LAPORAN TUGAS AKHIR

VERIFIKASI METODE UJI KROMIUM HEKSAVALEN PADA CAT TEMBOK SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBEL DI LABORATORIUM BALAI BESAR KIMIA DAN KEMASAN

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

Disusun oleh:

Maya Rizma Elva Riyani

17231020

PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2020

LAPORAN TUGAS AKHIR

VERIFIKASI METODE UJI KROMIUM HEKSAVALEN PADA CAT TEMBOK SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBEL DI LABORATORIUM BALAI BESAR KIMIA DAN KEMASAN

METHODS VERIFICATION OF HEXAVALENT CROMIUM DETERMINATION IN WALL PAINT BY UV-*VISIBLE* SPECTROPHOTOMETRY AT LABORATORY OF BALAI BESAR KIMIA DAN KEMASAN



Disusun oleh:

Maya Rizma Elva Riyani

17231020

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 KROMIUM HEKSAVALEN PADA CAT TEMBOK SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBEL DI LABORATORIUM BALAI BESAR KIMIA DAN KEMASAN

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Maya Rizma Elva Riyani
17231020

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir

Program Studi D III Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 26 Agustus 2020

Menyetujui,

Ketua Program Studi D III Analisis Kimia	**Pembimbing**
Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si	**Reni Banowati I, S.Si., M.Sc**
NIK. 132311102	**NIK. 052316002**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

VERIFIKASI METODE UJI KROMIUM HEKSAVALEN PADA CAT TEMBOK SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBEL DI LABORATORIUM BALAI BESAR KIMIA DAN KEMASAN

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Maya Rizma Elva Riyani
17231020

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 26 Agustus 2020

Susunan Penguji

Pembimbing	**Reni Banowati I, S.Si., M.Sc.** **NIK. 052316002**
Penguji I	**Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc** **NIK. 0516078001**
Penguji II	**Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M.Sc** **NIK. 132311103**

Mengetahui,

Dekan Fakultas MIPA UII

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

HALAMAN PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir yang berjudu "**Verifikasi Metode Uji Kromium Heksavalen (Cr^{6+}) Pada Cat Tembok Secara Spektrofotometri UV-Visibel di Laboratorium Balai Besar Kimia dan Kemasan**" tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Sains atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah di tulis dan diterbitkan orang lain kecuali yang secara tertulis di acu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 02 Juli 2020



Maya Rizma Elva Riyani

MOTTO

“Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan, maka apabila engkau telah selesai (dari sesuatu urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain) dan hanya kepada Tuhanmulah engkau berharap”

(QS. Al-Insyirah 6-8)

“Dan bahwa manusia hanya memperoleh apa yang telah diusahakannya"

(QS. An-Najm 39)

“Sesungguhnya Allah tidak akan merubah keadaan suatu kaum sehingga mereka merubah keadaan yang ada pada diri mereka sendiri"

(QS. Ar-Ra'd)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah atas karunia serta kemudahan yang telah Allah SWT berikan akhirnya Tugas Akhir yang sederhana ini dapat terselesaikan. Karya sederhana ini saya persembahkan kepada orang-orang yang sangat berarti untuk saya yaitu:

Sebagai tanda bakti dan terimakasih saya persembahkan karya sederhana ini untuk ibunda tercinta (pujiati) karena telah mendoakan tanpa henti dan mendukung baik secara moril maupun materil untuk kesuksesan saya serta selalu menanyakan *progress* karya sederhana ini. Semoga ini menjadi langkah awal untuk membuat ibu bahagia karena selama ini saya belum bisa berbuat lebih.

Saudara dan orang-orang terdekat yang telah mendukung, mendoakan dan memberikan inspirasi serta perhatian kepada saya. Terimakasih sudah tidak mengganggu saat penyelesaian karya sederhana ini.

Teman-teman DIII Analisis Kimia tercinta yang telah memberikan motivasi, nasihat dan bantuan sehingga membuat saya semangat dalam menyelesaikan tugas akhir ini terutama maela lailatus sofa, nofa armelia yang telah saya repotkan untuk membantu.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh,

Alhamdulillah, puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan inayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul "**Verifikasi Metode Uji Kromium Heksavalen pada Cat Tembok Secara Spektrofotometri UV-Visibel di Laboratorium Balai Besar Kimia dan Kemasan**". Laporan Tugas Akhir ini disusun dan diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) Analisi Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam di Universitas Islam Indonesia.

Laporan Tugas Akhir yang telah dibuat oleh penulis ini berisi mengenai bahaya dari zat-zat penyusun cat tembok yang digunakan apabila kadarnya melebihi ambang batas yang telah ditetapkan. Salah satu zat yang berbahaya tersebut adalah kromium heksavalen yang biasanya digunakan sebagai pigmen dalam cat. Semoga dengan adanya Laporan Tugas Akhir ini bermanfaat kepada pembaca untuk memberikan pengetahuan mengenai analisis kromium heksavalen pada cat tembok dan mengenai verifikasi metode uji yang akan digunakan.

Selama penulisan Laporan Tugas Akhir ini penulis banyak menerima bantuan dan dukungan moril maupun materiil sehingga dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan banyak terima kasih sebesar-besarnya kepada :

1. Ibu Suri Mulyani Sari, S.T selaku kepala laboratorium instrumen Balai Besar Kimia dan Kemasan yang telah memberikan izin kepada penulis untuk melakukan Praktik Kerja Lapangan.
2. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
3. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program Studi Diploma III Analisis Kimia
4. Ibu Deni Herlina, A.md selaku pembimbing Praktik Kerja Lapangan (PKL)

5. Ibu Reni Banowati I, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan yang telah meluangkan waktunya untuk mengarahkan dan membimbing penulis agar menjadi lebih baik selama penyusunan Laporan ini

Penulis menyadari bahwa Laporan Tugas Akhir ini jauh dari sempurna, sehingga penulis mengharapkan adanya kritik dan saran yang membangun untuk terciptanya laporan yang lebih baik kedepannya. Penulis berharap laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis dan semua pihak yang memerlukan.

Wassalamu'alaikum warrahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta, 2 Juli 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL ..... **i**

HALAMAN PENGESAHAN ..... **ii**

HALAMAN PENGESAHAN ..... **iii**

HALAMAN PERNYATAAN ..... **iv**

MOTTO ..... **v**

HALAMAN PERSEMBAHAN ..... **vi**

KATA PENGANTAR ..... **vii**

DAFTAR ISI ..... **ix**

DAFTAR GAMBAR ..... **xii**

DAFTAR TABEL ..... **xiii**

DAFTAR LAMPIRAN ..... **xiv**

INTISARI ..... **xv**

BAB I PENDAHULUAN **1**

1.1 Latar Belakang 1

1.2 Rumusan Masalah 2

1.3 Tujuan 2

1.4 Manfaat 2

BAB II DASAR TEORI **4**

2.1 Balai Besar Kimia dan Kemasan 4

2.2 Cat Tembok 5

2.3 Kromium 7

2.4 Metode Destruksi 10

2.5 Senyawa Kompleks 11

2.6 Spektrofotometer UV-Visible 12

2.7 Verifikasi Metode 18
2.7.1 Linieritas 18
2.7.2 *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantitation* (LOQ) 19
2.7.3 Presisi 21
2.7.4 Akurasi 22
2.8 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran 23
BAB III METODOLOGI 27
3.1 Bahan 27
3.2 Alat 27
3.3 Cara Kerja 27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 30
4.1 Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Standar 30
4.2 Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) 32
4.3 Penentuan Presisi 33
4.4 Penentuan Akurasi 35
4.5 Penentuan Cr^{6+} pada Cat Tembok dengan Spektrofotometer UV-Vis 36
4.6 Penentuan Ketidakpastian Pengukuran 38
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN 43
6.1 Kesimpulan 43
6.2 Saran 43
DAFTAR PUSTAKA 44
LAMPIRAN 48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur 1,5-difenilkarbazida 12
Gambar 2.2 Diagram Sistematik Spektrofotometer UV-Vis 13
Gambar 2.3 Prinsip Spektrofotometer UV-*Visible* 17
Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Deret Standar Kromium Heksavalen (Cr^{6+}) 31
Gambar 4.2 Reaksi Cr^{6+} Dengan DPC Membentuk Kompleks $[Cr(DPCO)]^{+}$.....37
Gambar 4.3 Diagram *Cause*-effect (*Fish Bone*) 39

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Syarat Mutu Kuantitatif Cat Tembok Emulsi 7
Tabel 2.2 Rentang Persen *Recovery* Berdasarkan Nilai Konsentrasi Sampel.....23
Tabel 4.1 Hasil Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Standar 31
Tabel 4.2 Hasil Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ).....33
Tabel 4.3 Hasil Penentuan Presisi.....34
Tabel 4.4 Hasil Penentuan Akurasi.....35
Tabel 4.5 Hasil Penentuan konsentrasi Cr^{6+} pada Cat Tembok 38
Tabel 4.6 Nilai Ketidakpastian Volume.....40
Tabel 4.7 Nilai Ketidakpastian Presisi.....40
Tabel 4.8 Nilai Ketidakpastian Gabungan Setiap Sampel 41
Tabel 4.9 Nilai Ketidakpastian Diperluas Setiap Sampel.....42

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi.....48
Lampiran 2. Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ).....51
Lampiran 3. Penentuan Presisi.....52
Lampiran 4. Penentuan Akurasi.....54
Lampiran 5. Penentuan Konsentrasi Kromium Heksavalen Pada Cat Tembok.....56
Lampiran 6. Penentuan Ketidakpastian Pengukuran 59

VERIFIKASI METODE UJI KROMIUM HEKSAVALEN PADA CAT TEMBOK SECARA SPEKTROFOTOMETRI *UV-VISIBLE* DI LABORATORIUM BALAI BESAR KIMIA DAN KEMASAN

Maya Rizma Elva Riyani
Program Studi Diploma III Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta 55571
Email: elvariyanimaya@gmail.com

INTISARI

Telah dilakukan verifikasi metode analisis kromium heksavalen dalam cat tembok emulsi sesuai dengan SNI 3564:2014 mengenai cat tembok emulsi. Parameter verifikasi yang dilakukan yaitu, linieritas, *limit of detection* (LOD), *limit of quantification* (LOQ), akurasi dan presisi. Pengujian dilakukan dengan menambahkan pereaksi 1,5-difenilkarbazida dan diukur menggunakan spektrofotometer *UV-Visible* pada panjang gelombang 540 nm. Pengujian yang telah dilakukan diperoleh rentang konsentrasi kromium heksavalen yang diperoleh dari 7 sampel cat tembok sebesar 0,0081 ± 0,0106 mg/L; 0,0008 ± 0,0106 mg/L; 0,0177 ± 0,0106 mg/L; 0,0086 ± 0,0106 mg/L; 0,0067 ± 0,0106 mg/L; 0,0359 ± 0,0106 mg/L; 0,0546 ± 0,0106 mg/L, uji linieritas diperoleh nilai koefisien korelasi regresi (r) sebesar 0,9993. Nilai limit of detection (LOD) diperoleh sebesar 0,0135 mg/L dan limit of quantification (LOQ) diperoleh sebesar 0,0453 mg/L, uji akurasi diperoleh hasil sebesar 94,37%. Presisi pada sampel 1, 3, 4, 5, 6, dan 7 diperoleh % RPD sebesar 1,22%, 0,56%, 1,15%, 2,98%, 1,11% dan 0% yang menunjukkan bahwa telah memenuhi syarat keberterimaan.

Kata kunci: kromium heksavalen, spektrofotometer *UV-Visible*, cat tembok, verifikasi

BAB I

PENDAHULUAN

1.1.Latar Belakang

Menurut Frost dan Sullivan (2017), pertumbuhan pasar cat di Indonesia termasuk paling pesat di asia yaitu pada tahun 2011 hingga 2016 terjadi meningkatan sebesar 7,2%, salah satu faktor utama adanya kenaikan pemakaian cat ini adalah populasi manusia yang besar. Cat tembok merupakan salah satu jenis produk yang sering digunakan dalam kehidupan sehari-hari untuk melapisi permukaan suatu benda dengan tujuan memperindah dan melindungi benda tersebut. Namun, masyarakat tidak banyak yang mengetahui bahwa kandungan zat-zat berbahaya di dalam cat seperti krom, timbal, pelarut atau *solvent* dan campuran merkuri berbahaya bagi tubuh manusia (Fidiani dan Setradianshah, 2015).

Salah satu kandungan zat berbahaya dalam cat tembok adalah logam berat kromium yang berfungsi sebagai pigmen yang dapat memberikan warna hijau, kuning dan *orange*. Kromium disebut sebagai logam berat dengan sifatnya yang toksik dan karsinogenik sehingga dapat menyebabkan gangguan kesehatan pada manusia. Kandungan kromium yang melebihi syarat mutu dapat menyebabkan kanker paru-paru, iritasi kulit, hidung dan saluran pernafasan serta menyebabkan kerusakan pada hati dan dapat menyebabkan toksisitas akut berupa kematian saat terpapar dalam jangka panjang. Kromium heksavalen lebih berbahaya dibandingkan dengan ion Cr^{2+} dan ion Cr^{3+} karena memiliki sifat yang lebih toksik dan karsinogenik (Berniyanti, 2018).

Berdasarkan SNI 3564:2014 syarat mutu logam berat kromium heksavalen dalam cat tembok emulsi maksimal 60 mg/Kg. Metode yang digunakan untuk menentukan konsentrasi kromium heksavalen pada cat tembok yaitu spektrofotometri UV-*Visible* yang mengacu pada SNI 3564:2014. Metode ini dipilih karena memiliki keunggulan-keunggulan yaitu metodenya sangat sederhana, pengoperasian alat yang mdah untuk digunakan, dapat menganalisa larutan dengan konsentrasi yang sangat kecil.

Metode baku sebelum diterapkan pada pengujian rutin dalam laboratorium perlu dilakukan verifikasi yang bertujuan untuk memastikan, membuktikan dan mengevaluasi kesesuaian metode uji yang digunakan dalam pengujian logam pada cat tembok. Verifikasi merupakan suatu proses yang dilakukan untuk mengetahui tingkat kelemahan dan kemampuan dari metode yang digunakan. Adapun parameter verifikasi metode yang dipilih dalam penelitian ini adalah linieritas, presisi, akurasi, batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ). Pengujian sesuai dengan parameter tersebut diharapkan dapat menghasilkan prosedur analisis yang mampu diterapkan oleh laboratorium di Balai Besar Kimia dan Kemasan yang berlokasi di Jakarta Timur.

1.2.Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana hasil verifikasi metode uji kromium heksavalen dilihat dari nilai linieritas, presisi, akurasi, *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ) ?
2. Bagaimana kesesuaian konsentrasi kromium heksavalen yang dibandingkan berdasarkan SNI 3564-2014 mengenai konsentrasi kromium heksavalen yang diperbolehkan dalam cat tembok ?

1.3.Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Mengetahui hasil verifikasi metode uji kromium heksavalen dilihat dari nilai linieritas, presisi, akurasi, *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantitation* (LOQ)
2. Mengetahui kesesuaian konsentrasi kromium heksavalen yang dibandingkan berdasarkan SNI 3564-2014 mengenai konsentrasi kromium heksavalen yang diperbolehkan dalam cat tembok

1.4.Manfaat

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah:

1. Menunjukkan bahwa prosedur yang dilakukan dapat diaplikasikan dalam laboratorium untuk penentuan kromium heksavalen pada cat tembok sesuai data yang diperoleh pada verifikasi metode.
2. Menambah wawasan dan meningkatkan pengetahuan mengenai analisis pada sampel cat tembok sesuai dengan SNI 3564:2014.

BAB II
DASAR TEORI

2.1.Balai Besar Kimia dan Kemasan

Balai Besar Kimiadan Kemasan (BBKK) merupakan lembaga pemerintah yang melayani jasa teknis bidang kimia dan kemasan berupa litbang erapan, rancang bangun dan perekayasaan industri, pengujian, kalibrasi, sertifikasi produk, standardisasi, konsultasi dan pelatihan yang berada di bawah Badan Penelitian dan Pengembangan Industri (BPPI) serta Kementerian Perindustrian. Balai besar kimia dan kemasan (BBKK) didirikan pada tahun 1938 yang berlokasi di jakarta dengan nama *Central Beeraau Voor Techniche Ondorzokingen* yang mengalami perubahan nama dan tempat dari masa ke masa. Perubahan terakhir yaitu adanya perubahan nama menjadi Balai Besar Kimia dan Kemasan yang berlokasi di Jl Balai Kimia No. 1 Pekayon, Pasar Rebo Jakarta Timur pada tahun 2002 (bbkk.kemenperin.go.id, 2020).

Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK) dilengkapi sarana dan prasarana dalam melaksanakan tugasnya, yaitu bangunan kantor, laboratorium, peralatan atau instrumen dan perpustakaan. Laboratorium uji di Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK) terdiri dari laboratorium instrumen, cemaran, kimia aneka, kimia makanan, kemasan balai dan retail, kemasan transport dan mikrobiologi yang telah terakreditasi oleh komite nasional akreditasi pranata penelitian dan pengembangan (KNAPPP), komite akreditasi nasional (KAN), TUV *Rheinland* dan konsisten dalam megimplementasikan ISO 17025 serta ISO 17065. Laboratorium uji dalam melakukan tugasnya dilengkapi dengan peralatan yang terkini, seperti *gas chromathography-mass spectrometry-mass spectrometry* (GCMSMS), *gas chromathography-mass spectrometry* (GCMS), *gas chromathography* (GC), *high performance liquid chromatography* (HPLC), UV-Vis *spectrometer*, *fourier transform infrared spectrometer* (FTIR), *thin layer* (TLC), *mercury analyzer*, *medium chromatography*, *voltameter*, *inductively coupled plasma-optical emission spectrometry* (ICP-EOS), *graphite furnace atomic absorption spectrometry* (GF-AAS) (bbkk.kemenperin.go.id, 2020).

Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK) memiliki tugas pokok yang dimiliki meliputi melaksanakan kegiatan penelitian, pengembangan, kerjasama, standardisasi, pengujian, sertifikasi, kalibrasi dan pengembangan kompetensi industri kimia dan kemasan sesuai kebijakan teknis yang ditetapkan oleh kepala badan penelitian dan pengembangan industri. Balai Besar Kimia dan Kemasan menyelenggarakan fungsi untuk mendukung pelaksanaan tugas pokok tersebut yaitu (bbkk.kemenperin.go.id, 2020):

1. penelitian dan pengembangan, pelayanan jasa teknis bidang teknlogi bahan baku, bahan pembantu, proses, produk peralatan dan pelaksanaan pelayanan dalam bidang pelatihan teknis, konsultasi, alih teknologi serta rancang bangun dan perekayasaan industri, inkubasi dan penanggulangan pencemaran industri
2. pelaksanaan pemasaran, kerjasama, pengembangan dan pemanfaatan teknologi informasi
3. pelaksanaan pengujian dan sertifikasi bahan baku, bahan pembantu dan produk industri kimia dan kemasan, serta kegiatan kalibrasi mesin dan peralatan
4. pelaksanaan perencanaan, pengelolaan dan koordinasi sarana prasarana kegiatan penelitian dan pengembangan serta penyusunan dan penerapan standardisasi industri kimia dan kemasan
5. pelayanan teknis dan administrasi

2.2.Cat Tembok

Cat adalah suatu bahan yang digunakan untuk memberi lapisan pada permukaan suatu benda sehingga dapat melindungi dan memberikan warna agar suatu objek dapat terlihat lebih indah. Terdapat berbagai macam jenis cat salah satunya adalah cat tembok yang berguna untuk melindungi dinding dari lumut dan jamur, mencegah korosi, sekaligus dapat memberikan keindahan pada dinding baik di dalam rumah maupun di luar rumah (Suryana, 2013). Cat dengan berbagai merek dan warna yang ditawarkan oleh pasar tersebut dibuat dengan menggunakan beberapa bahan baku yang sangat berbahaya untuk manusia. Menurut Rtopcuoglu *et al* (2006) beberapa bahan baku dan zat yang ada dalam cat meliputi:

1. *volatile organic compound* (VOC), bahan yang tergolong kategori ini adalah *solvent* dan *tiner*. *Solvent* yang telah diaplikasikan dan dikeringkan akan mengalami pemuaian sehingga menghasilkan gas yang dapat terakumulasi dalam ruangan. Gas yang terhirup akan menimbulkan berbagai gejala yaitu iritasi kelenjar hidung dan mata serta gangguan pernafasan pada manusia. Berbagai jurnal penelitian yang dilakukan oleh lembaga penelitian maupun lembaga resmi pemerintah seperti *enviromental protection agecy of united state* (US-EPA) menjelaskan bahwa dalam jangka panjang gas dari *paint* VOC ini dapat mengganggu saraf dan otak manusia sehingga dapat menurunkan daya ingat hingga rasa nyeri pada persendian. Bahaya lain dari gas *paint* VOC tersebut dapat menyebabkan kanker hingga merusak sistem pencernaan dan reproduksi. Hidrokarbon yang bersifat volatil seperti benzene, toluene dan silen dapat mempengaruhi sistem saraf, hati, ginjal, jantung dan gastrointestinal.
2. pigmen, bahan ini berguna untuk memberi warna dan daya tutup cat. Beberapa contoh pigmen yang terdapat pada cat yaitu:
    1) *lead chromate* untuk memberikan warna kuning, hijau dan merah pada cat. Pigmen jenis ini dapat menyebabkan kerusakan sistem saraf pusat pada manusia saat terpapar dalam jangka waktu yang panjang.
    2) kromium berguna untuk memberikan warna *orange*, kuning dan hijau pada cat. Pigmen ini dapat menyebabkan kanker paru-paru, iritasi kulit dan hidung serta saluran pernafasan hingga kematian pada manusia.
    3) cadmium digunakan untuk memberikan warna hijau, kuning dan *orange*, yang dapat menyebabkan kanker paru-paru.
3. resin atau *binder*, bahan ini biasanya berfungsi untuk mengeringkan cat dan membentuk film pada cat tembok yang dapat menyebabkan iritasi mata, hidung, tenggorokan dan kulit.
4. zat aditif, zat ini ditambahkan dalam cat sesuai dengan jenis bahan baku yang digunakan dalam proses pembuatan cat.

Kandungan bahan atau zat lainnya dalam cat tembok adalah timah, molybdenum, asbestos, arsenic, titanium, *mineral oil* (*polycyclic aromatic*

hydrocarbon) dan isosianat (bahan utama pembuatan cat semprot). Semua bahan dan zat tersebut mempunyai potensi memberikan dampak pada kesehatan manusia jika terpapar dalam jangka yang panjang baik secara inhalasi maupun kontak kulit meskipun tidak secara langsung. Syarat mutu kuantitatif kandungan zat berbahaya pada cat tembok emulsi dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Syarat Mutu Kuantitatif Cat Tembok Emulsi (SNI 3564:2014)

No	Uraian	Satuan	Persyaratan
A. Persyaratan Umum			
1	Daya tutup (*Pfund*)	m^2/L	Min. 8
2	Berat jenis	g/mL	Min. 1,1
3	Kehalusan	mikron, μm	Maks. 50
4	Waktu pengeringan		
	Kering sentuh	menit	Maks. 30
	Kering keras	menit	Maks. 120
5	Padatan total, b/b	%	Min. 40
6	Kekentalan	KU (Krebs Unit)	Min. 75
7	Kandungan logam berat		
	Timbal, Pb	mg/Kg	Maks. 90
	Raksa, Hg	mg/Kg	Maks. 60
	Kadmium, Cd	mg/Kg	Maks. 75
	Krom heksavalen, Cr(VI)	mg/Kg	Maks. 60
B. Persyaratan khusus			
1	Ketahanan terhadap cuaca dipercepat selama 600 jam	-	- tidak terjadi perubahan warna - tidak ada gelembung - tidak ada retak - tidak ada perubahan lain

CATATAN:
[1)] diuji pada cat kering
[2)] dilakukan untuk cat tembok emulsi yang penggunaannya di luar ruangan

2.3 Kromium

Kromium (Cr) merupakan unsur dengan nomor atom 24 dan nomor massa 51,996 yang berwarna putih, tidak dapat ditempa dan tidak terlalu liat. Kromium mempunyai nama lain yaitu *anhydrous chromic, chromic acid, chromium trioxide, chromium (VI) oxide, lead chromate, calcium chromate, potassium chromate, sodium chromate, potassium bichromate, sodium bichromate* dan *zinc chromate*.

Kromium di alam dapat ditemukan dalam bentuk kromium trivalen (Cr^{3+}) dan kromium heksavalen (Cr^{6+}). Kegunaan logam kromium diantaranya adalah (Berniyanti, 2018) :

1. sebagai anti korosi (*corrosion inhibitor*) atau zat penghambat adanya korosi atau karat pada benda. Kromium ini dapat digunakan untuk memberi lapisan pada ornamen-ornamen bangunan, komponen kendaraan dan perhiasan seperti emas yang lebih dikenal sebagai emas putih.
2. kromium trivalent (Cr^{3+}) dibutuhkan dalam metabolisme gula pada manusia dengan jumlah yang kecil.
3. zat warna (*pigment*).
4. penyamakan kulit.
5. proses pelapisan logam secara elektrik (*electroplating*).
6. baja anti karat (*stainless steel*).
7. semen.
8. antioksidan.
9. pengawet kayu (*wood preservation*).
10. cat (*paint*).

Kromium dapat disebut sebagai logam berat karena dapat menyebabkan gangguan kesehatan seperti alergik hingga kanker yang dapat membahayakan manusia saat terpapar dalam jangka waktu yang panjang. Logam kromium memiliki sifat yang persisten, biokumulatif dan toksik tinggi yang tidak mampu terurai dalam lingkungan sehingga terakumulasi dalam tubuh manusia melalui rantai makanan. Kromium heksavalen bersifat lebih toksik dibandingkan dengan ion Cr^{2+} dan ion Cr^{3+} yang dapat menyebabkan keracunan akut dan kronis pada manusia saat terpapar dalam jangka waktu yag panjang (Wulaningtyas, 2018).

Kromium heksavalen merupakan turunan dari senyawa CrO_3 yang dapat ditemukan pada dua spesies yaitu kromat-kuning CrO_4^{2-} dengan struktur tetrahedral yang dapat terbentuk dalam suasana basa (diatas pH 6) dan dikromat merah-*orange* $Cr_2O_7^{2-}$ dengan struktur dua tetrahedron yang berada pada kesetimbangan asam (pH 2-6) membentuk $HCrO_4^-$, sedangkan pada pH dibawah 1

spesies yang utama terbentuk adalah senyawa $Cr_2O_7^{2-}$ (Cotton dan Wilkinson, 1989). Menurut Benefald dan Weard (1982), reaksi kesetimbangannya adalah:

$$H_2CrO_{4\,(aq)} \rightleftharpoons HCrO_4^-{}_{(aq)} + H^+{}_{(aq)} \quad K=4,1 \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (1)$$

$$HCrO_4^-{}_{(aq)} \rightleftharpoons CrO_4^{2-}{}_{(aq)} + H^+{}_{(aq)} \quad K= 10^{-5,9} \ldots\ldots\ldots\ldots (2)$$

$$2CrO_4^{2-}{}_{(aq)} + 2H^+{}_{(aq)} \rightleftharpoons Cr_2O_7^{2-}{}_{(aq)} + H_2O_{\,(l)} \quad K=10^{-2,2} \ldots\ldots\ldots\ldots (3)$$

Logam kromium dan senyawanya dapat mengganggu fungsi organ yang bekerja pada proses metabolisme jika masuk ke dalam tubuh manusia. Ion Cr^{3+} yang masuk ke dalam tubuh manusia dengan pH 7 dapat mengendapkan DNA dan RNA, di sisi lain ion Cr^{3+} merupakan suplemen gizi yang penting bagi hewan dan manusia serta memiliki peran penting dalam proses metabolisme glukosa. Ion kromium heksavalen yang masuk ke dalam tubuh manusia dapat menghambat kerja enzim binzopiren hidroksilase yang mengakibatkan lambatnya pertumbuhan sel. Pertumbuhan sel yang lambat tersebut akan tumbuh dengan liar dan tidak terkontrol sehingga menyebabkan kanker, sehingga kromium digolongkan ke dalam logam yang bersifat toksik (Palar, 2012). Ion kromium heksavalen dalam bentuk dikromat ($Cr_2O_7^{2-}$) dan kromat (CrO_4^{2-}) dapat menyebabkan kanker paru-paru dan penyakit ginjal *necrosis tubulus* pada manusia (Hayes dan Kruger, 2014).

Sifat kromium heksavalen yang persisten, bioakumulatif, toksik dan tidak mampu terurai dalam lingkungan tentu sangat berdampak negatif terhadap manusia apabila terpapar dalam jangka waktu yang panjang. Apabila kadar kromium dalam tubuh cukup besar dan melebihi baku mutu dapat menyebabkan kerusakan pada sistem pencernaan seperti nyeri perut, muntah, ulkus lambung, perdarahan dan nekrosis serta diare berdarah (Tyas dan Affandi, 2016). Akumulasi kromium heksavalen dengan jumlah 7,5 mg/L pada manusia dapat menyebabkan toksisitas akut berupa kematian, sedangkan kromium heksavalen pada dosis 0,57 mg/Kg perhari dapat menyebabkan kerusakan pada hati (ATSDR, 2008). Suatu bahan yang bersifat toksik terakumulasi dalam tubuh dapat menyebabkan terjadinya efek kronis yang bersifat *irreversible* karena tidak memiliki cukup waktu untuk suatu sistem organ tubuh manusia melakukan

pemulihan terhadap bahan toksik yang telah masuk ke dalam tubuh (Mukono, 2010).

2.4 Metode Destruksi

Destruksi merupakan suatu proses pemecahan senyawa menjadi unsur-unsur yang dapat dianalisis. Destruksi memiliki istilah lain yaitu perombakan dari bentuk logam organik menjadi bentuk logam-logam anorganik. Pada umumnya destruksi mempunyai 2 jenis yaitu destruksi basah (oksidasi basah) dan destruksi kering (oksidasi kering). Pemilihan teknik destruksi yang akan digunakan sangat tergantung pada sifat zat organik dalam bahan, sifat zat antara yang ada di dalam bahan, mineral yang akan dianalisa, serta sensitivitas yang digunakan(Nasir, 2019).

1. Metode destruksi basah

Destruksi basah adalah suatu metode perombakan sampel menggunakan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran yang dioksidasi dengan zat oksidator kuat. Destruksi basah dapat menggunakan pelarut asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat dan asam klorida baik tunggal maupun campuran. Destruksi yang sempurna ditandai dengan adanya larutan jernih saat destruksi berakhir, hal ini menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Senyawa garam yang terbentuk setelah destruksi merupakan senyawa garam yang stabil yang dapat disimpan selama beberapa hari. Metode destruksi basah dianggap lebih efektif dibandingkan dengan metode destruksi kering, karena tidak banyak bahan yang hilang akibat penggunaan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Faktor tersebut menjadikan destruksi basah lebih sering digunakan saat penelitian. Metode destruksi basah mempunyai 2 jenis yaitu destruksi basah terbuka yang menggunakan *hotplate* dan destruksi basah tertutup yang menggunakan alat *refluks* (Nasir, 2019).

2. Metode destruksi kering

Destruksi kering merupakan suatu proses perombakan logam organik di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik melalui pengabuan sampel menggunakan *muffle furnace* yang memerlukan suhu pemanasan tertentu. Destruksi kering

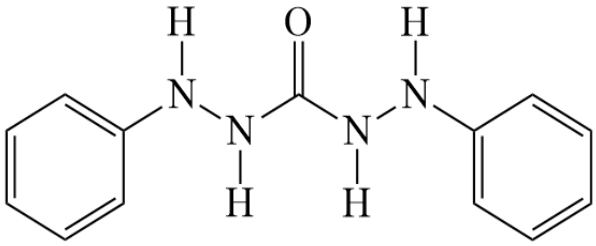
biasanya membutuhkan suhu pemanasan antara 400-800^{o}C, tetapi pemakaian suhu ini tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Suhu pengabuan ditentukan dengan meninjau jenis logam yang akan dianalisis. Oksida dari logam Fe, Cu dan Zn yaitu FeO, Fe_2O_3, CuO dan ZnO merupakan oksida yang cukup stabil pada suhu pengabuan, sehingga efektif jika diterapkan metode destruksi kering. Oksida-oksida ini kemudian dilarutkan ke dalam pelarut asam encer baik tunggal maupun campuran, setelah itu dianalisis sesuai metode yang digunakan (Nasir, 2019).

Menurut Raimon (1993), ada beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam menentukan metode destruksi basah maupun kering yang akan digunakan dalam preparasi sampel, yaitu:

1) Sifat matriks dan konstituen yang terkandung di dalam sampel
2) Jenis logam yang akan dianalisis
3) Metode yang akan digunakan untuk penentuan sampel
4) Waktu yang dibutuhkan untuk analisis
5) Biaya yang dibutuhkan
6) Ketersediaan bahan kimia
7) Sensitivitas metode yang digunakan

2.5 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks terdiri dari ion logam yang dikelilingi oleh ligan, ligan sendiri merupakan ion atau molekul yang memiliki satu atau lebih pasangan elektron bebas yang berperan sebagai pendonor elektron untuk membentuk suatu ikatan, sedangkan ion logam sebagai akseptor elektron karena ion logam menerima pasangan elektron untuk membentuk suatu ikatan dengan ligan tersebut. Senyawa kompleks merupakan gabungan dari asam lewis (ion logam) dan basa lewis (ligan). Perpindahan satu atau lebih pasangan elektron bebas dari ligan ke ion logam disebut senyawa kompleks koordinasi (Sugiarso dan Sari, 2015)



Gambar 2.1 Struktur 1,5-difenilkarbazida

(Sumber: Moghimi, 2007)

Penentuan kandungan kromium dengan metode spektrofotometri dan pereaksi 1,5-difenilkarbazida yang dapat dilihat struktur kimianya pada Gambar 2.1 sebagai reagennya adalah metode yang sangat umum digunakan. Metode ini memiliki kelebihan yaitu reaksinya cepat dan stabilitasnya tinggi untuk digunakan pada penentuan kromium. Metode spektrofotometri ini memiliki keuntungan yaitu sangat menarik, berbiaya rendah, mudah dioperasikan dan cocok untuk diterapkan (Suryati *et al*, 2015).

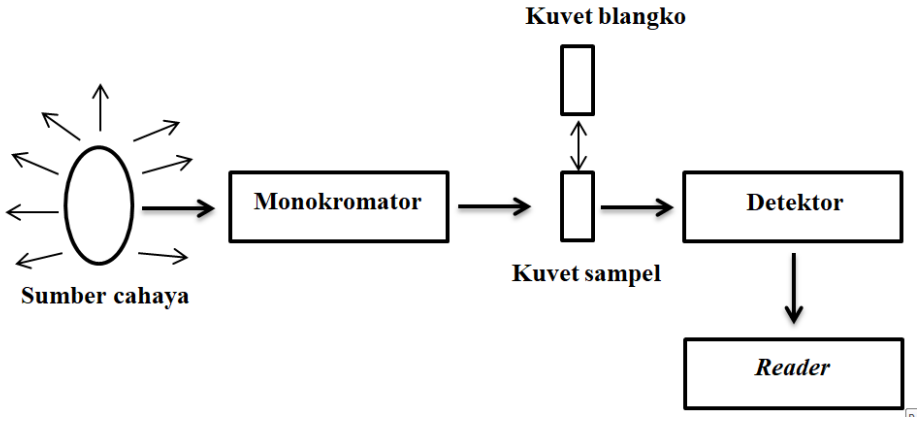
2.6.Spektrofotometri *UV-Visible*

Metode spektrofotometri ini mengacu pada pengukuran intensitas radiasi dengan fotolistrik transduser atau jenis lain dari perangkat elektronik (Skoog *et al*, 2017). Spektrofotometer merupakan alat instrumen yang digunakan untuk mengukur serapan suatu larutan sebagai fungsi panjang gelombang yang terdiri dari spektrometer sebagai penghasil sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer sebagai pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diabsorbsi (Khopkar, 2010). Secara umum instrumen spektrofotometer yang sering digunakan pada analisis kimia memiliki beberapa jenis, seperti spektrofotometer ultraviolet, spektrofotometer *visible*, *fourier- transform infrared spectroscopy* (FTIR), *flam fotometer*, spektrofotometer UV- Visible dan sebagainya.

Secara umum teknik spektrofotometri UV-Visibel digunakan untuk tujuan analisis kuantitatif maupun kualititatif di laboratorium analisis kimia. Cara penggunaan teknik spektrofotometri UV-Visibel yang mudah serta cara analisisnya yang cepat menjadikan teknik ini sering digunakan di laboratorium.

Hampir semua laboratorium yang melakukan pengujian kimia mempunyai instrumen ini (Rohman, 2014).

