LAPORAN TUGAS AKHIR

VERIFIKASI METODE UJI AMONIAK (NH_3) DALAM AIR SUNGAI SECARA SPEKTROFOTOMETRI *UV-VISIBLE* DI DINAS LINGKUNGAN HIDUP DAN KEHUTANAN YOGYAKARTA

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

Disusun oleh:

Novita Permata Sari

NIM: 17231081

PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

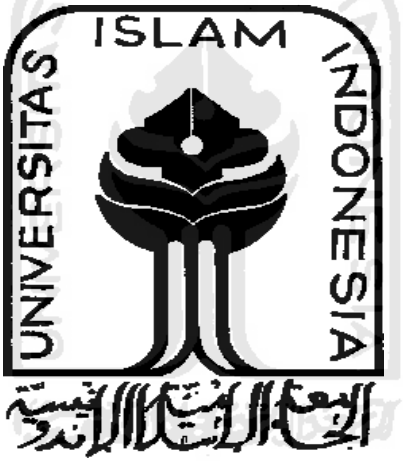
YOGYAKARTA

2020

LAPORAN TUGAS AKHIR

VERIFIKASI METODE UJI AMONIAK (NH_3) DALAM AIR SUNGAI SECARA SPEKTROFOTOMETRI *UV-VISIBLE* DI DINAS LINGKUNGAN HIDUP DAN KEHUTANAN YOGYAKARTA

VERIFICATION METHOD ON DETERMINATION AMMONIA (NH_3) IN RIVER WATER BY *UV-VISIBLE* SPEKTROFOTOMETRY AT DINAS LINGKUNGAN HIDUP DAN KEHUTANAN YOGYAKARTA



Disusun oleh:

Novita Permata Sari

NIM: 17231081

PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2020

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR

VERIFIKASI METODE UJI AMONIAK (NH_3) DALAM AIR SUNGAI SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-*VISIBLE* DI DINAS LINGKUNGAN HIDUP DAN KEHUTANAN YOGYAKARTA

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Novita Permata Sari

NIM : 17231081

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan

Program Studi D III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 7 Agustus 2020.

Menyetujui,

Ketua Program Studi	**Pembimbing**
Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.	**Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.**
NIK : 132311102	**NIK: 052316004**

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR

VERIFIKASI METODE UJI AMONIAK (NH_3) DALAM AIR SUNGAI SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-*VISIBLE* DI DINAS LINGKUNGAN HIDUP DAN KEHUTANAN YOGYAKARTA

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Novita Permata Sari

NIM : 17231081

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 7 Agustus 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji

Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.
NIK: 052316004

Penguji 1

Muhaimin, S.Si., M.Sc.

NIK:156141305

Penguji 2

Ganjar Fadillah, S.Si., M.Si.

NIK:182310101

Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

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

NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya 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.

Yogyakarta 7 Agustus 2020



Novita Permata Sari

MOTTO

Sesungguhnya Allah memerintahkan kepada kamu supaya menyerahkan amanat kepada orang yang pantas menerimanya (ahlinya). Dan jika kamu mempertimbangkan suatu perkara, kamu harus memutuskannya secara adil. Sesungguhnya Allah memberimu sebaik-baiknya nasihat. Allah itu Maha mendengar dan Maha melihat.

–QS. An-nisa : 58

Tentang menjalani hidup dengan tujuan atau tidak dengan tujuan adalah keputusan dan pilihan setiap individu. Kita tidak bisa bilang mana yang benar dan mana yang salah atau mana yang cocok dan tidak cocok. Karena pandangan orang tentang kualitas hidup memang berbeda. Yang bisa kita lakukan adalah memilih orang-orang terdekat yang sama dengan kita supaya bisa saling menguatkan satu sama lain. Dan terakhir, ketika sinar kita sedang redup, jangan berkecil hati atau putus asa. Mungkin itu tempat kita untuk belajar banyak hal. Sehingga ketika kita selesai belajar dan lulus dengan baik, kita akan bersinar jauh lebih terang dari sebelumnya.

–Ria SW

PERSEMBAHAN

Alhamdulillaahirabbil 'aalamin

Puji syukur kepada Allah SWT atas rahmat dan hidayah-Nya sehingga menjadikan saya pribadi yang lebih berakal, beriman dan bertaqwa, sehingga Laporan Tugas Akhir ini dapat terselesaikan. Semoga ini menjadi salah satu langkah awal saya untuk kesuksesan saya di masa depan dalam meraih cita-cita.

Untuk Mama Jumlaina dan Papa Imam Santoso yang saya sayangi dan saya cintai, terima kasih atas segala bentuk dukungan, keikhlasan dan doa yang tidak ada hentinya terucap sehingga saya dapat menyelesaikan tugas akhir dengan tepat waktu. Semoga kalian berdua mendapatkan derajat yang lebih tinggi lagi, *Aamiin allahumma aamiin.*

Terima kasih kepada dosen-dosen beserta staff Prodi D3 Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia terutama dosen pembimbing saya ibu Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc yang selalu sabar membimbing dan membantu saya dalam mengerjakan tugas akhir, mbak-mbak analis serta staff Balai Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan DIY yang telah memberikan arahan dan menambah soft maupun hard skill saya.

Terima kasih kepada para sahabat-sahabat saya Tukang Jalan, Denta Squad, dan Idaw yang telah membantu dan menemani perjalanan saya selama di Universitas Islam Indonesia. Terima kasih tak terhingga kepada Alpin yang tak kalah ikhlas membantu mengerjakan tugas akhir dan memberi semangat dalam setiap langkah saya. Terima kasih juga untuk *partner* PKL saya Talitha, Rivaldi dan Anggit yang selalu bersabar menghadapi keluh kesah dan membantu saya, semoga kita semua menjadi orang-orang selalu menjadi pilihan terbaik Allah SWT.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum warohmatullahi wabarakatuh

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, shalawat serta salam senantiasa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW beserta kerabat dan sahabatnya yang senantiasa taat menjalankan ketentuan Allah SWT. Berkat pertolongan dari Allah SWT, penyusun dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul Verifikasi Metode Uji Amoniak (NH_3) dalam Air Sungai Secara Spektrofotometri *UV-Visible* di Balai Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta. Laporan Tugas Akhir ini mempelajari tentang konsentrasi amoniak yang terdapat dalam air sungai yang bertujuan untuk mengetahui sesuai atau tidaknya kandungan amoniak air sungai dengan baku mutu air sungai.

Laporan Tugas Akhir ini menjadi salah satu syarat bagi mahasiswa untuk memperoleh gelar Alhi Madya Sains (A.Md.Si) Diploma III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Selama proses penyusunan laporan ini, penyusun menyampaikan terima kasih telah membimbing dan mambantu dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penyusun mengucapkan teima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Riyanto, S. Pd., M. Si., Ph. D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S. Si., M. Si., selaku Ketua Program Studi D III Analisis Kimia.
3. Ibu Yuli Rohyami, S. Si., M. Sc., selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir
4. Ibu Dra. Rr. Sutrawati Supradarini, selaku Ketua Pengujian Balai Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan dan Kehutanan Yogyakarta.
5. Ibu Afiana Dewi, A. Md. AK selaku staf Balai Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta.

Penyusun menyadari bahwa, laporan ini jauh dari kata sempurna, maka dari itu penyusun mengharapkan bimbingan, kritik serta saran yang membangun agar lebih baik lagi untuk kedepannya. Semoga Laporan Tugas Akhir ini dapat

memberi manfaat baik bagi penyusun maupun pihak lain untuk penelitian selanjutnya.

Yogyakarta, 07 Maret 2020

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL i
HALAMAN PENGESAHAN iii
HALAMAN PERNYATAAN v
MOTTO vi
HALAMAN PERSEMBAHAN vii
KATA PENGANTAR viii
DAFTAR ISI x
DAFTAR GAMBAR xiv
DAFTAR TABEL xv
DAFTAR LAMPIRAN xvi
INTISARI xvii
BAB 1 PENDAHULUAN 1
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 5
1.3 Tujuan 5
1.4 Manfaat 5
BAB II Tinjauan Pustaka 7
2.1 Profil Instansi 7
2.2 Air Sungai 9
2.2.1 Parameter Kualitas Air Sungai 10
2.2.2 Baku Mutu Air Sungai 10
2.3 Amoniak 11
2.4 Spektrofotometer *UV-Visible* 13
2.5 Metode Fenat 19
2.6 Verifikasi Metode 20
2.6.1 Uji Linieritas 20
2.6.2 Uji Akurasi 21
2.6.3 *Certifed Reference Material* (CRM) 22

2.6.4 Uji Presisi 22
2.6.5 *Instrumental Detection Limit* (IDL) 24
2.6.6 *Method Detection Limit* (MDL) 24
2.6.7 Nilai MDL < konsentrasi *spike* < 10 MDL 26
2.6.8 Penentuan Estimasi Ketidakpastian 26
BAB III METODOLOGI 27
3.1 Bahan 27
3.2 Alat 27
3.3 Prosedur Kerja 27
BAB IV Hasil dan Pembahasan 31
4.1 Penerapan Konsentrasi Amoniak dalam Sampel Air Sungai 31
4.2 Penentuan Linearitas 32
4.3 Penentuan *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantitation* (LOQ) ... 34
4.4 Penentuan Presisi 35
4.5 Penentuan Repetabilitas dan Reprodusibilitas 36
4.5.1 Repetabilitas 36
4.5.2 Reprodusibilitas 37
4.5.3 Penentuan Akurasi (% *Recovery*) 39
4.5.4 Penentuan *Instrumental Detection Limit* (IDL) 40
4.5.5 Penentuan *Method Detection Limit* (MDL) 41
4.6 Penentuan Estimasi Ketidakpastian 42
4.6.1 Penentuan Rumus Utama 42
4.7 Pembuatan Diagram Tulang Ikan 44
4.8 Penentuan Estimasi Ketidakpastian Masing-masing Komponen 46
4.9 Penentuan Estimasi Ketidakpastian Gabungan 46
4.10 Penentuan Ketidakpastian Diperluas 46
4.11 Penentuan Kontribusi Penyumbang Ketidakpastian Pengukuran 47
Bab V KESIMPULAN 49
5.1 Kesimpulan 49

DAFTAR PUSTAKA 50
LAMPIRAN 53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Instrument Spektrofotometer..... 16
Gambar 4.1 Reaksi Pembentukan Senyawa Biru Indofenol 32
Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Deret Standar Amoniak..... 32
Gambar 4.3 Diagram Tulang Ikan Penentuan Konsentrasi Amoniak..... 45
Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan Pembuatan Standar Amoniak..... 45
Gambar 4.5 Diagram Tulang Ikan Penentuan Akurasi 45

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Klasifikasi Baku Mutu Air 11
Tabel 2.2 Baku Mutu Air Sungai 11
Tabel 2.3 Sifat Fisik Amoniak 13
Tabel 2.4 Jenis-jenis Penentuan Presisi 23
Tabel 4.1 Penentuan Konsentrasi Amoniak 31
Tabel 4.2 Hasil Penentuan LOD dan LOQ 34
Tabel 4.3 Nilai Presisi Pengulangan Uji CRM 36
Tabel 4.4 Hasil Penentuan Repeatabilitas dan Reprodusibilitas 37
Tabel 4.5 Batas Keberterimaan Repeatabilitas dan Reprodusibilitas 38
Tabel 4.6 Hasil % Recovery 39
Tabel 4.7 Penentuan *Instrumental Detection Limit* (*IDL*) Air Sungai 40
Tabel 4.8 Batas Keberterimaan MDL 41
Tabel 4.9 Kontribusi Penyumbang Ketidakpastian Pengukuran 47

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan Larutan 53
Lampiran 2 Pembuatan Linearitas dan Konsentrasi Amoniak 55
Lampiran 3 Penentuan LOD dan LOQ 58
Lampiran 4 Penentuan Akurasi 59
Lampiran 5 Penentuan Presisi 61
Lampiran 6 Penentuan IDL dan MDL 63
Lampiran 7 Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran 65

VERIFIKASI METODE UJI AMONIAK (NH_3) DALAM AIR SUNGAI SECARA SPEKTROFOTOMETRI *UV-VISIBLE* DI DINAS LINGKUNGAN HIDUP DAN KEHUTANAN YOGYAKARTA

Program Studi DIII Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Novita Permata Sari
17231081@students.uii.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan verifikasi metode uji amoniak dalam air sungai menggunakan spektrofotometer *Uv-Visible* di Balai Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta dengan tujuan untuk mengetahui konsentrasi amoniak yang terdapat pada sampel air sungai dengan metode spektrofotometer UV-Visible dan untuk mengetahui hasil verifikasi metode pengujian amoniak dalam air sungai meliputi linearitas, presisi (*repeatability* dan *reproducibility*), akurasi, *limit of detection* (LOD), *limit of quantitation* (LOQ), *intrumental detection limit* (IDL), *method detection limit* (MDL) serta estimasi ketidakpastian pengukuran menggunakan spektrofotometer *UV-Visible* dengan SNI 06-6989-30:2005. Metode yang digunakan dalam analisis amoniak adalah metode SNI 06.6989.30-2005 yang telah memenuhi persyaratan untuk dilakukan pengujian rutin di laboratorium.

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh konsentrasi amoniak dalam sampel air sungai sebesar 0,55 ± 0,07 mg/L dengan nilai koefisien korelasi (r) dan nilai koefisien determinasi (R^2) masing-masing sebesar 0,9991 dan 0,9982. Nilai *limit of detection* (LOD) yang diperoleh sebesar 0,0564 mg/L dan *limit of quantitation* (LOQ) yang diperoleh sebesar 0,1880 mg/L, presisi repeatabilitas dan reprodusibilitas sebesar 0,98% dan 1,23% dengan nilai %CV Horwitz sebesar 8,76% dan 11,73%, akurasi yang diperoleh cukup baik sebesar 93,76% dengan syarat keberterimaannya 85-115%. Metode ini layak digunakan untuk analisis secara rutin di Balai Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta karena memiliki linearitas, presisi dan akurasi yang baik.

Kata kunci: Spektrofotometer *UV-Visible*, amoniak, verifikasi metode, air sungai

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Air merupakan sumber daya alam yang digunakan untuk kehidupan sehari-hari. Semua kegiatan makhluk hidup tidak lepas dari air, sumber daya air harus dilindungi agar tetap dapat dimanfaatkan dengan baik oleh manusia serta makhluk hidup lainnya. Pemanfaatan air harus dilakukan secara bijak untuk berbagai kepentingan. Salah satu contoh air yang dapat dimanfaatkan oleh manusia adalah air sungai. Air sungai adalah air yang bergerak dari hulu menuju ke hilir yang biasanya berada disekitar tempat tinggal penduduk. Air sungai mempunyai banyak manfaat bagi manusia seperti alat transportasi, penampungan air atau waduk, keperluan industri, keperluan rumah tangga dan dapat bermanfaat sebagai pengendali banjir (Keraf, 2010).

Berdasarkan data Badan Pusat Statistik (BPS) pada tahun 2019, menyatakan bahwa pertumbuhan penduduk di Yogyakarta meningkat dari tahun 2010 hingga tahun 2019 sebesar 1,04%. Meningkatnya populasi penduduk dan perubahan suatu kota akan menyebabkan meningkatnya intensitas konsumsi masyarakat yang cukup tinggi dari waktu ke waktu dan akan berdampak pada lingkungan sekitar. Lingkungan yang terdampak akan semakin dipengaruhi dengan limbah yang dihasilkan oleh manusia lewat aktivitas kegiatan rumah tangga, pertanian, industri dan kegiatan lain yang tidak terlepas dari penggunaan air sungai dalam memenuhi kebutuhan hidup manusia. Sehingga limbah yang dihasilkan manusia lewat aktivitas kegiatan rumah tangga, pertanian, industri dan kegiatan lainnya yang memanfaatkan air sungai akan menciptakan dampak buruk pada lingkungan terutama penurunan kualitas air sungai (Mahyudin et al, 2015). Pencemaran sungai atau penurunan kualitas air sungai dipengaruhi dengan beberapa pencemaran oleh pestisida, limbah industri, limbah domestik dan limbah atau zat lainnya. Terutama limbah domestik, limbah domestik adalah air limbah yang dihasilkan dari aktivitas manusia yang berada dalam suatu tempat tertentu seperti pasar tradisional, pasar swalayan, mall, rumah sakit, perumahan,

apartemen dan tempat lainnya.

Menurut lembaga kajian ekologi dan konservasi lahan basah, terdapat dua kategori yang membedakan air limbah domestik, pertama yaitu air limbah domestik yang dihasilkan dari tinja, air seni, sabun dan shampo. Pencemaran limbah domestik pada umumnya berisi beberapa bahan yang dapat mencemari air sungai dan mengakibatkan penurunan kualitas air sungai diantara lain seperti amoniak, tinja, deterjen, fosfat dan BOD-COD. *Biochemical oxygen demand* (BOD) adalah jumlah oksigen terlarut yang dibutuhkan oleh bakteri pengurai dan berfungsi sebagai bahan pencemar organik dalam air, semakin besar nilai BOD yang berada dalam suatu perairan, maka konsentrasi bahan organik didalam perairan tersebut juga tinggi. Selain *biochemical oxygen demand* (BOD), adapula *chemical oxygen demand* (COD) yang merupakan banyaknya oksigen yang berfungsi mengoksidasi zat-zat atau bahan-bahan organik secara kimia. Selain BOD dan COD, terdapat fosfat yang merupakan konsentrasi signifikan pada efluen pengolahan air buangan domestik. Terdapat juga deterjen yang merupakan bahan yang dapat melarutkan bahan bersifat karsinogen, seperti *benzonpyrene*, apabila deterjen berada pada sumber air minum, maka akan menimbulkan dampak negatif yang dapat menganggu kesehatan dan dapat menimbulkan rasa dan bau yang tidak enak. Terakhir adalah amoniak, salah satu parameter pencemaran air adalah amoniak (NH_3). Amoniak akan sangat berbahaya apabila konsentrasi amoniak yang berada didalam air sungai melebihi ambang batas menurut Peraturan Pemerintah nomor 82 tahun 2001 yaitu <0,5 mg/L, selain itu amoniak dapat menimbulkan gangguan ekosistem perairan serta dapat membahayakan hampir semua organisme dan mahluk hidup lainnya (Satmoko Yudo, 2010).

Amoniak adalah senyawa dengan rumus kimia NH_3 yang merupakan salah satu indikator pencemaran udara yang bewujud kebauan, biasanya amoniak berasal dari aktifitas mikroba, industri amoniak, pengolahan limbah dan pengolahan batu bara, amoniak merupakan senyawa anorganik yang dibutuhkan sebagai sumber energi dalam proses nitrifikasi bakteri aerobik, terdapat dua bentuk amoniak jika berada di dalam air, yaitu amoniak terionisasi dan amoniak

yang tidak terionisasis, amoniak yang terionisasi mempunyai konsentrasi racun yang relatif rendah, konsentrasi racun pada amoniak akan meningkat jika kelarutan oksigen rendah, selain itu keberadaan bakteri pengurai sangat berpengaruh terhadap persediaan oksigen yang secara alami dapat terlarut dalam air. Amoniak yang tidak terionisasi mempunyai sfat racun dan bisa menganggu syaraf pada ikan (Komarawidjaja, 2005).

