi (SD) sebesar 0,0002. Nilai standar deviasi (SD) antara anak timbang 1 g dengan 0,2 g sama, hanya saja yang membedakan yaitu nilai mediannya. Nilai median yang didapatkan untuk anak timbang 1 g sebesar 1,0006 g dan untuk anak timbang 0,2 g sebesar 0,2003 g. Gambar 4.1 dan 4.2 merupakan kurva hubungan antara median massa anak

timbang dengan standar deviasi (SD). Pengukuran antara atau pengecekan antara dilakukan selama 10 hari Dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan 4.2 bahwa pengukuran disetiap harinya memiliki hasil pengukuran yang berbeda. Hal ini bisa saja dikarenakan oleh peralatan yang digunakan kurang bersih, waktu penimbangan anak timbang sama dengan hari sebelumnya, peletakan anak timbang yang kurang tepat, atau dikarenakan neraca analitik yang digunakan kurang terkalibrasi. Kurva tersebut dikatakan baik apabila garis kurva tidak melebihi atau mendekati garis a+1 dan a-1. Persamaan garis untuk pengukuran antara untuk anak timbang 1 g pada hari ke 1, 3, 4, 5, 7, 8, 9 dan 10 dapat dikatakan mememenuhi, kemudian untuk pengukuran anak timbang 1 g pada hari 2 dan 6 diaktana tidak memenuhi dikarenakan pada hari tersebut kurva mendekati garis a+1 dan a-1. Persamaan garis untuk pengukuran antara untuk anak timbang 0,2 g pada hari 1, 2, 4, 5, 6, 7, 8 dan 9 dikatakan memenuhi, sedangkan untuk hari ke-3 dan 10 masih belum dikatakan memenuhi.

4.3 Penentuan Kadar Air

Penentuan kadar air pada sampel tanaman bertujuan untuk memberikan batasaan minimal atau rentang tentang besarnya kandungan air dalam sampel tanaman, semakin tinggi kadar air, maka semakin mudah ditumbuhi jamur, kapang sehingga dapat menurunkan aktivitas biologi sampel tanaman dalam masa penyimpanan. Kadar air tergantung pada waktu pengeringan sampel tanaman, semakin kering maka semakin kecil kadar airnya. Prinsip dari penentuan kadar air ini yaitu menguapkan air yang ada pada sampel tanaman atau dengan cara pemanasan pada suhu 105 ℃ selama 4 jam. Hasil dari penentuan kadar air dapat dilihat pada lembar lampiran 1.

Hasil uji yang diperoleh dari ANOVA (*Analysis of Varience*) pada taraf kepercayaan 95%, menunjukkan bahwa perlakuan suhu pengeringan dan organ berpengaruh nyata terhadap kadar air akan tetapi tidak terdapat interaksi antara faktor suhu pengeringan dan organ. Dari hasil perhitungan kadar air pada Lampiran 1. menunjukan bahwa perlakuan suhu pengeringan dapat menyebabkan hilangnya air dalam bentuk penguapan, pada sampel tanaman yang dikeringkan air akan menguap melalui permukaan sampel bahan ke udara. Pada saat suhu tinggi tekanan uap didalam sampel tanaman jauh lebih tinggi daripada tekanan uap air di luar sampel, maka dari itu molekul-molekul air akan berdifusi. Pada

sampel tanaman nomer 2 didapatkan nilai kurang dari 95% yaitu sebesar 93%, hal itu dikarenakan mungkin pada saat penimbangan sampel massa sampel berbeda dengan sampel tanaman yang lain, ketepatan dalam penimbang sangat berpengaruh untuk proses selanjutnya pada penentuan kadar air. Selain ketepatan dalam penimbang kebersihan alat timbang juga sangat berpengaruh.

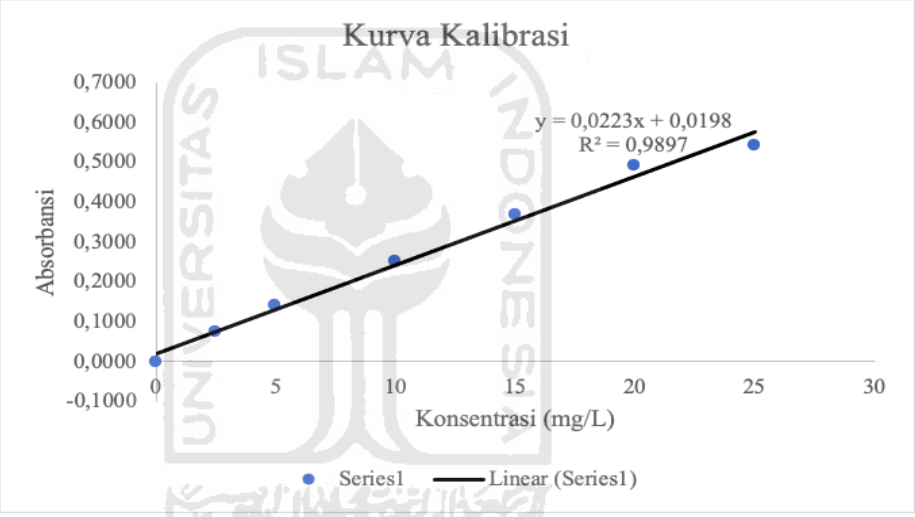
4.4 Penentuan Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan dari suatu metode analisis khususnya instrument dalam memberikan respon yang signifikan terhadap konsentrasi dari suatu analit dalam sampel. Uji linieritas dilakukan melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi suatu analit. Linieritas diperoleh dengan menggunakan satu seri larutan yang berbeda konsentrasinya, kemudian dilihat berdasarkan besarnya respon analit yang terbaca oleh metode atau instrument tersebut. Metode yang digunakan bersifat linear apabila nilai R^2 nya lebih besar dari 0,990.

Kurva kalibrasi merupakan metode standar yang dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi suatu analit berdasarkan hukum *Lambert-Beer*. Penentuan kurva kalibrasi dilakukan dengan menganalisis rangkaian konsentrasi larutan standar kalsium (Ca) diantaranya 2,5; 5; 10; 15; 20 dan 25 ppm pada panjang gelombang maksimum 422,7 nm. Kurva kalibrasi standar kalsium (Ca) yang diperoleh digunakan sebagai acuan untuk menentukan konsentrasi kalsium (Ca) pada sampel tanaman secara *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) atau Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Data hasil pengukuran tersebut kemudian diolah dalam regresi linear, dan diperoleh nilai slope, intersep, koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R^2) (Harmita, 2004). Kurva deret standar kalsium (Ca) untuk pengukuran sampel tanaman yang berasal dari laboratorium BPTP dapat dilihat pada Gambar 4.3.

Tabel 4. 3 Absorbansi larutan standar kalsium (Ca) secara *atomic absorption spectrophotometry* (AAS) atau spektrofotometri serapan atom (SSA)

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi			Rata-rata
	1	2	3	
0	-0,0002	-0,0007	-0,0033	-0,0014
2,5	0,0729	0,0743	0,0722	0,0731
5	0,1444	0,1429	0,1337	0,1403
10	0,2423	0,2541	0,2538	0,2501
15	0,3952	0,3667	0,3459	0,3693
20	0,5211	0,4857	0,4656	0,4908
25	0,5573	0,5534	0,5151	0,5419
			Slope	39,5508



Gambar 4. 3 Hubungan antara konsentrasi larutan standar kalsium (Ca) dengan absorbansi

Gambar 4.3 merupakan kurva hubungan anatara kosentrasi larutan standar kalsium (Ca) dengan absorbansi. Dapat dilihat bahwa semakin besar konsentrasi larutan standar kalsium (Ca) yang diukur maka semakin besar pula absorbansi yang didapatkan. Hal ini dikarenakan pada konsentrasi yang semakin tinggi, tingkat kepekaatan senyawa kalsium (Ca) juga semakin tinggi kurva tersebut dapat diperoleh linier apabila nilai koefiesien korelasinya mendekati satu dan diperoleh persamaan garis untuk pengukuran standar sampel tanaman yakni sebesar y = 0,0223x + 0,0198 dengan nilai koefisien kolerasi (r) sebesar 0,9935 dan nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9897. Nilai koefisien kolerasi (r) tersebut menunjukan bahwa hubungan antara koenfisien standar kalsium (Ca) dan absorbansi linier serta nilai koefisien determinasi (R^2) yang diperoleh lebih dari

0,990 sehingga metode kurva kalibrasi tersebut baik dan dapat digunakan karena masih berada pada rentang nilai yang seharusnya (Riyanto, 2014).

4.5 Penentuan *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantification* (LOQ)

Batas deteksi dari suatu metode analisis adalah nilai parameter uji batas, yakni konsentrasi analit terendah yang dapat dideteksi, tetapi tidak dikuantitasi pada kondisi percobaan yang dilakukan. Batas deteksi juga merupakan konsentrasi analit pada sampel (Satiadarma dkk, 2004).

Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) dilakukan dengan menghitung rerata kemiringan garis pada kurva kalibrasi dan simpangan baku intersep kurva standar yang diperoleh. Batas deteksi dapat dihitung secara statistik dengan persamaan regresi linear dari kurva kalibrasi, *signal-to-noise* dan penentuan blanko. Pengujian batas deteksi pada percobaan ini dilakukan dengan mengukur larutan standar 10 ppm yang telah dilakukan pengeceran 100 kali sebanyak 10 kali pengulangan. Hal tersebut dilakukan untuk mengetahui apakah larutan standar masih memberikan absorbansi atau tidak. Nilai slope yang diperoleh dari penentuan linieritas digunakan untuk perhitungan nilai konsentrasi untuk penentuan nilai *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ). Perhitungan nilai konsentrasi pada penentuan *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ) dapat dihitung dengan hasil konsentrasi awal dikurangi dengan 0,0016, kemudian dikalikan dengan nilai slope. Data penentuan *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ) untuk pengukuran sampel tanaman yang berasal dari laboratorium BPTP dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4. 4 Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) pengukuran sampel tanaman

LOD (2,5 mg/L diencerkan 50 kali)	Absorbansi	Absorbansi blanko	Konsentrasi (mg/L)

1	0,0027	0,0016	0,0435
2	0,0026	0,0016	0,0396
3	0,0029	0,0016	0,0514
4	0,0031	0,0016	0,0593
5	0,0030	0,0016	0,0554
6	0,0029	0,0016	0,0514
7	0,0029	0,0016	0,0514
8	0,0029	0,0016	0,0514
9	0,0029	0,0016	0,0514
10	0,0027	0,0016	0,0435
		Rata-rata	0,0498
		SD	0,0060
		LOD	0,0179
		LOQ	0,0595

Berdasarkan nilai LOD dan LOQ yang diperoleh pada Tabel 4.4 berturut-turut adalah sebesar 0,0179 ppm dan 0,0595 ppm. Hasil nilai *limit of detection* (LOD) tersebut merupakan nilai terkecil yang mampu dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan. Batas kuantitasi (LOQ) merupakan kuantitas terkecil yang masih memenuhi kriteria penilaian secara cermat dan seksama.

4.6 Penentuan Presisi

Presisi adalah ukuran yang menunjukan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, dimana ukuran derajat kesesuaian hasil uji tersebut diperoleh melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata apabila prosedur tersebut diterapkan secara berulang pada sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Harmita, 2004). Nilai dari presisi diwakilkan oleh niali simpangan deviasi (SD) dan % simpangan deviasi relatif (% RSD) dari keterulangan (*repeatability*). Semakin kecil nilai koefisien variasi setelah pengulangan maka presisinya juga semakin bagus.

Uji presisi dilakukan untuk melihat kedekatan antara hasil uji yang diperoleh secara berulang pada sampel yang dilakukan dengan metode keterulangan, sehingga dipeoleh ketetapan sistem dalam memberikan respon terhadap analit yang dideteksi. Uji presisi dilakukan berdasarkan keterulangan yang mengacu pada penggunaan prosedur analit dalam kondisi laboratorium, analis, peralatan serta pereaksi yang sama yakni dengan mengukur kadar

kalsium (Ca) dalam sampel tanaman sebanyak 7 kali pengulangan. Nilai presisi yang dinyatakan dalam %RSD. Hasil uji yang diperoleh pada percobaan ini dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4. 5 Hasil penentuan presisi sampel tanaman

Ulangan	Absorbansi	Konsentrasi (ppm) (x)	x Rata-rata	$(x - x \text{ Rata-rata})^2$
1	0,1978	78,2315		2,5028
2	0,1978	78,2315		2,5028
3	0,1924	76,0958		0,3066
4	0,1940	76,7286	76,6495	0,0063
5	0,1922	76,0167		0,4005
6	0,1913	75,6607		0,9777
7	0,1911	75,5816		1,1404
			Jumlah	7,84
			SD	1,1429
			%RSD	1,49
			CV Horwitz	8,33
			2/3 CV Horwitz	5,55

Berdasarkan hasil pengujian menunjukan bahwa didapatkan nilai SD (simpangan deviasi) sebesar 1,1429 dan % simpangan deviasi relative (% RSD) sebesar 1,49 %. Hal tersebut berarti metode uji yang digunakan memenuhi syarat nilai % RSD yang diterima. Kriteria seksama diberikan apabila metode uji menunjukkan nilai % RSD $\leq$ 2%. Kriteria tersebut bersifat relative tergantung pada konsentrasi analit dalam sampel yang dianalisis, jumlah sampel dan kondisi laboratorium tersebut. Dengan nilai % RSD yang lebih dari 2 % menunjukkan bahwa sampel kurang presisi, maka dari itu nilai tersebut harus di cari nilai 2/3 CV Horwitz. Nilai 2/3 CV Horwitz yang didapatkan pada penentuan presisi yaitu sebesar 5,55 %. Nilai CV Horwitz yang dapat dikatakan dapat memenuhi syarat keberterimaan apabila nilainya lebih besar dari nilai % RSD.

RSD menunjukan ketelitian dari metode uji yang digunakan:

RSD 1% (sangat teliti)

1% > RSD > 2% (teliti)

2% > RSD > 5% (ketelitian sedang)

RSD > 5% (tidak teliti) (Kumalasari, 2017)

Maka dari itu hasil RSD yang didapatkan tersebut dapat jika metode yang digunakan dapat dikatakan tingkat ketelitiannya sedang.

4.7 Penentuan Akurasi

Akurasi atau kecermatan merupakan kesesuaian antara hasil analisis dengan nilai sebenernya dari suatu analit atau nilai acuan analit yang dapat diterima. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali analit yang ditambahkan. Metode penetapan akurasi pada validasi ini dilakukan dengan cara adisi standar. Prinsip metode adisi standar ini adalah mengevaluasi besar perolehan kembali sejumlah analit yang ditambahkan secara kuantitatif ke dalam matriks sampel yang sesuai. Uji akurasi kali ini ditambahkan larutan *spike* 0,8767 ppm ke dalam sampel tanaman. Adanya interaksi antara matriks dengan analit yang ditambahkan dapat memberikan hasil ukur analit oleh metode menjadi lebih besar dari seharusnya dan kadar kalsium (Ca) yang diperoleh pada sampel yang ditambahkan laruan *spike* menjadi besar jika dibandingkan dengan sampel tanpa penambahan larutan *spike.* Hasil uji akurasi yang telah diperoleh dapat di lihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4. 6 Hasil penentuan sampel tanaman

No	Abs Spl	Abs Spl + *spike*	Abs blanko	C spl + *spike*	C Spl	*% Recovery*
1	0,1978	0,2156	0,0016	85,2716	78,2315	70,40
2	0,1978	0,2145	0,0016	84,8365	78,2315	66,05
3	0,1924	0,2260	0,0016	89,3848	76,0958	132,89
4	0,1940	0,2348	0,0016	92,8653	76,7286	161,37
5	0,1922	0,2192	0,0016	86,6954	76,0167	106,79
6	0,1913	0,2156	0,0016	85,2716	75,6607	96,11
7	0,1911	0,2145	0,0016	84,8365	75,5816	92,55
					Rata-rata	103,74

Berdasarkan hasil uji akurasi yang telah dilakukan diperoleh hasil yakni presentasi perolehan kembali sampel tanaman sebesar 103,74 %. Hasil

tersebut masih memenuhi syarat keberterimaan dan metode dianggap valid karena hasil *recovery* berada pada rentang 90-110%.

4.8 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran merupakan ukuran sebaran yang secara layak dihubungkan dengan nilai terukur yang diperoleh dari suatu proses yang memberikan rentang terpusat pada nilai terukur dalam rentang yang diperkirakan nilai besar berada. Pengukuran ketidakpastian dilakukan untuk mengetahui dan memastikan bahwa pengujian yang dilakukan dapat dipertanggung jawabkan keabsahannya. Ketidakpastian pengukuran dapat ditetnukan dengan beberapa langkah. Langkah pertama yaitu menentukan prosedur kerja pengujian yang dapat menunjang segala tindakan dalam pengujian. Langkah kedua yakni menentukan ketidakpastian berdasarkan rumus yang digunakan, dimana pada percobaan ini rumus yang digunakan yakni:

$$\text{Kadar sampel} = \text{ppm kurva} \times \frac{\text{mL ektrak}}{1000\ \text{mL}} \times \frac{50\ \text{mL}}{5\ \text{mL}} \times \frac{100\ \text{g}}{500\ \text{g}} \times \text{fk}$$

Keterangan:

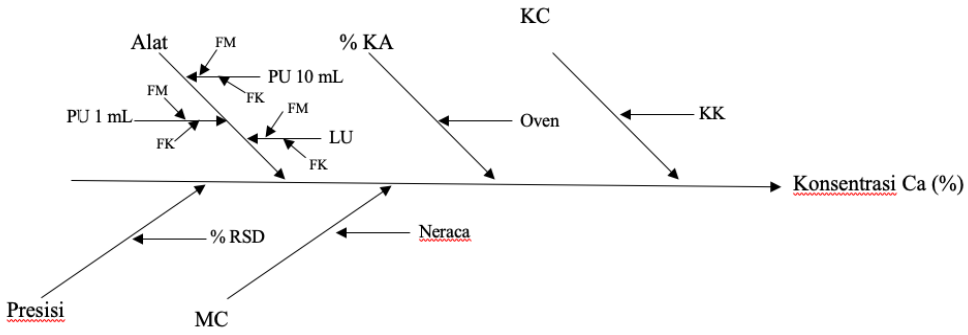
ppm kurva : kadar contoh yang didapat dari kurva hubungan antara kadar deret standar dengan pembaccannya setelah dikoreksi blanko.