Spektrofotometer UV-Visibel merupakan gabungan antara spektrofotometri UV dan Visibel dengan menggunakan dua buah sumber cahaya yang berbeda yaitu sumber cahaya UV dan sumber cahaya Visibel (Nazar, 2018). Spektrofotometer UV-*Visible* sesuai untuk pengukuran pada daerah ultraviolet dan sinar tampak yang terdiri dari sistem optik dengan kemampuannya untuk menghasilkan sinar monokromatis pada jangkauan panjang gelombang 200-800 nm. Spektrofotometer UV-Visibel tersusun dari sumber cahaya, monokromator, kuvet dan detektor. Diagram sederhana spektrofotometer UV-*Visible* dengan komponen-komponennya dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Diagram Sistematik Spektrofotometer UV-*Visible*

(Sumber: Khopkar, 2010)

Bagian-bagian spektrofotometer UV-*Visible* (Gandjar dan Rohman, 2018):

1. Sumber cahaya

Sumber cahaya pada spektrofotometer UV-*Visible* ada 2 macam yaitu lampu tungsten (Wolfram) dan lampu deuterium. Lampu tungsten memiliki bentuk seperti bola lampu pijar yang digunakan untuk mengukur sampel pada daerah tampak. Lampu Tungsten memiliki daerah panjang gelombang antara 350-2200 nm sehingga cocok untuk kolorimetri. Lampu deuterium adalah sumber energi tinggi yang mampu mengemisikan sinar dengan panjang gelombang 200-380 nm. Deuterium merupakan salah satu isotop hidrogen yang mempunyai satu neutron

lebih banyak dibandingkan dengan hidrogen biasa dalam inti atomnya. Sumber sinar ini digunakan untuk semua spektroskopi dalam daerah spektrum ultraviolet. Sumber cahaya yang ideal pada instrumen ini yaitu:

1) Mampu mencakup semua kisaran pengukuran pada daerah UV-*Visible*
2) Mempunyai intensitas sinar yang tinggi dan stabil pada keseluruhan kisaran panjang gelombang sehingga penguatan sinyal yang ekstensif dari detektor dapat dihindari
3) Intensitas sumber sinar tidak boleh bervariasi secara signifikan pada panjang gelombang yang berbeda
4) Intensitas sumber sinar tidak berfluktuasi (naik turun) pada kisaran waktu yang lama maupun dalam kisaran waktu yang singkat. Fluktuasi dalam jangka waktu yang singkat ini biasanya disebut dengan *flicker*.

2. Monokromator

Monokromator adalah alat yang akan memecah cahaya polikromatis menjadi cahaya tunggal (monokromatis) dengan panjang gelombang tertentu. Monokromator pada spektrofotometer memiliki berbagai jenis yaitu prisma, kaca untuk daerah sinar tampak, kuarsa untuk daerah UV, *rock salt* untuk daerah IR dan kisi difraksi.

3. Kuvet

Kuvet adalah wadah larutan yang akan dianalisis. Kuvet yang baik harus memenuhi beberapa syarat sebagai berikut:

1) Permukaannya harus sejajar optis
2) Tidak berwarna sehingga semua cahaya mampu ditransmisikan
3) Tidak ikut bereaksi terhadap bahan-bahan kimia
4) Tidak rapuh
5) Bentuknya sederhana

Mutu data spektroskopi yang dihasilkan tergantung pada pengguanaan dan pemeliharaan kuvet. Pemeliharaan kuvet yang dapat dilakukan seperti bagian dinding kuvet yang transparan tidak boleh dipegang setelah dibersihkan dan sebelum digunakan harus dibilas karena kemungkinan sisa-sisa sampel masih menempel di dinding kuvet, sehingga dapat mengubah karakteristik transmisi

kuvet. Pengeringan kuvet tidak boleh melalui proses pemanasan dengan oven karena dapat menyebabkan kerusakan fisik atau dapat mengubah ketebalan kuvet.

4. Detektor

Detektor akan menangkap sinar yang diteruskan oleh larutan kemudian diubah menjadi sinyal listrik oleh *amplifier* dan dalam rekorder akan ditampilkan dalam bentuk angka-angka pada *reader* (*computer*). Syarat-syarat ideal sebuah detektor adalah:

1) Mempunyai kepekaan tinggi
2) Respon konstan pada berbagai panjang gelombang
3) Waktu respon cepat dan sinyal minimum tanpa radiasi
4) Sinyal listrik yang dihasilkan harus sebanding dengan tenaga radiasi

Pada spektrofotometri UV-Visibel zat yang dapat dianalisis yaitu dalam bentuk larutan dan berwarna atau dapat dibuat berwarna. Zat berwarna adalah zat yang memiliki sifat menyerap cahaya secara alami, sedangkan zat yang dibuat berwarna adalah zat yang tidak berwarna sehingga harus direaksikan dengan reagen tertentu sehingga dapat membentuk senyawa kompleks berwarna yang dapat menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu (Warono dan Syamsudin, 2013).

Spektrofotometri *UV-Visible* mengacu pada hukum *lambert-beer*, sehingga data absorbansi spektra UV-Visibel dapat dihitung dan diketahui konsentrasi larutan. Aapabila cahaya monokromatik melalui suatu media (larutan), maka sebagian cahaya tersebut akan diserap, sebagian dipantulkan dan sebagian lagi akan dipancarkan. Sinar dari sumber cahaya akan dibagi menjadi dua berkas oleh cermin yang berputar pada bagian dalam spektrofotometer. Berkas pertama akan melewati kuvet berisi blanko, sementara berkas kedua akan melewati kuvet berisi sampel. Blanko dan sampel akan diperiksa secara bersamaan, adanya blanko berguna untuk menstabilkan absorbansi akibat perubahan voltase dari sumber cahaya (Sembiring *et al*, 2019).

Intensitas cahaya yang diteruskan oleh sampel dinyatakan sebagai transmitan yang dapat dirumuskan melalui Persamaan 4 dan 5 :

$$T = \frac{P}{Po} \qquad \text{.....(4)}$$

dan

%T =T x 100…….……(5)

P = intensitas sinar diteruskan

Po= intensitas sinar datang

Karena Po sulit untuk diukur sehingga pengukuran dilakukan untuk $P_{solvent}$ (intensitas sinar yang melewati sel berisi pelarut) sehingga:

$T = P_{solution}/P_{solvent}$……(6)

Hubungan antara transmitan (T) dan absorbansi (A) dapat ditulis sebagai berikut:

A = -logT……...(7)

$= -\log P_{solution}/P_{solvent}$

$= \log P_{solution}/P_{solvent}$

$A = \frac{\log 1}{T}$……...……(8)

Asumsi mengenai hukum *lambert-beer* sebagai berikut :

1. Radiasi sinar yang datang harus monokromatis
2. Spesi penyerap independen antara satu sama lain
3. Radiasi sinar datang merupakan berkas paralel yang tegak lurus dengan permukaan media penyerap
4. Radiasi sinar melintasi media penyerap dengan panjang yang sama
5. Media penyerap harus homogen dan tidak menyebabkan penghamburan sinar
6. Radiasi sinar datang mempunyai intensitas yang tidak terlalu besar yang menyebabkan efek saturasi

Berdasarkan asumsi di atas, hukum *lambert-beer* dapat dinyatakan sebagai berikut:

Jumlah radiasi yang diserap sebanding dengan ketebalan sel (b), konsentrasi analit (c), dan koefisien absorptivitas molekuler (a) dari atau spesi (senyawa) pada suatu panjang gelombang yag dapat dilihat pada Persamaan 9:

A = abc.……...……..(9)

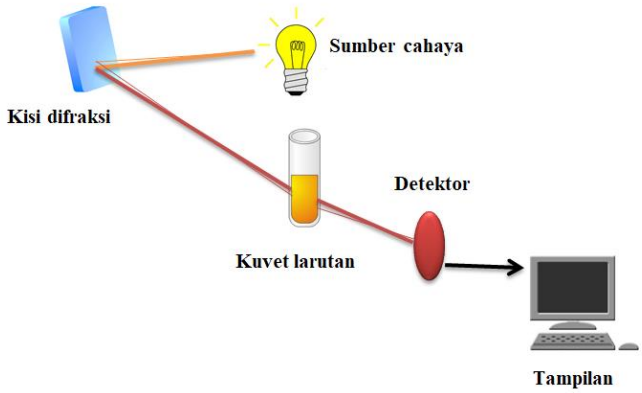
Jika konsentrasi (c) dinyatakan sebagai molaritas (mol/L) dan ketebalan sel (l) dinyatakan dalam centimeter (cm), sedangkan absorptivitas molekuler (a) disebut

sebagai koefisien ekstingsi molar (ε) yang memiliki satuan [L/(mol.cm)]. Maka persamaan hukum Lambert-Beer dapat ditulis menjadi:

$A = \varepsilon bc$……(10)

(Nazar,2018)

Suatu larutan yang dapat diukur menggunakan spektrofotometer *UV-Visible* ketika larutan tersebut 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, sedangkan gugus auksokrom merupakan gugus fungsionil yang mempuyai elektron bebas. Contoh gugus kromofor antara lain C=C, C=N, N=N, N=O dan sebagainya. Molekul yang mengandung gugus kromofor memiliki panjang gelombang maksimum yang berbeda-beda, seperti molekul yang mengandung dua gugus kromofor atau lebih akan mengabsorbsi cahaya pada panjang gelombang yang hampir sama dengan molekul yang mengandung satu gugus kromofor, tetapi intensitas absorbsinya akan sebanding dengan jumlah kromofor yang ada. Namun, interaksi antara dua gugus kromofor tidak akan terjadi kecuali dua gugus kromofor tersebut saling berkaitan (Skoog dan West, 1971).



Gambar 2.3 Prinsip Spektrofotometer UV-*Visible*

(Sumber: Nazar, 2018)

Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-*Visible* dapat dilihat pada Gambar 2.3 yaitu cahaya yang berasal dari lampu tungsten dan lampu deuterium yang bersifat polikromatis dilewatkan melalui lensa menuju monokromator dan diubah menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya akan menuju sel absorbsi

atau kuvet yang mengandung suatu zat dengan konsentrasi tertentu. Cahaya yang menuju kuvet ada yang diserap dan ada yang diteruskan, cahaya yang diteruskan akan diterima oleh detektor menjadi spektra. Detektor akan menghitung cahaya yang diterima, sehingga cahaya yang diserap oleh sampel akan diketahui. Cahaya yang diserap oleh sampel sebanding dengan konsentrasi suatu zat yang terkandung dalam sampel (Khopkar, 1990).

2.7.Verifikasi

Menurut Riyanto (2014), verifikasi metode uji merupakan konfirmasi ulang dengan melakukan pengujian terhadap metode standar, kemudian melengkapi bukti-bukti yang objektif untuk mengetahui bahwa metode tersebut telah memenuhi persyaratan yang ditetapkan dan sesuai dengan tujuan. Verifikasi ini dilakukan terhadap metode standar sebelum diterapkan di laboratorium. Hal ini dikarenakan laboratorium yang berbeda memiliki kompetensi personil, kemampuan peralatan dan kondisi yang berbeda, sehingga kinerja antara satu laboratorium dengan laboratorium lainnya akan berbeda (Utami, 2017).

Tujuan dari verifikasi untuk membuktikan bahwa suatu laboratorium mempunyai data kinerja dan pembuktian bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian menggunakan metode standar tersebut dengan hasil yang valid (Riyanto, 2014). Metode standar adalah metode yang telah dikembangkan atau telah ditetapkan oleh suatu organisasi atau badan standardisasi nasional suatu negara. Contoh dari metode standar ini seperti ASTM, ISO, SNI, BSN dan lain sebagainya (Utami, 2017). Parameter yang dapat ditentukan dalam verifikasi metode uji yaitu presisi (kecermatan), akurasi (ketepatan), linieritas dan rentang, batas deteksi (*limit of detection*) dan batas kuantitasi (*limit of quantitation*), spesifitas (selektivitas), sensitivitas, ketangguhan dan ketahanan. Namun, dalam verifikasi metode uji terdapat parameter minimal yang harus dipenuhi yaitu presisi dan akurasi (Sa'adah dan Winata, 2010)

2.7.1 Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan dari suatu metode untuk memperoleh hasil uji yang proporsional terhadap jumlah analit pada sampel dalam jangkauan konsentrasi tertentu. Tujuan pengujian linieritas untuk memastikan adanya

hubungan yang linier antara konsentrasi analit dengan respon detektor. Cara mengetahui hubungan linieritas yaitu digunakan koefisien korelasi (r) pada analisis regresi linier yang memiliki nilai syarat minimum 0,98 sesuai dengan Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) tahun 2001 atau minimum 0,999 untuk rekomendasi dari *Center for Drug Evaluation and Research* (CDER) (Mulyati *et al*, 2011).

Parameter adanya hubungan linear biasanya digunakan koefisien korelasi (r) pada analisis regresi linear y = a + bx, nilai a menunjukkan kepekaan analisis oleh instrumen yang digunakan. koefisien korelasi adalah ukuran hubungan linier antara dua set data yang biasanya dinyatakan sebagai r, sedangkan Koefisien determinasi merupakan jumlah rasio dari variansi terhadap variasi keseluruhan yang dinyatakan sebagai dengan $r^{2.}$ Hubungan linier yang ideal dicapai apabila nilai a = 0 dan nilai r = +1 atau -1, tanda + yang menunjukkan hasil korelasi positif ditandai dengan arah garis yang miring ke kanan, sedangkan tanda – menunjukkan hasil korelasi negatif yang ditandai dengan arah garis yang miring ke kiri. Uji linieritas minimal menggunakan 4 seri larutan standar dengan rentang konsentrasi bertingkat yaitu 50-15% dari jumlah kadar analit pada larutan atau sampel (Riyanto, 2014).

2.7.2 *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantitative* (LOQ)

Batas deteksi (LOD) merupakan konsentrasi terendah dari suatu analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi sedangkan batas kuantitasi (LOQ) adalah konsentrasi terendah dari suatu analit dalam sampel yang dapat ditentukan dengan tingkat akurasi dan presisi yang masih dapat diterima (Kantasubrata, 2012). Menurut Panggabean *et* al (2018), semakin kecil nilai batas deteksi (LOD) atau batas kuantitasi (LOQ) menunjukkan bahwa detektor maupun metode yang digunakan semakin teliti karena mampu mengukur atau mendeteksi jumlah analit hingga ke level *trace*. Limit deteksi (LOD) merupakan parameter yang dapat dipengaruhi oleh adanya perubahan kecil dalam analisis seperti suhu, kemurnian larutan, matriks dan kondisi). Limit deteksi (LOD) dan limit kuantisasi (LOQ) dapat ditentukan dengan 3 metode, namun penggunaan metode tersebut tergantung pada metode analisisnya (Riyanto, 2014).

Menurut Riyanto (2014) cara menentukan LOD dan LOQ ada 3 cara yaitu:

1. *Signal-to-noise*

Metode *signal-to-noise* atau sinyal terhadap gangguan, metode ini mengukur waktu retensi analit dan konsentrasi analit yang akan menghasilkan sinyal sama dengan nilai tertentu dari gangguan yang dihasilkan untuk sinyal rasio yang diperkirakan. Gangguan dapat diukur secara manual pada *printout* atau dengan *autointegrator* dari sebuah instrumen. Sebuah rasio *signal-to-noise* (S/N) dari tiga umumnya untuk memperkirakan LOD dan rasio *signal-to-noise* dari sepuluh digunakan untuk menentukan LOQ. Metode ini biasanya diterapkan untuk metode analisis yang menunjukkan suara dasar.

2. Penentuan blanko

Penentuan blanko diterapkan ketika analisis blanko tidak memberikan hasil nilai standar deviasi sebesar nol. *Limit of Detection* (LOD) dinyatakan sebagai konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko sampel ditambah tiga standar deviasi dan *Limit of Quantitation* (LOQ) adalah konsentrasi analit yang sesuai dengan nilai blanko sampel ditambah sepuluh standar deviasi seperti yang ditunjukkan dalam persamaan 11 dan persamaan 12:

$$LOD = x + 3Sb \quad \text{……..…….……(11)}$$

$$LOQ = x + 10Sb \quad \text{……...……..(12)}$$

Keterangan :

x : konsentrasi rata-rata blanko

Sb : standar deviasi dari blanko

3. Kurva kalibrasi

Metode ini menggunakan asumsi bahwa respon dari instrumen (y) berhubungan linear dengan konsentrasi standar (x) untuk rentang konsentrasi yang terbatas. Hal ini dapat dinyatakan dalam model seperti y = bx + a. Metode ini digunakan untuk menghitung sensitivitas b dan LOD serta LOQ. Oleh karena itu LOD dan LOQ dapat dinyatakan pada persamaan 13 dan 14:

$$LOD = \frac{3 \text{ x } Sy/x}{\text{slope}} \quad \text{……....(13)}$$

$$LOQ = \frac{10 \text{ x } Sy/x}{\text{slope}} \quad \text{……..(14)}$$

Keterangan :

Sy/x = Simpangan baku residual

2.7.3 Presisi

Presisi atau *precison* merupakan derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang diukur dengan penyebaran hasil individu berdasarkan rata-rata terhadap prosedur yang dilakukan secara berulang pada sampel yang homogen (Panggabean *et al*, 2015). Presisi dapat ditentukan dari nilai simpangan baku yang dinyatakan sebagai % RSD (*relative standard deviation*) dengan kriteria pada metode < 2% dan dapat ditentukan dengan analisis duplo yang dinyatakan sebagai % RPD (*relative percent different*) dengan kriteria pada kisaran 5-10%. Nilai presisi dari metode uji dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 15, 16 dan 17:

$$SD=\frac{\sqrt{(x-\bar{X})^2}}{n-1} \quad \text{.....(15)}$$

$$\%\ RSD=\frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad \text{.....(16)}$$

$$\%\ RPD=\frac{x_1-x_2}{\bar{X}} \times 100\% \quad \text{.....(17)}$$

Keterangan :

SD : Standar deviasi

$\bar{X}$: Nilai konsentrasi rata-rata

x_1 : Hasil pengujian pertama

x_2 : Hasil pengujian kedua

n : Jumlah pengukuran

RSD : *Relative standard deviation*

RPD : *relative percent different*

Presisi dapat dibagi menjadi 3 kategori yaitu keterulangan (*repeatability*), presisi antara (*intermediet precision*) dan ketertiruan (*reproducibility*). *Repeatibility* adalah nilai presisi yang diperoleh ketika pengukuran dihasilkan oleh seorang analis dalam satu periode tertentu, menggunakan contoh, pereaksi, peralatan dan laboratorium yang sama. Semakin kecil nilai keterulangan

(*repeatibility*) menunjukkan semakin presisi (sesuai) hasil pengulangan yang dilakukan dengan syarat keberterimaan ditunjukkan pada persamaan 18 dan 19:

$$\%RSD < 0{,}5\ CV_{Horwitz} \quad \text{.....(18)}$$

$$CV_{Horwitz} = 2^{1-0{,}5 \log C} \quad \text{.....(19)}$$

Ketertiruan (*reproducibility*) merupakan nilai presisi yang dihasilkan pada kondisi yang berbeda, seperti analis yang berbeda pada laboratorium yang sama atau periode dan laboratorium yang berbeda yang dikerjakan oleh analis yang sama. Ketertiruan (*reproducibility*) dapat memperbanyak sumber variasi sehingga tidak akan lebih baik hasilnya dari nilai keterulangan (*repeatibility*) (Utami, 2017). Batas keberterimaan dari nilai presisi ketertiruan (*reproducibility*) ini dapat dilihat pada persamaan 20:

$$\%RSD < 0{,}67\ CV_{Horwitz} \quad \text{.....(20)}$$

Presisi antara (*intermediate precision*) merupakan bagian dari presisi yang dilakukan dengan cara mengulang pemeriksaan terhadap contoh uji dengan alat, waktu, analis yang berbeda namun dalam laboratorium yang sama (Riyanto, 2014).