Air limbah yang dihasilkan dari limbah amoniak sering dikeluarkan dalam bentuk gas, amoniak dapat bersifat beracun pada manusia jika jumlahnya melebihi jumlah yang dapat didetoksifikasi oleh tubuh. Apabila terhirup oleh manusia maka resiko terbesar dari penghirupan uap amoniak dapat mengakibatkan iritasi pada saluran pernafasan. kulit dan mata. Apabila terhirup dalam tingkat yang sangat tinggi maka akan berakibat sangat fatal dan dapat membahayakan manusia. Tingkat tekanan dan suhu normal amoniak dalam bentuk gas dan membentuk keseimbangan dengan ion ammonium, selain terdapat dalam bentuk gas, amoniak juga membentuk kompleks dengan beberapa ion logam, amoniak juga dapat terserap kedalam bahan-bahan tersuspensi dan koloid sehingga mengendap didasar perairan. Amoniak diperairan bisa menghilang melewati proses volatilisasi karena adanya terkanan parsial amoniak dalam larutan meningkat dengan semakin meningkatnya pH, amoniak dan garam-garamnya juga bersifat mudah larut dalam air, penggunaan amoniak juga dibatasi pada pabrik amoniak dan tergantung jenis limbah apa yang menggunakan amoniak (Azizah, Humairoh, 2015).

Pembatasan amoniak pada setiap negara berbeda-beda. Negara-negara di Eropa membatasi konsentrasi amoniak didalam air limbah maksimal 0,5 mg/L, sedangkan di negara-negara benua Amerika sebanyak 0,77 mg/L. Umumnya limbah cair dari pabrik amoniak dapat mengandung amoniak hingga 1000 mg/L dan pabrik amonium nitrat dapat menghasilkan limbah cair sebesar 2500 mg/L, sedangkan pada limbah rumah tangga dan peternakan mengandung amoniak sebanyak 100-250 mg/L. Selain berbahaya pada manusia, amoniak juga dapat berbahaya bagi spesies ikan, amoniak pada konsentrasi diatas 0,11 mg/L akan mengakibatkan gangguan pertumbuhan pada semua spesies ikan (Ratnawati,

Sumarno, Amin Nugroho, 2010).

Penentuan amoniak dapat dilakukan dengan menggunakan metode *salicylate test kit*, titrasi, dan fenat. Metode *salicylate test kit* digunakan untuk menentukan konsentrasi amoniak menggunakan 2 pereaksi berupa serbuk, yaitu *ammonia salicylate reagent* dan *ammonia cyanurate reagent.* Kelemahan dari metode ini adalah sensitifitasnya rendah dibandingkan dengan metode standar, sedangkan metode titrasi lebih banyak digunakan, namun memiliki kelemahan yaitu deviasi yang sangat besar yang mengakibatkan tidak cocoknya metode ini untuk digunakan pada air tambak atau air kolam yang memiliki kadar amoniak rendah, jika dibandingkan dengan metode lainnya seperti merode titrasi dan *salicylate tes kit,* metode fenat mempunyai kelebihan yaitu memiliki senstifitas yang tinggi dan cocok digunakan juga untuk analisis amoniak dalam matriks air laut (Apriyanti, dkk 2013).

Metode yang digunakan untuk menentukan kandungan amoniak (NH_3) adalah metode spektrofotometri *UV-Visible*. Metode ini merupakan salah satu metode sederhana yang dapat digunakan untuk menentukan unsur-unsur yang berkadar rendah secara kualitatif dan kuantitatif, selain itu metode ini memiliki sensitifitas yang tinggi serta dapat digunakan untuk analisis amoniak dalam matriks laut. Penelitian ini mengacu pada Standar Nasional Indonesia (SNI) 06.6989.30-2005 dengan menggunakan spektrofotometer *UV-Visible* secara fenat. Metode Standar Nasional Indonesia (SNI) merupakan metode baku yang berlaku secara nasional dalam pengujian lingkungan dan industri. Metode baku sebelum digunakan secara rutin di laboratorium perlu dilakukan verifikasi metode. Verifikasi metode bertujuan untuk menunjukkan bahwa laboratorium dapat melakukan pengujian dengan hasil yang valid. Parameter yang akan di uji dalam penelitian ini meliputi konsentrasi amoniak, liniearitas, presisi (*repetability* dan *reproducibility*), akurasi, *limit of detection* (LOD), *limit of quantitation* (LOQ), *instrumental detection limit* (IDL), *method detection limit* (MDL) dan estimasi ketidakpastian.

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka penelitian ini dilakukan verifikasi metode uji amoniak (NH_3) dalam sampel air sungai secara

spektrofotometri *UV-Visible* di Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dapat disusun permasalahan sebagai berikut:

1. Berapakah hasil konsentrasi amoniak pada sampel air sungai dengan metode fenat spektrofotometer *UV-Visible*?
2. Bagaimana hasil verifikasi metode pengujian amoniak dalam air sungai yang meliputi linearitas, presisi (*repeatability* dan *reproducibility*), akurasi, *limit of detection* (LOD), *limit of quantitation* (LOQ), *instrumental detection limit* (IDL), *method detection limit* (MDL) serta estimasi ketidakpastian pengukurannya menggunakan instrument spektrometri *UV-Visible* dengan SNI 06-6989-30:2005?

1.3 Tujuan

Tujuan dari Praktik Kerja Lapangan yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui konsentrasi amoniak yang terdapat pada sampel air sungai dengan metode spektrofotometer *UV-Visible.*
2. Mengetahui hasil verifikasi metode pengujian amoniak dalam air sungai meliputi linearitas, presisi (*repeatability* dan *reproducibility*), akurasi, *limit of detection* (LOD), *limit of quantitation* (LOQ), *instrumental detection limit* (IDL), *method detection limit* (MDL) serta estimasi ketidakpastian pengukurannya menggunakan spektrofotometer *UV-Visible* dengan SNI 06-6989-30:2005.

1.4 Manfaat

Manfaat yang diperoleh dari Balai Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta yaitu:

1. Menambah wawasan dan pengetahuan mengenai pengujian parameter kualitas air di Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta.

2. Mengetahui standar baku mutu untuk penentuan kualitas air sungai.
3. Mengetahui proses verifikasi metode baku.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Profil Instansi

Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Daerah Istimewa Yogyakarta mempunyai perintah dari peraturan daerah Daerah Istimewa Yogyakarta (DIY) Nomor. 1 Tahun 2018 tentang kelembagaan pemerintahaan daerah Daerah Istimewa Yogyakarta (DIY). Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Daerah Istimewa Yogyakarta merupakan instansi yang berfungsi untuk membantu kepala daerah dalam menangani permasalahan dalam bidang lingkungan hidup dan melaksanakan penyusunan serta pelaksanaan kebijakan daerah. Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan membawahi laboratorium pengujian yaitu Balai Laboratorium Lingkungan yang terletak di Jalan Tentara Pelajar Mataram No.53, Kelurahan Bumijo, Kecamatan Jetis, Kota Yogyakarta 55321. Laboratorium ini digunakan untuk menguji sampel berupa air dan udara dengan 47 parameter uji pada pengujian kualitas lingkungan.

Tugas dan Tujuan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Daerah Istimewa Yogyakarta, pelaksanaan ketugasan daerah sudah diatur dengan peraturan Gubernur Daerah Istimewa Yogyakarta (DIY) No.59 Tahun 2018 tentang kedudukan, susunan organisasi, tugas, fungsi dan tata kerja Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan (DLHK). Tugas pokok Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Daerah Istimewa Yogyakarta antara lain sebagai berikut:

1. Penyusunan program dan pengendalian di bidang lingkungan hidup dan kehutanan;
2. Perumusan kebijakan teknis bidang lingkungan hidup dan kehutanan;
3. Pencegahan penangguangan dan pemulihan pencemaran dan atau kerusakan lingkungan hidup lintas kabupaten atau kota;
4. Pembinaan pengendalian lingkungan hidup;
5. Pengelolaan keanekaragaman hayati;
6. Pembinaan pengumpulan limbah B3 lintas kabupaten atau kota;

7. Pengelolaan sampah di tempat pemrosesan akhir atau tempat pengolahan sampah terpadu regional;
8. Pembinaan, pengawasan dan penyelesaian pengaduan dibidang izin lingkungan dan izin Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup (PP Lingkungan Hidup);
9. Penyelenggaraan Kajian Lingkungan Hidup Strategis (KLHS) dan penataan lingkungan;
10. Pembinaan dan pengembangan laboratorium lingkungan hidup;

Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Daerah Istimewa Yogyakarta dalam melaksanakan tugasnya mempunyai tujuan diantaranya:

1. Meningkatkan pengawasan dan pemulihan kualitas lingkungan hidup sesuai daya dukung dan daya tampung lingkungan dalam rangka pelestarian lingkungan hidup;
2. Mengembangkan kapasitas sumber daya lingkungan hidup secara optimal;
3. Meningkatkan penyediaan dan pengelolaan taman kota dan perindang jalan; dan
4. Meningkatkan tata kelola kebersihan dan persampahan meningkat.

Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Daerah Istimewa Yogyakarta memiliki visi yaitu sebagai institusi yang handal dalam pengelolaan lingkungan hidup untuk mewujudkan masyarakat Daerah Istimewa Yogyakarta yang berbudaya dan berwawasan lingkungan. Misi dari Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Daerah Istimewa Yogyakarta adalah sebagai berikut:

1. Mewujudkan peningkatan kualitas lingkungan dalam rangka pelestarian fungsi lingkungan hidup dengan mengikutsertakan dunia usaha, masyarakat dan sekolah dalam pengelolaan lingkungan;
2. Mewujudkan Ruang Terbuka Hidup kawasan perkotaan yang memenuhi fungsi ekologis, fungsi estetis, fungsi sosial dan nyaman; dan
3. Mewujudkan tata kelola kebersihan dan pengelolaan persampahan yang berkualitas.

2.2 Air Sungai

Air sungai merupakan air permukaan yang biasa digunakan oleh semua makhluk hidup. Air sungai banyak digunakan untuk keperluan manusia seperti tempat penampungan air, sarana transportasi, pengairan sawah, keperluan pertenakan, keperluan industri, perumahan, daerah tangkapan air, pengendali banjir, ketersediaan air, irigasi, tempat memelihara ikan dan juga sebagai tempat rekreasi (Hendrawan, 2005). Air sungai sebagai sumber daya air harus selalu dilindungi agar tetap dapat dimanfaatkan dengan baik oleh manusia serta makhluk hidup lainnya. Pemanfaatan air sungai harus dilakukan secara bijak dengan memperhitungkan kepentingan generasi sekarang maupun generasi yang akan datang. Aspek penghematan dan pelestarian sumber daya air harus ditanamkan pada semua pengguna air (Effendi, 2003).

Sungai memiliki tiga bagian kondisi lingkungan yaitu hulu (awal), hilir (akhir) dan muara sungai. Ketiga kondisi tersebut memiliki perbedaan kualitas air, yaitu :

1. Bagian hulu (awal), pada bagian hulu variasi kandungan senyawa kimiawi lebih rendah atau sedikit dan kandungan biologis lebih kecil, ditambah dengan kualitas airnya lebih baik dan jernih.
2. Bagian hilir (akhir), berlawanan dengan bagian hulu, pada bagian hilir, kandungan kimiawi dan biologis jauh lebih tinggi dan bervariasi, sehingga mempunyai potensi tercemar yang jauh lebih besar, sehingga diperlukan pengolahan secara bertahap dan lengkap.
3. Muara sungai, muara sungai merupakan tempat yang letaknya dekat dan hampir mencapai laut serta sungai-sungai lain, dalam muara sungai banyak mengandung bahan terlarut, lumpur dari hilir yang membentuk delta, serta arus air yang sangat lambat dengan kapasitas yang lebih besar dengan warna air yang sangat keruh.

2.2.1 Parameter Kualitas Air Sungai

Kualitas air sungai merupakan penggambaran analisis (deskriptif) kondisi air sungai yang diuji atau diukur sesuai dengan parameter-parameter tertentu dengan metode tertentu yang mengacu pada peraturan perundang-undangan yang berlaku (Moenir, 2007). Parameter yang diukur dalam air meliputi:

1. Sifat Fisik, parameter fisika air yang sangat menentukan kualitas air adalah kekeruhan, suhu atau temperatur, warna, bau, rasa, jumlah padatan tersuspensi, jumlah padatan terlarut dan daya hantar listrik (DHL).
2. Sifat kimia, parameter kimia yang dapat dijadikan indikator untuk menentukan kualitas air adalah pH, konsentrasi dari zat-zat magnesium, kalium, besi, mangan, sulfat, sulfida, amoniak, tembaga, nitrat, nitrit, phospat, BOD, COD, oksigen terlarut, minyak dan lemak.
3. Sifat biologis, parameter biologis yang dapat dijadikan indikator untuk menentukan kualitas air sungai adalah bakteri, ganggang, benthos dan plankton yang terdapat pada suatu perairan (Riyadi, 1984).

   Pemanfaatan lahan dapat mempengaruhi kualitas air sungai, kegiatan pertanian, pemukiman serta industri. Konsentrasi atau konsentrasi bahan kimia yang terkandung dalam air sungai sangat menentukan kualitas air sungai tersebut. Air sungai yang tercemar oleh limbah, seperti limbah domestik, pestisida, limbah industri dan lain sebagainya, menunjukkan bahwa air sungai tersebut berkualitas rendah. (Asdak, 2010).

2.2.2. Baku Mutu Air Sungai

Baku mutu air adalah ukuran konsentrasi makhluk hidup, zat, energi atau komponen yang ada atau harus ada dan atau unsur pencemar yang keberadaannya di dalam air. Penentuan baku mutu air terdapat dalam Peraturan Pemerintah No. 82 Tahun 2001 tentang Baku Mutu Air bahwa klasifikasi mutu air ditetapkan menjadi 4 (empat) kelas dapat dilihat dalam **Tabel 2.1**.

Tabel 2.1 Klasifikasi Baku Mutu Air (Peraturan Pemerintah No.82, 2001)

Kelas satu	Air baku air minum
Kelas Dua	Prasarana/sarana rekreaksi air, pembudidaya ikan air tawar, perternakan dan mengairi tanaman
Kelas Tiga	Pembudidaya ikan air tawar, perternakan dan mengairi tanaman
Kelas Empat	Mengairi tanaman

Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian terdapat kriteria baku mutu air sungai berdasarkan kelas dapat dilihat dalam **Tabel 2.2**

Tabel 2.2 Baku Mutu Air Sungai

No	Parameter	Baku Mutu			
		I	II	III	IV
1	Suhu (◦C)	24-30	24-30	24-30	22-32
2	pH	6 - 9	6 - 9	6 - 9	6 - 9
3	TDS (ppm)	1000	1000	1000	2000
4	Kekeruhan (NTU)	5	-	-	-
5	DHL (μS/cm)	-	-	-	2,250
6	Salinitas (‰)	-	-	-	-
7	DO (mg/L)	6	4	3	0
8	COD (mg/L)	10	25	50	100
9	Amoniak (mg/L)	0,5	-	-	-

2.3 Amoniak

Amoniak (NH_3) merupakan gas yang tidak berwarna dengan titik didih sebesar -30°C. Gas amoniak lebih ringan dibandingkan udara, dengan densitas kira-kira 0,6 kali dari densitas udara pada suhu yang sama. Bau yang tajam berasal dari amoniak dapat dideteksi pada konsentrasi rendah yaitu 1-5 ppm (Brigden dan Stringer, 2000). Amoniak berbahaya bagi manusia karena amoniak dapat bersifat

racun apabila terhirup uap amoniak dan jumlah yang masuk pada tubuh melebihi jumlah yang dapat didetoksifikasi oleh tubuh. Resiko dan efek apabila amoniak terhirup oleh manusia ialah amoniak dapat mengakibatkan iritasi pada saluran pernafasan, kulit dan mata. Amoniak pada tingkat yang sangat tinggi, penghirupan uap amoniak dapat berakibat fatal pada manusia. Selain pada manusia, amoniak juga berbahaya apabila terlarut pada perairan, karena akan meningkatkan konsentrasi amoniak di perairan sehingga akan menyebabkan keracunan pada hampir semua organisme perairan (Murti, *et al* 2014).

Kelarutan amoniak pada saat didalam air sangat besar, kenaikan suhu dapat menyebabkan kelarutannya menurun tajam, amoniak bereaksi dengan air secara reveribel menghasilkan ion amonium (NH_4^+) dan ion hidroksida (OH^-) (Sihaloho, 2009). Berikut ini adalah keseimbangan amoniak dan amonium di perairan :

$$NH_{3(g)} + H_2O_{(l)} \rightleftharpoons NH_4^+{}_{(aq)} + OH_{(aq)}$$

Terdapat dua sumber amoniak diperairan terbagi menjadi dua yaitu sumber amoniak yang berasal dari pemecahan nitrogen organik (protein dan urea). Adapula sumber amoniak yang berasal dari gabungan komposisi bahan organik seperti tumbuhan dan biota akuatik yang telah mati oleh mikroba dan jamur yang biasanya sumber amoniak ini terdapat didalam tanah dan air. Selain nitrogen organik dan nitrogen anorganik, terdapat sumber amoniak lain yang berasal dari reduksi gas nitrogen hasil dari proses udara atmosfer, limbah industri dan domestik. Amoniak dalam larutan air berada dalam bentuk terionisasi yaitu amonium (NH_4^+) maupun tidak terionisasi amoniak bebas (NH_3). Amoniak bebas (NH_3) yang tidak terionisasi akan menyebabkan Amoniak bebas (NH_3) memunculkan sifat toksik atau bersifat racun kepada organisme akuatik seperti mikroba, ataupun ikan kecil dan hewan air lainnya, sifat racun atau toksinitas amoniak terhadap organisme akuatik akan mengalami peningkatan apabila terjadi proses penurunan konsentrasi oksigen terlarut, pH dan suhu akan menyebabkan sifat racun atau toksinitas amoniak terhadap organisme akuatik. Konsentrasi amoniak relatif tinggi apabila ditemukan pada perairan yang termasuk kedalam

wilayah anoksik atau tanpa oksigen, sedangkan amoniak relatif rendah akan ditemukan pada wilayah perairan yang mendapat cukup banyak cadangan oksigen. (Effendi, 2003). Menurut Appl (1999) tentang sifat fisik amoniak dapat dilihat dalam **Tabel 2.3**

Tabel 2.3 Sifat Fisik Amoniak

Sifat fisik amoniak	Keterangan
Berat molekul	17,03
Titik didih ◦C	-33 sampai dengan -35
Titik beku ◦C	-77,7
Suhu Kritis ◦C	133
Tekanan kritis bar	112,8
Kalor jenis kj/kgK	
0 ◦C	2,0972
100 ◦C	2,2262
200 ◦C	2,1056
Panas pembentukan standar (ΔH_f), kJ/kmol	-46,222
Larutan dalam air (%berat)	
0 ◦C	42,8
20 ◦C	33,1
40 ◦C	23,4
60 ◦C	14,1
Berat jenis amoniak bebas air	
-40 ◦C	0,69
0 ◦C	0,639
40 ◦C	0,580

(Appl, 1999)

2.4 Spektrofotometer *UV-Visible*

Spektrofotometer *UV-Visible* adalah teknik analisis spektroskopik yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet (200-400 nm) dan sinar tampak (400-800 nm) dengan memakai instrument spektrofotometer (Hendayana, 1994). Spektrofotometer UV-Visible adalah alat yang merupakan perpaduan antara prinsip spektrofotometri UV dan *Visible*. Spektrofotometri *UV-Visible* mengacu pada hukum *Lambert-Beer*, larutan yang dianalisis diukur serapan sinar ultraviolet atau sinar tampaknya. Kandungan larutan yang dianalisis akan sama dengan jumlah sinar yang diserap oleh zat yang terdapat

dalam larutan tersebut. Apabila cahaya monokromatik melewati suatu media (larutan), maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan sebagiannya lagi akan dipantulkan dan dipancarkan, sinar dari sumber cahaya terbagi menjadi dua berkas oleh cermin yang berputar pada bagian dalam spektrofotometer. Berkas pertama akan melalui kuvet yang berisi blanko dan berkas kedua akan melewati kuvet yang sudah berisi sampel. Blanko dan sample akan diperiksa secara bersamaan, dalam hal ini blanko berfungsi untuk menstabilkan absorbsi akibat adanya perubahan voltase dari sumber cahaya.