1000 : faktor konversi ke ppm (mg kg^{-1})

100 : faktor konversi ke %

fk : faktor koreksi kadar air = 100/ (100-% kadar air)

Langkah ketiga, penentuan ketidakpastian suatu pengukuran ditentuakn berdasarkan parameter sumber-sumber kesalahan yang digambarkan dalam diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan pada percobaan kali ini digambarkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4. 4 Diagram tulang ikan

Diagram tulang ikan tersebut menunjukan sumber-sumber penyumbang ketidakpastian pengukuran. Langkah keempat yaitu penentuan ketidakpastian baku yang berasal dari faktor-faktor pokok yang teridentifikasi melalui tulang ikan. Cara menentukan ketidakpastian baku dapat dilihat pada masing-masing variabel yang mempengaruhi ketidakpastian pengukuran. Ketidakpastian baku dapat ditentukan dengan rumus:

$$\mu \text{ Kal} = \frac{s}{k}$$

Langkah selanjutnya yaitu dengan menentukan ketidakpastian baku gabungan yang diperoleh dari perhitungan ketidakpastian baku dengan menggabungkan beberapa sumber penyumbang ketidakpastian pengukuran yang telah ditentukan. Ketidakpastin pengukuran dapat ditentukan dengan rumus:

$$\frac{\mu\,(G)}{C} = \sqrt{\left(\frac{\mu x}{x1}\right)^2 + \left(\frac{\mu x}{x2}\right)^2 + \left(\frac{\mu x}{x3}\right)^2 + \cdots \left(\frac{\mu x}{xn}\right)^2}$$

Penentuan kadar kalsium (Ca) pada percobaan kali ini diperoleh nilai ketidakpatian gabungan yang dinyatakan pada Tabel 4.7.

Tabel 4. 7 Ketidakpastian asal

Uraian	Satuan	Nilai (x)	μ (x)	μ (x)/(x)
Kadar air	%	4,7	0,0425	0,0090
Massa contoh	gram	0,5	0,0016	0,0032
VLU	mL	100	0,5253	0,0053
Konsentrasi contoh	mg/L	76,6495	0,4400	0,0057
Pipet ukur 10 mL	mL	10	0,0526	0,0053
Pipet ukur 1 mL	mL	1	0,0053	0,0053
Presisi metode	%	1,49	0,0149	0,0100

Langkah selanjutnya yaitu menentukan ketidakpastian diperluas dengan cara mengalihkan nilai ketidakpastian gabungan dengan faktor cakupan, diman pada percobaan kali ini digunakan faktor cakupan (k) sebesar 2 dengan menggunakan selang kepercayaan 95 %. Ukuran ketidakpastian diperlukan untuk mengetahui kemungkinan yang terjadi bahwa hasil uji yang diperoleh berada dalam rentang yang diberikan oleh ketidakpastian. Ketidakpastian baku gabungan pada percobaan kali ini diperoleh sebesar 0,06 %. Percobaan penentuan kadar kalsium (Ca) pada sampel tanaman diperoleh (0,06 $\pm$ 1,64 %). Hasil tersebut dapat dilihat pada lampiran 7.

BAB V
KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil Praktik Kerja Lapangan yang telah dilakukan di Laboratorium Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta, maka disimpulkan sebagai berikut:

1. Nilai linieritas yang didapatkan pada pengujian ini yang dapat dilihat pada Gambar 4.3 menunjukan bahwa persamaan garis untuk pengukuran standar sampel tanaman yakni sebesar y = 0,0223x + 0,0198 dengan nilai kolerasi (r) sebesar 0,9935 dan nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9897. Nilai koefisien determinasi (R^2) yang diperoleh lebih dari 0,990 sehingga metode kurva kalibrasi tersebut baik dapat digunakan karena masih berada pada rentang nilai yang seharusnya.

   Nilai limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) yang diperoleh pada Tabel 4.4 terturut-turut adalah 0,0179 mg/L dan 0,0595 mg/L. Hasil nilai limit deteksi (LOD) merupakan nilai terkecil yang mampu dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan terhadap alat dibandingkan dengan blanko. Limit kuantitasi (LOQ) merupakan kuantitasi terkecil yang masih memenuhi kriteria penilaian secara cermat dan seksama. Presisi untuk sampel tanaman dari Laboratorium BPTP diperoleh nilai simpangan deviasi (SD) sebesar 1,1429 dan % simpangan deviasi relative (% RSD) sebesar 1,49 % serta nilai 2/3 CV Horwitz sebesar 5,55 %. Hal tersebut menunjukan bahwa metode uji yang digunakan memenuhi syarat nilai %RSD dapat diterima. Kriteria seksama diberikan apabila metode uji menunjukan nilai CV Horwitz lebih besar dari nilai %RSD, dengan nilai tersebut nilai % RSD dapat diterima.

   Penentuan akurasi pada percobaan ini dapat ditentukan dengan nilai % temu balik atau % *recovery*. Nilai % *recovery* yang diperoleh pada Tabel 4.6 adalah 103,74 %. Uji akurasi kali ini ditambahkan larutan *spike* 0,8767 ppm ke dalam sampel tanaman. Hasil tersebut masih memenuhi syarat keberterimaan dan metode dianggap valid karena hasil *recovery* berada pada rentang 90-110%, dengan nilai estimasi ketidakpastian pengukuran sebesar 0,06 %.

2. Kadar kalsium (Ca) tertinggi yang didapatkan pada percobaan ini sebesar 1,64 %. Nilai tersebut terdapat pada sampel 1 dan sampel 2. Kadar kalsium (Ca) terendah yang didapatkan pada percobaan ini didapatkan sebesar 1,59 %. Nilai tersebut terdapat pada sampel 6 dan sampel 7. Kadar kalsium (Ca) tertinggi dan terendah tersebut untuk sampel tanaman yang berasal dari Laboratorium BPTP. Kadar kalsium (Ca) yang diperoleh setelah dibandingkan dengan nilai ambang batas kalsium (Ca), menunjukan bahwa kadar kalsium (Ca) tersebut berada pada rentang nilai ambang batas maksimal. Kisaran nilai kadar kalsium (Ca) yaitu sebesar 0,47-1,07 %. Meskipun relatif rendah, tetapi nilai tersebut umum dalam spesies tanaman tropis. Faktor tempat tumbuh tanaman juga berpengaruh nyata terhadap kadar kalsium (Ca).

5.2 Saran

Berdasarkan hasil Praktik Kerja Lapangan (PKL) yang telah dilakukan di Laboratorium Balai Pengkajian dan Teknologi Pertanian (BPTP) Yogyakarta, penulis menyarankan agar:

1. Pelaksanaan validasi atau percobaan pada suatu metode uji harus didasarkan pada literatur yang ada dan sesuai, hal tersebut tak lain agar hasil data yang diperoleh valid, efektif serta efisien dalam melakukan pengujian.
2. Penentuan parameter sensitivitas instrument perlu dilakukan agar dapat diketahui dengan pasti bahwa instrumen yang digunakan sensitif dan dapat mengkur kadar analit dalam jumlah yang relatif kecil.
3. Penggunaan alat volumetrik yang terkalibrasi
4. Destruksi sampel sebaiknya dilakukan pada tabung *digestor* atau alat-alat gelas seperti gelas *beaker* dan erlenmeyer bukan pada labu ukur dikarenakan proses pemanasan akan berakibat pada rusaknya kalibrasi pada alat tersebut, sehingga menjadi penyumbang ketidakpastian yang cukup besar pada suatu pengujian.
5. Berdasarkan hasil uji linearitas masih belum memenuhi karena R^2 belum mencapai 0,990 saran yang direkomendasikan yaitu pada saat pengukuran standar menggunakan instrumen spektrofotometer serapan atom (SSA) larutan standar sebaiknya dihomogenkan menggunakan *vortex* supaya hasil lebih maksimal dan pengujian larutan standar minimal dilakukan sebanyak 5 kali.
6. Perlu selalu menggunakan peralatan *safety lab* guna meminimalisir dan menghindari resiko yang tidak diinginkan saat engujian berlangsung.

DAFTAR PUSTAKA

[BSN] Badan Standarisasi Nasional. 2005. *SNI 19 – 17025 – 1992. Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi.* Badan Standarisasi Nasional: Jakarta.

Afandi, R.N.W. 2005. *Ilmu Kesuburan Tanah*, Penerbit Kansius, Yogyakarta.