2.7.4 Akurasi

Akurasi merupakan besarnya derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya, akurasi ini dapat dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) dari analit yang telah ditambahkan. Penentuan akurasi ada 2 metode yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) dan metode penambahan standar (*standard addition method*). Metode simulasi dilakukan dengan menambahkan analit bahan murni ke dalam plasebo (campuran dari reagen tanpa adanya analit) kemudian dianalisis dan dibandingkan hasilnya dengan kadar yang sebenarnya. Metode adisi standar dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit atau standar ke dalam sampel, kemudian diukur sampel murni dan sampel yang telah ditambahkan analit atau standar tersebut. Selisih kedua hasil sampel tersebut dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya. Syarat-syarat analit atau standar yang dapat ditambahkan ke dalam sampel adalah memiliki kemurnian tinggi, memiliki matrik hampir sama dengan sampel dan memiliki kelarutan hampir sama

dengan sampel (Riyanto, 2014). Besarnya % *recovery* dapat dihitung menggunakan persamaan 21 dan persamaan 22:

$$\%\ Recovery = \frac{[C]\text{sampel}+spike - [C]\text{sampel}}{[C]spike} \times 100\% \quad \text{.....(21)}$$

$$Cspike = \frac{\text{Vstandar (mL)} \times \text{Cstandar (mL)}}{\text{Vakhir (mL)}} \quad \text{.....(22)}$$

Penentuan akurasi dapat menggunakan bahan *certified refference material* (CRM) yang mempunyai nilai tertelusur di satuan internasional (SI) sehingga dapat digunakan sebagai nilai acuan. Syarat bahan CRM yang digunakan yaitu matriksnya harus cocok dengan sampel, tetapi dalam praktiknya bahan CRM jarang tersedia dan membutuhkan biaya yang mahal. Keterbatasan pada bahan CRM tersebut maka dapat diganti menggunakan bahan *standard refference material* (SRM) atau menggunakan bahan standar yang mirip sampel dengan kemurnian yang tinggi (metode adisi standar). Rentang besarnya nilai *recovery* yang dapat diterima berdasarkan nilai konsentrasi sampel dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Rentang Persen *Recovery* Berdasarkan Nilai Konsentrasi Sampel

Konsentrasi Analit pada Sampel	*Recovery* yang Di terima (%)
100%	98-101
10%	95-102
1%	92-105
0,10%	90-108
0,01%	85-110
10 µg/g (10 ppm)	80-115
1 µg/g (1 ppm)	75-120
10 µg/g (10 ppb)	70-125

(Sumber:AOAC, 2013)

2.8.Estimasi ketidakpastian Pengukuran

Suatu laboratorium wajib memiliki dan menerapkan prosedur untuk estimasi ketidakpastian pengukuran, hal ini telah diatur pada dokumen standar "Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi" ISO/IEC 17025:2005 dalam bulir 5.4.6. Estimasi ketidakpastian pengukuran sendiri merupakan parameter yang berkaitan dengan hasil pengukuran

yang mencirikan penyebaran nilai-nilai yang cukup dan dapat dikaitkan dengan hasil pengukuran. Estimasi ketidakpastian harus didasarkan pada pengetahuan terhadap unjuk kerja suatu metode dan menggunakan data-data yang diperoleh berdasarkan pengalaman sebelumnya serta data validasi metode (Riyanto, 2014).

Nilai ketidakpastian ditunjukkan dengan tanda "±", biasanya suatu hasil pengukuran dinyatakan dengan X±U unit. Hal ini menunjukkan bahwa rentang hasil pengukura tersebut adalah X-U sampai X+U (Pramono, 2014). Sumber ketidakpastian pengukuran kemungkinan timbul dari berbagai sumber, seperti sampling, matriks dan gangguan, contoh, kondisi lingkungan, ketidakpastian massa dan volumetrik peralatan, nilai acuan, variasi acak serta perkiraan dan dugaan yang tergabung dalam metode pengukuran. Komponen sumber ketidakpastian dibagi menjadi 2 kategori, yaitu (Riyanto, 2014):

1. Tipe A

Sumber ketidakpastian tipe A berdasarkan pada pekerjaan eksperimental yang dihitung dari rangkaian pengamatan secara berulang. Ketidakpastian baku tipe A diperoleh melalui persamaan 23 yaitu:

$$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad \text{.....(23)}$$

Keterangan:

s : simpangan baku

n : jumlah pengulangan dari pengamatan

2. Tipe B

Ketidakpastian tipe B didasarkan efek acak dan sistematik serta informasi atau data-data yang dapat dipercaya seperti sertifikat, spesifikasi pabrik tentang alat uji, *catalog*, *handbook*, internet dan sebagainya. Ketidakpastian baku tipe B dapat ditentukan dengan cara membagi simpangan baku (ketidakpastian itu sendiri) dengan distribusi probabilitas sebagai faktor koreksinya (Tuning dan Supriyanto, 2010). Perhitungan ketidakpastian baku tipe B ada beberapa cara, yaitu (Kusumaningtyas *et al*, 2016):

1) Distribusi normal dengan tingkat kepercayaan 95%

$$\mu = \frac{s}{2} \quad \text{.....(24)}$$

2) Distribusi normal dengan tingkat kepercayaan 99%

$\mu = \frac{s}{3}$…….....…….(25)

3) Distribusi *rectangular*, jika suatu rentang nilai memiliki probabilitas yang sama

$\mu = \frac{s}{\sqrt{3}}$……...……..(26)

4) Distribusi *triangular*, apabila suatu sebaran data memiliki rentang dimana terdapat satu nilai yang merupakan nilai terbanyak (modus)

$\mu = \frac{s}{\sqrt{6}}$ ……...…….(27)

Secara umum ketidakpastian pengukuran dapat ditentukan dengan melakukan dilakukan dengan langkah-langkah sebagai berikut (Ginting, 2009):

1) Menyusun suatu model dari langkah pengerjaan
2) Menentukan semua faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil pengukuran
3) Buat diagram *cause and effect* atau *fish bone*

Identifikasi sumber ketidakpastian dengan cara *fish bone* dilakukan dengan tahap sebagai berikut (Kusumaningtyas *et al*, 2016):

1. Membuat skema gambar tulang punggung ikan
2. Parameter uji diletakkan sebagai kepala ikan
3. Berdasarkan model pengujian, dilakukan identifikasi tulang utama. Tulang utama adalah faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir
4. Identifikasi tulang kecil yang menjadi penyebab kesalahan dalam tulang utama

4) Kelompokkan faktor diatas ke dalam kategori komponen ketidakpastian
5) Estimasi masing-masing komponen ketidakpastian sehingga sama dengan simpangan baku (μ)
6) Gabungkan komponen ketidakpastian baku untuk menghasilkan ketidakpastian baku gabungan (μG)
7) Laporkan hasil perhitungan dalam bentuk ketidakpastian yang diperluas (μU)

Sumber ketidakpastian yang telah diidentifikasi dan dihubungkan antara satu dengan yang lainnya serta diketahui pengaruhnya terhadap ketidakpastian akhir, maka pada tahap ini dilakukan perhitungan nilai ketidakpastian yang berasal dari masing-masing sumber. Data ketidakpastian yang berasal dari masing-masing sumber perlu dikonversi terlebih dahulu menjadi ketidakpastian baku (μ) sehingga dapat digunakan pada perhitungan ketidakpastian akhir (Riyanto, 2014).

Ketidakpastian baku yang diperoleh dari masing-masing sumber ketidakpastian digabungkan sehingga diperoleh nilai ketidakpastian baku (μc). Penggabungan ini disesuaikan dengan persamaan atau rumus yang digunakan dalam perhitungan hasil pengukuran, maka persamaan umum untuk menggabungkan nilai ketidakpastian baku dari komponen-komponen menjadi ketidakpastian gabungan (μc) dapat dilihat pada persamaan 28 (Sunardi *et al*, 2007):

$$\mu c = \sqrt{\left(\frac{\mu P}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, p}{p}\right)^2 + \ldots \left(\frac{\mu\, pn}{n}\right)^2} \quad \ldots\ldots(28)$$

Tahap terakhir dari perhitungan ketidakpastian adalah mengkalikan ketidakpastian gabungan (μc) dengan faktor cakupan (k) dengan tingkat kepercayaan tertentu. Kebanyakan kasus, disarankan untuk menggunakan nilai k = 2 (atau tepatnya 1,96) yang akan memberikan tingkat kepercayaan 95%. Nilai faktor cakupan ini hanya berlaku jika nilai perhitungan ketidakpastian gabungan didasarkan pada data dengan derajat bebas efektif yang cukup besar (≥ 6). Jika derajat bebas efektif kecil (<6), maka nilai k yang digunakan lebih besar yang dapat diperoleh dari nilai t-*student* (Riyanto, 2014). Ketidakpastian diperluas untuk mendapatkan probabilitas yang memadai bahwa nilai hasil uji berada dalam rentang yang diberikan oleh ketidakpastian, ketidakpastian diperluas dapat ditentukan dengan rumus perhitungan yang dapat dilihat pada persamaan 29 (Sukirno dan Samin, 2011):

$$\mu U = \mu c . k \quad \ldots\ldots(29)$$

BAB III
METODOLOGI

3.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam pengujian ini adalah sampel cat tembok, larutan HNO_3 (1:1) (teknis), larutan H_2SO_4 (1:1) (teknis), larutan *digestion alkali* (teknis), larutan buffer pospat (merck), akuabides, 1,5-difenilkarbazida (merck) dan larutan standar Cr^{6+} dari $K_2Cr_2O_7$ (merck).

3.2 Alat

Alat-alat yang digunakan yaitu neraca analitik (Denver Instrument SI-234), *waterbath* (Memmert), Erlenmeyer 250 mL (Iwaki), pipet volume 5 mL ± 0,015 mL (Iwaki), *test tube* 50 mL (Iwaki), pipet ukur 0,5 mL ± 0,0005 mL (Iwaki), pipet ukur 5 mL ± 0,03 mL (Iwaki), labu ukur 100 mL ± 0,08 mL (Iwaki), corong kaca (Herma), kertas saring whatman nomor 42, kuvet, tabung reaksi 50 mL dan spektrofotometer *UV-Visible* (Shimadzu UV 2450 Series).

3.3 Cara Kerja

1. Persiapan reagen
   1) Larutan *digestion alkali*

Sebanyak 20 gram padatan NaOH dan 30 gram Na_2CO_3 dilarutkan dengan akuabides ke dalam gelas beaker 500 mL dan diencerkan hingga 1000 mL ke dalam labu ukur 1000 mL. larutan ditera dan dihomogenkan.

   2) Larutan 1,5-difenilkarbazida

Sebanyak 0,25 gram 1,5-difenilkarbazida dilarutkan menggunakan pelarut aseton ke dalam gelas beaker 50 mL dan diencerkan ke dalam labu ukur 50 mL. larutan ditera dan dihomogenkan.

2. Preparasi sampel cat tembok

Sampel cat tembok yang berbentuk cair dituang pada suatu media yang rata untuk dikeringkan pada suhu ruangan. Cat tembok yang telah mengering dikumpulkan dan siap untuk dianalisis.

3. Penentuan konsentrasi Cr^{6+} pada cat tembok dengan spektrofotometer UV-*Vis* (IEC 62321:2008)

Sampel cat tembok ditimbang sebesar ± 2,5 gram ke dalam erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambahkan larutan *digestion alkali* sebanyak 50 mL dan buffer pospat pH 7,1 sebanyak 0,5 mL. Larutan dihomogenkan dan dipanaskan di atas *waterbath* pada suhu ± 95℃ selama 3 jam. Larutan didinginkan hingga suhu ruang dan ditambahkan larutan HNO_3 (1:1) sebanyak 5 mL. Larutan disaring dengan kertas saring whatman nomor 42 kedalam labu takar 100 mL dan dibilas 2-3 kali menggunakan akuabides. Larutan ditambahkan 0,75 mL H_2SO_4 (1:1) dan 1 mL 1,5-difenilkarbazida yang akan membentuk senyawa kompleks berwarna merah keunguan. Larutan ditepatkan dengan akuabides dan dibaca dengan alat spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm sebanyak 2 kali.

4. Penentuan linieritas kurva kalibrasi standar, LOD dan LOQ (IEC 62321:2008)

Sebanyak 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,4 mL larutan induk Cr^{6+} 100 mg/L dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan 1,5 mL H_2SO_4 (1:1) dan 2 mL 1,5-difenilkarbazida. Larutan kemudian ditambah akuabides sampai tanda tera dan dihomogenkan sehingga diperoleh deret larutan standra Cr^{6+} berturut-turut 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,4 mg/L. Larutan deret standar diukur menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm sebanyak 2 kali. Konsentrasi yang terbaca digunakan untuk menentukan nilai LOD dan LOQ.

5. Penentuan Presisi

Sampel cat tembok ditimbang sebesar ± 2,5 gram ke dalam erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambahkan larutan *digestion alkali* sebanyak 50 mL dan buffer pospat pH 7,1 sebanyak 0,5 mL. Larutan dihomogenkan dan dipanaskan di atas *waterbath* pada suhu ± 95℃ selama 3 jam. Larutan didinginkan hingga suhu ruang dan ditambahkan larutan HNO_3 (1:1) sebanyak 5 mL. Larutan disaring dengan kertas saring whatman nomor 42 ke dalam labu takar 100 mL dan dibilas 2-3 kali menggunakan akuabides. Larutan ditambahkan 0,75 mL H_2SO_4 (1:1) dan 1 mL 1,5-difenilkarbazida yang akan membentuk senyawa kompleks berwarna merah keunguan. Larutan ditepatkan dengan akuabides dan dibaca dengan alat spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm sebanyak 2 kali.

6. Penentuan akurasi (IEC 62321:2008)

Sampel cat tembok ditimbang sebesar ± 2,5 gram ke dalam erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambahkan larutan *digestion alkali* sebanyak 50 mL dan buffer pospat pH 7,1 sebanyak 0,5 mL. larutan ditambahkan standar Cr^{6+} 10 mg/L sebanyak 2 mL. Larutan dihomogenkan dan dipanaskan di atas *waterbath* pada suhu ± 95°C selama 3 jam. Larutan didinginkan hingga suhu ruang dan ditambahkan larutan HNO_3 (1:1) sebanyak 5 mL. Larutan disaring dengan kertas saring whatman nomor 42 ke dalam labu takar 100 mL dan dibilas 2-3 kali menggunakan akuabides. Larutan ditambahkan 0,75 mL H_2SO_4 (1:1) dan 1 mL 1,5-difenilkarbazida yang akan membentuk senyawa kompleks berwarna merah keunguan. Larutan ditepatkan dengan akuabides dan dibaca dengan alat spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm.

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

Verifikasi metode uji kromium hekavalen pada cat tembok secara spektrofotometri UV-Vis yang telah dilakukan bertujuan untuk mengetahui hasil verifikasi metode pada penentuan kadar kromium heksavalen dengan parameter yang dilakukan yaitu linieritas, *limit of detection* (LOD), *limit of quantitation* (LOQ), presisi, akurasi dan mengetahui kesesuaian kadar kromium heksavalen yang dibandingkan berdasarkan SNI 3564-2014 mengenai kadar kromium heksavalen yang diperbolehkan dalam cat tembok. Data yang diperoleh dari hasil penentuan telah dijelaskan sebagai berikut:

4.1 Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Standar

Linieritas digunakan untuk memastikan adanya hubungan yang linear antara konsentrasi larutan standar dengan sinyal atau respon dari detektor berupa absorbansi yang menghasilkan suatu persamaan garis linear sehingga menunjukkan koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (r^2). Persamaan yang digunakan adalah:

$$y = ax + b$$

Keterangan:

y = absorbansi larutaan standar

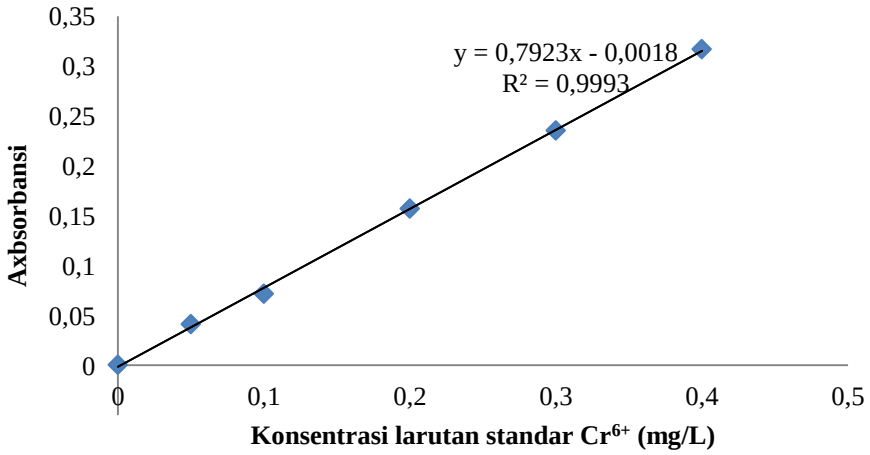
a = slope

b = intersep

Menurut prosedur standar dari *The International Electrotechnical Commission* (2008) penentuan linieritas memerlukan sedikitnya 3 konsentrasi standar yang berbeda-beda. Pada pengujian ini digunakan 6 deret larutan standar kromium heksavalen dengan konsentrasi yang bertingkat yaitu 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 dan 0,4 mg/L. Data hasil serapan konsentrasi dari deret standar kromium heksavalen pada panjang gelombang 540 nm dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi Standar

Konsentrasi larutan standar Cr (mg/L)	Absorbansi	Absorbansi terkoreksi
0	0,002	0
0,05	0,043	0,041
0,1	0,0735	0,0715
0,2	0,1588	0,1568
0,3	0,2372	0,2352
0,4	0,3187	0,3167



Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Deret Standar Kromium Heksavalen

Menurut prosedur standar dari *The International Electrotechnical Commission* (2008) syarat keberterimaan dari nilai koefisien determinasi (r^2) sebesar > 0,99 dan hasil pengujian diperoleh nilai r^2 sebesar 0,9993, hal ini menunjukkan bahwa metode memiliki tingkat linieritas yang baik pada rentang konsentrasi 0,05-0,5 mg/L. Nilai slope dan intersep yang diperoleh dari kurva kalibrasi tersebut berturut-turut adalah 0,7923 dan 0,0018. Nilai *slope* yang diperoleh dari hasil perhitungan menunjukkan sensitivitas dari suatu metode, dimana semakin sensitif suatu metode maka nilai dari koefisien korelasi akan mendekati 1 karena sensitivitas menunjukkan antara perubahan respon alat ukur dengan perubahan konsentrasi analit yang terukur yang ditentukan oleh kemiringan kurva (Kuntari, *et al*, 2017). Nilai intersep yang mendekati 0 menunjukkan bahwa pengaruh matriks dari contoh atau larutan yang dianalisis semakin kecil, karena hasil intersep yang ideal adalah lebih kecil dari nilai *slope*,

nilai intersep menunjukkan kepekaan analisis terutama pada instrumen yang digunakan (Sukaryono *et al*, 2017).