Spektrofotometer mempunyai prinsip kerja yaitu cahaya yang dihasilkan dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis dilanjutkan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahya polikromatis menjadi cahya monokromatis (tunggal).Sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi berfungsi sebagai tempat untuk dilewati oleh berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap dan ada pula yang dilewatkan, kemudian cahaya yang dilewatkan ini akan diserap oleh detektor. Detektor kemudian akan berfungsi menghitung cahaya yang diterima dan akan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel yang nantinya akan diketahui konsentrasi zat dalam sampel secara angka atau kuantitatif. Agar amoniak bisa terbaca pada spektrofotometri UV-Visible, terdapat beberapa syarat, yaitu memiliki gugus kromofor dan membentuk senyawa kompleks. Senyawa kompleks yang akan bewarna biru, yang kemudian diukur menggunakan spektrofotometri *UV-Visible* pada panjang gelombang 640 nm (Sunardi, 2008).

Spektrofotometri berfungsi untuk mengukur besarnya energi yang diserap atau dilanjutkan, larutan yang menagndung zat dapat menyerap sinar radiasi monokromatik yang melewati zat tersebut, dalam penggunaannya, spektrofotometri yang menggunakan spektrofotometer menggunakan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang akan dianalisis, hal ini dapat berguna karena spektrofotometer *UV-Visible* bisa lebih banyak dipakai dalam analisis kuantitatif dibandingkan dengan kualitatif. *UV-Visible* bisa sangat

berguna dalam pengukuran kuantitatif spektrum . Pengukuran absorbansi pada panjang gelombang tertentu dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi dari analit didalam larutan, dengan cara memakai hukum *Lambert-Beer* (Rohman, 2007).

Hukum *Lambert-Beer* menyatakan hubungan linieritas antara absorbansi dengan konsentrasi analit berbanding terbail dengan transmitan. Ada beberapa pembatasan dalam hukum *Lambert-Beer*, yaitu :

1. Sinar yang dipakai dianggap monokromatis
2. Apabila suatu volume mempunyai penampang yang sama maka penyerapan bisa terjadi
3. Senyawa yang menyerap dalam larutan tersebut tidak tergantung senyawa lain dalam larutan tersebut
4. Flourensensi dan fosforesensi tidak terjadi
5. Indeks bias tidak tergantung pada konsentrasi larutan

Sistem penyerapan sinar menurut hukum *Lambert-Beer* dinyatakan dengan persamaan **1.1** :

$$A = \log\left(\frac{lo}{lt}\right) = a\ b\ c \qquad \textbf{1.1}$$

Keterangan :

Io : Intensitas sinar datang

It : Intesintas sinar yang diteruskan

a : Absorptivitas

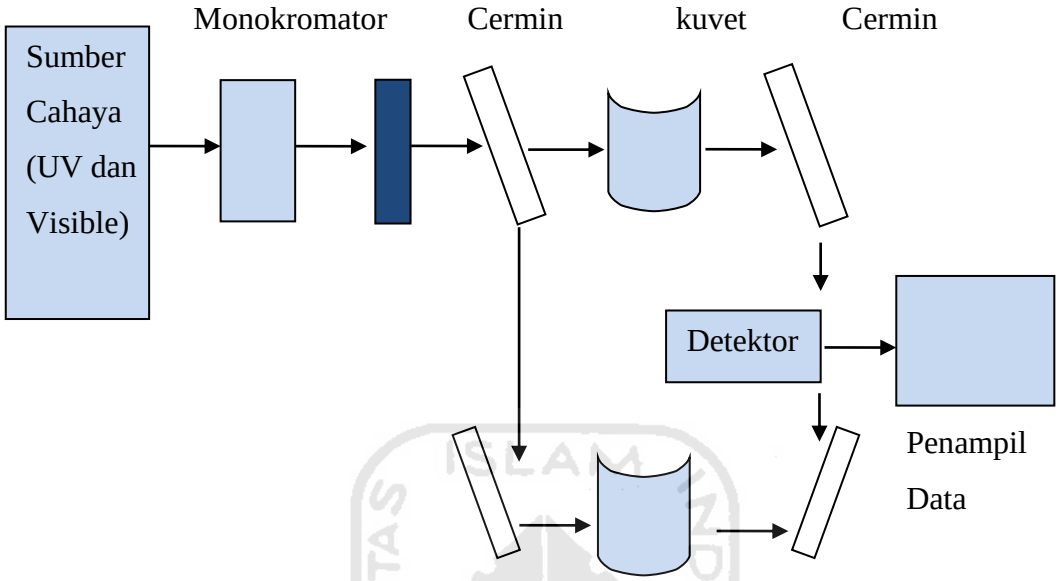
b : Panjang sel/kuvet

c : Konsentrasi

A : Absorbansi

Syarat senyawa yang dapat dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-*Vis* adalah senyawa yang mengandung gugus kromofor dan auksokrom.

Gugus kromofor merupakan gugus atau atom dalam senyawa organik yang dapat memberikan serapan pada daerah ultra-violet dan sinar tampak.



Gambar 2.1 Instrumen Spektrofotometer (Day dan Underwood, 1998)

Setiap bagian peralatan dari spektrofotometer UV-Vis mempunyai fungsi dan peranan tersendiri yang saling berhubungan. Fungsi dan peranan tiap bagian sangat membutuhkan ketelitian dan ketepatan yang optimal untuk mendapatkan hasil pengukuran yang tinggi. Berikut ini komponen utama yang terdapat pada spektrofotometer UV-*Visible*, yaitu :

1. Sumber cahaya

Sumber cahaya yang umumnyta digunakan pada spektroskopi absorbsi adalah lampu wolfram. Lampu hidrogen atau lampu deuterium biasanya digunakan pada daerah UV, kelebihan lampu wolfram adalah energi radiasi yang dibebaskan tidak bervariasi pada berbagai panjang gelombang. (Khopkar, 2003).

2. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk memperoleh sumber sinar yang monokromatis dengan memisahkan panjang gelombang polikromatis dari sumber. Dasar elemen pendispresi ada dua tipe dasar elemen yakni prisma dan *gratting*. Selain itu digunakan juga filter optik untuk mengisolasi panjang gelombang

cahaya tertentu. Terdapat beberapa jenis filter yaitu antara lain *narrow bandpass*, *sharps-cat*, *interference*, yang biasanya terbuat dari gelas yang dan mengandung zat kimia yang menyerap semua sinar kecuali yang diinginkan untuk lewat. Monokromator terdapat beberapa macam pada spektrofotometer yakni kaca untuk daerah sinar tampak, prisma, kuarsa daerah UV, *rock salt* (kristal garam) untuk daerah IR dan kisi difraksi.

3. Kuvet

Kuvet adalah alat yang terbuat dari kuarsa atau gelas yang pada umumnya berbentuk persegi panjang dengan lebar 1cm, namun kuvet dari kuarsa yang terbuat dari silika memiliki kualitas yang lebih baik, hal ini dikarenakan kaca dan plastik dapat menyerap UV sehingga penggunaannya hanya pada spektrofotometer sinar tampak (VIS). Pada spektrofotometer *UV-Visible*, kuvet berfungsi sebagai wadah sampel yang akan dianalisis. Untuk menjadikan kuvet yang baik digunakan, terdapat beberapa syarat untuk dipenuhi, yaitu sebagai berikut :

1) Permukaannya harus sejajars secara optis
2) Tidak bewarna sehingga semua cahaya dapat ditransmisikan
3) Tidak ikut bereaksi terhadap bahan-bahan kimia
4) Tidak rapuh
5) Bentuknya sederhana

4. Detektor

Detektor berfungsi untuk menangkap cahaya yang dilanjutkan dari sampel dan mengubahnya menjadi arus listrik. Detektor mempunyai beberapa macam yang pada umumnya biasa digunakan:

1) *Phototube* dengan jangkauan panjang gelombang 150-1000 nm.
2) *Photomultiplier* dengan jaangkauan panjang gelombang 150-1000 nm.

Syarat-syarat sebuah detektor :

1) Kepekaan yang tinggi,
2) Perbandingan isyarat atau signal dengan bising tinggi,

3) Respon konstan pada berbagai panjang gelombang,
4) Waktu respon cepat dan signal minimum tanpa radiasi,
5) *Signal* listrik yang dihasilkan harus sebanding dengan tenaga radiasi, dan
6) *Read out* merupakan suatu sistem baca yang menangkap besarnya isyarat listrik yang berasal dari detektor.

5. Penguat (*amplifier*)

Penguat atau *amplifier* berfungsi untuk memperkuat sinyal yang berasal dari detektor agar sinyal detektor bisa menggerakkan alat pencatat. Sinyal keluar (*output*) bisa didapatkan jika alat penguap menangkap sinyal (*input*) dari rangkaian detektor dan melalui proses elektronik tertentu, sehingga secara langsung dapat dicatat sebagai unit absorbansi atau unit transmitrasi.

6. Indikator (penampil data)

Hasil analisis yang didapatkan dapat melalui *printer, digital recorder* atau komputer yang dilengkapi layar monitor. Penampil data dalam hal ini berfungsi untuk menampilkan atau merekam hasil pengukuran. Spektrofotometer mempunyai prinsip kerja yaitu cahaya yang dihasilkan dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis dilanjutkan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahya polikromatis menjadi cahya monokromatis (tunggal).Sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi berfungsi sebagai tempat untuk dilewati oleh berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap dan ada pula yang dilewatkan, kemudian cahaya yang dilewatkan ini akan diserap oleh detektor. Detektor kemudian akan berfungsi menghitung cahaya yang diterima dan akan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel yang nantinya akan diketahui konsentrasi zat dalam sampel secara angka atau kuantitatif. Agar krom bisa terbaca pada spektrofotometri UV-Visible, terdapat beberapa syarat, yaitu memiliki gugus kromoform dan membentuk senyawa kompleks. Senyawa

kompleks yang akan bewarna biru, yang kemudian diukur menggunakan spektrofotometri *UV-Visible* pada panjang gelombang 640 nm (Sunardi, 2008).

2.5 Metode Fenat

Warna yang terbentuk dari reaksi amoniak dengan fenol serta hipokrat, pertama kali dijelaskan oleh Berthelot pada tahun 1859. Russel meneliti metode ini lebih luas dengan menggunakan ion mangan (II) untuk mempercepat reaksi, sedangkan peneliti lain menggunakan natrium nitroprusida sebagai katalis yang didasari reaksi amoniak dengan hipoklorit dan fenol yang dikatalis oleh natrium nitroprusida yang membentuk warna biru indofenol (Boltz 1978). Metode fenat adalah larutan sampel yang memiliki konsentrasi amonium yang diubah menjadi amoniak dengan penambahan larutan natrium hidroksida (NaOH). Amoniak yang telah dibebaskan ditangkap dengan kertas yang telah dibasahi dengan reagen fenat yaitu natrium hipoklorit (NaOCl), asam klorida (HCl), mangan sulfat ($MnSO_4$) dan fenat (fenol dalam suasana basa). Fenat berguna untuk membentuk kloroamin (NH_2Cl) menjadi p-quinion kloramin selanjutnya bereaksi dengan fenol sisa membentuk senyawa indofenol.

Metode fenat mempunyai beberapa kelebihan, salah satunya ialah mempunyai sensitifitas yang tinggi terhadap pembacaan dan waktu yang lebih efesien dibandingkan dengan metode titrasi, selain kelebihan, metode ini juga mempunyai kekurangan yaitu metode fenat pereaksi pewarna kompleks kurang stabil sehingga harus dibuat baru setiap analisis, selain itu bahan kimia yang diperlukan dan digunakan sebagai pereaksi banyak dan mahal, volume sampel banyak, sehingga akan menghasilkan limbah yang cukup banyak.

2.6 Verifikasi Metode

Verifikasi metode adalah suatu aktivitas validasi metode yang hanya terdapat pada beberapa karakteristik performa saja. Laboratorium wajib memastikan karakteristik performa yang diinginkan. Bagian analisis bisa berfungsi sebagai landasan untuk mengkontruksi proses verifikasi. Informasi yang dibutuhkan akan didapatkan jika kontruksi atau rancangan dilakukan dengan baik

dan benar, agar meminimalisir tenaga dan waktu. Verifikasi dilaksanakan dengan menetapkan presisi, akurasi, dan batas deteksi pada suatu metode analisis (Gholib Ibnu, 2008). Terdapat beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam verifikasi metode seperti uji lineritas, uji akurasi, *certified reference material* (CRM**),** uji presisi, *instrumental detection limit* (IDL), *method detection limit* (MDL), Nilai MDL < konsentrasi spike < 10 MDL dan penentuan estimasi ketidakpastian, adapun penjelasan mengenai uji linieritas dan uji akurasi yakni sebagai berikut :

2.6.1 Uji Linieritas

Uji linieritas adalah ukuran kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit sampel**.** Melaksanakan uji linearitas, dibutuhkan persiapan terlebih dahulu yaitu dengan menyiapkan larutan standar paling tidak 5 tingkat atau lebih konsentrasi dan jaraknya mencakup konsentrasi analit dari contoh yang akan diuji, hal ini dibutuhkan untuk mendapatkan gambaran kurva dalam data yang akan dipasangkan.

Parameter yang menandakan adanya hubungan linier digunakan koefesien korelasi (r) dan koefesien determinasi (r) pada analisis regresi linier y = ax + b. Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai b=0 dan r=+1 atau -1 merupakan hubungan yang baik, tanda – dan + bergantung pada arah garis. Sedangkan a menunjukan kepekaa analisis terutama instrument yang digunakan. Linearitas adalah kegunaan suatu metode analisis yang memberikan stimulus kepada konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran yang ada. Jarak metode merupakan pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukan bisa diterapkan dengan kecermatan, keseksamaan dan linearitas yang bisa diterima (Riyanto, 2014).

2.6.2 Uji Akurasi

Akurasi merupakan ukuran yang memperlihatkan derajat kedekatan hasil analisis dengan konsentrasi analit yang sebenarnya. Akurasi diartikan sebagai persen perolehan kembali (recovery) analit yang ditambahkan. Akurasi atau kecermatan didapatkan dengan dua cara yakni metode simulasi (*spiked-placebo*

recovery) atau metode penambahan baku (*standart additional method*) (Harmita, 2004).

Selain pengertian di atas, akurasi juga biasa dinyatakan sebagai suatu kedekatan atau kesesuaian antara hasil pengukuran dengan nilai benar dari suatu kuantitas yang diukur atau menyatakan seberapa dekat hasil pengukuran dengan nilai yang sebenarnya, maka hal itu bisa membuat hasil pengujian semakin akurat.

Penentuan akurasi dapat dilaksanakan dengan melakukan pengujian contoh dan *spike* (Contoh yang diperkaya dengan standar). Menurut SNI 06.6989.30:2005, syarat keberterimaan untuk akurasi (% *Recovey*) ialah pada rentang 85-115% untuk penentuan amoniak. Akurasi (% *Recovery*) dihitung melalui persamaan rumus berikut :

$$\%\ Recovery = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \qquad \textbf{1.1}$$

$$C_3 = \frac{V_s \times c_s}{Vt} \qquad \textbf{1.2}$$

Keterangan :

C_1 : Konsentrasi sampel yang di *spike* (mg/L)

C_2 : Konsentrasi sampel (mg/L)

C_3 : Konsentrasi target (mg/L)

V_s : Volume larutan standar yang ditambahkan (mL)

C_s : Konsentrasi larutan standar yang ditambahkan (mg/L)

V_t : Volume total labu ukur (mL)

2.6.3 *Certified Reference Material* (CRM)

Certified reference material (CRM) merupakan bahan referensi dengan prosedur *metrologically* yang disertai dengan sertifikat yang memberikan nilai properti tertentu, ketidakpastian yang terkait, persyaratan ketelusuran, dan menginformasikan bahwa prosedur yang dibutuhkan telah dilaksanakan untuk memastikan validitas dan ketertelusuran.

Reference material (RM) merupakan material yang cukup homogen dan stabil sehubungan dengan satu atau lebih sifat tertentu, yang telah dibuat dengan segar untuk digunakan dalam proses pengukuran (Riyanto, 2014).

2.6.4 Uji Presisi

Presisi adalah ukuran yang menggambarkan derajat kesamaan, hal ini dapat diukur melewati berbagai hasil individual yang telah disebarkan dari rata-rata, apabila cara tersebut dilaksanakan secara berkali-kali pada berbagai sampel yang telah diambil dari campuran yang sejenis. Presisi juga merupakan varibilitas dari hasil pengujian yang dilaksanakan, yakni kedekatan pengulangan pengujian terhadap nilai sebenarnya (Harmita, 2004).

Presisi terbagi kedalam dua jenis yakni ketertiruan dan keterulangan. Ketertiruan adalah nilai presisi yang berasal dari kondisi berbeda dengan analis yang sama, hal itu disebabkan karena ketertiruan dapat mengumpulkan banyak sumber variasi, ketertiruan dari analisis tidak akan lebih baik hasilnya dari nilai keterulangan, sedangkan keterulangan yaitu nilai presisi yang didapatkan apabila semua pengukuran berasal dari seorang analis dalam satu waktu, memakai laboratorium beserta pereaksi dan peralatan yang sama. Presisi dalam keterulangan diukur dengan menghitung simpangan baku relatif (RSD) dari berbagai ulangan dan nilai simpangan baku tersebut bisa dihitung nilai koefesien varian (CV) Horwitz. Presisi metode analisis diekspresikan sebagai fungsi dari konsentrasi melalui persamaan:

$$CV_{Howitz} = 2^{1-0,5 \log C} \quad \textbf{1.3}$$

Batas keterimaan presisi dari nilai presisi yang bisa diterima jika nilai %RSD hasil pengujian < 0,5 CV Horwitz untuk keterulangan dan 0,67 CV untuk ketertiruan jika nilai RSD ≥ 10%. Dengan menggunakan pembanding CV Horwitz nilai yang dapat diterima untuk keterulangan adalah CV Horwitz yang terhitung dari ulangan yang ada harus kurang dari 0,67 dari nilai CV Horwitz (Hadi, 2013). Presisi diukur dengan menghitung *relative standard deviation* (RSD) atau dikenal juga dengan simpangan baku relatif/ koefisien (CV) dari beberapa ulangan. Presisi dirumuskan sebagai :

Rumus Presisi :

$$SD = \frac{\sqrt{\sum(X_i - X)^2}}{N-1} \quad \textbf{1.4}$$

$$CV = \frac{SD}{Rerata}\ x\ 100\% \quad \textbf{1.5}$$

Keterangan :

X_i = Data hasil setiap pengukuran

Rerata = Rata-rata data hasil pengukuran

N = Jumlah data yang diukur

SD = Simpangan baku

CV = Koefesien varian/ simpangan baku relatif.