Ahsana D., Hamidah, Soedarti T., CESA. 2011. Keanekaragaman Varietas dan Hubungan Kekerabatan pada Tanaman Jati (Tectona grandis Linn.) Melalui Pendekatan Morfologi di Kebun Bibit Permanen Kecamatan Kedungpring Lamongan. Skripsi Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Airlangga, Surabaya.

Almatsier, S. 2003. *Prinsip-prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.

Anif, V. 2017. *Analisis Logam Berat*. Dep. Fakultas Farmasi: UMP.

Arwansyah, Asrul Syam, John S.Arie. 2019. *Pengunaan Alogroritma FP-Growth Untuk Mengetahui Nutrisi Yang Tepat Pada Tanaman Padi.* Prosiding Seminar Ilmiah Sistem Informasi dan Teknologi Informasi, VIII(II), 1-11.

B. Magnusson and U. Örnemark eds. 1998. *The Fittness for Purpose of Analytical Method", A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topic 1st*. Eurachem Working Group. United Koingdom, page 1-40.

Chaerul Anwar. 2007. *Teknik & Evaluasi Validasi Metode serta Pemilihan Parameter Validasi Metode.* makalah yang disampaikan dalam Pelatihan Validasi Metode Analisis Kuantitatif 14 s/d 15 April 2009. Bogor.

Clark, D.V. 1979. Approach to Atomic Absorption Spectroscopy. *Analytic Chemistry Consultans Pty Ltd*. Sidney-Australia.

Ernawati, U. R., Khasanah, L. U., & Anandito, R. B. K. (2014). The. Effect of Variation Dextrose Equivalents Maltodextrin Values on The Microencapsulant Characteristic of Teak Leaves (Tectona grandis L.) Natural Dye. Jurnal Teknologi Pertanian, 15(2), 111-120.

Ellya. 2009. Pangan, Gizi, Teknologi dan Konsumen. Penerbit PT Gramedia. Jakarta.

Fardiaz, D. dan Winarno, F., G. 1980. Dasar Teknologi Pangan. Departemen Teknologi Hasil Pertanian, FATEMETA, Institut Pertanian Bogor, Bogor.

Ginting, Alan, dkk. 2013. *"Studi Pertumbuhan Dan Produksi Jamur Tiram Putih (Pleorotus Ostreatus) Pada Media Tumbuh Gergaji Kayu Sengon Dan Bagas Tebu".* Jurnal. Malang: Fakultas Pertanian, Universitas Brawijaya

Halvey, D. 2004. *Modern Analytical Chemistry*. New York: McGraw-Hill Comp.

Hanafiah, A.K. 2005. *Dasar-Dasar Ilmu Tanah*. Rajawali Pers. Jakarta. pp 24-303.

Handayanto. E., N. Mudarisma. dan A. Fiqri. (2017). Pengelolaan Kesuburan Tanah. UB Vres. Malang.

Harmita. 2004. *Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian, I (3):117-135.

Herbarium, M. (2011). Taksonomi Tumbuhan dan Herbarium Madanense (MEDA). Fakultas Pertanian Universitas Sumatra Utara, Medan.

Hupudio H.W, Sudrajat. 2016. Peranan Pupuk Kalsium pada Tanaman Kelapa Sawit (*Elaeis guineensis* Jacq.) Melum Menghasilkan: Departemen Agronomi dan Hortikultura. Fakultas Pertanian, Institut Pertanian Bogor. 4(3): 276-281.

Iskandar, A. Rachim, Kasno, A. dan S.J. Adiningsih. 2004. Hubungan Nisbah K/Ca Dalam Larutan Tanah Dengan Dinamika Hara K Pada Ultisol dan Vertisol Lahan Kering. *Jurnal Tanah Lingkungan*, 6: 7 – 13.

ISTA InternasionaI Seed Testing Association. 2017. International Rules for Seed Testing 2017. *The International Association*. ISTA.

Komite Akreditasi Nasional. 2018. Kebijakan KAN tentang persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan kalibrasi ISO 17025:2017. KAN. Jakarta.

Kosasih, E. 2013. Produksi Bibit Berkualitas; Jati (Tectona grandis Linn. F.). Balai Perbenihan Tanaman Hutan Jawa dan Madura, Sumedang Jawa Barat.

Kumalasari, Anita, Aman Sentosa Panggabean, dan Erwin Akkas. 2017. Pengembangan Metode Rapid Test Dalam Pentuan *Ash Content* dan *Calorific Vlue* Batubara di Laboratorium PT. Jasa Mutu Mineral Indonesia. *Jurnal Atomik*, 02(1), 121-127.

Kusumaningtyas, D.I., D. Sumarno, P. Purnama. 2016. Estimasi ketidakpastian pengukuran dalam metode penentuan fosfat (P-PO4) Secara Spektrofotometri. Buletin Teknik Litkayasa Sumber Daya dan Penangkapan, 14(1): 1–8.

Leyva F, Anker S, Swan J.W, Goldsland I.F, Wingrove C.S, Chua T.P. 1997. Serum Uric Acid as an Index of Impaired Oxidative Metabolism in Chronic Heart Failure. *Eur Heart J,* 185(5), 858-865.

Loide, V. 2004. *About the effect of contents and ratios of soil's available calcium, potassium and magnesium in liming of acid soils*. *Agronomy Research*, 2: 71- 82.

Martawijaya, A., Kartasujana I., Mandang Y. I., Prawira S.A., Kadir K. 2005. Atlas Kayu Jilid I Departemen Kehutanan. Badan Penelitiaan & Pengembangan Kayu, Bogor.

Nidavani, R. B., Mahalakshmi AM. 2014. Teak (Tectona grandis Linn.): A Renowned Timber Plant with Potential Medicinal Values. Review Article. Vol 6, Issue 1,2014. ISSN-0975-1491.

Pahan, I. 2007. Kelapa Sawit Manajemen Agribisnis dan Hulu Hingga Hilir. Jakarta (ID): Penebar Swadaya.

Pecsok, R.L., L.D. Shileds, T. Cairns, and I.G. Mcwilliam. 1976. *Modern methods of chemical analysis.* 2nd ed. John Wiley & Sons, Inc., New York.

Plaster, E.J. 1992. *Soil Scienceand Management. Edisi ke-2*. New York (USA): Delmar Publishers.

Poerwowidodo, 1995, *Telaah Kesuburan Tanah*, Penerbit Angkasa Bandung, Bandung.

Pudjiono. 2014. Produksi Bibit Jati Unggul (Tectona grandis L.f.) Klon dan Budidayanya. Institut Pertanian Bogor Press, Bogor.

Risza, S. 2010. *Masa Depan Perkebunan Kelapa Sawit Indonesia.* Yogyakarta (ID): Kanisius.

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

Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka Pelajar Universitas Islam Indonesia. Jakarta. Hal. 298.

Rosanti, D. 2013. Morfologi Tumbuhan. Erlangga, Jakarta.

Sahay, M., & Sharma, R., (2015). Antioxidant Activity of Tectona Grandis Linn Stem Bark Extract. International Journal of Innovative Science, Engineering & Technology, 2(11), 906-908.

Satiadarma, Muhammad, dan kawan-kawan. 2004. *Asas Pengembangan Prosedur Analisis.* Airlangga University Press: Surabaya.

Slavin, M. 1987. *Atomic Absorption Spectroscopy Second Edition*. New York. USA.

Sudarmadji, S; B. Haryono dan Suhardi. (1989). Analisa Bahan Makanan dan Pertanian. Liberty, Yogyakarta.

Suita, E. 2013. Seri Teknologi Perbenihan Tanaman Hutan Saga Pohon (*Adenanthera sp.).* Balai Penelitian Teknologi Perbenihan Tanaman Hutan, Bogor. 13 hal.

Sulaksana, J. (2005). Kemuning dan Jati Belanda dan Pemanfaatan untuk Obat. Penebar Swadaya, Jakarta.

Sumarna, Y. 2004. Budidaya Jati, PT. Penebar Swadaya, Jakarta.

Sutedjo dan Mul Mulyani. 1987. *Pengantar Ilmu Tanah, Terbentuknya Tanah dan Tanah Pertanian.* Jakarta: Rineka Cipta.

Taiz L, Zeiger E. 1991. *Plant Physiology*. New York: Cummings Publishing Co, Inc. 590 p.

Underwood, E.J. and N.F. Shuttle. 1999. *The Mineral Nutrition of Livestock*. CABI Publishing. Third ed. London. England. pp. 185 – 212.