Menurut penelitian Hua *et al* (2009) mengenai penentuan kromium heksavalen pada komponen elektronik dan listrik, penentuan linieritas dilakukan dengan menggunakan kurva kalibrasi pada rentang konsentrasi 0,05 mg/L-0,4 mg/L yang diukur menggunakan spektrofotometer UV-Visibel. Penelitian ini menunjukkan koefisien korelasi sebesar 0,9999 yang menunjukkan metode ini memiliki sensitivitas yang tinggi dan presisi yang dapat diandalkan.

Prinsip penentuan kadar kromium heksavalen didasarkan pada reaksi antara ion kromium heksavalen dengan difenilkarbazida dalam suasana asam. 1,5-difenilkarbazida (DPC) akan dioksidasi oleh kromium heksavalen untuk membentuk difenilkarbazon (DPCO) dan kromium heksavalen akan tereduksi menjadi kromium trivalen. Sehingga membentuk senyawa kompleks Cr(III)-DPCO berwarna merah keunguan yang menyerap sinar tampak pada panjang gelombang maksimum 540 nm yang dapat dilihat pada Gambar 4.2 (Duffy *et al*, 2018).

4.2 Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi (LOD) merupakan jumlah analit terkecil dlam sampel yang masih mampu terdeteksi sehingga memberikan respon signifikan dibandingkan blangko, sedangkan batas kuantitasi (LOQ) merupakan jumlah analit terkecil dalam sampel yang mampu terdeteksi dengan presisi dan akurasi yang dapat dipercaya. Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) berbeda-beda tergantung pada metode analisis yang digunakan, metode analisis yang menggunakan instrumen penentuanya dilakukan dengan menggunakan analit pada pengenceran bertingkat. Metode analisis yang tidak menggunakan instrumen penentuannya dilakukan dengan mengukur respon blangko beberapa kali (Harmita, 2004). Pada pengujian ini penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi dilakukan menggunakan larutan standar dengan konsentrasi bertingkat.

Tabel 4.2 Hasil Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Absorbansi	Absorbansi terkoreksi (y)	Konsentrasi (mg/L)	yi	y-yi	$(y-yi)^2$
0,002	0	0	-0,0018	0,0018	$3,24 \times 10^{-6}$
0,043	0,041	0,05	0,0378	$3,18 \times 10^{-3}$	$1,01 \times 10^{-5}$
0,0735	0,0715	0,1	0,0774	$-5,93 \times 10^{-3}$	$3,51 \times 10^{-5}$
0,1588	0,1568	0,2	0,1566	$1,40 \times 10^{-4}$	$1,96 \times 10^{-8}$
0,2372	0,2352	0,3	0,2358	$-6,90 \times 10^{-4}$	$4,76 \times 10^{-7}$
0,3187	0,3167	0,4	0,3151	$1,58 \times 10^{-3}$	$2,49 \times 10^{-6}$
jumlah					$5,15 \times 10^{-5}$
S y/x					$3,58 \times 10^{-3}$
LOD (mg/L)					0,0135
LOQ (mg/L)					0,0453

Data yang diperoleh menunjukkan nilai LOD dan LOQ berturut-turut sebesar 0,0135 mg/L dan 0,0453 mg/L yang dapat dilihat pada Tabel 4.2. Hasil tersebut menunjukkan konsentrasi terendah yang mampu terdeteksi dan teridentifikasi oleh metode sebesar 0,0135 mg/L. Konsentrasi terendah yang mampu dikuantitasi dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima sebesar 0,0453 mg/L, sehingga konsentrasi dalam sampel cat tembok yang menunjukkan <0,0453 mg/L tidak dapat dikuantitasi dengan baik.

Konsentrasi kromium heksavalen pada sampel cat tembok yang telah ditambahkan larutan induk kromium heksavalen sebanyak 0,2 mg/L (dalam 100 mL) diperoleh sebesar 0,0453 mg/L yang dapat dilihat pada lampiran 3 telah sesuai karena lebih besar dari nilai LOQ, sedangkan konsentrasi kromium heksavalen dalam sampel cat tembok lebih kecil (di bawah) nilai LOD yang disebabkan adanya fluktuasi alat (kelistrikan) saat pembacaan, gangguan matriks (bahan atau sampel) dan gangguan reagen.

4.3 Penentuan Presisi

Penentuan presisi digunakan untuk mengetahui kedekatan hasil pengujian yang diperoleh dari pengukuran ulangan pada ukuran yang sama, sehingga menunjukkan kesalahan acak yang terjadi pada suatu metode yang diterapkan pada laboratorium. Uji presisi pada penentuan kromium heksavalen pada cat

tembok ini dilakukan menggunakan metode keterulangan (*repeatability*) terhadap 7 sampel cat tembok yang berbeda-beda dan masing-masing secara duplo sehingga nilai presisi dinyatakan dalam *relative percent different* (RPD). Nilai *relative percent different* (RPD) dapat diterima ketika suatu metode menghasilkan nilai % RPD kurang dari 10%. Hasil penentuan presisi dengan menggunakan metode ini dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil Penentuan Presisi

Sampel	Absorbansi pengulangan		Konsentrasi (mg/L) pengulangan		Rata-rata	%RPD
	1	2	1	2		
1	0,009	0,009	0,0082	0,0081	0,0081	1,22
2	0,0033	0,0034	0,0009	0,0008	0,0008	11,76
3	0,0165	0,0164	0,0178	0,0177	0,0177	0,56
4	0,0095	0,0094	0,0087	0,0086	0,0086	1,15
5	0,008	0,0078	0,0068	0,0066	0,0067	2,98
6	0,0307	0,0304	0,0361	0,0357	0,0359	1,11
7	0,0451	0,0451	0,0546	0,0546	0,0546	0

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada penentuan presisi menunjukkan nilai % RPD pada sampel 1, 3, 4, 5, 6, 7 masing-masing sebesar 1,22%; 0,56%; 1.15%; 2,98%; 1,11% dan 0% yang menunjukkan presisi (ketelitian) yang baik karena memenuhi syarat keberterimaan yang telah ditentukan yaitu < 10% yang menunjukkan pengujian ini memiliki ketelitian yang baik dan dapat diterima. Hasil tersebut menunjukkan semakin tinggi konsentrasi sampel maka semakin rendah nilai %RPD dan semakin rendah konsentrasi sampel maka semakin tinggi nilai %RPDnya. Pada sampel 2 diperoleh hasil sebesar 11,76%, sehingga nilai tersebut melebihi syarat keberterimaan yang telah ditetapkan. Hal ini dikarenakan konsentrasi kromium heksavalen dalam sampel cat tembok yang terlalu rendah (jauh di bawah LOD).

Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Hua *et al* (2009), menentukan presisi pada penentuan kromium heksavalen dengan metode repeatibility menggunakan 2 instrumen yaitu *energy-dispersive X-ray fluoresence*

(EDXRF) dan spektrofotometer UV-Visibel. Berdasarkan pengujiannya menggunakan instrumen EDXRF diperoleh presisi pada rentang 1-10% sedangkan ketika menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Visibel nilai presisi diperoleh <1%. Hal ini menunjukkan bahwa metode menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Visibel memiliki presisi yang lebih tinggi dan keandalan yang memuaskan.

4.4 Penentuan Akurasi

Akurasi ditentukan untuk mengetahui kedekatan hasil pengujian dengan nilai sebenarnya yang biasanya dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (% *recovery*) terhadap standar yang ditambahkan ke dalam analit. Penentuan akurasi dengan metode ini dilakukan dengan menggunakan bahan standar yang ditambahkan ke dalam sampel yang telah diketahui konsentrasinya sebanyak 7 pengulangan dengan konsentrasi sebanyak 0,2 mg/L (dalam 100 mL) Hasil penentuan akurasi pada metode ini dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Hasil Penentuan Akurasi

Konsentrasi sampel+standar (mg/L)	Konsentrasi sampel (mg/L)	konsentrasi target (mg/L)	%*Recovery*
0,1835	0	0,2	91,75
0,1808	0	0,2	90,4
0,1987	0	0,2	99,35
0,1984	0	0,2	99,2
0,1733	0	0,2	86,65
0,1919	0	0,2	95,95
0,1947	0	0,2	97,35
Rata-rata			94,37

Berdasarkan hasil penentuan akurasi yang dilakukan maka menunjukkan %*recovery* sebesar 94,37 %, hasil akurasi yang diperoleh telah memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan oleh IEC (2008) yaitu 80-120%. Sehingga metode yang diterapkan pada penentuan kromium heksavalen memiliki ketepatan yang baik. Menurut Riyanto (2014), terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi nilai akurasi misalnya kesalahan personal seperti pemipetan dan kesalahan sistematis seperti peralatan atau pereaksi yang digunakan.

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Suryati *et al* (2015), penentuan akurasi dilakukan menggunakan 2 metode yaitu metode adisi standar (menggunakan kalium permanganat untuk proes oksidasi) dan metode yang dikembangan (tidak menggunakan kalium permanganat) yang diukur menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Visibel. Pengujian tersebut memberikan hasil akurasi yang tinggi, tetapi hasil akurasi pada metode standar lebih tinggi dibandingkan dengan menggunakan metode yang dikembangkan.

4.5 Penentuan Konsentrasi Cr^{6+} pada Cat Tembok Dengan Spektrofotometer UV-Visibel

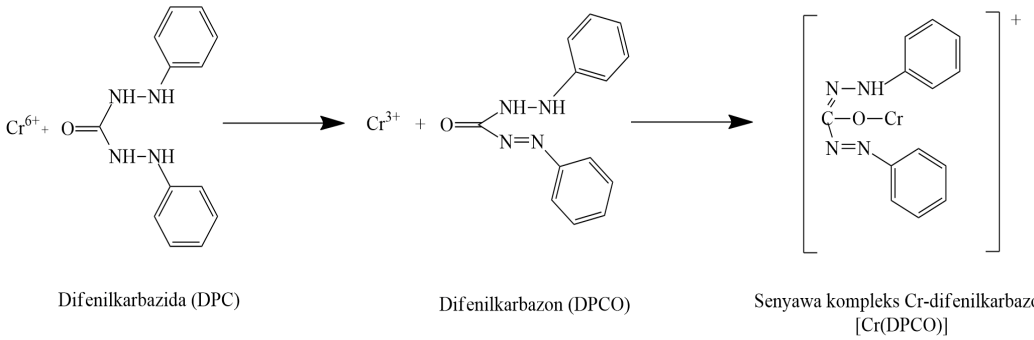
Penentuan konsentrasi kromium heksavalen pada cat tembok secara spektrofotometri UV-Visibel sesuai prosedur standar dari *The International Electrotechnical Commission* (2008). Preparasi sampel dilakukan dengan mengekstraksi cat tembok yang telah dikeringkan menggunakan larutan *digestion alkali* (campuran antara NaOH dengan Na_2CO_3 dengan perbandingan 2:3), larutan ini berfungsi untuk mengekstrak kromium heksavalen dan mengendapkan beberapa ion interferensi seperti Ca^{2+}, Ag^{+} dan ion lainnya yang dapat mengendap dengan ion OH^{-}, sedangkan Na_2CO_3 berfungsi untuk mengekstrak kromium heksavalen yang tidak larut seperti $BaCrO_4$, $PbCrO_4$, dan $SrCrO_4$ (Kim *et al*, 2011).

Penambahan larutan buffer pospat dengan pH ± 7,1 berfungsi untuk mempertahankan pH larutan agar tetap pada kondisi netral ($6,0 \leq pH \geq 8,5$) karena kromium heksavalen akan cenderung lebih stabil pada pH netral. Pemilihan suhu ± 90-95℃ merupakan suhu optimal untuk proses ekstraksi kromium heksavalen dalam sampel. Penggunaan waktu 3 jam untuk ekstraksi berfungsi untuk menyamakan suhu larutan dengan *waterbath* hingga mencapai ± 90-95℃, sedangkan pemanasan secara tidak langsung atau menggunakan uap *waterbath* agar tidak terjadi kenaikan suhu tinggi (Hua *et al*, 2009).

Penambahan larutan HNO_3 berfungsi untuk menetralkan kembali pH larutan akibat dari kenaikan pH larutan pada saat proses ekstraksi berlangsung. Larutan H_2SO_4 yang ditambahkan untuk memberikan suasana asam pada larutan. Menurut Suryati *et al* (2015), pembentukan senyawa kompleks kromium

heksavalen dengan 1,5-difenilkarbazida terjadi dalam kondisi asam yaitu pada pH 1. Pada pH 1 sebagian besar Cr^{3+} akan stabil sehingga dihasilkan absorbansi maksimum pada pH ini, sedangkan pH diatas 2 Cr^{3+} akan terhidrolisis menjadi $Cr(OH)^{2+}$ yang dapat menghambat terjadinya pembentukan senyawa kompleks kromium heksavalen dengan 1,5-difenilkarbazida. Kondisi pada pH diatas 4 Cr^{3+} biasanya membentuk endapan $Cr(OH)_3$ yang secara substansial dapat menghambat pembentukan senyawa kompleks dan reduksi kromium heksavalen menjadi Cr^{3+} tidak akan terjadi secara efektif.

Kromium heksavalen yang bereaksi dengan 1,5-difenilkarbazida akan membentuk senyawa kompleks yang berwarna merah violet. Reaksi yang terjadi ini difenilkarbazida (DPC) teroksidasi menjadi difenilkarbazon (DPCO) dan kromium heksavalen tereduksi menjadi Cr^{3+}. Menurut Suryati *et al* (2015) senyawa kompleks yang terbentuk memiliki kestabilan yang tinggi, dimana waktu kestabilan senyawa kompleks ini adalah 20 menit. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Reaksi Cr^{6+} dengan DPC Membentuk Kompleks $[Cr(DPCO)]^{+}$
(Sumber: Duffy *et al*, 2018)

Senyawa kompleks yang terbentuk diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 540 nm. Berdasarkan 7 sampel cat tembok yang dianalisis, konsentrasi kromium heksavalen yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.5. Menurut SNI 3564:2014 syarat mutu pada kualitas cat tembok emulsi konsentrasi kromium heksavalen maksimal 60 mg/Kg, sedangkan hasil yang diperoleh memenuhi syarat mutu tersebut karena < 60 mg/Kg. Konsentrasi kromium heksavalen yang diperoleh pada sampel cat tembok berada di bawah

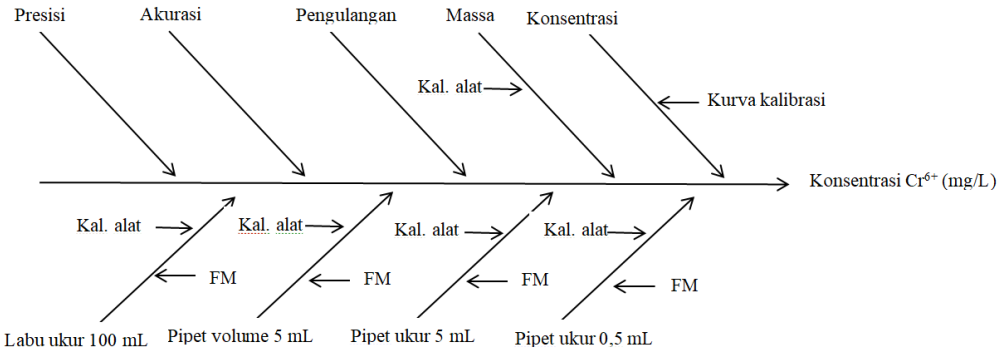
nilai LOD yang telah ditentukan, hal ini dikarenakan adanya gangguan matriks (bahan atau sampel), gangguan reagen dan fluktuasi alat (kelistrikan).

Tabel 4.5 Hasil Penentuan Cr^{6+} pada Cat Tembok

Sampel	Rata-rata konsentrasi sampel (mg/L)	Rata-rata massa sampel (Kg)	Rata-rata konsentrasi sampel (mg/Kg)
1	0,0081	0,0025084	0,3249
2	0,0008	0,0025014	0,0339
3	0,0177	0,0025040	0,7088
4	0,0086	0,0025015	0,3458
5	0,0067	0,0025033	0,2676
6	0,0359	0,0025112	1,4297
7	0,0546	0,0025019	2,1825

4.6 Penentuan Ketidakpastian Pengukuran

Menurut Pramono (2014), ketidakpastian pengukuran (μ) merupakan parameter yang menetapkan mengenai rentang nilai yang diperkirakan terdapat nilai benar (*true* value). Tujuan dari penentuan ketidakpastian pengukuran untuk meningkatkan kualitas dan tingkat kepercayaan hasil analisis serta menetapkan nilai tertelusur hasil analisis terhadap satuan internasional. Hal yang perlu dilakukan untuk menentukan ketidakpastian pengukuran dari suatu metode uji dilihat dari sumber yang dapat berkontribusi terhadap ketidakpastian setiap tahapan kegiatan, mengkuantifikasi sumber ketidakpastian setiap komponen, membuat diagram *cause-effect* (*fish bone*) menghitung ketidakpastian gabungan dari ketidakpastian baku setiap komponen dan menghitung ketidakpastian diperluas (Sukirno dan Samin, 2015). Komponen-komponen sumber ketidakpastian seluruh pengujian kromium heksavalen pada cat tembok dicantumkan dalam Gambar 4.3 diagram *cause-effect* (*fish bone*) berikut:



Gambar 4.3 Diagram *Cause-effect* (*fish bone*)

Komponen ketidakpastian baku dapat dibedakan menjadi 2 tipe yaitu tipe A dan tipe B. Tipe A merupakan komponen ketidakpastian yang didasarkan pada data percobaan dan dihitung dari rangkaian pengamatan. Tipe B merupakan komponen ketidakpastian yang didasarkan pada informasi yang dapat dipercaya (data sekunder) (Sunardi *et al*, 2007). Komponen-komponen ketidakpastian baku pada verifikasi penentuan konsentrasi kromium heksavalen terdiri dari ketidakpastian massa, ketidakpastian konsentrasi, ketidakpastian volume, ketidakpastian pengulangan (presisi) dan ketidakpastian *recovery* (akurasi).