Jenis-jenis penentuan presisi akan dijelaskan dalam tabel 2.4 :

Tabel 2.4 Jenis-jenis penentuan presisi (Hadi, 2013)

<table>
<tr><th>Repetability</th><th>Internal Reproducibility</th><th>External Reproducibility</th></tr>
<tr><td>Laboratorium
Analis
ContohUji
Bahan Kimia
Peralatan
MetodeUji
Waktu</td><td>Sama</td><td>Laboratorium
ContohUji
MetodeUji
Bahan Kimia
Peralatan
Analis
Waktu</td><td>Sama
Salah satu atau lebih boleh beda</td><td>Beda
Sama
Salah satu atau lebih boleh beda</td></tr>
<tr><td>Ukuran presisi terkecil
Batas = 0,5 x CV Horwitz</td><td colspan="2">Ukuran presisi sedang
Batas = 0,67 x CV Horwitz</td><td colspan="2">Ukuran presisi terbesar
Batas = CV Horwitz</td></tr>
</table>

(Hadi, 2013)

Penelitian ini, menggunakan metode presisi *repetability* dan *internal reproducibility*, sehingga *repetability* dan internal reproducibility dapat dibandingkan yang didapat dibandingkan dengan Uji Horwitz. % CV dapat diterima apabila nilai *repetability* kurang dari 0,5 x % CV Horwitz. *Internal reproducibility* dapat diterima apabila nilainya kurang dari 0,67 x % CV Horwitz.

$$\% \text{ CV Horwitz} = 2^{(1-0{,}5 \log C)} \qquad \textbf{1.6}$$

Keterangan :

C = Konsentrasi rata-rata contoh (mg/L)

CV = Koefesien varian

2.6.5 *Instrumental Detection Limit* (IDL)

Instrumental detection limit (IDL) merupakan konsentrasi analit yang menciptakan sinyal lebih besar dari lima kali rasio *noise instrument* yang dipakai. Nilai IDL dinyatakan 1,645 kali standar deviasi blanko dan bermanfaat sebagai estimasi *method detection limit* (MDL) (Kementrian Lingkungan Hidup, 2010). Cara menghitung *instrument detection limit* dilakukan melalui pengukuran blanko dan air suling minimal 7 kali, proses tersebut bertujuan untuk memperoleh nilai rata-rata untuk perhitungan koreksi, yakni pengurangan antara absorbansi air suling dengan blanko.

2.6.6 *Method Detection Limit* (MDL)

Batas deteksi adalah total terkecil analit dalam sampel dan bisa ditemukan, selain itu juga bisa memberikan stimulus yang berdampak dibandingkan dengan blanko. Pemilihan batas deteksi suatu metode mempunyai perbedaan dan tergantung pada metode analisis yang dipakai. Analisis yang tidak menetapkan instrumen limit deteksi diselesaikan dengan mendeteksi analit dalam sampel pada pengenceran bertingkat. Sedangkan dalam analisis yang menerapkan instrumen, limit deteksi diselesaikan melalui pengukuran stimulus atau respon blanko selama berkali-kali, lalu ditentukan baku respon blanko (Harmita, 2004).

Method detection limit (MDL) adalah konsentrasi minimum dari konsentrasi analit yang dihitung dan dilaporkan dengan ambang kepercayaan 99%, hingga konsentrasi analit lebih besar dari nol dan ditetapkan dari analisis sampel yang selesai diberikan matriks tertentu yang berisi analit. *Method detection limit* (MDL) berfungsi untuk penilaian relatif yang menunjukan kinerja dari suatu laboratorium, metode dan analisis tertentu. Penilaian MDL dilaksanakan dengan meningkatkan suatu standar tertentu yang berada di kurva kedalam sampel. Langkah penetapan standar ini dilaksanakan dengan mencari estimasi *spike* yang akan dipakai. Estimasi *spike* didapatkan dengan beberapa metode yaitu dengan mengukur blanko paling sedikit 7 (tujuh) kali pengukuran, hal ini berfungsi untuk mendapatkan *instrument detection limit* (IDL). (KEPMEN LH, 2010).

Pemilihan MDL dinilai tercapai jika sudah mencapai beberapa syarat diantaranya :

a. Nilai CV < 0,67 CV Horwitz

CV merupakan koefesien varian, nilai CV yang diperoleh bisa dibandingkan dengan nilai CV Horwitz

b. %R = 85 - 115%

%R adalah % *Recovery* yang dapat dinyatakan sebagai kedekatan atau kesesuaian antara hasil pengukuran dengan nilai benar dari suatu nilai kuantitas yang diukur atau menyatakan seberapa dekat hasil pengukuran terhadap nilai benar.

c. Signal/Noise = 2,5 – 10

Signal/Noise merupakan *the signal to noise ratio*, yaitu evaluasi kesalahan acak yang terjadi pada pengujian dan perkiraan presisi yang diharapkan dari sejumlah pengulangan pengujian. Nilai Signal/Noise dirumuskan :

$$\text{Signal/Noise} = \frac{X}{SD} \qquad \textbf{1.7}$$

Keterangan :

X = Rata-rata pengukuran sampel

SD = Standar Deviasi Pengukuran

Nilai *signal/noise* kurang dari 2,5 menunjukan kesalahan acak yang terjadi pada pengulangan pengujian terlalu tinggi dan menghasilkan MDL yang tinggi. Dalam hal ini penambahan analit kesampel (*spike*) harus pada konsentrasi yang lebih tinggi agar dapat meningkatkan signal. Nilai *signal/noise* lebih besar dari 10, maka penambahan konsentrasi analit ke sampel (*Spike*) biasanya terlalu tinggi, oleh karena itu konsentrasi analit yang ditambahkan harus pada konsentrasi yang lebih rendah (Hadi, 2014).

2.6.7 Nilai MDL < konsentrasi spike < 10 MDL

Presisi yang diciptakan bergantung pada konsentrasi spike yang dipakai, jika konsentrasi *spike* lebih dominan pada 10 (sepuluh) kali dari nilai MDL, oleh karena itu penentuan MDL wajib diulang dengan menggunakan *spike* yang lebih kecil, Jika nilai MDL yang diciptakan lebih dominan dari pada konsentrasi *spike*,

lalu menurut statistik akan sangat rumit apabila mengenali antara konsentrasi *spike* dengan blanko, oleh sebab itu maka penentuan MDL wajib diulang dengan menggunakan konsentrasi spike yang lebih dominan atau lebih tinggi.

2.6.8 Penentuan Estimasi Ketidakpastian

Salah satu parameter yang menunjukkan tentang nilai yang mempunyai nilai benar atau biasa disebut (*true value*) disebut ketidakpastian. Ketidakpastian mempunyai fungsi untuk menggabungkan semua komponen kesalahan yang diketahui menjadi satu rentang tunggal. Nilai ketidakpastian diwakili dengan simbol ±, sebagai contohnya ialah suatu hasil pengukuran ketidakpastian suatu konsentrasi dinyatakan dengan konsentrasi (X) ± U (nilai ketidakpastian), dengan kata lain rentang konsentrasi tersebut berada diantara X – U sampai X + U. Perhitungan rentang ketidakpastian tersebut dinamakan sebagai pengukuran ketidakpastian (*uncertainly measurement*) (Pramono, 2014).

Suatu indikator yang digunakan untuk menentukan kehandalan suhu laboratorium pengujian atau kalibari disebut dengan estimasi ketidakpastian (Kusumaningtyas dkk, 2016). Langkah memulai menentukan estimasi ketidakpastian pengukuran dimulai dengan menentukan rumus utama, lalu membuat diagram tulang ikan untuk setiap komponen yang mempunyai peluang untuk menjadi penyumbang ketidakpastian pengukuran. Terdapat sumber-sumber yang mungkin bisa menjadi penyumbang ketidakpastian, yaitu sampling, preparasi sampel, kalibrasi peralatan, kesalahan acak, instrument, kesalahan sistematik dan personil. Ketidakpastian mempunyai beberapa komponen yang terbagi kedalam dua kategori, yaitu tipe A (dari data primer) berdasarkan pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian pengamatan berulang dan tipe B (dari data sekunder) berdasarkan informasi yang kredibel, seperti dari buku literatur, pabrik, jurnal dan lain sebagainya (Susanna dan Supriyanto, 2010).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah larutan standar amoniak 1000 mg/L, larutan fenol (C_6H_5OH), Natrium nitroprusida ($C_5FeN_6Na_2O$) 0,5%, Larutan pengoksidasi (Larutan alkin sitrat ($C_6H_5Na_3O_7$) ditambah Natrium hipoklorit (NaClO) 5%), akuades, kertas seka, tisu dan sampel air sungai.

3.2 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain spektrofotometer *ultraviolet-visible* (*UV-Visible*) merek *UV-1800 Shimadzu*, timbangan analitik merek *Metler Toledo*, *erlenmeyer* 50 mL merek *Iwaki*, labu ukur 100 mL dan 250 mL merek *Iwaki*, pipet volumetrik 1 mL dan 5 mL merek *Iwaki*, pipet ukur 10 mL dan 100 mL merek *Iwaki*, Gelas piala 100 mL merek *Iwaki* dan propipet.

3.3 Prosedur Kerja

1. Teknik Sampling

Disiapkan alat pengambilan contoh yang sesuai dengan hasil survei, kemudian dibilas alat pengambilan contoh dengan air yang akan diambil, kemudian diambil contoh sesuai dengan peruntukan analisis dan dimasukkan ke dalam dirigen yang sudah disiapkan dan diberi label, setelah itu dilakukan segera pengujian untuk parameter suhu, daya hantar listrik, pH dan oksigen terlarut yang dapat berubah dengan cepat dan tidak dapat diawetkan. Hasil pengujian parameter lapangan dicatat dalam buku catatan khusus dan dilakukan pengawetan sesuai dengan parameter yang akan diuji.

2. Pengambilan Contoh Uji

Sebanyak 2,5 L contoh uji air sungai dimasukkan ke dalam dirigen 2,5 L.

3. Pembuatan Larutan Standar Amoniak 100 mg/L

Sebanyak 10 mL larutan standar amoniak 1000 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 100 mL dan ditera dengan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

4. Pembuatan Larutan Standar 10 mg/L

Sebanyak 10 mL larutan standar amoniak 100 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 100 mL dan ditera dengan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

5. Pembuatan Larutan Standar 1 mg/L

Sebanyak 10 mL larutan standar amoniak 10 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 100 mL dan ditera dengan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

6. Pembuatan Larutan Fenol

Sebanyak 11,1 mL larutan induk fenol 99% (p.a) dipipet ke dalam labu ukur 100 mL dan ditera dengan etil alkohol 95% dan dihomogenkan.

7. Pembuatan Larutan Natrium Nitroprusida 0,5%

Sebanyak 0,5 gram natrium nitroprusida dilarutkan dengan akuades dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditera hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

8. Pembuatan Larutan Alkalin Sitrat

Sebanyak 200 gram trinatrium sitrat dan 50 natrium hidroksida dilarutkan dengan akuades. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditera hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

9. Pembuatan Laturan Natrium Hipoklorit 5%

Sebanyak 41,6 mL natrium hipokrolit dipipet ke dalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya dilarutkan dengan akuades hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

10. Pembuatan Larutan Pengoksidasi (4:1)

Sebanyak 100 mL larutan alkalin sitrat dan 25 mL natrium hipoklorit kemudian dihomogenkan dalam gelas piala.

11. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Sebanyak 25 mL deret standar dengan konsentrasi 0,00; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,09; 1,00; 1,10 dan 1,20 mg/L dipipet ke dalam *sample cell* 25 mL. Tahap selanjutnya ditambahkan 1 mL larutan fenol, 1 mL larutan natrium nitropusida dan 2,5 mL larutan pengoksidasi. Tahap berikutnya yaitu dihomogenkan dan ditunggu hingga 1 jam. Dan diukur menggunakan spektrofotometer *UV-Visible* pada panjang gelombang 640 nm.

12. Pembuatan *Spike*

Sebanyak 24,5 mL contoh uji dipipet ke dalam *sample cell* lalu ditambahkan standar amoniak 1,25 mL larutan standar amoniak 0,5 mg/L kemudian dihomogenkan.

13. Pengujian Konsentrasi Amoniak

Contoh uji dipipet 25 mL kedalam *sample cell* 50 mL. Selanjutnya ditambahkan 1 mL larutan fenol, 1 mL larutan natrium nitropusida dan 2,5 mL larutan pengoksidasi. Kemudian dihomogenkan dan ditunggu hingga 1 jam. Selanjutnya diukur serapannya dengan spektrofotometer *UV-Visible* pada panjang gelombang 640 nm.

14. Pengujian Konsentrasi *Spike*

Larutan *spike* ditambahkan 1 mL larutan fenol, 1 mL larutan natrium nitropusida dan 2,5 mL larutan pengoksidasi. Tahap berikutnya yaitu dihomogenkan dan ditunggu 1 jam. Selanjutnya diukur serapannya dengan spektrofotometer *UV-Visible* pada panjang gelombang 640 nm.

15. Penentuan *Instrumental Detection Limit* (IDL)

Akuades dipipet 25 mL sebanyak 7 kali dan dimasukkan kedalam *sample cell* 50 mL, kemudian ditambahkan 1 mL larutan fenol, 1 mL larutan natrium nitropusida dan 2,5 mL larutan pengoksidasi. Dihomogenkan dan ditunggu hingga 1 jam. Selanjutnya diukur serapannya dengan spektrofotometer *UV-Visible* pada panjang gelombang 640 nm.

16. Penentuan *Method Detection Limit* (MDL)

Larutan *spike* dipipet 0,4 mL sebanyak 7 kali, kemudian diencerkan menggunakan contoh uji hingga tanda batas dan homogenkan. Tahap berikutnya ditambahkan 1 mL larutan fenol, 1 mL larutan natrium nitroprusida dan 2,5 mL larutan pengoksidasi. Dihomogenkan dan ditunggu hingga 1 jam. Selanjutnya diukur serapannya dengan spektrofotometer *UV-Visible* pada panjang gelombang 640 nm.

17. Penentuan Presisi

Larutan *certifitied reference meterial* (CRM) dipipet 25 mL kedalam *sample cell* 50 mL sebanyak 7 kali, kemudian ditambahkan 1 mL larutan fenol, 1 mL larutan natrium nitroprusida dan 2,5 mL larutan pengoksidasi. Tahap berikutnya

dihomogenkan dan ditunggu hingga 1 jam. Selanjutnya diukur serapannya dengan spektrofotometer *UV-Visible* pada panjang gelombang 640 nm.

18. Penentuan Akurasi

Larutan *certifitied reference meterial* (CRM) dipipet 25 mL kedalam *sample cell* 50 mL sebanyak 7 kali, kemudian ditambahkan 1 mL larutan fenol, 1 mL larutan natrium nitropusida dan 2,5 mL larutan pengoksidasi. Tahap berikutnya dihomogenkan dan ditunggu hingga 1 jam. Selanjutnya diukur serapannya dengan spektrofotometer *UV-Visible* pada panjang gelombang 640 nm.

19. Penentuan Estimasi Ketidakpastian

Estimasi ketidakpastian ditentukan dengan menentukan rumus utama, kemudian membuat diagram tulang ikan sesuai dengan komponen-komponen yang ikut dalam rumus utama, selanjutnya dihitung nilai ketidakpastian masing-masing komponen, ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas dengan selang kepercayaan 95% (k=2).

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penetapan Konsentrasi Amoniak dalam Sampel Air Sungai

Penetapan konsentrasi amoniak dilakukan dengan cara mengukur larutan sampel dengan spektrofotometer *UV-Visible* pada panjang gelombang 640 nm dengan pengulangan sebanyak 7 (tujuh) kali. Hasil dari penentuan konsentrasi amoniak dalam sampel air sungai menggunakan spektrofotometer *UV-Visible* ditunjukkan pada Tabel 4.1.

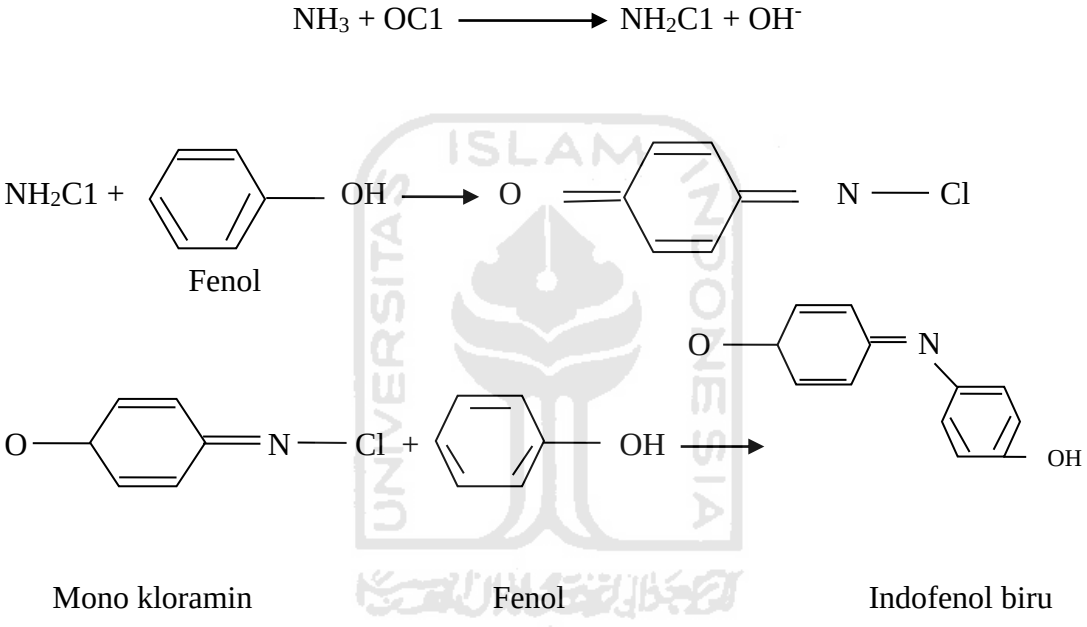
Tabel 4.1 Penentuan Konsentrasi Amoniak

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi Sampel (mg/L)
Replikasi-01	0,4544	0,5421
Replikasi-02	0,4672	0,5573
Replikasi-03	0,4576	0,5459
Replikasi-04	0,4541	0,5418
Replikasi-05	0,4588	0,5473
Replikasi-06	0,4595	0,5481
Replikasi-07	0,4619	0,5510
$\bar{X}$	0,4591	0,5476

Berdasarkan hasil penentuan konsentrasi amoniak yang ditunjukkan pada Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa konsentrasi amoniak berada pada rentang 0,5476 mg/L. Hasil penentuan konsentrasi tersebut menunjukkan bahwa sampel air sungai tidak memenuhi batas keberterimaan baku mutu yang berada pada rentang < 0,5 mg/L menurut Peraturan Pemerintah No. 82 Tahun 2001.