Van Loon (Tom) A.J. 1980. *Analytical Atomic Absorption Spectroscopy: Selected Methods*. Toronto Ontario Canada: Departements of Geology and Chemestry and The Institute for Environmental Studies University of Toronto.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Penentuan kadar air suhu 105^{o}C

1. Faktor koreksi kadar air

Sampel	Bobot asal (g)	Kehilangan sisa (g)	Kadar Air (%)	FK
1	1	0,95	5	1,05
2	1	0,93	7	1,08
3	1	0,95	5	1,05
4	1	0,96	4	1,04
5	1	0,96	4	1,04
6	1	0,95	5	1,05
7	1	0,96	4	1,04
8	1	0,96	4	1,04
9	1	0,95	5	1,05
10	1	0,96	4	1,04
		Rata-rata		1,05

Kadar air (%) = $\frac{\text{kehilangan bobot}}{\text{bobot contoh asal}} \times 100$

Faktor koreksi (fk) = $\frac{100}{(100 - \%\ \text{kadar air})}$

1. Kadar air (%) = $\frac{0,95}{1} \times 100 = 95\ \%$

   Faktor koreksi (fk) = $\frac{100}{(100 - 95\ \%)} = 20$
2. Kadar air (%) = $\frac{0,93}{1} \times 100 = 93\ \%$

   Faktor koreksi (fk) = $\frac{100}{(100 - 93\ \%)} = 14,29$
3. Kadar air (%) = $\frac{0,95}{1} \times 100 = 95\ \%$

   Faktor koreksi (fk) = $\frac{100}{(100 - 95\ \%)} = 20$
4. Kadar air (%) = $\frac{0,96}{1} \times 100 = 96\ \%$

   Faktor koreksi (fk) = $\frac{100}{(100 - 96\ \%)} = 25$
5. Kadar air (%) = $\frac{0,96}{1} \times 100 = 96\ \%$

   Faktor koreksi (fk) = $\frac{100}{(100 - 96\ \%)} = 25$
6. Kadar air (%) = $\frac{0,95}{1} \times 100 = 95\ \%$

Faktor koreksi (fk) $= \frac{100}{(100 - 95\,\%)} = 20$

7. Kadar air (%) $= \frac{0{,}96}{1} \times 100 = 96\,\%$

   Faktor koreksi (fk) $= \frac{100}{(100 - 96\,\%)} = 25$

8. Kadar air (%) $= \frac{0{,}96}{1} \times 100 = 96\,\%$

   Faktor koreksi (fk) $= \frac{100}{(100 - 96\,\%)} = 25$

9. Kadar air (%) $= \frac{0{,}95}{1} \times 100 = 95\,\%$

   Faktor koreksi (fk) $= \frac{100}{(100 - 95\,\%)} = 20$

10. Kadar air (%) $= \frac{0{,}96}{1} \times 100 = 96\,\%$

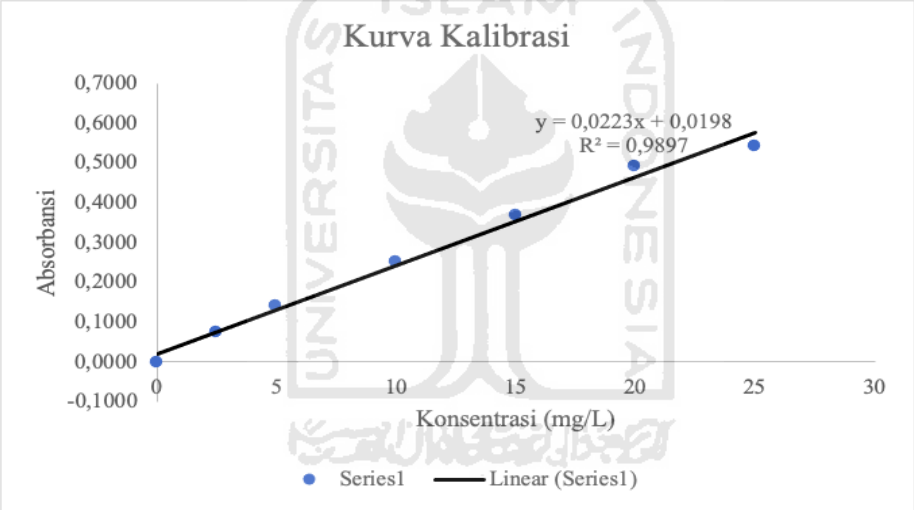
    Faktor koreksi (fk) $= \frac{100}{(100 - 96\,\%)} = 25$

Lampiran 2. Kurva kalibrasi

1. Tabel absorbansi deret standar

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi			Rata-rata
	1	2	3	
0	-0,0002	-0,0007	-0,0033	-0,0014
2,5	0,0729	0,0743	0,0722	0,0731
5	0,1444	0,1429	0,1337	0,1403
10	0,2423	0,2541	0,2538	0,2501
15	0,3952	0,3667	0,3459	0,3693
20	0,5211	0,4857	0,4656	0,4908
25	0,5573	0,5534	0,5151	0,5419
			Slope	39,5508

2. Grafik dan persamaan regresi linear larutan standar kalsium (Ca)



r 0,9935

R^2 0,9897

Slope 39,5508

Intersep 0,0198

$$\text{Slope} = \left(\left(\frac{Konsentrasi\ standar\ 2{,}5}{Absorbansi\ standar\ 2{,}5}\right) + \left(\frac{Konsentrasi\ standar\ 5}{Absorbansi\ standar\ 5}\right) + \left(\frac{Konsentrasi\ standar\ 10}{Absorbansi\ standar\ 10}\right) + \left(\frac{Konsentrasi\ standar\ 15}{Absorbansi\ standar\ 15}\right) + \left(\frac{Konsentrasi\ standar\ 20}{Absorbansi\ standar\ 20}\right) + \left(\frac{Konsentrasi\ standar\ 25}{Absorbansi\ standar\ 25}\right)\right) / 6$$

Lampiran 3. Penentuan kadar unsur kalsium (Ca) dalam sampel tanaman

1. Absorbansi kadar unsur kalsium (Ca)

Ulangan	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	Kadar (%)
1	0,1978	78,2315	1,64
2	0,1978	78,2315	1,64
3	0,1924	76,0958	1,60
4	0,1940	76,7286	1,61
5	0,1922	76,0167	1,60
6	0,1913	75,6607	1,59
7	0,1911	75,5816	1,59
	Rata-rata		1,64

2. Kadar sampel = Konsentrasi (mg/L) $\times \left(\frac{\text{mL ekstrak}}{1000\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{50\ \text{mL}}{5\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{100\ \text{g}}{500\ \text{g}}\right) \times 1{,}05$

Kadar sampel 1 = 78,2315 mg/L $\times \left(\frac{\text{mL ekstrak}}{1000\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{50\ \text{mL}}{5\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{100\ \text{g}}{500\ \text{g}}\right) \times 1{,}05$

= 1,64 %

Kadar sampel 2 = 78,2315 mg/L $\times \left(\frac{\text{mL ekstrak}}{1000\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{50\ \text{mL}}{5\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{100\ \text{g}}{500\ \text{g}}\right) \times 1{,}05$

= 1,64 %

Kadar sampel 3 = 76,0958 mg/L $\times \left(\frac{\text{mL ekstrak}}{1000\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{50\ \text{mL}}{5\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{100\ \text{g}}{500\ \text{g}}\right) \times 1{,}05$

= 1,60 %

Kadar sampel 4 = 76,7286 mg/L $\times \left(\frac{\text{mL ekstrak}}{1000\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{50\ \text{mL}}{5\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{100\ \text{g}}{500\ \text{g}}\right) \times 1{,}05$

= 1,61 %

Kadar sampel 5 = 76,0167 mg/L $\times \left(\frac{\text{mL ekstrak}}{1000\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{50\ \text{mL}}{5\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{100\ \text{g}}{500\ \text{g}}\right) \times 1{,}05$

= 1,60 %

Kadar sampel 6 = 75,6607 mg/L $\times \left(\frac{\text{mL ekstrak}}{1000\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{50\ \text{mL}}{5\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{100\ \text{g}}{500\ \text{g}}\right) \times 1{,}05$

= 1,59 %

Kadar sampel 7 = 75,5816 mg/L $\times \left(\frac{\text{mL ekstrak}}{1000\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{50\ \text{mL}}{5\ \text{mL}}\right) \times \left(\frac{100\ \text{g}}{500\ \text{g}}\right) \times 1{,}05$

= 1,59 %

Lampiran 4. Penentuan presisi

Ulangan	Absorbansi	Konsentrasi (ppm) (x)	x Rata-rata	(x – x Rata-rata)^2
1	0,1978	78,2315		2,5028
2	0,1978	78,2315		2,5028
3	0,1924	76,0958		0,3066
4	0,1940	76,7286	76,6495	0,0063
5	0,1922	76,0167		0,4005
6	0,1913	75,6607		0,9777
7	0,1911	75,5816		1,1404

Jumlah	7,84
SD	1,1429
%RSD	1,49
CV Horwitz	8,33
2/3 CV Horwitz	5,55

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

= 1,1429

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

= $\frac{1,1429}{76,6495} \times 100$

= 1,49 %

CV Horwitz = $2^{1-0,5\log C}$

= $2^{1-0,5log\,(760,495 \times 0,000000001)}$

= 8,33 %

2/3 CV Horwitz = 2/3 × CV Horwitz

= 2/3 × 8,33%

= 5,55 %

% RSD < 2% dikatakan presisi. Nilai %RSD yaitu sebesar 1,49% dan nilai 2/3 CV Horwitz yaitu sebesar 5,55%. Nilai % RSD dikatakan presisi karena nilainya kurang dari 2% dan nilai 2/3 CV Horwitz lebih dari nilai %RSD.