1. Ketidakpastian massa

Ketidakpastian baku (μ) dari massa diperoleh berdasarkan sertifikat kalibrasi neraca analitik, sehingga ketidakpastian ini tergolong ke dalam tipe B. Pada sertifikat kalibrasi neraca analitik menunjukkan nilai ketidakpastian sebesar ±0,0001 gram pada tingkat kepercayaan sebesar 95% dengan nilai faktor cakupannya (k) sebesar 2. Data yang diperoleh menghasilkan nilai ketidakpastian massa sebesar 0,00005 gram.

2. Ketidakpastian volume

Ketidakpastian baku dari volume didasarkan pada kalibrasi volume yang tertera pada alat, sehingga ketidakpastian ini tergolong ke dalam tipe B. Komponen dari ketidakpastian volume ini adalah pipet ukur 0,5 mL±0,005 mL, pipet ukur 5 mL±0,03 mL dan labu ukur 100 mL±0,35 mL yang timbul adanya faktor kalibrasi alat dan faktor muai alat volumetrik. Nilai ketidakpastian volume dihitung menggunakan distribusi *rectangular* karena diketahui selang kepercayaannya, sedangkan alat volumetrik yang tidak diketahui rentang

kepercayaannya dapat menggunakan disribui *triangular*. Hasil perhitungan ketidakpastian volume dapat dilihat pada Tabel 4.6 berikut:

Tabel 4.6 Nilai Ketidakpastian Volume

Alat volumetrik	Nilai ketidakpastian (mL)
Pipet ukur 0,5 mL	0,0020
Pipet ukur 5 mL	0,0129
Labu ukur 100 mL	0,1660

3. Ketidakpastian konsentrasi

Ketidakpastian konsentrasi didasarkan pada data percobaan dari rangkaian pengukuran, sehingga ketidakpastian ini masuk ke dalam kategori tipe A. Ketidakpastian konsentrasi dihitung berdasarkan kurva kalibrasi deret standar kromium heksavalen dengan rentang konsentrasi 0,05-0,1 mg/L. Verifikasi penentuan konsentrasi kromium heksavalen menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis diperoleh nilai ketidakpastian konsentrasi sebesar 0,0064 mg/L.

4. Ketidakpastian presisi (pengulangan)

Ketidakpastian presisi didasarkan pada data rangkaian pengujian yang dilakukan secara berulang, sehingga tergolong ke dalam tipe A. Ketidakpastian pengukuran presisi dihitung dari nilai *relative percent different* (%RPD) dengan jumlah pengulangan pengamatan yang telah dilakukan. Ketidakpastian presisi dari 7 sampel cat tembok yang berbeda dapat dilihat pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Nilai Ketidakpastian Presisi

Sampel	Nilai Ketidakpastian
1	0,0086
2	0,0831
3	0,0039
4	0,0081
5	0,0210
6	0,0078
7	0

5. Ketidakpastian *recovery* (akurasi)

Ketidakpastian *recovery* ditentukan berdasarkan data pengujian yang dilakukan secara berulang, ketidakpastian termasuk dalam kategori B. Ketidakpastian *recovery* dihitung dari data %*recovery* verifikasi penentuan kromium heksavalen pada cat tembok secara spektrofotometri UV-Vis terhadap konsentrasi kromium heksavalen, sehingga diperoleh nilai ketidakpastian *recovery* sebesar 0,0114.

6. Ketidakpastian gabungan

Komponen penyumbang ketidakpastian pengukuran yang telah ditentukan mempunyai satuan yang berbeda-beda, maka untuk menggabungkannya harus diubah terlebih dahulu sehingga satuannya sama dengan cara dikuadratkan dan dijumlahkan. Ketidakpastian gabungan ditentukan dengan cara akar pangkat dua dari jumlah tersebut (Kusumaningtyas *et al*, 2016). Masing-masing nilai ketidakpastian gabungan pada 7 sampel yang berbeda-beda dapat dilihat pada Tabel 4.8 berikut:

Tabel 4.8 Ketidakpastian Gabungan Setiap Sampel

Sampel	Ketidakpastian gabungan (mg/L)
1	0,0053
2	0,0053
3	0,0053
4	0,0053
5	0,0053
6	0,0053
7	0,0053

7. Ketidakpastian diperluas

Ketidakpastian yang dicantumkan dalam laporan hasil uji adalah ketidakpastian diperluas (*expend uncertainty*) atau U. pelaporan hasil uji dituliskan sebagai X±U, dimana X adalah nilai konsentrasi sampel yang terukur dan U adalah nilai ketidakpastian diperluas (Kusumaningtyas *et al*, 2016). Ketidakpastian diperluas dihitung dengan cara ketidakpastian gabungan dikalikan faktor cakupan (k) pada tingkat kepercayaan 95%, maka nilai faktor cakupannya

sebesar 2. Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh nilai ketidakpastian diperluas terhadap masing-masing 7 sampel dapat dilihat pada Tabel 4.9 berikut:

Tabel 4.9 Ketidakpastian Diperluas Setiap Sampel

Sampel	Ketidakpastian diperluas (mg/L)
1	0,0106
2	0,0106
3	0,0106
4	0,0106
5	0,0106
6	0,0106
7	0,0106

BAB V
PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengujian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil verifikasi metode yang diperoleh pada parameter linieritas diperoleh 0,9993, akurasi rata-rata (% *recovery*) yang diperoleh sebesar 94,37% yang memenuhi syarat keberterimaan yaitu 80-120%. Nilai presisi (%RPD) yang diperoleh pada sampel diperoleh sebesar 1,22%; 11,76%, 0,56%, 1,15%, 2,98%, 1,11% dan 0%, sehingga dari hasil tersebut hanya sampel 1,3,4,5,6 dan 7 yang memenuhi syarat keberterimaan yaitu 10%. Nilai *limit of detection* (LOD) diperoleh sebesar 0,0135 mg/L dan *limit of quantitation* (LOQ) diperoleh sebesar 0,0453 mg/L.
2. Konsentrasi kromium heksavalen pada cat tembok dengan ketidakpastiannya diperoleh sebesar 0,0081 ± 0,0106 mg/L; 0,0008 ± 0,0106 mg/L; 0,0177 ± 0,0106 mg/L; 0,0086 ± 0,0106 mg/L; 0,0067 ± 0,0106mg/L;0,0359 ± 0,0106 mg/L; 0,0546 ± 0,0106 mg/L. Konsentrasi kromium heksavalen yang diperoleh berada di bawah nilai LOD sehingga dapat dikatakan tidak terdeteksi.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil pengujian yang telah dilakukan, penulis menyarankan agar:

1. Mengubah rentang kurva kalibrasi karena terlalu lebar untuk sampel yang kadarnya terlalu kecil.
2. Melakukan uji banding antar laboratorium untuk mengetahui inerja laboratorium.

DAFTAR PUSTAKA

AOAC. 2013. *AOAC Official Methods of Anlysis Appendix K:Guidelines For Single Laboratory Validation of Chemical Methods For Dietary Supplements and Botanical*. AOAC International

ASTDR. 2008. *Toxicology Profile for Chromium.* U.S. Departement of Health and Human Services

Benefeld dan Weard. 1982. *Process Chemistry for Water and Wastewater Treatment*. Prentice Hall Inc

Berniyanti Titiek. 2018. *Biomarker Toksisitas Paparan Logam Tingkat*. Malang:Airlangga University Press

Duffy, G., Maguire, I., Heery, B., Gers, P., Ducrée, J., & Regan, F. 2018. ChromiSense: A colourimetric lab-on-a-disc sensor for chromium speciation in water. *Talanta*, *178*, 392-399

Fidiani, E., dan Setradianshah, T. 2015. Pengujian kuantitatif kandungan logam dalam cat dengan Teknik Radiografi Sinar X. *Research Report-Engineering Science, 2*

Frost dan Sullivan. 2017. Independent Market Research On The Paint and Coating Industry in Selected Southeast Asian Countries. *Asia Pasific Coating Journal*

Gandjar, Ibnu Gholib dan Rohman, Abdul. 2018. *Spektroskopi molekuler untuk analisis farmasi*. Yogyakarta:Gadjah Mada University Press

Ginting, A. B. 2009. Ketidakpastian Pengukuran Uranium Total dalam Larutan PED U3Sh-AI Pasca Irradiasi Menggunakan Metode Titroprosesor. *ISSN 0854-5561*

Harmita, H. 2004. Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan Cara Perhitungannya. *Pharmaceutical Sciences and Research (PSR)*, *1*(3), 117-135

Hua L, Chan Y.C, Wu, Y.P, Wu B.Y,. 2009. The Determination of hexavalent chromium (Cr^{6+}) in electronic and electrical components and products to comply with RoHS regulation. *Journal of Hazardous Materials*. 163(2):1360-1368

Hayes, W.A dan Krunger, C. L. 2014. *Haye's Principle and Methods of Toxicology Sixtd Edition*. New York:Taylor & Francis Group

Kantasubrata. J. 2012. *Validasi Metode Pelatihan Pemahaman dan Penerapan SNI ISO/IEC 17025:2008 Pada Pengelolaan Laboratorium*. Bandung:RC Chem Learning Centre

Khanifah, N., Sulistyarti, H.,dan Sabarudin, A. 2015. Pembuatan Tes Kit Kromium Berdasarkan Pembentukan Kompleks Cr(VI)-difenilkarbazida. *Kimia Student Journal*, 1:730-736

Khopkar, S. M. 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Terjemahan oleh Saptoharahardjo. Jakarta: Universitas Indonesia

Kusumaningtyas, D. I., Sumarno, D., & Purnama, P. 2016. Estimasi Ketidakpastian Pengukuran dalam Metode Penentuan Fosfat ($P\text{-}PO_4$) Secara Spektrofotometri. *Buletin Teknik Litkayasa Sumber Daya dan Penangkapan*, *14*(1), 1-8

Moghimi, A. 2007. Preconcentration and Determination of Copper (II) Using Octadecyl Silica Membrane Disks Modified by 1, 5-Diphenylcarhazide and Flame Atomic Absorption Spectrometry. *Chinese Journal of Chemistry*, *25*(11), 1663-1668.

Mukono, J. 2010. *Toksikologi Lingkungan*. Surabaya: Airlangga Press

Mulyati, A. H., Sutanto., Apriyani, D. 2017. Validasi Metode Analisis Kadar Ambroksol Hidroklorida Dalam Sediaan Tablet Cystelis Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Ekologia*, *11*(2), 36-45

Nasir, M. 2019. *SpektrofotoSerapan Atom*. Aceh: Syiah Kuala University Press

Nazar, M. 2018. *Spektroskopi Molekul*. Aceh: Syiah Kuala University Press

Onchoke, K. K., & Sasu, S. A. 2016. Determination of Hexavalent Chromium (Cr (VI)) concentrations via ion chromatography and UV-Vis spectrophotometry in samples collected from nacogdoches wastewater treatment plant, East Texas (USA). *Advances in Environmental Chemistry*, *2016*

Palar, Heryando. 2012. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat.* Jakarta: Rineka Cipta

Panggabean. A.S., Pasaribu. S. P., Amran. M. B., Buchari. 2013. Gas-liquid Separator Integrated to HG-QFAAS Method For Determination of Tin at Trace Levels In The Water Samples. *Indones J. Chem Sci*. 8 (1) 17-27

Panggabean. A. S dan Yusuf. B. 2015. Determination of Chromium (VI) By Using Chitosan-1,5-Diphenyl Carbazide Resin Modified at The Preconcentration System With Colomn Method. *Int. J. Pharma and Bio Sci*. 6 (3) 101-111

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

Raimon. 1993. *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Lokakarya Nasional*. Yogyakarta: Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia

Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji*. Yogyakarta: Deepublish

Rohman, A. 2014. *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Yogyakarta: UGM Press

Rtopcuoglu, Ozge, Sacide A.A., Devrim B. 2006. Characterization of Waterbone Acry;ic Based Paint Films and Measurement of Their Water Vapor Permeabilitirs. *Progress in Organic Coatings. Vol 56 296- 278*

Sa'adah. E., dan Winata. A. S. 2010. Validasi Metode Pengujian Logam Tembaga Pada Produk Air Minum Dalam Kemasan Secara Spektrofotometri Serapan Atom Nyala. *Bioporal Industri* 01 (02) : 31-37

Santoso, J., dan Riyanta, A. B. 2016. Analisis Kandungan Krom Yang Terdapat Pada Sungai Kelurahan Pesurungan Kidul. *Parapemikir: Jurnal Ilmiah Farmasi*, *4*(1)

Sembiring, T., Dayana, I., Si, M., Rianna, M., & Si, S. 2019. *Alat Penguji Material*. Guapedia

Skoog, D.A,. West, D.M,. 1971. *Principles of Intrumental analysis*. Holt, Rinehartand Winston, Inc., New York

Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. 2017. *Principles of instrumental analysis Seventh Edition*. New York: Cengage learning

Sugiarso, D., & Sari, N. 2015. Studi Gangguan Mg (II) dalam Analisa Besi (II) dengan Pengompleks O-fenantrolin Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Sains dan Seni ITS*, *4*(1), 15569

Sukaryono ID, Hadianoto S, Fasa LR. 2017. Verifikasi Metode Pengujian Cemaran Logam Pada Air Minum Dalam Kemasan (AMDK) Dengan Metode AAS-GFA. *Majalah Biam*. 13(1):8-16

Sukirno, S., dan Samin, S. 2011. Estimasi Ketidakpastian Analisis Radionuklida Ra-226, Ra-228, Th-228 Dan K-40 Dalam Cuplikan Sedimen Dengan Teknik Spektrometri Gamma. *GANENDRA Majalah IPTEK Nuklir*, *14*(1)

Sunardi, T. S. Susanna, Nuraini, Elin. 2007. Ketidakpastian pengukuran pada metode AANC untuk analisis N, P, K, SI, Al, Cu, Fe dalam cuplikan sedimen. *Prosiding PPI–PDIPTN. Yogyakarta:Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan BATAN 0216-3128*

Suryana, D. 2013. *Cara Membuat Cat: Kategori dan Aplikasi Teori*. Jakarta: PT Media Pustaka

Suryati, L., Sulistyarti, H., & Atikah, A. 2015. Development of Spectrophotometric Method for Determination of Chromium Species Using Hypochlorite Agent Based on the Formation of Cr (VI)-Diphenylcarbazide Complex. *The Journal of Pure and Applied Chemistry Research*. *4*(1) 34

Tuning, S., & Supriyanto, C. 2010. Estimasi Ketidakpastian Hasil Pengujian Cu, Cr Dan Fe Dalam Contoh Sedimen Dengan Metode F-Aas. *Prosiding PPI-PDIPTN. Yogyakarta: Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan–BATAN, Hal*, 139-146

Tyas, N. M., Batu, D. T. F. L., dan Affandi, R. 2017. Uji toksisitas letal Cr6+ terhadap ikan nila (Oreochromis niloticus). *Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia*, *21*(2), 128-132

Utami, A. R. 2017. Verifikasi Metode Pengujian Sulfat Dalam Air dan Air Limbah Sesuai SNI 6989.20: 2009. *Jurnal Teknologi Proses dan Inovasi Industri*, *2*(1), 19-25

Vogel. 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Edisi lima*. Jakarta: PT Media Pusaka

Warono, D., dan Syamsudin. 2013. Unjuk Kerja Spektrofotometer Untuk Analisa Zat Aktif Ketoprofen. *Jurnal Konversi*. *2*(1)

Wulaningtyas, F. A. 2018. Karakteristik Pekerja Kaitannya dengan Kandungan Kromium dalam Urine pekerja di industri Kerupuk Rambak X Magetan. *Jurnal Kesehatan Lingkungan*. Vol. 10 No. 1: 127-137

Lampiran 1. Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi

1. Perhitungan Pembuatan Larutan standar Cr^{6+} 100 mg/L

1) Massa $K_2Cr_2O_7$ yang ditimbang untuk membuat larutan standar Cr^{6+} 100 mg/L

$$\frac{100 \text{ mg Cr6+}}{1 \text{ L}} = \frac{\text{m Cr}}{0{,}1 \text{ L}}$$

$$\text{m Cr6+} = 10 \text{ mg}$$

$$K_2Cr_2O_7 \rightarrow 2Cr^{6+}$$

$$\text{Mol } K_2Cr_2O_7 = ½ \text{ mol } Cr^{6+}$$

$$\frac{\text{mol } K_2Cr_2O_7}{\text{Ar } K_2Cr_2O_7} = \frac{1 \text{ x m } Cr^{6+}}{2 \text{ x Mr Cr6+}}$$

$$\frac{\text{m } K_2Cr_2O_7}{294 \text{ g/mol}} = \frac{1 \text{ x } 0{,}01 \text{ g}}{2 \text{ x } 52 \text{ g/mol}}$$

$$\text{m K2Cr2O7} = 0{,}02827 \text{ g}$$

2) Volume yang dipipet untuk membuat larutan standar Cr^{6+} 10 mg/L

$$\text{C1 x V1} = \text{C2 x V2}$$

$$100 \text{ mg/L x V1} = 10 \text{ mg/L x } 100 \text{ mL}$$

$$\text{V1} = 10 \text{ mL}$$

2. Pembuatan Larutan Deret Standar Cr^{6+}

1) 0,05 mg/L standar dari induk Cr^{6+} 100 mg/L dalam labu ukur100 mL

$$C1 \text{ x } V1 = C2 \text{ x } V2$$

$$100 \text{ mg/L x V1} = 0{,}05 \text{mg/L x } 100 \text{ mL}$$

$$V1 = 0{,}05 \text{ mL}$$

2) 0,1 mg/L standar dari induk Cr^{6+} 100 mg/L dalam labu ukur100 mL

$$C1 \text{ x } V1 = C2 \text{ x } V2$$

$$100 \text{ mg/L x V1} = 0{,}1 \text{mg/L x } 100 \text{ mL}$$

$$V1 = 0{,}1 \text{ mL}$$

3) 0,2 mg/L standar dari induk Cr^{6+} 100 mg/L dalam labu ukur100 mL

C1 x V1=C2 x V2

100 mg/L x V1=0,2 mg/L x 100 mL

V1=0,2 mL

4) 0,3 mg/L standar dari induk Cr^{6+} 100 mg/L dalam labu ukur100 mL

C1 x V1=C2 x V2

100 mg/L x V1=0,3 mg/L x 100 mL

V1=0,3 mL

5) 0,4 mg/L standar dari induk Cr^{6+} 100 mg/L dalam labu ukur 100 mL

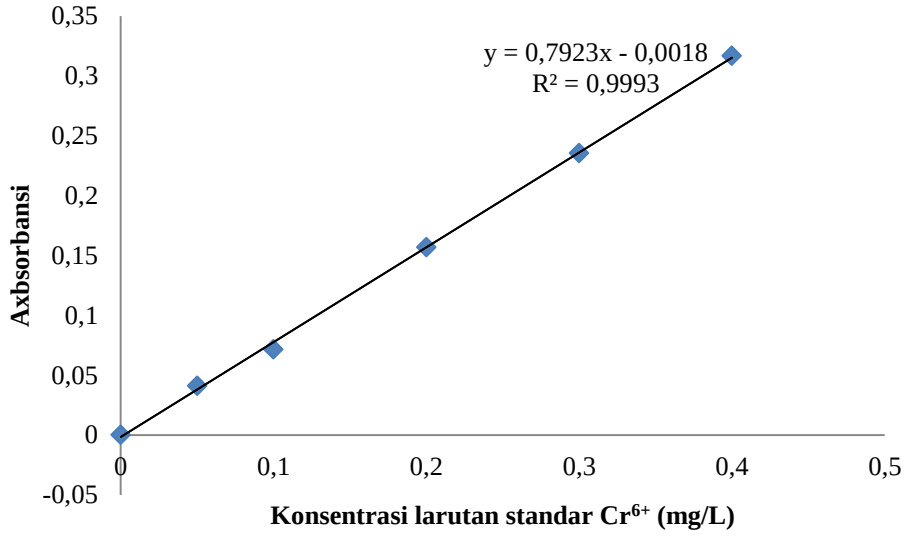
C1 x V1=C2 x V2

100 mg/L x V1=0,4 mg/L x 100 mL

V1=0,4 mL

3. Kurva Kalibrasi Penentuan Linieritas

Konsentrasi larutan standar Cr (mg/L)	Absorbansi	Absorbansi terkoreksi
0	0,002	0
0,05	0,043	0,041
0,1	0,0735	0,0715
0,2	0,1588	0,1568
0,3	0,2372	0,2352
0,4	0,3187	0,3167