Prinsip pengukuran amoniak dengan metode spektrofotmetri *UV-Visible* secara fenat adalah amoniak bereaksi dengan hipoklorida membentuk monokloroamin, adanya katalis natrium nitroprusida menyebabkan kloramin yang bereaksi dengan larutan fenol membentuk mono kloramin. Mono kloramin bereaksi dengan larutan fenol membentuk biru indofenol. Kompleks inilah yang akan terserap pada panjang gelombang 640 nm (Kalberg, 2000). Natrium

nitroprusida dalam reaksi pembentukan biru indofenol yang berfungsi sebagai katalis yang dapat mempercepat terjadinya reaksi, sedangkan pereaksi yang digunakan adalah larutan fenol. Indofenol yang terbentuk dalam penelitian ini dalam kondisi basa dan berada pada pH 8,5. Hasil tersebut termasuk pada kisaran pH yaitu 8-11,5 sebagai hasil reaksi dari larutan fenol dan larutan hipoklorit dengan amoniak yang menghasilkan warna biru yang dapat diukur absorbansinya (Arfiana, 2012). Reaksi pembentukan biru indofenol dapat dilihat pada Gambar 4.1



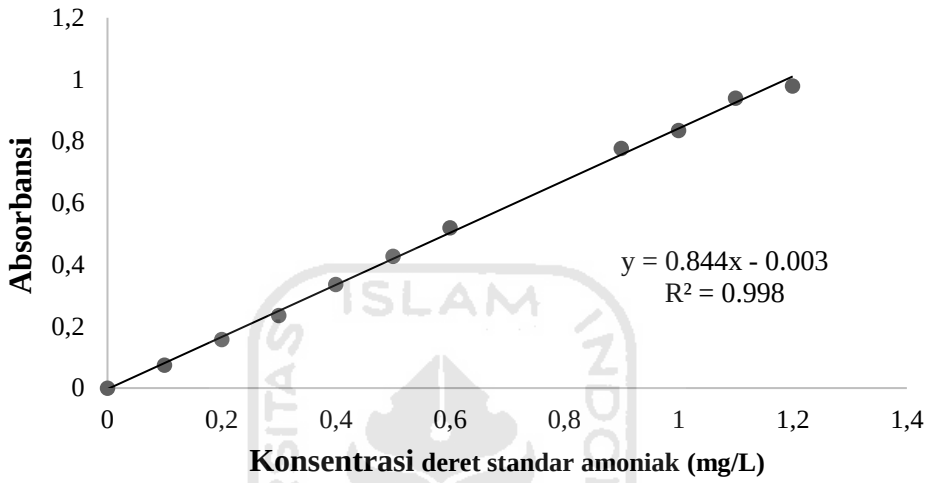
Gambar 4.1 Reaksi Pembentukan Senyawa Biru Indofenol (Duka dan Cullaj, 2010)

4.2 Penentuan Linearitas

Linearitas merupakan kemampuan suatu metode analisis dalam memberikan respon yang proposional terhadap konsentrasi analit yang terdapat dalam sampel (Riyanto, 2014). Penentuan linearitas dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi menggunakan deret standar dengan variasi konsentrasi 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,9; 1; 1,1; dan 1,2 mg/L dari larutan induk besi 1 mg/L dalam labu ukur 100 mL yang ditambahkan larutan fenol, larutan natrium nitroprusida dan larutan pengoksidasi dalam waktu ± 1 jam pada suhu ruang, kemudian diukur absorbansi dari masing-masing deret standar dengan spektrofotometer *uv-visible*

pada panjang gelombang 640 nm, sehingga hasil serapan yang diperoleh dapat dideteksi oleh detektor sebagai absorbansi dari masing-masing deret standar.

Konsentrasi larutan standar berperan sebagai sumbu x sedangkan absorbansi sebagai sumbu y, sehingga kurva kalibrasi larutan standar besi dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Deret Standar Amoniak

Berdasarkan Gambar 4.2 diperoleh persamaan regresi linear y = 0,8443x – 0,0033 dengan koefisien korelasi (r) 0,9991 dan koefisien determinasi (R^2) 0,9982. Menurut SNI 06.6989.30-2005, syarat keberterimaan untuk koefisien korelasi adalah ≥ 0,97 (SNI 06.6989.30-2005) agar suatu pengujian dapat dikatakan valid. Hasil uji linearitas untuk metode konsentrasi amoniak dalam sampel air sungai di Balai Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta menghasilkan nilai koefisien korelasi ≥ 0,97, sehingga memenuhi syarat keberterimaan.

Perbandingan hasil linearitas yang ditemukan pada jurnal pembanding diperoleh hasil persamaan regresi linear y = 1,3715x + 0,0505 dengan koefesien korelasi (r) 0,9983 dan koefesien determinasi (R^2) 0,996 (Apriyanti, dkk, 2013). Berdasarkan hasil tersebut dapat dinyatakan bahwa hasil dari penelitian pada penentuan linearitas dan hasil penelitian pada jurnal pembanding memenuhi syarat keberterimaan untuk koefesien korelasi yaitu ≥ 0,97 menurut SNI 06.6989.30-

2005. Berdasarkan pernyataan tersebut maka dapat dinyatakan bahwa hasil pengujian pada penelitian dan pada jurnal pembanding tersebut valid.

4.3 Penentuan *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantitation* (LOQ)

Menurut Kartasubrata (2008), *limit of detection* (LOD) adalah total terkecil analit dalam sampel yang bisa ditemukan dan masih memberikan respon yang signifikasn dibandingkan dengan blanko dan tetap di bawah keadaan yang disetujui, sedangkan *limit of quantitation* (LOQ) adalah parameter pada analisis renik dan diartikan selaku jumlah terkecil analit dalam sampel yang tetap bisa melengkapi kategori cermat dan seksama (Harmita, 2004). Pengukuran LOD dan LOQ dihitung berdasarkan pada data yang diperoleh dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis linear y = a + bx, sedangkan simpangan baku (standar deviasi) blanko sama dengan simpangan baku residual (Hermita, 2004). Hasil penentuan *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ) yang disajikan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.2 Hasil Penentuan LOD dan LOQ

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (Yi)	Yc	Yi-Yc	$(Yi-Yc)^2$
0,0	0,0000	-0,0033	0,0033	0,00001
0,1	0,0751	0,0811	-0,0060	0,00004
0,2	0,1573	0,1656	-0,0083	0,00007
0,3	0,2352	0,2500	-0,0148	0,00022
0,4	0,3365	0,3344	0,0021	0,00000
0,5	0,4277	0,4189	0,0089	0,00008
0,6	0,5200	0,5033	0,0167	0,00028
0,9	0,7765	0,7566	0,0199	0,00040
1,0	0,8352	0,8410	-0,0058	0,00003
1,1	0,9398	0,9254	0,0144	0,00021
1,2	0,9793	1,0099	-0,0306	0,00093
			Jumlah	0,0023

Berdasarkan Tabel 4.2 diperoleh nilai Sy/x sebesar 0,0159 dengan nilai *limit of detection* (LOD) yang diperoleh yaitu sebesar 0,0564 mg/L dan nilai *limit of quantitation* (LOQ) sebesar 0,1880 mg/L. Nilai *limit of detection* (LOD) menujukkan konsentrasi terkecil analit yang dapat terbaca secara kualitatif pada cara yang digunakan yang artinya *limit of detection* (LOD) harus berada dibawah konsentrasi dari deret standar terkecil, karena apabila konsentrasi dari deret standar terkecil berada dibawah nilai *limit of detection* (LOD), maka dapat dikatakan bahwa metode yang digunakan tidak cocok untuk digunakan dalam analisis yang diinginkan, sedangkan nilai *limit of quantitation* (LOQ) menujukkan kuantitas terkecil dari data yang dihasilkan untuk memperoleh presisi dan akurasi yang baik.

Perbandingan hasil *limit of quantitation* (LOQ) yang ditemukan pada jurnal pembanding diperoleh hasil sebesar 0,015 mg/L (Apriyanti, dkk, 2013). Berdasarkan hasil tersebut dapat dinyatakan bahwa hasil dari penelitian pada penentuan LOQ dan hasil penelitian pada jurnal pembanding dapat dinyatakan bahwa nilai tersebut merupakan nilai analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur dengan akurat dan presisi oleh instrumen.

4.4 Penentuan Presisi

Presisi merupakan ketelitian atau derajat seberapa jauh pengulangan analisis memberikan data yang sama, presisi atau ketelitian diukur dengan menggunakan standar deviasi (SD) dari data yang diterima dam dihitung nilai *relative standard deviation* (RSD) atau koefesien keragaman (*coefficient of varians*) (Dhyana P, Sudita P, 2013).

Penentuan konsentrasi amoniak (NH_3) pada sampel air sungai dilakukan uji presisi. Nilai presisi dihitungsn menggunakan simpangan baku (standar deviasi) untuk menghasilkan *Relative Standard Deviasion* (RSD). Kriteria seksaman diserahkan apabila cara menyerahkan nilai %RSD <2%, karena semakin kecil simpangan baku yang diperoleh maka semakin kecil pula nilai koefisien variasinya (Riyadi, 2009). Perhitungan r*elative percent different* (RPD)

kategoti bersama diserahkan apabila cara menyerahkan nilai % RPD < 5-10%. Hasil nilai presisi pada pengulangan uji CRM dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Nilai Presisi Pengulangan Uji CRM

Pengulangan	Analis 1 (mg/L)
1	0,5421
2	0,5572
3	0,5459
4	0,5417
5	0,5473
6	0,5481
7	0,5510
Rerata	0,5476

Berdasarkan pada Tabel 4.3 menunjukkan bahwa metode uji yang digunakan pada verifikasi metode penentuan konsentrasi amoniak (NH_3) pada sampel air sungai dengan menggunakan spektrofotometri *UV-Visible* memenuhi syarat nilai % RSD ≥ 2% yaitu sebesar 0,98%, sehingga cara analisis yang digunakan mempunyai nilai presisi yang baik. Nilai presisi dapat memberikan informasi bahwa metode tersebut dapat digunakan sebagai metode untuk pengujian mutu laboratorium.

Perbandingan hasil presisi yang ditemukan pada jurnal pembanding diperoleh hasil sebesar 0,18% (Apriyanti, dkk, 2013). Berdasarkan hasil tersebut dapat dinyatakan bahwa hasil dari penelitian pada penentuan presisi dan hasil penelitian pada jurnal pembanding memenuhi syarat keberterimaan atau presisi memiliki ketelitian yang baik.

4.5 Penentuan Repetabilitas dan Reprodusibilitas

4.5.1 Repetabilitas

Repeatabilitas (*Repeatability*) merupakan pengulangan pengujian dengan tujuan untuk menentukan homogenitas nilai hasil pengujian dengan contoh uji

yang sama dari seorang analis dan menggunakan metode pengujian serta peralatan yang sama dalam waktu yang sesingkat mungkin. Uji repeatabilitas juga dapat digunakan untuk melihat konsistensi analis, kestabilan peralatan ukur dan kesesuaian metode pengujian terhadap sampel uji. Larutan standar yang digunakan didapatkan dari pengenceran larutan induk amoniak yang bersertifikat atau disebut juga *certified reference material* (CRM). Berikut ini merupakan hasil dari penentuan repeatabilitas pengujian amoniak pada sampel air sungai secara spektrofotometri *UV-Visible* dapat dilihat pada Tabel 4.4.

4.5.2 Reprodusibilitas

Reprodusibilitas (*Reproducibility*) merupakan pengulangan pengujian terhadap contoh uji dengan metode uji yang sama dalam suatu laboratorium hanya berbeda peralatan, berbeda analis dan berbeda waktu. Reprodusibilitas adalah penentuan presisi yang sangat berguna bagi laboratorium karena tingkat presisi memberikan keragaman hasil pengujian yang dapat dicapai oleh laboratorium. Hasil penentuan Reprodusibilitas pada air sungai dapat dilihat pada Tabel 4.5

Tabel 4.4 Hasil Penentuan Repetabilitas dan Reprodusibilitas

Pengulangan	Analis 1 (mg/L)	Analis 2 (mg/L)
1	0,5421	0,5456
2	0,5572	0,5509
3	0,5459	0,5462
4	0,5417	0,5674
5	0,5473	0,5506
6	0,5481	0,5564
7	0,5510	0,5500

Berdasarkan Tabel 4.4 nilai repetabilitas dan reprodusibilitas diperoleh dengan mengukur konsentrasi *certified reference material* (CRM) amoniak sebanyak 7 (tujuh) kali pengulangan pada hari yang sama (analis pertama) dan hari yang berbeda (analis kedua). Hasil dari uji presisi repeatabillitas dan reprodusibilitas dapat dilihat pada Tabel 4.5 sebagai berikut:

Tabel 4.5 Batas Keberterimaan Repetabilitas dan Reprodusibilitas

Parameter	**Analis 1**	**Analis 2**
Rerata	0,5476	0,5524
Standar Deviasi (SD)	0,0054	0,0075
%RSD	0,9777	1,3564
Horwitz value	17,5180	17,4948
1/2 CV Horwitz	8,7590	8,7474
Repetabilitas 10 Maret 2020 (Analis 1)		
%RSD ≤ 1/2 CV Horwitz	0,9777 < 8,7590	
Repetabilitas 11 Maret 2020 (Analis 2)		
%RSD ≤ 1/2 CV Horwitz	1,3564 < 8,7474	
Repetabilitas	**Diterima**	
Grand mean	0,5500	
Standar Deviasi (SD)	0,0067	
%RSD	1,2254	
Nilai Horwitz	17,5064	
2/3 CV Horwitz	11,7293	
Reprodusibilitas :		
%RSD ≤ 2/3 CV Horwitz	1,2254 < 11,7293	
Reprodusibilitas	**Diterima**	

Berdasarkan Tabel 4.5 uji repetabilitas dapat diterima karena hasil yang diperoleh telah memenuhi persyaratan yaitu pada analis pertama % RSD ≤ 0.5 nilai CV Horwitz yaitu sebesar 0,9777 ≤ 8,7590, pada pengujian reprodusibilitas dapat diterima karena hasil yang diperoleh telah memenuhi syarat yaitu % RSD ≤ 0.67 nilai CV Horwitz yaitu sebesar 1,2254 ≤ 11,7293, sehingga uji repeatabilitas dan reprodusibilitas menunjukkan bahwa metode yang digunakan dapat dinyatakan memiliki presisi yang baik.

Perbandingan hasil repetabilitas yang ditemukan pada jurnal pembanding adalah % RSD ≤ 0.5 nilai CV Horwitz yaitu sebesar 12,19 ≤ 15,93 sedangkan reprodusibilitas yaitu % RSD ≤ 0.67 nilai CV Horwitz yaitu sebesar 8,0010 ≤ 21,9528 (Apriyanti, dkk, 2013). Berdasarkan hasil tersebut dapat dinyatakan bahwa hasil dari penelitian dan hasil pada jurnal pembanding dapat diterima

karena memenuhi syarat keberterimaan untuk repetabilitas yaitu tidak boleh melebihi batasan presisi yang dirumuskan oleh persamaan modifikasi Dr. William Horwitz (16% dan 15%), sedangkan untuk reprodusibilitas dapat diterima karena tidak melebihi batasan presisi yang dirumuskan oleh persamaan modifikasi Dr. William Horwitz (21,5% dan 20,5%).

4.5.3 Penentuan Akurasi (% Recovery)

Akurasi suatu metode analisis merupakan kedekatan nilai hasil uji yang diperoleh dengan prosedur tersebut dari harga yang sebenarnya. Kecermatan menggambarkan kesalahan sistematik dari suatu hasil pengukuran dan kesalahan sistematik berasal dari pengaruh-pengaruh yang dapat diketahui dengan pasti serta bersifat konstan. Sumber kesalahan bisa dari kelembaban, bahan referensi ketidakpastian yang diberikan oleh sertifikat, metode analisis dan lain-lain (Sumardi, 2005). Agar mendapatkan suatu ketelitian yang tinggi, bisa dilaksanakan dengan metode mengurangi galat sistematik tersebut layaknya menggunakan peralatan yang sudah dikalibrasi, peraksi dan pelarut yang baik., pengontrolan suhu dan sesuai prosedur (Gandjar dan Rohman, 2007).

Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*% recovery*) analit yang ditambahkan. Rentang *% recovery* analit sesuai SNI 06-6989-30-2005 yaitu 85 – 115 %. Hasil *% recovery* dapat dilihat pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Hasil *% Recovery*

Pengulangan	Hasil (mg/L)	% Recovery (%)
1	0,1827	90,0
2	0,1471	94,6
3	0,1644	103,9
4	0,1406	87,7
5	0,1386	92,5
6	0,1561	92,9
7	0,1583	94,7
Rerata	0,1554	93,8

Berdasarkan Tabel 4.6 nilai *% recovery* yang diperoleh sebesar 93,8 %, dengan batas rentang keberterimaan sebesar 85 – 115 %, sehingga nilai *% recovery* yang didapat masuk dalam rentang keberterimaan yang berarti dapat

diartikan cara yang dipakai mempunyai akurasi yang baik. Data hasil verifikasi metode memperlihatkan bahwa cara pengujian konsentrasi amoniak (NH_3) secara Spektrofotometri *UV-Visible* dapat digunakan sebagai alat uji di Balai Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta.

Perbandingan hasil *% recovery* yang ditemukan pada jurnal pembanding diperoleh hasil sebesar 99,6% (Apriyanti, dkk, 2013). Berdasarkan hasil tersebut dapat dinyatakan bahwa hasil dari penelitian pada penentuan *% recovery* dan hasil penelitian pada jurnal pembanding memenuhi syarat keberterimaan yaitu 85 – 115% menurut SNI 06.6989.30-2005. Berdasarkan pernyataan tersebut maka dapat dinyatakan bahwa hasil pengujian pada penelitian dan pada jurnal pembanding tersebut valid.

4.5.4 Penentuan *Instrumental Detection Limit* (IDL)

Instrumental detection limit (IDL) menggambarkan suatu kemungkinan hasil terhadap suatu analit yang dinyatakan ada tapi sesungguhnya analit itu tidak ada. Pengukuran IDL dilakukan dengan mengukur air suling dan blanko. Tujuan penentuan IDL ini berfungsi untuk mengukur MDL dengan metode hasil akhir dari absorbansi air suling dan blanko diciptakan rata-rata, selanjutnya dicari simpangan baku (standar deviasi). Mencari kuantitas IDL yakni 1,645 kali dengan standar deviasinya, hal itu berfungsi agar nilai MDL dalam penentuan MDL yakni hasil IDL dikalikan 4 (empat) dapat ditentukan. Penentuan IDL dapat dilihat pada Tabel 4.7 sebagai berikut:

Tabel 4.7 Penentuan *Instrumental detection limit* (IDL) air sungai

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
Blk-1	0,0000	0,0039
Blk-2	0,0001	0,0040
Blk-3	0,0001	0,0040
Blk-4	0,0012	0,0051
Blk-5	0,0000	0,0039
Blk-6	0,0000	0,0039
Blk-7	-0,0005	0,0034
Rerata		0,0040

Berdasarkan Tabel 4.7 nilai *Instrumental detection limit* (IDL) menunjukan bahwa instrumen Spektrofotometer *UV-Visible* UV-1800 yang digunakan di laboratorium DLHK dapat mendeteksi konsentrasi terendah dalam metode penentuan amonia sebesar 0,0008 mg/L dan dapat dipercaya sebagai sinyal alat terhadap analit.

Perbandingan hasil IDL yang ditemukan pada jurnal pembanding diperoleh hasil sebesar 0,0023 menggunakan instrumen Spektrofotometer *UV-Visible* U-3010 (Apriyanti, dkk, 2013). Berdasarkan hasil tersebut dapat dinyatakan bahwa hasil dari penelitian pada penentuan IDL dan hasil penelitian pada jurnal pembanding dapat dipercaya sebagai sinyal alat terhadap analit, namun jika konsentrasi tidak lebih dari hasil yang diperoleh maka sinyal tersebut tidak dipercaya dari analit melainkan dari *noise* atau gangguan.