Lampiran 5. Penentuan LOD dan LOQ

1. Absorbansi larutan standar

LOD (2,5 mg/L diencerkan 50 kali)	Absorbansi	Absorbansi blanko	Konsentrasi (mg/L)
1	0,0027	0,0016	0,0435
2	0,0026	0,0016	0,0396
3	0,0029	0,0016	0,0514
4	0,0031	0,0016	0,0593
5	0,0030	0,0016	0,0554
6	0,0029	0,0016	0,0514
7	0,0029	0,0016	0,0514
8	0,0029	0,0016	0,0514
9	0,0029	0,0016	0,0514
10	0,0027	0,0016	0,0435
		Rata-rata	0,0498
		SD	0,0060
		LOD	0,0179
		LOQ	0,0595

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

$$= \sqrt{\frac{0,4983}{9}}$$

$$= 0,0060$$

$$LOD = 3 \times SD$$

$$= 3 \times 0,0058$$

$$= 0,0179 \text{ mg/L}$$

$$LOQ = 10 \times SD$$

$$= 10 \times 0,0058$$

$$= 0,0595 \text{ mg/L}$$

Lampiran 6. Penentuan % *recovery*

1. Absorbansi larutan sampel + *spike*

No	Abs Spl	Abs Spl + Spike	Abs blanko	C spl + Spike	C Spl	*% Recovery*
1	0,1978	0,2156	0,0016	85,2716	78,2315	70,40
2	0,1978	0,2145	0,0016	84,8365	78,2315	66,05
3	0,1924	0,2260	0,0016	89,3848	76,0958	132,89
4	0,1940	0,2348	0,0016	92,8653	76,7286	161,37
5	0,1922	0,2192	0,0016	86,6954	76,0167	106,79
6	0,1913	0,2156	0,0016	85,2716	75,6607	96,11
7	0,1911	0,2145	0,0016	84,8365	75,5816	92,55
					Rata-rata	103,74

2. % Recovery

$$\%\ Recovery = \frac{(C\ sampel+spike)-(C\ sampel)}{C\ spike} \times 100$$

$$\%\ Recovery\ 1 = \frac{(91{,}3202\ mg/L)-(76{,}2802\ mg/L)}{10\ mg/L} \times 100$$

$$= 99{,}11\ \%$$

$$\%\ Recovery\ 2 = \frac{(91{,}5130\ mg/L)-(70{,}6449\ mg/L)}{10\ mg/L} \times 100$$

$$= 101{,}04\ \%$$

$$\%\ Recovery\ 3 = \frac{(87{,}1553\ mg/L)-(76{,}2802 mg/L)}{10\ mg/L} \times 100$$

$$= 108{,}75\ \%$$

$$\%\ Recovery\ 4 = \frac{(90{,}5489\ mg/L)-(74{,}1977\ mg/L)}{10\ mg/L} \times 100$$

$$= 106{,}82\ \%$$

$$\%\ Recovery\ 5 = \frac{(84{,}5329\ mg/L)-(74{,}8147\ mg/L)}{10\ mg/L} \times 100$$

$$= 97{,}18\ \%$$

$$\%\ Recovery\ 6 = \frac{(83{,}1446\ mg/L)-(74{,}1206\ mg/L)}{10\ mg/L} \times 100$$

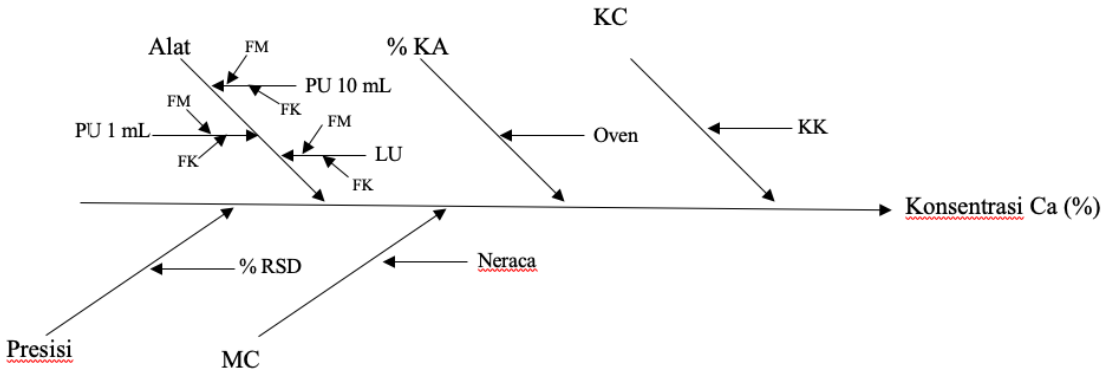
$$= 90{,}24\ \%$$

$$\%\ Recovery\ 7 = \frac{(82{,}7204\ mg/L)-(73{,}7735\ mg/L)}{10\ mg/L} \times 100$$

$$= 89{,}47\ \%$$

Lampiran 7. Estimasi ketidakpastian pengukuran

1. Diagram tulang ikan



Keterangan:

FM = Faktor muai

FK = Faktor kalibrasi

KA = Kadar air

MC = Massa contoh

PU = Pipet ukur

LU = Labu ukur

KC = Konsentrasi contoh

KK = Kurva kalibrasi

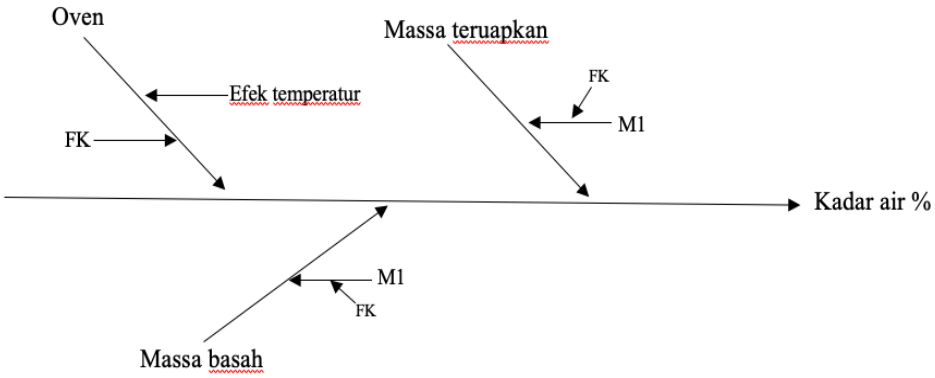
2. Sumber-sumber estimasi ketidakpastian

- Ketidakpastian baku kadar air (µc KA)

Daftar data sumber ketidakpastian

Simbol	Uraian	Nilai	Satuan
M1	Massa sampel basah	1	Gram
M2	Massa sampel kering	0,95	Gram
KA	Kadar air	4,7	%

3. Diagram tulang ikan



4. Sumber estimasi ketidakpastian baku (µc)

a. Ketidakpastian baku massa teruapkan (µc M1)

Sertifikat kalibrasi neraca ± 0,0031 gram, pada selang kepercayaan 95 %

Evaluasi tipe B, k = 2.

$$\mu \text{ Kal} = \frac{\text{Qu}}{\text{k}} = \frac{0{,}0031\ \text{g}}{2} = 0{,}0016\ \text{gram}$$

$$\mu\text{c M1} = \sqrt{2 \times (\mu \text{ Kal})^2}$$

$$= \sqrt{2 \times (0{,}0016\ \text{gram})^2} = 0{,}0022\ \text{gram}$$

b. Ketidakpastian baku massa basah (µc M1)

Sertifikat kalibrasi neraca ± 0,0031 gram, pada selang kepercayaan 95 %

Evaluasi tipe B, k = 2.

$$\mu \text{ Kal} = \frac{\text{Qu}}{\text{k}} = \frac{0{,}0031\ \text{g}}{2} = 0{,}0016\ \text{gram}$$

$$\mu\text{c M1} = \sqrt{2 \times (\mu \text{ Kal})^2}$$

$$= \sqrt{2 \times (0{,}0016\ \text{gram})^2} = 0{,}0022\ \text{gram}$$

c. Ketidakpastian baku efek suhu oven (µc efek suhu/ruang)

Sertifikat kalibrasi neraca ± 1,9 ℃, pada selang kepercayaan 95 %

Evaluasi tipe B, k = 2.

$$\mu \text{ Kal} = \frac{\text{Qu}}{\text{k}} = \frac{1{,}9\ ℃}{2} = 0{,}95\ ℃$$

$$\mu\text{c efek ruang} = \frac{\text{KA \%}}{\text{Suhu ℃}} = \frac{4{,}7\ \%}{105\ ℃} = 0{,}0447\ \%/℃$$

Ketidakpastian baku efek ruang dan suhu

$$\mu c\ (\text{efek suhu/ruang}) = \mu\ \text{Kal} \times \mu\ \text{efek ruang}$$
$$= 0{,}95\ ℃ \times 0{,}0447\ \% / ℃$$
$$= 0{,}0425\ \%$$

5. Ketidakpastian dari nilai ketidakpastian kadar air

Sumber	Satuan	μ(x)	Nilai (x)	μ(x) / (x)
Massa teruapkan	Gram	0,0022	0,95	0,0023
Massa basah	Gram	0,0022	1	0,0022
Oven	%	0,0425	4,7	0,0090

6. Ketidakpastian gabungan dari kadar air (tanpa memperhitungkan homogenitas)

$$\mu c\ KA = KA\ \% \sqrt{\left(\frac{\mu\ \text{massa teruapkan}}{massa\ teruapkan}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ \text{oven}}{oven}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ \text{massa basah}}{massa\ basah}\right)^2}$$
$$= 4{,}7\ \% \times \sqrt{\left(\frac{0{,}0022\ \text{gram}}{0{,}95\ \text{gram}}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0425\ \%}{4{,}7\ \%}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0022\ \text{gram}}{1\ \text{gram}}\right)^2}$$
$$= 0{,}0451\ \%$$

- Ketidakpastian baku massa contoh (μc MC)

  Sertifikat kalibrasi neraca $\pm$ 0,0031 gram, pada selang kepercayaan 95 %

  Evaluasi tipe B, k = 2.