Persamaan linear yang diperoleh :

$y = ax + b$

$y = 0,7923x – 0,0018$

koefisien determinasi (r^2) = 0,9993

lampiran 2. Penentuan *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantitation* (LOQ)

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

Absorbansi (y)	Absorbansi terkoreksi (y)	Kadar (mg/L)	yi	y-yi	$(y-yi)^2$
0,002	0	0	-0,0018	0,0018	$3,24 \times 10^{-6}$
0,043	0,0410	0,05	0,0378	$3,18 \times 10^{-3}$	$1,01 \times 10^{-5}$
0,0735	0,0715	0,1	0,0774	$-5,93 \times 10^{-3}$	$3,51 \times 10^{-5}$
0,1588	0,1568	0,2	0,1566	$1,40 \times 10^{-4}$	$1,96 \times 10^{-8}$
0,2372	0,2352	0,3	0,2358	$-6,90 \times 10^{-4}$	$4,76 \times 10^{-7}$
0,3187	0,3167	0,4	0,3151	$1,58 \times 10^{-3}$	$2,49 \times 10^{-6}$
jumlah					$5,15 \times 10^{-5}$
S y/x					$3,58 \times 10^{-3}$
LOD (mg/L)					0,0135
LOQ (mg/L)					0,0453

Perhitungan :

1) S y/x

$$S\frac{y}{x} = \sqrt{\frac{\sum y\text{-}yi}{n-2}}$$

$$S\frac{y}{x} = \sqrt{\frac{5,1541 \times 10^{-5}}{6-2}}$$

$$S\frac{y}{x} = 3,5896 \times 10^{-3}\ mg/L$$

2) LOD (*Limit of Detection*)

$$LOD = \frac{3 \times S\ y/x}{slope}$$

$$LOD = \frac{3 \times 3,58 \times 10^{-3}\ mg/L}{0,7923}$$

$$LOD = 0,0135\ mg/L$$

3) LOQ (*Limit of Quantitation*)

$$LOQ = \frac{10 \times S\ y/x}{slope}$$

$$LOQ = \frac{10 \times 3,5896 \times 10^{-3}\ mg/L}{0,7923}$$

$$LOQ = 0,0453\ mg/L$$

Lampiran 3. Penentuan Presisi

Sampel	Absorbansi pengulangan		Konsentrasi (mg/L) pengulangan		Rata-rata	%RPD
	1	2	1	2		
1	0,009	0,009	0,0082	0,0081	0,0081	1,22
2	0,0033	0,0034	0,0009	0,0008	0,0008	11,76
3	0,0165	0,0164	0,0178	0,0177	0,0177	0,56
4	0,0095	0,0094	0,0087	0,0086	0,0086	1,15
5	0,008	0,0078	0,0068	0,0066	0,0067	2,98
6	0,0307	0,0304	0,0361	0,0357	0,0359	1,11
7	0,0451	0,0451	0,0546	0,0546	0,0546	0

Perhitungan:

1. Perhitungan %RPD

1) %RPD sampel 1

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{hasil pengujian 1-hasil pengujian duplikat}}{\text{rata-rata konsentrasi}} \text{ x } 100\%$$

$$\% \text{ RPD} = \frac{0{,}0082 \text{ mg/L} - 0{,}0081 \text{ mg/L}}{0{,}0081 \text{ mg/L}} \text{ x } 100\%$$

$$\% \text{ RPD} = 1{,}22\ \%$$

2) %RPD sampel 2

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{hasil pengujian 1-hasil pengujian duplikat}}{\text{rata-rata konsentrasi}} \text{ x } 100\%$$

$$\% \text{ RPD} = \frac{0{,}0009 \text{ mg/L} - 0{,}0008 \text{ mg/L}}{0{,}0008 \text{ mg/L}} \text{ x } 100\%$$

$$\% \text{ RPD} = 11{,}76\ \%$$

3) %RPD sampel 3

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{hasil pengujian 1-hasil pengujian duplikat}}{\text{rata-rata konsentrasi}} \text{ x } 100\%$$

$$\% \text{ RPD} = \frac{0{,}0178 \text{ mg/L} - 0{,}0177 \text{ mg/L}}{0{,}0177 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

% RPD= 0,56 %

4) %RPD sampel 4

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{hasil pengujian 1-hasil pengujian duplikat}}{\text{rata-rata konsentrasi}} \times 100\%$$

$$\% \text{ RPD} = \frac{0{,}0087 \text{ mg/L} - 0{,}0086 \text{ mg/L}}{0{,}0086 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

% RPD= 1,15 %

5) %RPD sampel 5

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{hasil pengujian 1-hasil pengujian duplikat}}{\text{rata-rata konsentrasi}} \times 100\%$$

$$\% \text{ RPD} = \frac{0{,}0068 \text{ mg/L} - 0{,}0066 \text{ mg/L}}{0{,}0067 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

% RPD= 2,98 %

6) %RPD sampel 6

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{hasil pengujian 1-hasil pengujian duplikat}}{\text{rata-rata konsentrasi}} \times 100\%$$

$$\% \text{ RPD} = \frac{0{,}0361 \text{ mg/L} - 0{,}0357 \text{ mg/L}}{0{,}0359 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

% RPD= 1,11 %

7) %RPD sampel pengulangan 7

$$\% \text{ RPD} = \frac{\text{hasil pengujian 1-hasil pengujian duplikat}}{\text{rata-rata konsentrasi}} \times 100\%$$

$$\% \text{ RPD} = \frac{0{,}0546 \text{ mg/L} - 0{,}0546 \text{ mg/L}}{0{,}0546 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

% RPD= 0 %

Lampiran 4. Penentuan Akurasi

Konsentrasi sampel+standar (mg/L)	Konsentrasi sampel (mg/L)	konsentrasi target (mg/L)	%*Recovery*
0,1835	0	0,2	91,75
0,1808	0	0,2	90,4
0,1987	0	0,2	99,35
0,1984	0	0,2	99,2
0,1733	0	0,2	86,65
0,1919	0	0,2	95,95
0,1947	0	0,2	97,35
Rata-rata			94,37

Perhitungan :

1) Konsentrasi target

$$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{[\text{Larutan Standar Cr (VI)}]x\ Vstandar}{\text{Volume total}}$$

$$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{10\frac{mg}{L}\ x\ 2mL}{100\ mL}$$

$$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = 0,2\ mg/L$$

2) % *Recovery* pengulangan 1

$$Recovery\ (\%) = \frac{[C]sampel - [C]sampel+spike}{[C]target}\ x\ 100\%$$

$$Recovery\ (\%) = \frac{0,1835\ mg/L - 0\ mg/L}{0,2\ mg/L}\ x\ 100\%$$

$$Recovery\ (\%) = 91,75\ \%$$

3) % *Recovery* pengulangan 2

$$Recovery\ (\%) = \frac{[C]sampel - [C]sampel+spike}{[C]target}\ x\ 100\%$$

$$Recovery\ (\%) = \frac{0,1808\ mg/L - 0\ mg/L}{0,2\ mg/L}\ x\ 100\%$$

$$Recovery\ (\%) = 90,40\ \%$$

4) % *Recovery* pengulangan 3

$$Recovery\ (\%) = \frac{[C]sampel - [C]sampel+spike}{[C]target}\ x\ 100\%$$

$$Recovery\ (\%) = \frac{0,1987\ mg/L - \ mg/L}{0,2\ mg/L}\ x\ 100\%$$

Recovery (%) = 99,35 %

5) % *Recovery* pengulangan 4

$$\textit{Recovery}\ (\%) = \frac{[C]\text{sampel} - [C]\text{sampel}+\textit{spike}}{[C]\text{target}} \times 100\%$$

$$\textit{Recovery}\ (\%) = \frac{0{,}1984\ \text{mg/L} - 0\ \text{mg/L}}{0{,}2\ \text{mg/L}} \times 100\%$$

Recovery (100%) = 99,20 %

6) % *Recovery* pengulangan 5

$$\textit{Recovery}\ (\%) = \frac{[C]\text{sampel} - [C]\text{sampel}+\textit{spike}}{[C]\text{target}} \times 100\%$$

$$\textit{Recovery}\ (\%) = \frac{0{,}1733\ \text{mg/L} - 0\ \text{mg/L}}{0{,}2\ \text{mg/L}} \times 100\%$$

Recovery (%) = 86,65 %

7) % *Recovery* pengulangan 6

$$\textit{Recovery}\ (\%) = \frac{[C]\text{sampel} - [C]\text{sampel}+\textit{spike}}{[C]\text{target}} \times 100\%$$

$$\textit{Recovery}\ (\%) = \frac{0{,}1919\ \text{mg/L} - 0\ \text{mg/L}}{0{,}2\ \text{mg/L}} \times 100\%$$

Recovery (%) = 95,95 %

8) % *Recovery* pengulangan 7

$$\textit{Recovery}\ (\%) = \frac{[C]\text{sampel} - [C]\text{sampel}+\textit{spike}}{[C]\text{target}} \times 100\%$$

$$\textit{Recovery}\ (\%) = \frac{0{,}1947\ \text{mg/L} - 0\ \text{mg/L}}{0{,}2\ \text{mg/L}} \times 100\%$$

Recovery (%) = 97,35 %

Lampiran 5. Penentuan Cr^{6+} Dalam Cat Tembok Dengan Spektrofotometer UV-*Vis*

Sampel	Rata-rata konsentrasi sampel (mg/L)	Rata-rata massa sampel (Kg)	Rata-rata konsentrasi sampel (mg/Kg)
1	0,0081	0,00250845	0,3249
2	0,0008	0,00250145	0,0339
3	0,0177	0,00250405	0,7088
4	0,0086	0,00250155	0,3458
5	0,0067	0,00250335	0,2676
6	0,0359	0,0025112	1,4297
7	0,0546	0,0025019	2,1825

Perhitungan:

1. Perhitungan konsentrasi Cr^{6+} sampel ulangan 1
   a. $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{[Cr\ (VI)]x\ Vakhir}{Massa\ sampel\ (Kg)}$

      $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{0,0082\ mg/L\ x\ 0,1\ L}{0,0025087\ Kg}$

      $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = 0,3268\ mg/Kg$

   b. $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{[Cr\ (VI)]x\ Vakhir}{Massa\ sampel\ (Kg)}$

      $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{0,0081\ mg/Lx\ 0,1\ L}{0,0025079\ Kg}$

      $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = 0,3229\ mg/Kg$

2. Perhitungan konsentrasi Cr^{6+} sampel ulangan 2
   a. $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{[Cr\ (VI)]x\ Vakhir}{Massa\ sampel\ (Kg)}$

      $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{0,0009\ mg/L\ x\ 0,1\ L}{0,0025013\ Kg}$

      $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = 0,0359\ mg/Kg$

   b. $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{[Cr\ (VI)]x\ Vakhir}{Massa\ sampel\ (Kg)}$

$$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{0{,}0008\ mg/L \times 0{,}1\ L}{0{,}0025019\ Kg}$$

$$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = 0{,}0319\ mg/Kg$$

3. Perhitungan konsentrasi Cr^{6+} sampel ulangan 3

   a. $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{[Cr\ (VI)] x\ Vakhir}{Massa\ sampel\ (Kg)}$

   $$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{0{,}0178\ mg/L \times 0{,}1\ L}{0{,}0025048\ Kg}$$

   $$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = 0{,}7106\ mg/Kg$$

   b. $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{[Cr\ (VI)] x\ Vakhir}{Massa\ sampel\ (Kg)}$

   $$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{0{,}0177\ mg/L \times 0{,}1\ L}{0{,}0025031\ Kg}$$

   $$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = 0.7071\ mg/Kg$$

4. Perhitungan konsentrasi Cr^{6+} sampel ulangan 4

   a. $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{[Cr\ (VI)] x\ Vakhir}{Massa\ sampel\ (Kg)}$

   $$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{0{,}0087\ mg/L \times 0{,}1\ L}{0{,}0025017\ Kg}$$

   $$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = 0{,}3477\ mg/Kg$$

   b. $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{[Cr\ (VI)] x\ Vakhir}{Massa\ sampel\ (Kg)}$

   $$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{0{,}0086\ mg/Lx\ 0{,}1\ L}{0{,}0025011\ Kg}$$

   $$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = 0.3436\ mg/Kg$$

5. Perhitungan konsentrasi Cr^{6+} sampel ulangan 5

   a. $[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{[Cr\ (VI)] x\ Vakhir}{Massa\ sampel\ (Kg)}$

   $$[Cr^{6+}]\ mg/Kg = \frac{0{,}0068\ mg/L \times 0{,}1\ L}{0{,}0025044\ Kg}$$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg = 0,2715 mg/Kg

b. $[Cr^{6+}]$ mg/Kg = $\frac{\text{[Cr (VI)]x Vakhir}}{\text{Massa sampel (Kg)}}$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg= $\frac{\text{0,0066 mg/Lx 0,1 L}}{\text{0,0025027 Kg}}$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg = 0,2637 mg/Kg

6. Perhitungan konsentrasi Cr^{6+} sampel ulangan 6

a. $[Cr^{6+}]$ mg/Kg = $\frac{\text{[Cr (VI)]x Vakhir}}{\text{Massa sampel (Kg)}}$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg= $\frac{\text{0,0361 mg/L x 0,1 L}}{\text{0,0025146 Kg}}$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg = 1,4356 mg/Kg

b. $[Cr^{6+}]$ mg/Kg = $\frac{\text{[Cr (VI)]x Vakhir}}{\text{Massa sampel (Kg)}}$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg= $\frac{\text{0,0357 mg/L x 0,1 L}}{\text{0,0025074 Kg}}$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg = 1,4237 mg/Kg

7. Perhitungan konsentrasi Cr^{6+} sampel ulangan 7

a. $[Cr^{6+}]$ mg/Kg = $\frac{\text{[Cr (VI)]x Vakhir}}{\text{Massa sampel (Kg)}}$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg= $\frac{\text{0,0546 mg/L x 0,1 L}}{\text{0,0025005 Kg}}$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg = 2,1835 mg/Kg

b. $[Cr^{6+}]$ mg/Kg = $\frac{\text{[Cr (VI)]x Vakhir}}{\text{Massa sampel (Kg)}}$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg = $\frac{\text{0,0546 mg/L x 0,1 L}}{\text{0,0025005 Kg}}$

$[Cr^{6+}]$ mg/Kg = 2,1835 mg/Kg

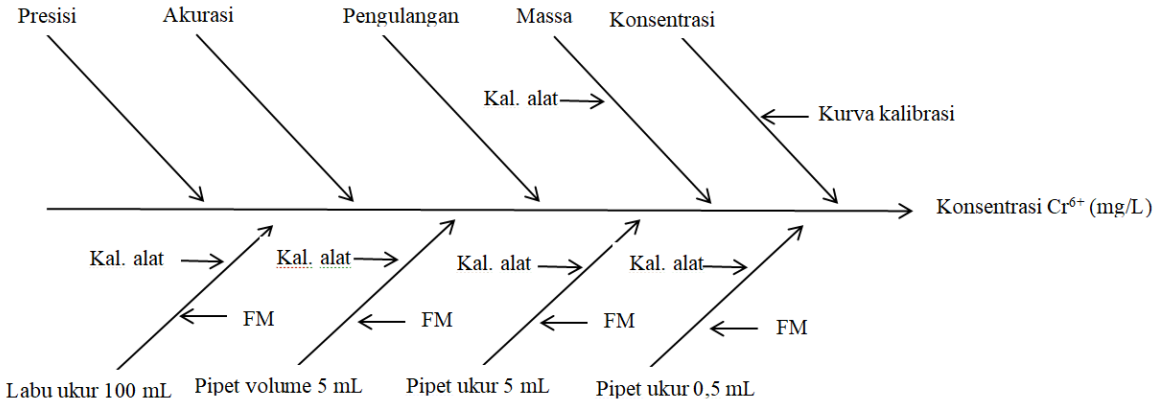
Lampiran 6. Penentuan Ketidakpastian Pengukuran