4.5.5 Penentuan *Method Detection Limit* (MDL)

Method detection limit (MDL) merupakan konsentrasi analit yang ditentukan sesuai tahapan metode pengujian secara menyeluruh sehingga menghasilkan *signal* dengan tingkat kepercayaan 99% bahwa *signal* tersebut berbeda dengan blanko. Penentuan MDL dapat dilakukan dengan menyiapkan sampel dan analit (*spike*), pengujian ini dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan. Nilai MDL dinyatakan dengan hasil kali nilai *students* (t) untuk 7 kali pengulangan pada tingkat kepercayaan 99% terhadap simpangan baku (standar deviasi). Syarat keberterimaan MDL adalah MDL < konsentrasi spike < 10 MDL (Hadi, 2007). Hasil batas keberterimaan MDL dilihat pada Tabel 4.8 sebagai berikut:

Tabel 4.8 Batas Keberterimaan MDL

Batas keberterimaan						
1. MDL<konsentrasi spike<10 MDL	0,0038	<	0,0080	<	0,0380	Diterima
2. Signal/Noise (S/N) berkisar 2,5-10			10			Diterima
3. %RSD ≤10%			9,997			Diterima
4. %R = 100% ± 15%			101,8			Diterima

Berdasarkan Tabel 4.8 batas keberterimaan MDL yang diperoleh dapat diterima karena hasil perhitungann MDL sebesar 0,0038 mg/L lebih kecil dari pada konsentrasi analit yang ditambahkkan sebesar 0,0080 mg/L tetapi lebih besar 10% dari nilai konsentrasi analit yang ditambahkan sebesar 0,0380 mg/L.

Perbandingan hasil MDL yang ditemukan pada jurnal pembanding menggunakan syarat keberterimaan 10% spike < MDL < *spike* yaitu sebesar 0,001 < 0,005 < 0,01 (Apriyanti, dkk, 2013). Berdasarkan Peraturan Pemerintah nomor 82 Tahun 2001 baku mutu untuk senyawa amoniak adalah 0,5 mg/L, hasil tersebut dapat dinyatakan bahwa hasil dari penelitian pada penentuan MDL dan hasil penelitian pada jurnal pembanding dapat diterima karena lebih kecil dari baku mutu.

4.6 Penentuan Estimasi Ketidakpastian

4.6.1 Penentuan Rumus Utama

Rumus utama dalam penentuan konsentrasi amoniak menggunakan spektrofotometer *UV-Visible* yang mengacu pada SNI 06-6989.30:2005 adalah sebagai berikut:

1. Penentuan konsentrasi amoniak dalam sampel air sungai

   Penentuan konsentrasi amoniak dilakkukan dengan menggunakan persamaan yang diperolah dari kurva kalibrasi, yaitu $y = ax \pm b$ dengan memasukkan absorbansi dari sampel sebagai (y), sehingga diperolah konsentrasi amoniak dalam sampel air sungai (x).
2. Pembuatan larutan standar

   Larutan standar amoniak dibuat dari larutan induk amoniak 1000 mg/L dengan memipet 10 mL kedalam labu ukur 100 mL, sehingga diperoleh larutan standar NH_3 100 mg/L, kemudian larutan standar amoniak dipipet sebanyak 10 mL kedalam labu ukur 100 mL dan didapatkan larutan standar amoniak 10 mg/L, selanjutnya larutan standar amoniak dipipet sebanyak 10 mL kedalam labu ukur 100 mL dan didapatkan larutan standar amoniak 1 mg/L. Larutan deret standar amoniak dibuat dari larutan standar amoniak dengan cara

memipet sebanyak 2,5; 5; 7,5; 10; 12,5; 15; 22,5; 25; 2,75; dan 3 mL, sehingga diperoleh larutan deret standar 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,9; 1; 1,1; dan 1,2 mg/L.

3. Penentuan akurasi (%*Recovery*)

Akurasi (%*Recovery*) ditentukan dengan tiga komponen utama, yaitu konsentrasi sampel, konsentrasi spike dan konsentrasi target dengan rumus sebagai berikut :

(1) Rumus penentuan konsentrasi sampel dan spike

$$X = \frac{Y \pm B}{A} \quad \textbf{1.1}$$

Keterangan :

X : konsentrasi sampel atau spike (mg/L)

Y : absorbansi

B : intersep

A : slope

1) Rumus penentuan konsentrasi target

$$X = \frac{C_{standar} + V_{standar}}{V_{total}} \quad \textbf{1.2}$$

Keterangan :

X : Konsentrasi target (mg/L)

$C_{standar}$: Konsentrasi standar yang ditambahkan (mg/L)

$V_{standar}$: Volume standar yang ditambahkan (mL)

V_{total} : Volume labu ukur (mL)

2) Rumus penentuan akurasi (%*Recovery*)

$$\%Recovery = \frac{C_{sampel} + C_{spike}}{C_{target}} \quad \textbf{1.3}$$

Keterangan :

%*R*ecovery : nilai %*Recovery* (%)

C_{sampel} : konsentrasi sampel (mg/L)

C_{spike} : konsentrasi spike (mg/L)

C_{target} : konsentrasi target (mg/L)

4. Penentuan Presisi

Presisi ditentukan dengan menghitung standar dari konsentrasi sampel lalu dibagi dengan rata-rata konsentrasi sampel yang dihasilkan. Rumus penentuan presisi adalah sebagai berikut :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(xi - \bar{x})^2}{n-1}} \quad \textbf{1.4}$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \quad \textbf{1.5}$$

Keterangan :

SD : standar deviasi (mg/L)

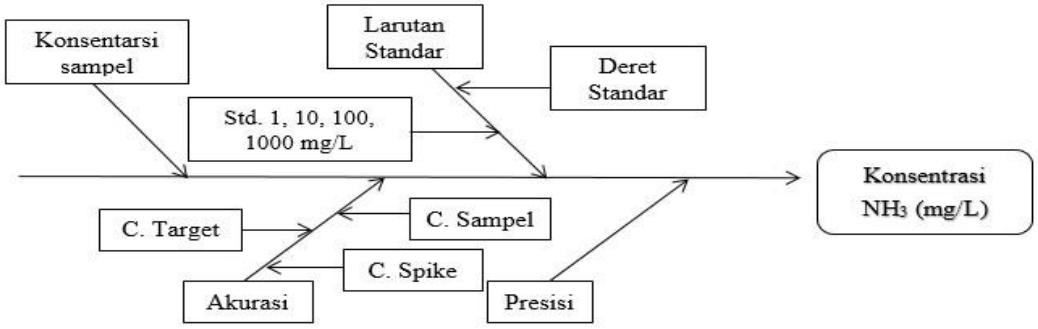
X_i : konsentrasi sampel (mg/L)

$\bar{\bar{X}}$: konsentrasi rata-rata sampel (mg/L)

N : jumlah sampel

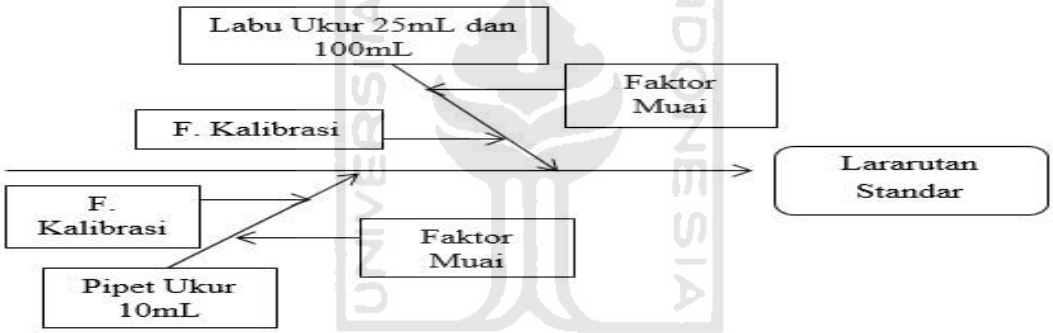
4.7 Pembuatan Diagram Tulang Ikan

Nilai ketidakpastian diperoleh melalui penentuan konsentrasi amoniak total dalam sampel melalui persamaan regresi linear yang diperoleh dari kurva kalibrasi larutan deret standar amoniak, langkah selanjutnya yang dilakukan setelah menentukan rumus utama adalah membuat diagram tulang ikan, diagram tulang ikan berisi komponen-komponen yang memungkinkan menjadi penyumbang ketidakpastian selama proses penentuan konsentrasi amoniak. Diagram tulang ikan dibuat untuk setiap rumus utama, yaitu dengan penentuan konsentrasi amoniak dalam sampel air sungai, pembuatan larutan standar dan larutan deret standar amoniak, serta penentuan akurasi (% *Recovery*). Diagram tulang ikan penentuan konsentrasi amoniak dalam sampel air sungai ditunjukkan pada Gambar 4.3

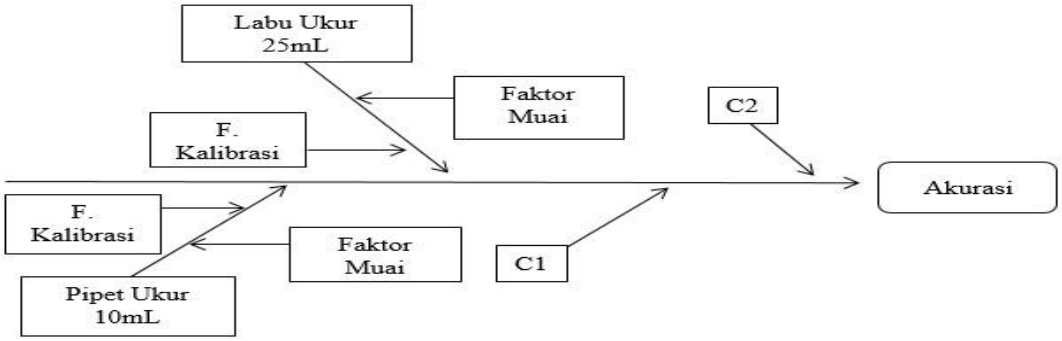


Gambar 4.3 Diagram Tulang Ikan Penentuan Konsentrasi Amoniak

Berdasarkan Gambar 4.3 ditunjukkan bahwa komponen penyusun pada diagram tulang ikan penentuan konsentrasi amoniak dalam sampel air sungai adalah konsentrasi sampel yang didapatkan dari kurva kalibrasi, pembuatan larutan standar, akurasi dan presisim yang kemudian diterangkan pada Gambar 4.4 dan Gambar 4.5.



Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan Pembuatan Larutan Standar Amoniak



Gambar 4.5 Diagram Tulang Ikan Penentuan Akurasi

4.8 Penentuan Estimasi Ketidakpastian Masing-Masing Komponen

Ketidakpastian dari masing-masing komponen ditentukan berdasarkan sumbernya, misalkan untuk komponen yang berasal dari alat ukur berupa alat gela, maka yang ditentukan adalah ketidakpastian faktor muai dan ketidakpastian faktor kalibrasi dan faktor muai dengan rumus sebagai berikut :

$$\mu kalibrasi = \frac{s}{k}$$

$$\mu\text{muai} = \frac{Volume\ labu\ x\ \Delta T\ x \propto}{k} \qquad \textbf{1.6}$$

Keterangan :

S : nilai ketidakpastian dari alat

K : ketetapan, ($\sqrt{3}$) untuk faktor kalibrasi dan ($\sqrt{3}$ untuk faktor muai

V : volume alat ukur yang digunakan (mL)

ΔT : selisih antara suhu ruang dengan suhu pada alat ($°C$)

A : 2,1 x 10^{-4}

4.9 Penentuan Estimasi Ketidakpastian Gabungan

Ketidakpastian gabungan ditentukan melalui penggabungan ketidakpastian masing-masing komponen dengan rumus sebagai berikut :

$$\frac{\mu X}{X\ NH_3} = \sqrt{\left(\frac{\mu A}{A}\right)^A + \left(\frac{\mu B}{B}\right)^2 + \left(\frac{\mu C}{C}\right)^2 + \left(\frac{\mu n}{n}\right)^2} \qquad \textbf{1.7}$$

Keterangan :

Mx : ketidakpastian konsentrasi (asal tulang utama)

X NH_3 : ketidakpastian konsentrasi amoniak (asal kurva kalibrasi)

: ketidakpastian tiap komponen

S-n : nilai tiap komponen (massa, volume, dll)

4.10 Penentuan Ketidakpastian Diperluas

Nilai ketidakpastian diperluas merupakan hasil yang diperoleh dari nilai ketidakpastian gabungan dikalikan dengan selang kepercayaan. Nilai selang

kepercayaan yang seing digunakan dalam menentukan ketidakpastian diperluas adalah selang kepercayaan 95% (k=2) dan selang kepercayaan 99% (k=3).

4.11 Penentuan Kontribusi Penyumbang Ketidakpastian

Penyumbang kontribusi ketidakpastian ditentukan dalam % kontribusi yang bertujuan untuk mengetahui komponen yang memiliki kontribusi paling besar dalam menyumbangkan nilai ketidakpastian, pengukuran kontribusi penyumbang ketidakpastian dapat dilihat pada Tabel 4.9

Tabel 4.9 Kontribusi Penyumbang Ketidakpastian Pengukuran

Sumber	Nilai (x)	Satuan	µx	$(\mu x/x)^2$	%Kontribusi
Konsentrasi NH_3	0,5476	mg/L	0,0091	0,0002	6,71
Labu ukur	25	mL	0,0265	$1,1236 \times 10^{-6}$	0,03
Labu ukur	100	mL	0,0837	$7,0057 \times 10^{-7}$	0,02
Pipet ukur	10	mL	0,0283	$8,0089 \times 10^{-6}$	0,19
Standar	100	mg/L	0,295	$8,7025 \times 10^{-6}$	0,21
Standar	10	mg/L	0,0295	$8,7025 \times 10^{-6}$	0,21
Standar	1	mg/L	0,003	9×10^{-6}	0,22
Deret standar	0,57	mg/L	0,0017	$8,895 \times 10^{-6}$	0,22
Presisi	0,5476	mg/L	0,00004	$5,3357 \times 10^{-9}$	0,0001
Akurasi	93,8	%	5,78	0,0037	92,20

Keterangan :

x : nilai konsentrasi, volume dan lain-lain

µx : nilai ketidakpastian yang didapat

Berdasarkan Tabel 4.9 dapat dilihat bahwa yang memiliki kontribusi penyumbang kesalahan terbesar adalah konsentrasi sampel dan akurasi, yaitu sebesar 6,71 % dan 92,20 %. Kedua komponen ini memiliki kontribusi yang besar karena memiliki banyak faktor penyumbang ketidakpastian, seperti absorbansi dari standar dan sampel, slope dan rumus penentuannya.

Perbandingan hasil estimasi ketidakpastian pengukuran yang ditemukan pada jurnal pembanding pada pengukuran rhodamin B menggunakan dua variasi pelarut yaitu pelarut metanol dan etanol, kontribusi terbesar estimasi

ketidakpastian terdapat pada labu ukur 25 mL dan pipet ukur 10 mL, dimana volume pipet ukur dan labu ukur memberikan kontribusi masing-masing 18% untuk penggunaan pelarut metanol dan 14% untuk penggunaan pelarut etanol (Yuli rohyami, dkk, 2018). Berdasarkan hasil tersebut dapat dinyatakan bahwa hasil penelitian pada jurnal pembanding menunjukkan bahwa pemilihan alat ukur volumetrik dapat berpengaruh terhadap sumber kesalahan dalam pengujian kimia.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil Praktik Kerja Lapangan yang telah dilaksanakan di Balai Laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta dapat disimpulkan bahwa :

1. Kandungan amoniak (NH_3) dalam sampel air sungai untuk sampel 1, 2, 3, 4, 5, 6 dan tujuh secara berturut-turut adalah 0,5421; 0,5572; 0,5459; 0,5417; 0,5473; 0,5481 dan 0,5510 mg/L dengan nilai estimasi ketidakpastian sebesar ± 0,07 mg/L.
2. Hasil verifikasi yang telah dilakukan dapat dinyatakan bahwa metode SNI 06.6989.30-2005 yang digunakan pada penentuan kandungan amoniak secara Spektrofotometer *UV-Visible* dapat digunakan dengan rutin di Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Yogyakarta karena memiliki nilai parameter verifikasi yang masuk dalam nilai kriteria keberterimaan dari masing-masing parameter.

DAFTAR PUSTAKA

Appl, M., 1999, *Amoniak : Priciples and Industrial Practice*, *Wiley-VCH*, Weinheim, pp. 221- 235.

Asdak, Chay., 2010, *Hidrologi dan Pengelolaan Daerah Air Sungai: Edisi Revisi Kelima*, Yogyakarta: Gadjah Mada University Press Yogyakarta.

Azizah, Mia, dan Humairoh, Mira, 2015, Analisis Konsentrasi Amoniak (NH3) dalam Air Sungai Cileungsi, *Jurnal Nusa Sylva*., Vol. 15, 47-54.

Apriyanti Dyah, Santi Indria Vera, Siregar Inayati Dian Yusraini, 2013, Pengkajian Metode Analisis Amonia dalam Air dengan Metode *Salicylate Test Kit* , *Jurnal Ecolab*, Vol. 7, 49-108.

Badan Pusat Statistik. 2019, Pertumbuhan Penduduk Daerah Istimewa Yogyakarta 2010 hingga 2019.

Bridgen, K dan Stringer, R, 2000, *Ammonia and Urea Production : Incidents of Ammonia Release from The Profertil Urea and Ammonia Facility, Bahia Blanca, Argentina, Greenpeace Research Laboratories*, UK: Departement of Biological Science University of Exeter.

Day, R.A., A.L. Underwood, 1998, *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam.* Terjemahan oleh A.H. Pudjaatmaka. Jakarta: Erlangga.

Diana Hendrawan, 2005, Kualitas Air Sungai dan Situ di DKI Jakarta, Jurnal Makara, *Teknologi*, 9(1), 13-19.

Duka, S. and Cullaj, A. 2010, An Optimal Procedure For Ammonia Nitrogen Analysis in Natural Water Using Indophenol Blue Method, *Nature Montenegrina*, 9 (3) : 743-751.

Effendi, H, 2003, *Telaah Kualitas Air bagi Pengelolaan Sumber daya dan Lingkungan Perairan*, Yogyakarta: Penerbit Kanisnus.

Etik, Yuliastuti., 2011, Kajian Kualitas Air Sungai Ngringo Karanganyar dalam Upaya Pengendalian Pencemaran Air, *Tesis*, Program Magister Ilmu Lingkungan, Semarang : Universitas Diponegoro.

Gandjar, G.H., Rohman, A., 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

Hadi, Anwar 2007, *Pemahaman dan Penerapan ISO/IEC 17025: 2005*, Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama.

Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol 3, No 1, hal 117-135.

Helwandi Rizki Ika, 2016, Validasi Metode Spektrofotometri Uv-Vis Analisis Tiga Panjang Gel Untuk Penetapan Konsentrasi Tablet Prednison yang Mengandung Zat Pewarna, *Skripsi*, Fakultas Farmasi, Surabaya : Universitas Airlangga.

Iga Sri Dhayana, NP Agustini, I GP Sudita P. 2013, Akurasi dan Presisi Hasil Analisis Konsentrasi Protein Terlarut Ikan Tuna. Volume 10 no. 2. Hlm 120 -125.

Kartasubrata, J. (2008). *Validasi Metode dalam Materi Seminar*, Bandung : LIPI.

Kementrian Lingkungan Hidup, 2010.

Keraf, A. Sonny. 2010, *Krisis Dan Bencana Lingkungan Hidup Global*, Yogyakarta: Kanisius.

Komarawidjaja, W., S. Sukimin, E. Arman, 2005, Status Kualitas Air Waduk Cirata dan Dampaknya Terhadap Pertumbuhan Ikan Budidaya. Jurnal Teknik Lingkungan P3TL-BPPT. 6(1) : 268-273

Kusumaningtyas, Sumarno Dedi dan Purnama Puji, 2016, Estimasi Ketidakpastian Pengukuran dalam Metode Penentuan Fosfat (P-PO4) Secara Spektrofotometri. *BTL*, Vol. 14. No.1. 1-8. 2541-2450.