  μ Kal = $\frac{\text{Qu}}{\text{k}} = \frac{0{,}0031\ \text{g}}{2} = 0{,}0016$ gram

  $\mu c\ \text{MC} = \sqrt{2 \times (\mu\ \text{Kal})^2}$

  $= \sqrt{2 \times (0{,}0016\ \text{gram})^2} = 0{,}0022$ gram

- Ketidakpastian baku labu ukur (μc LU)

  Ketidakpastian baku labu ukur 100 mL

  Sertifikat kalibrasi $\pm$ 0,033 mL, pada selang kepercayaan 95 %

  Evaluasi tipe B, k = 2.

  μ Kal = $\frac{\text{Qu}}{\text{k}} = \frac{0{,}033\ \text{g}}{2} = 0{,}0165$ mL

  μ Muai = $\frac{\Delta\text{T} \times \text{VLU} \times \text{Koefisien muai}}{\text{k}}$

  $= \frac{(25-20)\ ℃ \times 100\ mL \times 0{,}0021\ °/C}{2}$

  $= 0{,}5250$ mL

Ketidakpastian baku gabungan dari volume labu ukur

$$\mu c\ LU = \sqrt{(\mu\ Kal)^2 + (\mu\ Muai)^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}0165\ mL)^2 + (0{,}5250\ mL)^2}$$

$$= 0{,}5253\ mL$$

- Ketidakpastian baku pipet ukur (μc PU)
  - Ketidakpastian baku pipet ukur 10 mL

    Sertifikat kalibrasi garde A pabrikan *iwaki* $\pm$ 0,0067 mL

    Evaluasi tipe B, k = 2.

    $$\mu\ Kal = \frac{Qu}{k} = \frac{0{,}0067\ mL}{2} = 0{,}0034\ mL$$

    $$\mu\ Muai = \frac{\Delta T \times VLU \times Koefisien\ muai}{k}$$

    $$= \frac{(25-20)\ ℃ \times 10\ mL \times 0{,}0021\ °/C}{2}$$

    $$= 0{,}0525\ mL$$

    Ketidakpastian gabungan dari pipet ukur 10 mL

    $$\mu c\ LU = \sqrt{(\mu\ Kal)^2 + (\mu\ Muai)^2}$$

    $$= \sqrt{(0{,}0034\ mL)^2 + (0{,}0525\ mL)^2}$$

    $$= 0{,}0526\ mL$$

  - Ketidakpastian baku pipet ukur 1 mL

    Sertifikat kalibrasi garde A pabrikan *iwaki* $\pm$ 0,002 mL

    Evaluasi tipe B, k = 2.

    $$\mu\ Kal = \frac{Qu}{k} = \frac{0{,}002\ mL}{2} = 0{,}0010\ mL$$

    $$\mu\ Muai = \frac{\Delta T \times VLU \times Koefisien\ muai}{k}$$

    $$= \frac{(25-20)\ ℃ \times 1\ mL \times 0{,}0021\ °/C}{2}$$

    $$= 0{,}0053\ mL$$

    Ketidakpastian gabungan dari pipet ukur 1 mL

    $$\mu c\ LU = \sqrt{(\mu\ Kal)^2 + (\mu\ Muai)^2}$$

    $$= \sqrt{(0{,}0010\ mL)^2 + (0{,}0053\ mL)^2}$$

    $$= 0{,}0053\ mL$$

- Ketidakpastian baku konsentrasi contoh (μc KC)

$$\mu c\ KC = \frac{Sy/x}{Slope} \times \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{((y\ sampel\ rata-rata)-(y\ std\ rata-rata))^2}{(Slope)^2 \sum(xi-\bar{x})}}$$

$$= \frac{3,7954}{38,5643} \times \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{7} + \frac{((76,6495)-(11,0714))^2}{(38,5643)^2(523,2143)}}$$

$$= 0,0684\ mg/L$$

- Ketidakpastian baku presisi metode (μc PM)

  Evaluasi tipe A

$$\mu c\ PM = \frac{\%\ RSD}{100} = \frac{1,49\ \%}{100} = 0,0149$$

1. Ketidakpastian baku konsentrasi sebenarnya (C3)

   - Ketidakpastian baku labu ukur 100 mL

     Sertifikat kalibrasi $\pm$ 0,033 mL

     Evaluasi tipe B, k = 2.

$$\mu\ Kal = \frac{Qu}{k} = \frac{0,033\ mL}{2} = 0,0165\ mL$$

$$\mu\ Muai = \frac{\Delta T \times VLU \times Koefisien\ muai}{k}$$

$$= \frac{(25-20)\ ℃ \times 100\ mL \times 0,0021\ °/C}{2}$$

$$= 0,5250\ mL$$

     Ketidakpastian baku gabungan dari volume labu ukur

$$\mu c\ LU = \sqrt{(\mu\ Kal)^2 + (\mu\ Muai)^2}$$

$$= \sqrt{(0,0165\ mL)^2 + (0,5250\ mL)^2}$$

$$= 0,5253\ mL$$

   - Ketidakpatian pipet ukur 1 mL

     Sertifikat kalibrasi garde A pabrikan *iwaki* $\pm$ 0,002 mL

     Evaluasi tipe B, k = 2.

$$\mu\ Kal = \frac{Qu}{k} = \frac{0,002\ mL}{2} = 0,0010\ mL$$

$$\mu\ Muai = \frac{\Delta T \times VPU \times Koefisien\ muai}{k}$$

$$= \frac{(25-20)\ ℃ \times 1\ mL \times 0,0021\ °/C}{2}$$

$$= 0,0053\ mL$$

Ketidakpastian gabungan dari pipet ukur 1 mL

$$\mu c\ PU = \sqrt{(\mu\ Kal)^2 + (\mu\ Muai)^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}0010\ + (0{,}0053\ mL)^2}$$

$$= 0{,}0053\ mL$$

Ketidakpastian gabungan pipet ukur 1 mL dan labu ukur 100 mL

$$\mu\ G = \sqrt{\left(\frac{\mu\ \text{labu ukur 100 mL}}{mL}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ \text{pipet ukur 1 mL}}{mL}\right)^2}$$

$$= \sqrt{\left(\frac{0{,}5253\ mL}{100\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0053\ mL}{1\ mL}\right)^2}$$

$$= 0{,}0053\ mL$$

2. Ketidakpastian baku konsentrasi contoh (C1)

C (ppm)	Abs (Yi)	xi- $\bar{x}$	$(xi-\bar{x})^2$	Yc	Yi-Yc	$(Yi-Yc)^2$
0	-0,0014	-11,0714	122,5765	0,0198	-0,0212	0,0004
2,5	0,0731	-8,5714	73,4694	96,4306	-96,3575	9284,7582
5	0,1403	-6,0714	36,8622	192,8413	-192,7010	37133,6754
10	0,2501	-1,0714	1,1480	385,6628	-385,4127	148542,9493
15	0,3693	3,9286	15,4337	578,4843	-578,1150	334216,9532
20	0,4908	8,9286	79,7194	771,3058	-770,8150	594155,7642
25	0,5419	13,9286	194,0051	964,1273	-963,5854	928496,8231
x	11,0714	Σ	523,2143	2988,8719	-2987,0078	2051830,9239

y sampel rata-rata	76,6495
y std rata-rata	11,0714
(y sampel rata^2 – y std rata^2)^2	4300,4872
Sy/x	24,4494
Slope	38,5643
Slope^2	1487,2052

$$\mu c\ KC = \frac{Sy/x}{Slope} \times \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{((y\ sampel\ rata-rata)-(y\ std\ rata-rata))^2}{(Slope)^2 \sum(xi-\bar{x})}}$$

$$= \frac{3{,}7954}{38{,}5643} \times \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{7} + \frac{((76{,}6495)-(11{,}0714))^2}{(38{,}5643)^2(523{,}2143)}}$$

$$= 0{,}4400\ mg/L$$

- Kuantitasi ketidakpastian gabungan penetapan Kalsium (Ca) dapat diukur dalam contoh sampel tanaman secara SSA