1. Rumus penentuan konsentrasi kromium heksavalen pada sampel

$$C = \frac{\left(\frac{y-b}{a}\right) \text{x volume larutan sampel (L)}}{\text{massa sampel (Kg)}}$$

a = *slope*
b = intersep
y = absorbansi sampel

2. Diagram tulang ikan



3. Perhitungan ketidakpastian baku

1) Ketidakpastian massa

$$\mu = \frac{s}{k} = \frac{0{,}0001}{2} = 0{,}00005 \text{ g}$$

4. Perhitungan ketidakpastian volume

1) Ketidakpastian pipet ukur 0,5 mL

- $\mu\,(V) = \frac{V}{\sqrt{6}} = \frac{0{,}005}{\sqrt{6}} = 0{,}0020$ mL
- $\mu\,(T) = \frac{V \times \alpha \times \Delta T}{\sqrt{3}} = \frac{0{,}5 \text{ mL} \times 2{,}1 \times 10^{-4} \times (27 - 20)^{\circ}C}{\sqrt{3}} = 0{,}0004$ mL
- $\mu c = \sqrt{(\mu(V))^2 + (\mu(T))^2} = \sqrt{(0{,}0020 \text{ mL})^2 + (0{,}0004 \text{ mL})^2} = 0{,}0020$ mL

2) Ketidakpastian pipet ukur 5 mL

- $\mu\,(V) = \frac{V}{\sqrt{6}} = \frac{0{,}03}{\sqrt{6}} = 0{,}0122$ mg/L
- $\mu\,(T) = \frac{V \times \alpha \times \Delta T}{\sqrt{3}} = \frac{5 \text{ mL} \times 2{,}1 \times 10^{-4} \times (27\text{-}20)^{\circ}C}{\sqrt{3}} = 0{,}0042$ mL

- $\mu c = \sqrt{(\mu(V))^2+(\mu(T))^2} = \sqrt{(0{,}0122\ mL)^2+(0{,}0042\ mL)^2} = 0{,}0129\ mL$

3) ketidakpastian labu ukur 100 mL
   - $\mu\ (V) = \frac{V}{\sqrt{6}} = \frac{0{,}35\ mL}{\sqrt{6}} = 0{,}1428\ mL$
   - $\mu\ (T) = \frac{V \times \alpha \times \Delta T}{\sqrt{3}} = \frac{100\ mL \times 2{,}1 \times 10^{-4} \times (27-20)^{\circ}C}{\sqrt{3}} = 0{,}0848\ mL$
   - $\mu c = \sqrt{(\mu(V))^2+(\mu(T))^2} = \sqrt{(0{,}1428\ mL)^2+(0{,}0848\ mL)^2} = 0{,}1660\ mL$

5. Ketidakpastian kurva kalibrasi

Konsentrasi std (x) (mg/L)	Abs	Abs terkoreksi (y)	$x-\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$	yi	y-yi	$(y-yi)^2$
0	0,002	0	-0,175	0,0306	-0,0018	0,0018	$3{,}24 \times 10^{-6}$
0,05	0,043	0,041	-0,125	0,0156	0,0378	$3{,}18 \times 10^{-3}$	$1{,}01 \times 10^{-5}$
0,1	0,0735	0,0715	-0,075	0,0056	0,0774	$-5{,}93 \times 10^{-3}$	$3{,}51 \times 10^{-5}$
0,2	0,1588	0,1568	0,025	0,0006	0,1566	$1{,}40 \times 10^{-4}$	$1{,}96 \times 10^{-8}$
0,3	0,2372	0,2352	0,125	0,0156	0,2358	$-6{,}90 \times 10^{-4}$	$4{,}76 \times 10^{-7}$
0,4	0,3187	0,3167	0,225	0,0506	0,3151	$1{,}58 \times 10^{-3}$	$2{,}49 \times 10^{-6}$
$\bar{x} = 0{,}175$			jumlah	0,1187		jumlah	$5{,}15 \times 10^{-5}$

$$S\ y/x = \sqrt{\frac{\sum y-yi}{n-2}}$$

$$S\ y/x = \sqrt{\frac{\sum (\ \ 5{,}15 \times 10^{-5})^2}{6-2}}$$

$$S\ y/x = 0{,}0035$$

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

$$\mu\ (Cx) = \frac{0{,}0035}{0{,}7923}\sqrt{\frac{1}{1}+\frac{1}{6}+\frac{(0{,}0189\ mg/L - 0{,}175\ mg/L)^2}{0{,}1187}}$$

$$\mu\ (Cx) = 0{,}0045\sqrt{\frac{1}{1}+\frac{1}{6}+\frac{0{,}0243}{0{,}1187}}$$

$$\mu\ (Cx) = 0{,}0045 \times 1{,}1721$$

μ (Cx) = 0,0053 mg/L

6. Ketidakpastian presisi

1) Presisi sampel 1

$$\mu p = \frac{\%\ \text{RPD}}{100} = \frac{1,22}{100} = 0,0122$$

2) Presisi sampel 2

$$\mu p = \frac{\%\ \text{RPD}}{100} = \frac{11,76}{100} = 0,1176$$

3) Presisi sampel 3

$$\mu p = \frac{\%\ \text{RPD}}{100} = \frac{0,56}{100} = 0,0056$$

4) Presisi sampel 4

$$\mu p = \frac{\%\ \text{RPD}}{100} = \frac{1,15}{100} = 0,0115$$

5) Presisi sampel 5

$$\mu p = \frac{\%\ \text{RPD}}{100} = \frac{2,98}{100} = 0,0298$$

6) Presisi sampel 6

$$\mu p = \frac{\%\ \text{RPD}}{100} = \frac{1,11}{100} = 0,0111$$

7) Presisi sampel 7

$$\mu p = \frac{\%\ \text{RPD}}{100} = \frac{0}{100} = 0$$

7. Ketidakpastian akurasi

Absorbansi	Konsentrasi sampel+standar (mg/L)	%*Recovery*
0,1456	0,1835	91,75
0,1434	0,1808	90,4
0,1577	0,1987	99,35
0,1574	0,1984	99,2
0,1375	0,1733	86,65
0,1522	0,1919	95,95
0,1545	0,1947	97,35
Rata-rata	0,1887	94,37
Sb	0,0039	

$$\mu\ (rec) = \frac{\%Recovery}{100}\sqrt{\left(\frac{\frac{Sb}{\sqrt{3}}}{\bar{X}sampel+spike}\right)^2}$$

$$\mu\ (rec) = \frac{94,37}{100}\sqrt{\left(\frac{\frac{0,0039}{\sqrt{3}}}{0,1887}\right)^2}$$

$$\mu\ (rec) = 0,9437\sqrt{\left(\frac{2,29 \text{ x } 10^{-3}}{0,1887}\right)^2}$$

μ (rec) = 0,9437 x 0,0121

μ (rec) = 0,0114

8. Ketidakpastian gabungan

1) Sampel 1

Sumber ketidakpastian	Nilai	Satuan	Nilai ketidakpastian
Massa	2,5	g	0,00005
Pipet ukur	0,5	mL	0,0020
Pipet ukur	5	mL	0,0129
Labu ukur	100	mL	0,1660
Konsentrasi	0,0081	mg/L	0,0053
Presisi	-	-	0,0122
Akurasi (*recovery*)	94,37	%	0,0114
µc			0,0053

$$\mu(C) = 0,0081\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{\mu\ massa}{massa\ sampel}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ pipet\ ukur\ 0,5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ pipet\ ukur\ 5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ labu\ ukur\ 100\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ Cx}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ p1}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ rec}{recovery}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0,0081\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{0,00005\ g}{2,5\ g}\right)^2 + \left(\frac{0,002\ mL}{0,5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0,0129\ mL}{5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0,1660\ mL}{100\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0,0053\ mg/L}{0,0081\ mg/L}\right)^2 + \left(\frac{0,0122}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,0114}{94,37\%}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0081\,\frac{mg}{L}\sqrt{(0{,}00002)^2 + (0{,}004)^2 + (0{,}00258)^2 + (0{,}0016)^2} + (0{,}6543)^2 + (0{,}0122)^2 + \left(1{,}2080 \text{ x } 10^{-4}\right)^2$$

$$\mu(C) = 0{,}0081\,\frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0{,}6544$$

$$\mu(C) = 0{,}0053 \text{ mg/L}$$

2) Sampel 2

Sumber ketidakpastian	Nilai	Satuan	Nilai ketidakpastian
Massa	2,5	g	0,00005
Pipet ukur	0,5	mL	0,0020
Pipet ukur	5	mL	0,0129
Labu ukur	100	mL	0,1660
Konsentrasi	0,0008	mg/L	0,0053
Presisi	-	-	0,1176
Akurasi (*recovery*)	94,37	%	0,0114
µc			0,0053

$$\mu(C) = 0{,}0008\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{\mu\, massa}{massa\ sampel}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, pipet\ ukur\ 0{,}5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, pipet\ ukur\ 5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, labu\ ukur\ 100\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, Cx}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, p1}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, rec}{recovery}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0008\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{0{,}00005\ g}{2{,}5\ g}\right)^2 + \left(\frac{0{,}002\ mL}{0{,}5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0129\ mL}{5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}1660\ mL}{100\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0053\ mg/L}{0{,}0008\ mg/L}\right)^2 + \left(\frac{0{,}1176}{1}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0114}{94{,}37\%}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0008\,\frac{mg}{L}\sqrt{(0{,}00002)^2 + (0{,}004)^2 + (0{,}00258)^2 + (0{,}0016)^2} + (6{,}625)^2 + (0{,}1176)^2 + \left(1{,}2080 \text{ x } 10^{-4}\right)^2$$

$$\mu(C) = 0{,}0008\,\frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 6{,}6260$$

$$\mu(C) = 0{,}0053 \text{ mg/L}$$

3) Sampel 3

Sumber ketidakpastian	Nilai	Satuan	Nilai ketidakpastian
Massa	2,5	g	0,00005
Pipet ukur	0,5	mL	0,0020
Pipet ukur	5	mL	0,0129
Labu ukur	100	mL	0,1660
Konsentrasi	0,0177	mg/L	0,0053
Presisi	-	-	0,0122
Akurasi (*recovery*)	94,37	%	0,0114
µc			0,0053

$$\mu(C) = 0{,}0177\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{\mu\,massa}{massa\ sampel}\right)^2+\left(\frac{\mu\,pipet\ ukur\ 0{,}5\ mL}{V}\right)^2+\left(\frac{\mu\,pipet\ ukur\ 5\ mL}{V}\right)^2+\left(\frac{\mu\,labu\ ukur\ 100\ mL}{V}\right)^2+\left(\frac{\mu\,Cx}{Cx}\right)^2+\left(\frac{\mu\,p1}{p}\right)^2+\left(\frac{\mu\,rec}{recovery}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0177\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{0{,}00005\ g}{2{,}5\ g}\right)^2+\left(\frac{0{,}002\ mL}{0{,}5\ mL}\right)^2+\left(\frac{0{,}0129\ mL}{5\ mL}\right)^2+\left(\frac{0{,}1660\ mL}{100\ mL}\right)^2+\left(\frac{0{,}0053\ mg/L}{0{,}0177\ mg/L}\right)^2+\left(\frac{0{,}0122}{1}\right)^2+\left(\frac{0{,}0114}{94{,}37\%}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0177\,\frac{mg}{L}\sqrt{(0{,}00002)^2+(0{,}004)^2+(0{,}00258)^2+(0{,}0016)^2}+(0{,}2994)^2+(0{,}0122)^2+\left(1{,}2080\ \text{x}\ 10^{-4}\right)^2$$

$$\mu(C)=0{,}0177\,\frac{\text{mg}}{\text{L}}\times 0{,}2997$$

$$\mu(C)=0{,}0053\ \text{mg/L}$$

4) Sampel 4

Sumber ketidakpastian	Nilai	Satuan	Nilai ketidakpastian
Massa	2,5	g	0,00005
Pipet ukur	0,5	mL	0,0020
Pipet ukur	5	mL	0,0129
Labu ukur	100	mL	0,1660
Konsentrasi	0,0086	mg/L	0,0053
Presisi	-	-	0,0115
Akurasi (*recovery*)	94,37	%	0,0114
µc			0,0053

$$\mu(C) = 0{,}0008\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{\mu\ massa}{massa\ sampel}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ pipet\ ukur\ 0{,}5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ pipet\ ukur\ 5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ labu\ ukur\ 100\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ Cx}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ p1}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ rec}{recovery}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0008\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{0{,}00005\ g}{2{,}5\ g}\right)^2 + \left(\frac{0{,}002\ mL}{0{,}5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0129\ mL}{5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}1660\ mL}{100\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0053\ mg/L}{0{,}0086\ mg/L}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0115}{1}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0114}{94{,}37\%}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0086\,\frac{mg}{L}\sqrt{(0{,}00002)^2 + (0{,}004)^2 + (0{,}00258)^2 + (0{,}0016)^2} + (0{,}6162)^2 + (0{,}0115)^2 + \left(1{,}2080 \text{ x } 10^{-4}\right)^2$$

$$\mu(C) = 0{,}0086\,\frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0{,}6164$$

$$\mu(C) = 0{,}0053 \text{ mg/L}$$

5) Sampel 5

Sumber ketidakpastian	Nilai	Satuan	Nilai ketidakpastian
Massa	2,5	g	0,00005
Pipet ukur	0,5	mL	0,0020
Pipet ukur	5	mL	0,0129
Labu ukur	100	mL	0,1660
Konsentrasi	0,0067	mg/L	0,0053
Presisi	-	-	0,0298
Akurasi (*recovery*)	94,37	%	0,0114
µc			0,0053

$$\mu(C) = 0{,}0067\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{\mu\ massa}{massa\ sampel}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ pipet\ ukur\ 0{,}5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ pipet\ ukur\ 5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ labu\ ukur\ 100\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ Cx}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ p1}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ rec}{recovery}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0067\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{0{,}00005\ g}{2{,}5\ g}\right)^2 + \left(\frac{0{,}002\ mL}{0{,}5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0129\ mL}{5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}1660\ mL}{100\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0053\ mg/L}{0{,}0067\ mg/L}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0298}{1}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0114}{94{,}37\%}\right)^2}$$

$\mu(C) = 0{,}0067\,\frac{mg}{L}\sqrt{(0{,}00002)^2 + (0{,}004)^2 + (0{,}00258)^2 + (0{,}0016)^2} +$
$(0{,}7910)^2 + (0{,}0298)^2 + \left(1{,}2080 \text{ x } 10^{-4}\right)^2$

$\mu(C) = 0{,}0067\,\frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0{,}0{,}7916$

$\mu(C) = 0{,}0053$ mg/L

6) Sampel 6

Sumber ketidakpastian	Nilai	Satuan	Nilai ketidakpastian
Massa	2,5	g	0,00005
Pipet ukur	0,5	mL	0,0020
Pipet ukur	5	mL	0,0129
Labu ukur	100	mL	0,1660
Konsentrasi	0,0359	mg/L	0,0053
Presisi	-	-	0,0111
Akurasi (*recovery*)	94,37	%	0,0114
µc			0,0053

$\mu(C) =$
$0{,}0359\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{\mu\, massa}{massa\ sampel}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, pipet\ ukur\ 0{,}5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, pipet\ ukur\ 5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, labu\ ukur\ 100\ mL}{V}\right)^2 +$
$\left(\frac{\mu\, Cx}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, p1}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu\, rec}{recovery}\right)^2$

$\mu(C) = 0{,}0359\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{0{,}00005\ g}{2{,}5\ g}\right)^2 + \left(\frac{0{,}002\ mL}{0{,}5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0129\ mL}{5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}1660\ mL}{100\ mL}\right)^2 +$
$\left(\frac{0{,}0053\ mg/L}{0{,}0359\ mg/L}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0111}{1}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0114}{94{,}37\%}\right)^2$

$\mu(C) = 0{,}0359\,\frac{mg}{L}\sqrt{(0{,}00002)^2 + (0{,}004)^2 + (0{,}00258)^2 + (0{,}0016)^2} +$
$(0{,}1476)^2 + (0{,}0111)^2 + \left(1{,}2080 \text{ x } 10^{-4}\right)^2$

$\mu(C) = 0{,}0359\,\frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0{,}1481$

$\mu(C) = 0{,}0053$ mg/L

7) Sampel 7

Sumber ketidakpastian	Nilai	Satuan	Nilai ketidakpastian
Massa	2,5	g	0,00005
Pipet ukur	0,5	mL	0,0020
Pipet ukur	5	mL	0,0129
Labu ukur	100	mL	0,1660
Konsentrasi	0,0546	mg/L	0,0053
Presisi	-	-	0
Akurasi (*recovery*)	94,37	%	0,0014
µc			0,0053

$$\mu(C) = 0{,}0546\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{\mu\ massa}{massa\ sampel}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ pipet\ ukur\ 0{,}5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ pipet\ ukur\ 5\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ labu\ ukur\ 100\ mL}{V}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ Cx}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ p1}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu\ rec}{recovery}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0546\,\frac{mg}{L}\sqrt{\left(\frac{0{,}00005\ g}{2{,}5\ g}\right)^2 + \left(\frac{0{,}002\ mL}{0{,}5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0129\ mL}{5\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}1660\ mL}{100\ mL}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0053\ mg/L}{0{,}0546\ mg/L}\right)^2 + \left(\frac{0}{1}\right)^2 + \left(\frac{0{,}0014}{94{,}37\%}\right)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0546\,\frac{mg}{L}\sqrt{(0{,}00002)^2 + (0{,}004)^2 + (0{,}00258)^2 + (0{,}0016)^2 + (0{,}0970)^2 + (0)^2 + (1{,}4835\ \text{x}\ 10-5)^2}$$

$$\mu(C) = 0{,}0546\,\frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0{,}0972$$

µ(C)= 0,0053 mg/L

9. Ketidakpastian diperluas

Sampel	Ketidakpastian gabungan (mg/L)	Ketidakpastian diperluas (mg/L)
1	0,0053	0,0106
2	0,0053	0,0106
3	0,0053	0,0106
4	0,0053	0,0106
5	0,0053	0,0106
6	0,0053	0,0106
7	0,0053	0,0106

1) Sampel 1
   μ(U)= μ (c) x K
   μ(U)= 0,0053 mg/L × 2
   μ(U)= 0,0106 mg/L

2) Sampel 2
   μ(U)= μ (c) x K
   μ(U)= 0,0053 mg/L × 2
   μ(U)= 0,0106 mg/L

3) Sampel 3
   μ(U)= μ (c) x K
   μ(U)= 0,0053 mg/L × 2
   μ(U)= 0,0106 mg/L

4) Sampel 4
   μ(U)= μ (c) x K
   μ(U)= 0,0053 mg/L × 2
   μ(U)= 0,0106 mg/L

5) Sampel 5
   μ(U)= μ (c) x K
   μ(U)= 0,0053 mg/L × 2
   μ(U)= 0,0106 mg/L

6) Sampel 6
   μ(U)= μ (c) x K
   μ(U)= 0,0053 mg/L × 2
   μ(U)= 0,0106 mg/L

7) Sampel 7
   μ(U)= μ (c) x K
   μ(U)= 0,0053 mg/L × 2
   μ(U)= 0,0106 mg/L