Miller, J. C. dan J. N. Miller. 1991. *Statistika Untuk Kimia Analitik*, DIterjemahkan Suros, Bandung: ITB.

Mulja, M., dan Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*, Surabaya: Airlangga University Press.

Murti, R. Setiya dan C. Maria H.P, 2014, Optimasi Waktu Reaksi Pembentukan Kompleks Indofenol Biru Stabil Pada Uji N-Amoniak Air Limbah Industri Penyamakan Kulit Dengan Metode Fenat. *Majalah Kulit, Karet, dan Plastik*, Vol.30 No.1, 29-34.

Peraturan Pemerintah Gubernur Daerah Istimewa Yogyakarta. 2008. *Baku Mutu Air*. Yogyakarta

Pramono, Ujang. 2014, *Estimasi Ketidakpastian Pengukuran*, Tangerang: BMD Street Consulting.

Republik Indonesia, 2001. Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 Tentang Kualitas dan Pengendalian Pencemaran Air, Jakarta: Republik Indonesia.

Romadhani Hanif, 2016, Validasi Metode Penetapan, *Skripsi*, Fakultas Farmasi,

Purwokerto : Universitas Muhammadiyah Purwokerto.

Riyadi, Slamet, 1984, *Pencemaran Air, Seri Lingkungan Dasar-dasar dan Pokok-Pokok Penanggulangan*, Surabaya: Karya Anda.

Riyadi, W, 2009, Validasi Metode Analisis, http://www.chem-is-try.org/artikel_kimia/kimia_analisis /validasi-metode-analisis, diakses pada tanggal 26 April 2020, pukul 14.20.

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

Rohman, Abdul, 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

Ratnawati, Sumarno, Nugroho Amin, 2010, Konversi Elektrokimia Amonia Menjadi Hidrogen, *TEKNIK*, Vol. 31, No. 2, 98-101, 0852- 1697.

Rohyami Yuli, Ratri Indah Putri Hartiwi, Wihyarti, 2018, Validasi Metode Penentuan Rhodamin B dalam Contoh Saos secara Spektrofotometri UV-Vis dengan Dua Variasi Pelarut, *Ind. J. Chem. Anal*, Vol. 01, No 01, 20-28.

Sihaloho, T, M. 2009, Strategi Pengembangan Agribisnis Kopi di Kabupaten Humbang Hasundutan Sumatera Utara, *Skripsi*, Bogor: Institut Pertanian Bogor.

Skoog, D.A and D.M. WEST. 1971, Principles of Instrumental analysis. Holt, Rinnehart and Winston, Inc., New York.

SNI (Standar Nasional Indonesia). *Cara Uji Konsentrasi Amoniak dengan Spektrofotometer secara Fenat*, 06-6989-30-2005.

Sumardi, 2005, Tinjauan Umum Validasi Metode Analisis, Bandung: Pusat Penelitian Kimia (LIPI).

Sunardi. 2008, *Kimia Bilingual SMA Kelas XI*., Bandung : Yrama Widya.

Tunning S Susanna dan Supriyanto C. 2010, Estimasi Ketidakpastian Hasil Pengujian Cu, Cr, dan Fe Dalam Contoh Sedimen Dengan Metode F-AAS, Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan, 0216-3128.

Yudo Satmoko, 2010, Kondisi Kualitas Air Sungai Ciliwung Di Wilayah DKI Jakarta Ditinjau Dari Parameter Organik, Amoniak, Fosfat, Deterjen dan Bakteri Coli, Vol 6, No. 1.

LAMPIRAN

Lampiran 1.

Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan Standar NH_3 100 mg/L

Volume yang diambil dari larutan standar 1000 mg/L yaitu

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 1000$ mg/L $= 100$ mL $\times 100$ mg/L

$V_1 = 10$ mL

2. Pembuatan Larutan Standar NH_3 10 mg/L

Volume yang diambil dari larutan induk 100 mg/L yaitu

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 100$ mg/L $= 100$ mL $\times 10$ mg/L

$V_1 = 10$ mL

3. Pembuatan Larutan Standar NH_3 1 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 10$ mg/L $= 100$ mL $\times 1$ mg/L

$V_1 = 10$ mL

4. Pembuatan Deret Standar

a) Larutan standar NH_3 0 mg/L dari larutan kerja 1 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 1$ mg/L $= 25$ mL $\times 0$ mg/L

$V_1 = 0$ mL

b) Larutan standar NH_3 0,1 mg/L dari larutan kerja 1 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 1$ mg/L $= 25$ mL $\times 0{,}1$ mg/L

$V_1 = 2{,}5$ mL

c) Larutan standar NH_3 0,2 mg/L dari larutan kerja 1 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 1$ mg/L $= 25$ mL $\times 0{,}2$ mg/L

V_1 = 5 mL

d) Larutan standar NH_3 0,3 mg/L dari larutan kerja 1 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 1$ mg/L = 25 mL x 0,3 mg/L

V_1 = 7,5 mL

e) Larutan standar NH_3 0,4 mg/L dari larutan kerja 1 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 1$ mg/L = 25 mL x 0,4 mg/L

V_1 = 10 mL

f) Larutan standar NH_3 0,5 mg/L dari larutan kerja 1 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 1$ mg/L = 25 mL x 0,5 mg/L

V_1 = 12,5 mL

g) Larutan standar NH_3 0,6 mg/L dari larutan kerja 1 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 1$ mg/L = 25 mL x 0,6 mg/L

V_1 = 15 mL

h) Larutan standar NH_3 0,9 mg/L dari larutan kerja 1 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 1$ mg/L = 25 mL x 0,9 mg/L

V_1 = 22,5 mL

i) Larutan standar NH_3 1 mg/L dari larutan kerja 1 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 1$ mg/L = 25 mL x 1 mg/L

V_1 = 25 mL

j) Larutan standar NH_3 1,1 mg/L dari larutan kerja 10 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 10$ mg/L = 25 mL x 1,1 mg/L

V_1 = 2,75 mL

k) Larutan standar NH_3 1,2 mg/L dari larutan kerja 10 mg/L

$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$

$V_1 \times 10$ mg/L = 25 mL x 1,2 mg/L

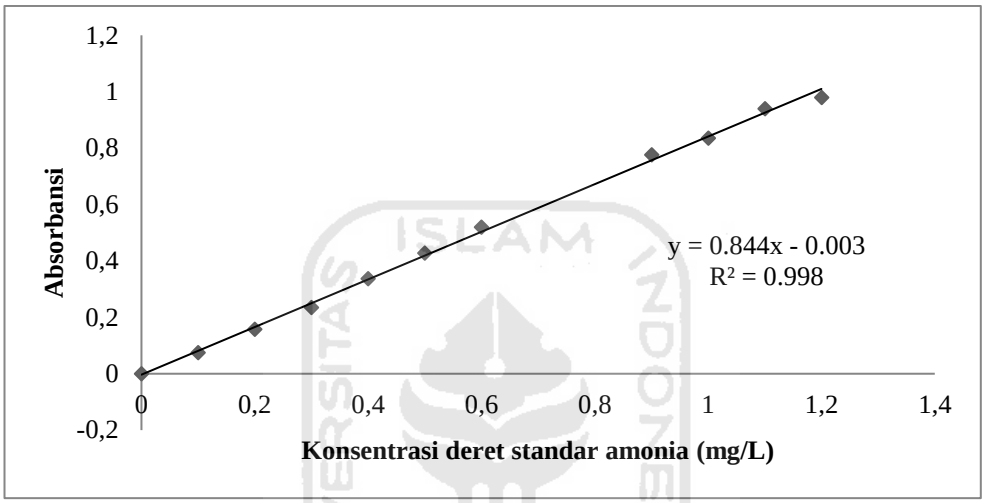
V_1 = 3 Ml

LAMPIRAN

Lampiran 2.

Penentuan Linearitas dan Konsentrasi Amoniak

1. Penentuan Linearitas Amoniak (NH_3) dalam Sampel Air Sungai



y = 0,8443x – 0,0033

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi Sampel (mg/L)
Replikasi-01	0,4544	0,5421
Replikasi-02	0,4672	0,5573
Replikasi -03	0,4576	0,5459
Replikasi -04	0,4541	0,5418
Replikasi -05	0,4588	0,5473
Replikasi -06	0,4595	0,5481
Replikasi -07	0,4619	0,5510
$\bar{X}$	0,4591	0,5476

a) Konsentrasi sampel 1

Y = 0,8443x – 0,0033

0,4544 = 0,8443x – 0,0033

X $= \frac{0,4544+0,0033}{0,8443}$

X = 0,5421 mg/L

C = 0,5421 mg/L

b) Konsentrasi sampel 2

Y = 0,8443x – 0,0033

0,4672 = 0,8443x – 0,0033

X $= \frac{0,4672+0,0033}{0,8443}$

X = 0,5573 mg/L

C = 0,5573 mg/L

c) Konsentrasi sampel 3

Y = 0,8443x – 0,0033

0,4576 = 0,8443x – 0,0033

X $= \frac{0,4576+0,0033}{0,8443}$

X = 0,5459 mg/L

C = 0,5459 mg/L

d) Konsentrasi sampel 4

Y = 0,8443x – 0,0033

0,4541 = 0,8443x – 0,0033

X $= \frac{0,4541+0,0033}{0,8443}$

X = 0,5418 mg/L

C = 0,5418 mg/L

e) Konsentrasi sampel 5

Y = 0,8443x – 0,0033

0,4588 = 0,8443x – 0,0033

X $= \frac{0,4588+0,0033}{0,8443}$

X = 0,5473 mg/L

C = 0,5473 mg/L

f) Konsentrasi sampel 6

Y = 0,8443x – 0,0033

0,4595 = 0,8443x – 0,0033

X $= \frac{0,4595+0,0033}{0,8443}$

X = 0,5481 mg/L

C = 0,5481 mg/L

g) Konsentrasi sampel 7

Y = 0,8443x – 0,0033

0,4619 = 0,8443x – 0,0033

X $= \frac{0,4619+0,0033}{0,8443}$

X = 0,5510 mg/L

C = 0,5510 mg/L

h) Konsentrasi rata-rata

$\bar{X} = \frac{0,5421+0,5573+0,5459+0,5418+0,5473+0,5481+0,5510}{7}$

= 0,5476 mg/L

LAMPIRAN

Lampiran 3.

Penentuan LOD dan LOQ

1. Penentuan *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantitation* (LOQ)

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (y)	Yi	Y-Yi	(Y-Yi)2
0,0	0,0000	-0,0033	0,0033	0,00001
0,1	0,0751	0,0811	-0,0060	0,00004
0,2	0,1573	0,1656	-0,0083	0,00007
0,3	0,2352	0,2500	-0,0148	0,00022
0,4	0,3365	0,3344	0,0021	0,00000
0,5	0,4277	0,4189	0,0089	0,00008
0,6	0,5200	0,5033	0,0167	0,00028
0,9	0,7765	0,7566	0,0199	0,00040
1,0	0,8352	0,8410	-0,0058	0,00003
1,1	0,9398	0,9254	0,0144	0,00021
1,2	0,9793	1,0099	-0,0306	0,00093
			∑(Y-Yi)2	0,0023
			Sy/x	0,0159
			LOD	0,0564
			LOQ	0,1880

$$Sy/x = \sqrt{\frac{\sum(Y-Yi)2}{n-2}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,0023}{11-2}}$$

$$= 0,0159$$

$$LOD = \frac{3\ x\ Sy/x}{slope}$$

$$= \frac{3\ x\ 0,0159}{0,8443}$$

$$= 0,0564 \text{ mg/L}$$

$$LOQ = \frac{10\ x\ Sy/x}{slope}$$

$$= \frac{10\ x\ 0,0159}{0,8443}$$

$$= 0,1880 \text{ mg/L}$$

LAMPIRAN

Lampiran 4.

Penentuan Akurasi (%*Recovery*)

2. Penentuan Akurasi (*%Recovery*)

Pengulangan	Hasil (mg/L)	% Recovery (%)
1	0,1827	90,0
2	0,1471	94,6
3	0,1644	103,9
4	0,1406	87,7
5	0,1386	92,5
6	0,1561	92,9
7	0,1583	94,7
Rerata	0,1554	93,8

%Recovery $= \frac{C_{spike} - C_{sampel}}{Ctarget}$ x 100%

Ctarget $= \frac{C_{standar} - V_{standar}}{Vtotal}$

$= \frac{5\frac{mg}{L}\ x\ 0{,}5\ mL}{25\ mL}$

= 0,1 mg/L

- *%Recovery* 1 $= \frac{0{,}1827\frac{mg}{L} - 0{,}0927\frac{mg}{L}}{0{,}1\frac{mg}{L}}$ x 100%

  = 90,0 %

- *%Recovery* 2 $= \frac{0{,}1471\frac{mg}{L} - 0{,}0525\frac{mg}{L}}{0{,}1\frac{mg}{L}}$ x 100%

  = 94,6 %

- *%Recovery* 3 $= \frac{0{,}1644\frac{mg}{L} - 0{,}0605\frac{mg}{L}}{0{,}1\frac{mg}{L}}$ x 100%

  = 103,9 %

- *%Recovery* 4 $= \frac{0{,}1406\frac{mg}{L} - 0{,}0529\frac{mg}{L}}{0{,}1\frac{mg}{L}}$ x 100%

  = 87,7 %

- *%Recovery* 5 $= \frac{0{,}1386\frac{mg}{L} - 0{,}0461\frac{mg}{L}}{0{,}1\frac{mg}{L}}$ x 100%

  = 92,5 %

- *%Recovery* 6 $= \frac{0{,}1561\frac{mg}{L} - 0{,}0632\frac{mg}{L}}{0{,}1\frac{mg}{L}}$ x 100%

  = 92,9 %

- *%Recovery* 7 $= \frac{0{,}1583\frac{mg}{L} - 0{,}0636\frac{mg}{L}}{0{,}1\frac{mg}{L}}$ x 100%

  = 94,7 %

LAMPIRAN

Lampiran 5.

Penentuan Presisi

1. Penentuan Presisi (Repeatabilitas dan Reprodusibilitas)

Pengulangan	Analis 1 (mg/L)	Analis 2 (mg/L)
1	0,5421	0,5456
2	0,5572	0,5509
3	0,5459	0,5462
4	0,5417	0,5674
5	0,5473	0,5506
6	0,5481	0,5564
7	0,5510	0,5500
Rerata	0,5476	0,5524
Standar Deviasi (SD)	0,0054	0,0075
%RSD	0,9777	1,3564
Horwitz value	17,5180	17,4948
1/2 CV Horwitz	8,7590	8,7474
Repetabilitas 10 Maret 2020 (Analis 1)		
%RSD ≤ 1/2 CV Horwitz	0,9777 ≤ 8,7590	
Repetabilitas 11 Maret 2020 (Analis 2)		
%RSD ≤ 1/2 CV Horwitz	1,3564 ≤ 8,7474	
Repetabilitas	**DITERIMA**	
Grand mean	0,55	
Standar Deviasi (SD)	0,0067	
%RSD	1,2254	
Nilai Horwitz	17,5064	
2/3 CV Horwitz	11,7293	
Reprodusibilitas :		
%RSD ≤ 2/3 CV Horwitz	1,2254 ≤ 11,7293	
Reprodusibilitas	**DITERIMA**	

1) Penentuan Repeatabilitas

a. %RSD

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

$= \frac{0,0054}{0,5476}$ x 100%

= 0,98 %

b. CV Horwitz

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

$= 2^{(1 - 0,5 \log 0,5476/1000000)}$

= 17,5180

0,5 x CV Horwitz = 8,7590

2) Penentuan Reprodusibilitas

a. %RSD

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

$= \frac{0,0067}{0,55}$ x 100%

= 1,23 %

b. CV Horwitz

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

$= 2^{(1 - 0,5 \log 0,55/1000000)}$

= 17,5064

0,67 x CV Horwitz = 11,7293

LAMPIRAN

Lampiran 6.

Penentuan IDL dan MDL

1. Penentuan *Intrumental Detection Limit* (IDL)

Pengulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
Blk-1	0,0000	0,0039
Blk-2	0,0001	0,0040
Blk-3	0,0001	0,0040
Blk-4	0,0012	0,0051
Blk-5	0,0000	0,0039
Blk-6	0,0000	0,0039
Blk-7	-0,0005	0,0034
Rerata		0,0040
SD		0,0005
IDL		0,0008
MDL		0,0034

a) IDL

IDL = SD x 1,645

= 0,0005 x 1,645

= 0,0008

b) MDL

MDL = IDL x 4

= 0,0008 x 4

= 0,0034

2. Penentuan *Method Detection Limit* (MDL)

C sampel (mg/L)	C target (mg/L)	Hsl pengujian spl + spike (mg/L)	%Recovery (%)
0,0039	0,0080	0,0131	115,0
0,0039	0,0080	0,0107	85,0
0,0039	0,0080	0,0127	110,0
0,0039	0,0080	0,0107	85,0
0,0039	0,0080	0,0109	87,5
0,0039	0,0080	0,0131	115,0
0,0039	0,0080	0,0131	115,0
Rerata		0,0120	93,8
Standar Deviasi (SD)		0,0012	
MDL=3,143xSD		0,0038	
LoQ= 10xSD		0,0120	
Signal/noise (S/N)		10,00	
%RSD		9,997	

a) MDL

MDL = 3,143 x SD
= 3,143 x 0,0012
= 0,0038

b) LOQ

LOQ = 10 x SD
= 10 x 0,0012
= 0,0120

c) %RSD

%RSD = $\frac{SD}{\bar{X}}$ x 100 %
= $\frac{0,0012}{0,0120}$ x 100 %
= 9,997 %

LAMPIRAN

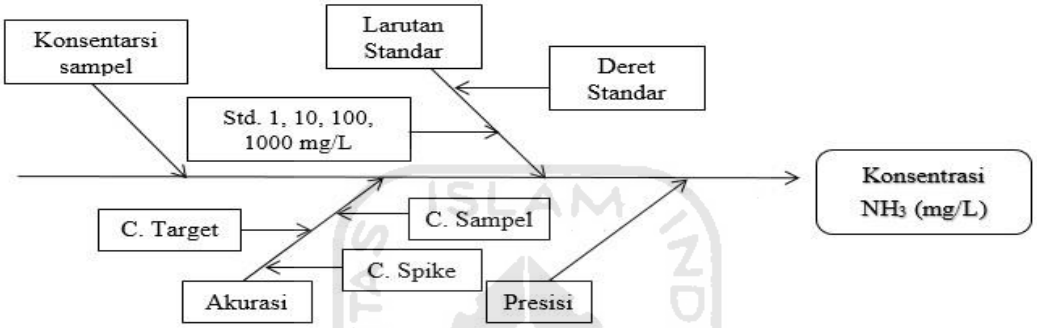
Lampiran 7.

Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

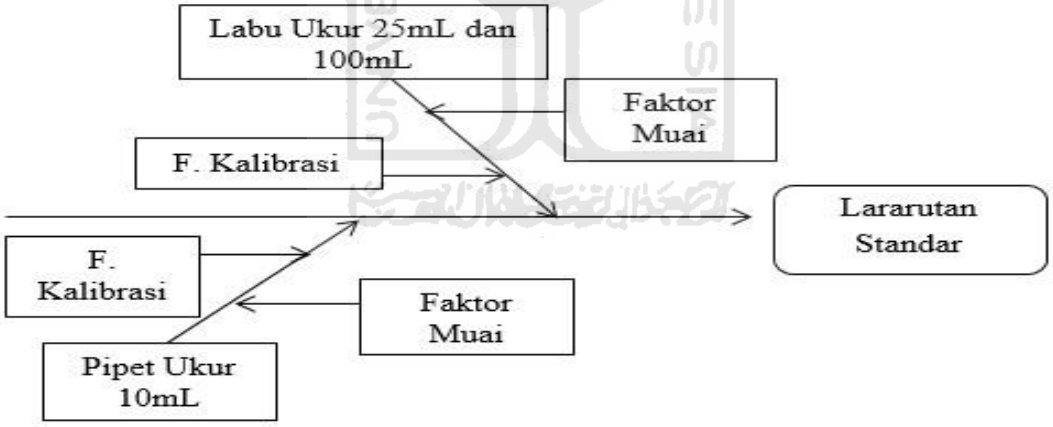
1. Penentuan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

a) Diagram tulang ikan

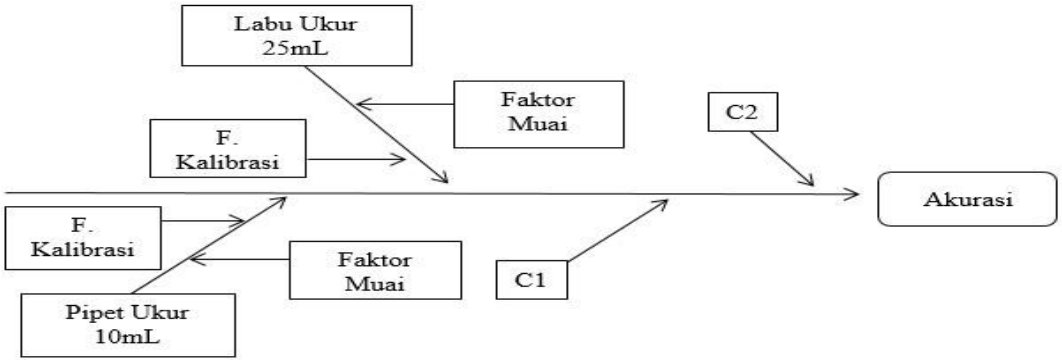
- Diagram tulang ikan penentuan konsentrasi amoniak (NH_3)



- Diagram tulang ikan larutan deret standar



- Diagram tulang ikan penentuan akuras



b) Ketidakpastian asal larutan amoniak (NH_3) 100 mg/L

- Labu ukur 100 mL

μKalibrasi = $\frac{s}{k} = \frac{0{,}10\ mL}{\sqrt{3}}$ = 0,0577 mL

μmuai = $\frac{Volume\ labu\ x\ \Delta T\ x \propto}{\sqrt{3}}$

= $\frac{100\ mL\ x\ 5°C\ x\ 0{,}00021}{\sqrt{3}}$ = 0,0606 mL

μG = $\sqrt{(\mu\ \text{kal})^2 + (\mu\ \text{muai})^2}$

= $\sqrt{(0{,}0577)^2 + (0{,}0606)^2}$ = 0,0837 mL

- Pipet ukur 10 mL

μKalibrasi = $\frac{s}{k} = \frac{0{,}05\ mL}{\sqrt{3}}$ = 0,0289 mL

μmuai = $\frac{Volume\ pipet\ x\ \Delta T\ x \propto}{\sqrt{3}}$

= $\frac{10\ mL\ x\ 5°C\ x\ 0{,}00021}{\sqrt{3}}$ = 0,0006 mL

μG = $\sqrt{(\mu\ \text{kal})^2 + (\mu\ \text{muai})^2}$

= $\sqrt{(0{,}0289)^2 + (0{,}0006)^2}$ = 0,0283 mL

- Ketidakpastian baku

$\frac{\mu C}{C}$ = $\sqrt{\left(\frac{\mu\ \text{labu ukur}}{V\ labu\ ukur}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ \text{pipet ukur}}{V\ pipet\ ukur}\right)^2}$

$\frac{\mu C}{100\ mg/L}$ = $\sqrt{\left(\frac{0{,}0837\ \text{mL}}{100\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0283\ \text{mL}}{10\ mL}\right)^2}$

$\mu C_{100\ mg/L}$ = 0,00295 x 100 mg/L

$\mu C_{100\ mg/L}$ = 0,295 mg/L

c) Ketidakpastian asal larutan standar amoniak (NH_3) 10 mg/L

- Labu ukur 100 mL

μKalibrasi = $\frac{s}{k} = \frac{0{,}10\ mL}{\sqrt{3}}$ = 0,0577 mL

μmuai = $\frac{Volume\ labu\ x\ \Delta T\ x \propto}{\sqrt{3}}$

= $\frac{100\ mL\ x\ 5°C\ x\ 0{,}00021}{\sqrt{3}}$ = 0,0606 mL

μG = $\sqrt{(\mu\ \text{kal})^2 + (\mu\ \text{muai})^2}$

$= \sqrt{(0{,}0577)^2 + (0{,}0606)^2} = 0{,}0837$ mL

- Pipet ukur 10 mL

  μKalibrasi $= \frac{s}{k} = \frac{0{,}05\ mL}{\sqrt{3}} = 0{,}0289$ mL

  μmuai $= \frac{Volume\ pipet\ x\ \Delta T\ x \propto}{\sqrt{3}}$

  $= \frac{10\ mL\ x\ 5°C\ x\ 0{,}00021}{\sqrt{3}} = 0{,}0006$ mL

  μG $= \sqrt{(\mu\ \text{kal})^2 + (\mu\ \text{muai})^2}$

  $= \sqrt{(0{,}0289)^2 + (0{,}0006)^2} = 0{,}0283$ mL

- Ketidakpastian baku

  $\frac{\mu C}{C} = \sqrt{\left(\frac{\mu\ \text{labu ukur}}{V\ labu\ ukur}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ \text{pipet ukur}}{V\ pipet\ ukur}\right)^2}$

  $\frac{\mu C}{10\ mg/L} = \sqrt{\left(\frac{0{,}0837\ \text{mL}}{100\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0283\ \text{mL}}{10\ mL}\right)^2}$

  $\mu C_{10\ \text{mg/L}} = 0{,}00295$ x 10 mg/L

  $\mu C_{10\ \text{mg/L}} = 0{,}0295$ mg/L

d) Ketidakpastian asal larutan standar amoniak (NH_3) 1 mg/L

- Labu ukur 100 mL

  μKalibrasi $= \frac{s}{k} = \frac{0{,}10\ mL}{\sqrt{3}} = 0{,}0577$ mL

  μmuai $= \frac{Volume\ labu\ x\ \Delta T\ x \propto}{\sqrt{3}}$

  $= \frac{100\ mL\ x\ 5°C\ x\ 0{,}00021}{\sqrt{3}} = 0{,}0606$ mL

  μG $= \sqrt{(\mu\ \text{kal})^2 + (\mu\ \text{muai})^2}$

  $= \sqrt{(0{,}0577)^2 + (0{,}0606)^2} = 0{,}0837$ mL

- Pipet ukur 10 mL

  μKalibrasi $= \frac{s}{k} = \frac{0{,}05\ mL}{\sqrt{3}} = 0{,}0289$ mL

  μmuai $= \frac{Volume\ pipet\ x\ \Delta T\ x \propto}{\sqrt{3}}$

  $= \frac{10\ mL\ x\ 5°C\ x\ 0{,}00021}{\sqrt{3}} = 0{,}0006$ mL

$\mu G = \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 + (\mu \text{ muai})^2}$

$= \sqrt{(0{,}0289)^2 + (0{,}0006)^2} = 0{,}0283$ mL

- Ketidakpastian baku

$\frac{\mu C}{C} = \sqrt{\left(\frac{\mu \text{ labu ukur}}{V \text{ labu ukur}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ pipet ukur}}{V \text{ pipet ukur}}\right)^2}$

$\frac{\mu C}{1\ mg/L} = \sqrt{\left(\frac{0{,}0837 \text{ mL}}{100\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0283 \text{ mL}}{10\ mL}\right)^2}$

$\mu C_{1 \text{ mg/L}} = 0{,}00295 \text{ x } 1 \text{ mg/L}$

$\mu C_{1 \text{ mg/L}} = 0{,}003$ mg/L

e) Ketidakpastian asal larutan deret standar NH_3 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,9; 1; 1,1 dan 1,2 mg/L ($\bar{x}$ = 0,57 mg/L)

- Labu ukur 25 mL

$\mu\text{Kalibrasi} = \frac{s}{k} = \frac{0{,}04\ mL}{\sqrt{3}} = 0{,}0231$ mL

$\mu\text{muai} = \frac{Volume\ labu\ x\ \Delta T\ x \propto}{\sqrt{3}}$

$= \frac{25\ mL\ x\ 5°C\ x\ 0{,}00021}{\sqrt{3}} = 0{,}0152$ mL

$\mu G = \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 + (\mu \text{ muai})^2}$

$= \sqrt{(0{,}0231)^2 + (0{,}0152)^2} = 0{,}0265$ mL

- Pipet ukur 10 mL

$\mu\text{Kalibrasi} = \frac{s}{k} = \frac{0{,}05\ mL}{\sqrt{3}} = 0{,}0289$ mL

$\mu\text{muai} = \frac{Volume\ pipet\ x\ \Delta T\ x \propto}{\sqrt{3}}$

$= \frac{10\ mL\ x\ 5°C\ x\ 0{,}00021}{\sqrt{3}} = 0{,}0006$ mL

$\mu G = \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 + (\mu \text{ muai})^2}$

$= \sqrt{(0{,}0289)^2 + (0{,}0006)^2} = 0{,}0283$ mL

- Ketidakpastian baku

$\frac{\mu C}{C} = \sqrt{\left(\frac{\mu \text{ labu ukur}}{V \text{ labu ukur}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ pipet ukur}}{V \text{ pipet ukur}}\right)^2}$

$\frac{\mu C}{0{,}57\ mg/L} = \sqrt{\left(\frac{0{,}0265 \text{ mL}}{25\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0283 \text{ mL}}{10\ mL}\right)^2}$

$\mu C_{standar}$ = 0,0030 x 0,57 mg/L

$\mu C_{standar}$ = 0,0017 mg/L

f) Ketidakpastian asal akurasi (*% Recovery*)

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi (Xi)	(Xi-Xbar)	(Xi-Xbar)2
0	0	-0,5727	0,3280
0,1	0,0751	-0,4976	0,2476
0,2	0,1573	-0,4154	0,1726
0,3	0,2352	-0,3375	0,1139
0,4	0,3365	-0,2362	0,0558
0,5	0,4277	-0,1450	0,0210
0,6	0,52	-0,0527	0,0028
0,9	0,7765	0,2038	0,0415
1	0,8352	0,2625	0,0689
1,1	0,9398	0,3671	0,1347
1,2	0,9793	0,4066	0,1653
0,5727	0,4802	∑	1,3522

- Asal konsentrasi sampel C (Konsentrasi sampel)

$$\mu x = \frac{Sy/x}{slope}\sqrt{\frac{1}{p}+\frac{1}{n}+\frac{(\bar{Y}sampel-\bar{Y}standar)^2}{slope^2.\sum(Xi-\bar{X})^2}}$$

$$= \frac{0,0159}{0,8443}\sqrt{\frac{1}{7}+\frac{1}{11}+\frac{(0,4591-0,4802)^2}{0,8443^2.(1,3552)}}$$

μx = 0,0091 mg/L

g) Ketidakpastian asal *% Recovery*

- Ketidakpastian asal *% Recovery*

$$\mu x = \frac{Sy/x}{slope}\sqrt{\frac{1}{p}+\frac{1}{n}+\frac{(\bar{Y}sampel-\bar{Y}standar)^2}{slope^2.\sum(Xi-\bar{X})^2}}$$

$$= \frac{0,0159}{0,8443}\sqrt{\frac{1}{7}+\frac{1}{11}+\frac{(0,4591-0,4802)^2}{0,8443^2.(1,3552)}}$$

μx = 0,0091 mg/L

- Ketidakpastian asal C_2 (Konsentrasi spike)

$$\mu x = \frac{Sy/x}{slope}\sqrt{\frac{1}{p}+\frac{1}{n}+\frac{(\bar{Y}sampel-\bar{Y}standar)^2}{slope^2.\sum(Xi-\bar{X})^2}}$$

$$= \frac{0{,}0159}{0{,}8443}\sqrt{\frac{1}{7}+\frac{1}{11}+\frac{(0{,}1279-0{,}0480)^2}{0{,}8443^2.(1{,}3552)}}$$

μx = 0,0092 mg/L

- Ketidakpastian asal C_3 (Konsentrasi target)

  Labu ukur 25 mL

  μKalibrasi = $\frac{s}{k} = \frac{0{,}04\ mL}{\sqrt{3}}$ = 0,0231 mL

  μmuai = $\frac{Volume\ labu\ x\ \Delta T\ x \propto}{\sqrt{3}}$

  = $\frac{25\ mL\ x\ 5°C\ x\ 0{,}00021}{\sqrt{3}}$ = 0,0152 mL

  μG = $\sqrt{(\mu\ \text{kal})^2 + (\mu\ \text{muai})^2}$

  = $\sqrt{(0{,}0231)^2 + (0{,}0152)^2}$ = 0,0265 mL

  Pipet ukur 1 mL

  μKalibrasi = $\frac{s}{k} = \frac{0{,}06\ mL}{\sqrt{3}}$ = 0,0035mL

  μmuai = $\frac{Volume\ pipet\ x\ \Delta T\ x \propto}{\sqrt{3}}$

  = $\frac{1\ mL\ x\ 5°C\ x\ 0{,}00021}{\sqrt{3}}$ = 0,0006 mL

  μG = $\sqrt{(\mu\ \text{kal})^2 + (\mu\ \text{muai})^2}$

  = $\sqrt{(0{,}0035)^2 + (0{,}0006)^2}$ = 0,0036 mL

  Ketidakpastian baku

  $\frac{\mu C3}{C} = \sqrt{\left(\frac{\mu\ \text{labu ukur}}{V\ labu\ ukur}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ \text{pipet ukur}}{V\ pipet\ ukur}\right)^2}$

  $\frac{\mu C3}{0{,}1\ mg/L} = \sqrt{\left(\frac{0{,}0265\ \text{mL}}{25\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0036\ \text{mL}}{1\ mL}\right)^2}$

  μC3 = 0,0046 x 0,1 mg/L

  μC3 = 0,0005 mg/L

- Ketidakpastian asal akurasi

  $\frac{\mu\ \%R}{\%R} = \sqrt{\left(\frac{\mu\ C1}{C1}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ C2}{C2}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ C3}{C3}\right)^2}$

$$\frac{\mu\ \%R}{93{,}8\%} = \sqrt{\left(\frac{0{,}0091\frac{mg}{L}}{0{,}5476\frac{mg}{L}}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0092\frac{mg}{L}}{0{,}1554\frac{mg}{L}}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0005\frac{mg}{L}}{0{,}1\frac{mg}{L}}\right)^2}$$

$\mu\ \%R = 0{,}0616 \times 93{,}8\%$

$= 5{,}78\%$

h) Ketidakpastian asal presisi (Repeatabilitas dan Reprodusibilitas)

Pengulangan	Analis 1 (mg/L)	Analis 2 (mg/L)
1	0,5421	0,5456
2	0,5572	0,5509
3	0,5459	0,5462
4	0,5417	0,5674
5	0,5473	0,5506
6	0,5481	0,5564
7	0,5510	0,5500
Rerata	0,5476	0,5524
Standar Deviasi (SD)	0,0054	0,0075
%RSD	0,9777	1,3564
Rerata	0,5500	
Standar Deviasi (SD)	0,0067	
%RSD	1,2254	

- Repeatabilitas

  Presisi $= \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{0{,}0054}{\sqrt{7}} = 0{,}0020$

  $\frac{\mu}{100} = \frac{0{,}0020}{100} = 0{,}00002$

- Reprodusibilitas

  Presisi $= \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{0{,}0067}{\sqrt{7}} = 0{,}0025$

  $\frac{\mu}{100} = \frac{0{,}0025}{100} = 0{,}00003$

- Gabungan

$$\mu G = \sqrt{(Repeatabilitas)^2 + (Reprodusibilitas)^2}$$

$$= \sqrt{(0{,}00002)^2 + (0{,}00003)^2}$$

$$= 0{,}00004 \text{ mg/L}$$

i) Ketidakpastian baku (Gabungan seluruh komponen)

$$\frac{\mu C}{C\ NH3} = \sqrt{\left(\frac{\mu C100\frac{mg}{L}}{C100\frac{mg}{L}}\right)^2 + \left(\frac{\mu C10\frac{mg}{L}}{C10\frac{mg}{L}}\right)^2 + \left(\frac{\mu C1\frac{mg}{L}}{C1\frac{mg}{L}}\right)^2 + \left(\frac{\mu std}{C}\right)^2 + \left(\frac{\mu C}{C}\right)^2 + \left(\frac{\mu \%R}{\%R}\right)^2 + \left(\frac{\mu presisi}{C}\right)^2}$$

$$\frac{\mu C}{0{,}5476} = \sqrt{\left(\frac{0{,}295\frac{mg}{L}}{100\frac{mg}{L}}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0295}{10}\right)^2 + \left(\frac{0{,}003\frac{mg}{L}}{1\frac{mg}{L}}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0017}{0{,}57}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0091}{0{,}5476}\right)^2 + \left(\frac{5{,}78}{93{,}8}\right)^2 + \left(\frac{0{,}00004}{0{,}5476}\right)^2}$$

$\frac{\mu C}{0{,}5476}$ = ± 0,0640 x 0,5476 mg/L

µC = ± 0,0350 mg/L

j) Ketidakpastian diperluas dengan menggunakan selang kepercayaan 95% (k=2)

µ = µX NH_3 x k

= ± 0,0350 mg/L x 2

= ± 0,07 mg/L

k) Kontribusi penyumbang ketidakpastian (% Kontribusi)

Sumber	Nilai (x)	Satuan	µx	$(\mu x/x)^2$	%Kontribusi
Konsentrasi NH3	0,5476	mg/L	0,0091	0,00027616	6,7055
Labu ukur	25	mL	0,0265	1,1236E-06	0,0273
Labu ukur	100	mL	0,0837	7,0057E-07	0,0170
Pipet ukur	10	mL	0,0283	8,0089E-06	0,1945
Standar	100	mg/L	0,295	8,7025E-06	0,2113
Standar	10	mg/L	0,0295	8,7025E-06	0,2113
Standar	1	mg/L	0,003	0,000009	0,2185
Deret standar	0,57	mg/L	0,0017	8,895E-06	0,2160
Presisi	0,5476	mg/L	0,00004	5,3357E-09	0,0001
Akurasi	93,8	%	5,78	0,00379708	92,1985
			Jumlah	0,00412	100

LAMPIRAN

Diketahui : C amoniak = 0,5476 mg/L

Mr amonia = 17 g/mol

Volume = 25 mL

Ditanya : Mol...?

Jawab :

Cara 1. $C = \frac{Massa}{V}$

Massa = C x V

= 0,5476 mg/L x 25 mL

= 13,69 g

Mol = $\frac{Massa}{Mr}$

= $\frac{13{,}69\ g}{17\ g/mol}$

= 0,8053 mol

Cara 2. $C = \frac{Massa}{V\ (L)}$

Massa = C x V

= 0,5476 mg/L x 0,025 L

= 0,01369 mg

Mol = $\frac{Massa}{Mr}$

= $\frac{0{,}01369\ mg}{17\ mg/mmol}$

= 0,0008053 mmol

= $8{,}053 \times 10^{-7}$ mol