Uraian	Satuan	Nilai (x)	μ (x)	μ (x)/(x)
Kadar air	%	4,7	0,0425	0,0090
Massa contoh	gram	0,5	0,0016	0,0032
VLU	mL	100	0,5253	0,0053
Konsentrasi contoh	mg/L	76,6495	0,4400	0,0057
Pipet ukur 10 mL	mL	10	0,0526	0,0053
Pipet ukur 1 mL	mL	1	0,0053	0,0053
Presisi metode	%	1,49	0,0149	0,0100

- Ketidakpastian baku gabungan penetapan kadar Kalsium (Ca) dapat diukur dalam contoh sampel tanaman secara SSA

$$\mu\,Ca = Y\,(\%) \times \sqrt{\left(\frac{\mu\,KA}{KA}\right)^2 + \left(\frac{\mu\,MC}{MC}\right)^2 + \left(\frac{\mu\,VLU}{VLU}\right)^2 + \left(\frac{\mu\,CC}{CC}\right)^2 + \left(\frac{\mu\,PU\ 10\ mL}{mL}\right)^2 + \left(\frac{\mu\,presisi}{100}\right)^2 + \left(\frac{\mu\,PU\ 1\ mL}{mL}\right)^2}$$

$$= 1{,}64\,\% \times \sqrt{(0{,}0090)^2 + (0{,}0032)^2 + (0{,}0053)^2 + (0{,}0057)^2 + (0{,}0053)^2 + (0{,}0053)^2 + (0{,}0100)^2}$$

$$= 1{,}64\,\% \times 0{,}0175$$

$$= 0{,}03\,\%$$

- Ketidakpastian diperluas (U)

  pada tingkat kepercayaan 95 %, k = 2

  $U = \mu c\ (Ca\ dapat\ ditukar) \times 2$

  $= 0{,}03\,\% \times 2$

  $= 0{,}06\,\%$

- Pelaporan hasil uji pada tingkat

  pada tingkat kepercayaan 95 %

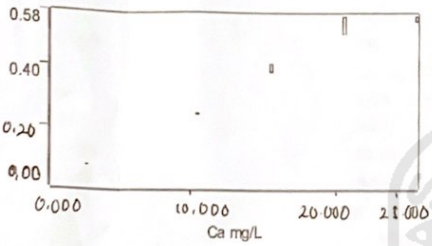
  $(1{,}64 \pm 0{,}06)\,\%$

Analyst Ca
Date Started 10:43 AM 3/24/2021 GMT: 3:43 AM 3/24/2021
Worksheet Validasi Tanaman - 2021

Computer name DELL-PC
Serial Number: MY15380002

Method: Ca (Flame)

– CAL ZERO		0.000	7.3	0.0000	-0.0002
STANDARD 1		2.500	2.6	0.0019	0.0729
STANDARD 2		5.000	4.5	0.0065	0.1444
STANDARD 3		10.000	2.3	0.0056	0.2423
STANDARD 4		15.000	3.9	0.0153	0.3952
STANDARD 5		20.000	8.7	0.0454	0.5211
STANDARD 6		25.000	1.9	0.0106	0.5573

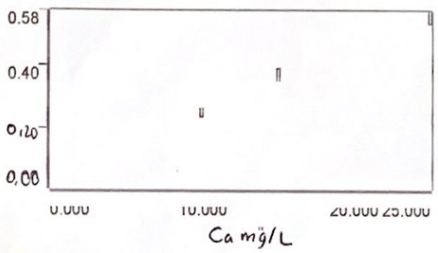


Curve Fit = New Rational
Characteristic Conc = ******
r = ******
Calculated Conc = 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000
Residuals = 0.000 2.500 2.500 7.500 7.500 12.500 12.500

Abs = 0.00000 x C

– Standar 0 ppm	UNCAL	5.2	0.0000	-0.0007
Standar 2.5 ppm	UNCAL	2.1	0.0016	0.0743
Standar 5 ppm	UNCAL	3.2	0.0045	0.1429
Standar 10 ppm	UNCAL	1.6	0.0041	0.2541
Standar 15 ppm	UNCAL	1.6	0.0059	0.3667
Standar 20 ppm	UNCAL	4.3	0.0209	0.4857
Standar 25 ppm	UNCAL	1.2	0.0066	0.5534
Sampel 1	UNCAL	5.0	0.0099	0.1978
Sampel 2	UNCAL	3.6	0.0066	0.1832
Sampel 3	UNCAL	4.6	0.0098	0.2111
Sampel 4	UNCAL	5.4	0.0107	0.1978
Sampel 5	UNCAL	4.2	0.0080	0.1924
Sampel 6	UNCAL	5.1	0.0100	0.1940
Sampel 7	UNCAL	2.2	0.0042	0.1922
Sampel 8	UNCAL	5.1	0.0097	0.1913
Sampel 9	UNCAL	8.6	0.0179	0.2071
Sampel 10	UNCAL	6.0	0.0115	0.1911

Aquades	UNCAL	7.0	0.0001	-0.0010
Aquades	UNCAL	7.4	0.0001	-0.0010
Sampel-Spike 1	UNCAL	7,2	0,0163	0,2278
Sampel-Spike 2	UNCAL	7.9	0,0174	0,2368
Sampel-Spike 3	UNCAL	7.4	0.0176	0.2373
Sampel-Spike 4	UNCAL	3.4	0.0076	0.2260
Sampel-Spike 5	UNCAL	7.0	0.0165	0.2348
Sampel-Spike 6	UNCAL	3.0	0.0066	0.2192
Sampel-Spike 7	UNCAL	0.8	0,0018	0,2156
Sampel-Spike8	UNCAL	3.2	0.0069	0.2145
Sampel-Spike 9	UNCAL	3.2	0.0073	0.2272
Sampel-Spike 10	UNCAL	9.1	0.0212	0.2346
Aquades	UNCAL	8.9	0.0001	-0.0009
Aquades	UNCAL	10.6	0,0001	-0,0008
Blangko 1	UNCAL	9,7	0,0002	0,0017
Blangko 2	UNCAL	9.1	0.0001	0.0016 ✓
Blangko 3	UNCAL	6.5	0.0001	0.0017
Aquades	UNCAL	18.6	0.0001	-0.0007
Aquades	UNCAL	30.3	0.0002	-0.0007
Spike 1	UNCAL	8.0	0,0032	0,0485
Spike 2	UNCAL	6.8	0.0032	0.0472
Spike 3	UNCAL	5.4	0.0025	0.0460
Aquades	UNCAL	13.1	0.0001	-0.0006
Aquades	UNCAL	10.5	0.0000	-0.0005
LOD 1	UNCAL	5,5	0,0001	0,0027
LOD 2	UNCAL	0,6	0,0000	0,0026
LOD 3	UNCAL	5.8	0.0002	0.0029
LOD 4	UNCAL	5.5	0.0002	0.0031
LOD 5	UNCAL	4.6	0.0001	0.0030
LOD 6	UNCAL	7,1	0,0002	0,0029
LOD 7	UNCAL	1,1	0,0000	0,0029
LOD 8	UNCAL	7.2	0.0002	0.0029
LOD 9	UNCAL	2.1	0.0001	0.0029
CAL ZERO	0.000	3.1	0.0001	0.0027
STANDARD 1	2.500	31,4	0.0002	0.0005
STANDARD 2	5.000	2,6	0,0033	0,1273
STANDARD 3	10.000	8.2	0,0202	0,2473
STANDARD 4	15.000	8.7	0.0312	0.3596
STANDARD 5	20.000	4.7	0.0215	0.4585
STANDARD 6	25.000	8.0	0.0467	0.5809



Curve Fit = New Rational

Characteristic Conc = ******

r = ******

Calculated Conc = 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000

Residuals = 0,000 2.580 2.800 7.800 7.500 12.580 12.580

Sample ID	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs
LOD 10	UNCAL	16.7	0.0001	0.0007
Aquades	UNCAL	2.3	0.0001	-0.0033
Aquades	UNCAL	3.1	0.0001	-0.0034
Standar 0ppm	UNCAL	1,8	0,0001	-0,0033
Standar 2,5 ppm	UNCAL	1,7	0,0012	0,0722
Standar 5 ppm	UNCAL	3.9	0.0053	0.1337
Standar 10 ppm	UNCAL	7.8	0.0197	0.2538
Standar 15 ppm	UNCAL	1.4	0.0048	0.3459
Standar 20ppm	UNCAL	5.3	0,0249	0,4656
Standar 25ppm	UNCAL	1,4	0,0074	0,5151
Standar 0 ppm	UNCAL	1.5	0.0000	-0.0031
Standar 5 ppm	UNCAL	3.7	0.0045	0.1200
Standar 10 ppm	UNCAL	4.4	0.0100	0.2270
Standar 15 ppm	UNCAL	4.9	0.0157	0.3190
Standar 20ppm	UNCAL	2.8	0,016	0,4162
Standar .25ppm	UNCAL	4,2	0,0238	0,5704