

**UNJUK KERJA METODE FLAME ATOMATIC ABSORPTION
SPECTROMETER (F-AAS) AIR LIMBAH PADA PRA AKREDITASI
UPT LABORATORIUM LINGKUNGAN
DINAS LINGKUNGAN HIDUP DAN KEHUTANAN
PROVISI BANTEN**

UPT Labortaorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Provinsi Banten dalam persiapan akreditasi laboratorium pengujian wajib mengikuti uji profisiensi dilakukan unjuk kerja Metode Flame Atometric Absorption Spectrometer (F-AAS) untuk parameter logam pada lingkup akreditasi. Contoh uji diperoleh dari contoh uji air limbah yang diperkaya dengan logam Co, Cu, Cr, Pb, Fe , Mn dan Cd diawetkan dalam suasana HNO₃ (pH < 2). Untuk memperoleh hasil uji yang memenuhi persyaratan yang ditentukan oleh KAN, diperlukan beberapa parameter antara lain validasi metode uji dan validasi alat uji. Validasi metode uji dilakukan menggunakan *Standard Reference Materials* (SRM) sebagai contoh uji, kemudian ditentukan kadar unsur yang ada dalam SRM tersebut. Metode uji dikatakan valid apabila kadar unsur hasil analisis berada dalam rentang kadar yang ada dalam sertifikat. Validasi metode uji dapat juga dilakukan dengan uji pungut ulang atau uji rekaveri. Validasi alat uji dilakukan dengan melakukan kalibrasi, ditentukan harga kepekaan dan presisi, dibandingkan dengan persyaratan acuan, kemudian dilakukan verifikasi terhadap unsur yang akan di analisis. Dengan demikian unjuk kerja parameter logam dengan metode F-AAS Pengujian parameter logam dalam air dan air limbah adalah untuk mengetahui kelayakan alat uji AAS.

Tabel 1 . Metode pengujian logam dalam air dan air limbah

NO	PARAMETER UJI	METODE
1	Cara uji Kobal (Co) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) nyala dalam air dan air limbah	SNI 6989-68-2009
2	Cara uji Tembaga (Cu) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) nyala dalam air dan air limbah	SNI 6989-6-2009
3	Cara uji Mangan (Mn) secara Spektrofotometri	SNI 6989-5-2009

	Serapan Atom (SSA) nyala dalam air dan air limbah	
4	Cara uji Timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) nyala dalam air dan air limbah	SNI 6989-8-2009
5	Cara uji Besi (Fe) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) nyala dalam air dan air limbah	SNI 6989-4-2009
6	Cara uji Kadmium (Cd) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) nyala dalam air dan air limbah	SNI 6989-16-2009

TAT A KERJA

Bahan dan ALat

Pada penelitian ini bahan-bahan yang digunakan meliputi bahan standar Spektrosol Co, Cu, Pb, Fe , Mn dan Cd masing-masing konsentrasi 1000 ppm buatan Merck, asam nitrat 1 N, akuabides buatan PT.KTI. Sebagai bahan contoh uji terdiri dari 1(satu) macam contoh uji yang diperoleh dari ERA. Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat spektrometer serapan atom GBC Savanta, pipet volume, Labu ukur.

Cara kerja

Optimasi kondisi analisis unsur-unsur Co, Cu, Pb, Fe , Mn dan Cd diperoleh dengan mengamati serapan yang maksimum pada panjang gelombang optimum unsur-unsur Co, Cu, Cr, Pb, Fe , Mn dan Cd pada setiap perubahan laju alir contoh uji, arus lampu, laju alir asetilen, laju alir udara, tinggi dan posisi pembakar. Larutan standar unsur-unsur yang diamati adalah Co = 0.5000 ppm. Cu = 0.2000 ppm, Mn = 0.1000 ppm, Pb = 1.0000 ppm, Fe = 0.3000 ppm dan Cd = 0.4250 ppm

Kepekaan alat uji SAA

Penentuan kepekaan alat uji SAA dilakukan dengan membuat 1 buah larutan campuran yang terdiri dari larutan standar Cu 1000 ppm, HN03 1 N, dan akuatrides sedemikian rupa sehingga konsentrasi Cu dalam larutan 2 ppm, dan konsentrasi HN03 dalam larutan 0,1 N. Larutan tersebut diukur serapannya dengan 3 kali pengukuran pada

kondisi analisis yang optimum, dihitung kepekaan yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan persyaratan yang ada.

Presisi alat uji

Penentuan presisi alat uji SAA dilakukan dengan membuat 1 buah larutan campuran yang terdiri dari larutan standar Cu 1000 ppm, HN03 1 N, dan akuatrides sedemikian rupa sehingga konsentrasi Cu dalam larutan 5 ppm, dan konsentrasi HN03 dalam larutan 0,1 N. Larutan tersebut diukur serapannya dengan 6 kali pengukuran pada kondisi analisis yang optimum, dihitung simpangan baku yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan persyaratan yang ada.

Penentuan rentang konsentrasi terpakai (RKT)

Penentuan RKT dilakukan dengan membuat satu deret larutan standar Co, Cu, Cr, Pb, Fe, Mn dan Cd dengan kisaran konsentrasi Co masing-masing 0.5, 0.7, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0, 4.5 dan 5.0 ppm, konsentrasi Cu masing-masing 0.2, 0.5, 1.0, 3.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0 dan 10.0 ppm, konsentrasi Mn masing-masing 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 dan 4.0 ppm, konsentrasi Pb masing-masing 1.0, 2.0, 5.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0, 12.0, 15.0 dan 20.0 ppm, konsentrasi Fe masing-masing 0.3, 0.5, 0.7, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 dan 4.0 ppm, konsentrasi Cd masing-masing 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 0.7, 1.0, 1.2, 1.5, 1.7 dan 2.0 ppm. Deret larutan standar Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd diukur serapannya pada kondisi optimum dari masing-masing unsur. Rentang konsentrasi terpakai diperoleh berdasarkan perhitungan % RCE (*relative concentration equivalent*).

Validasi Metode

Validasi metode uji unsur-unsur Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd dilakukan menggunakan uji pungut ulang atau uji rekaveri yaitu dengan menambahkan konsentrasi tertentu larutan contoh uji ke dalam

larutan standar Co konsentrasi 0.5 ppm. Diukur serapannya pada kondisi optimum analisis unsur Co, diperoleh konsentrasi unsur Co dalam contoh uji. Konsentrasi Co yang diperoleh dibandingkan dengan konsentrasi Co dalam contoh uji yang sesungguhnya. Validasi metode uji unsur Co, Cu, Cr, Pb, Fe, Mn dan Cd dilakukan dengan cara kerja yang sama pada unsur Co, dengan konsentrasi larutan standar Cu : 0.2 ppm, Fe : 0.3 ppm, Pb : 1.0 ppm, Mn : 0,1 ppm, Fe : 0,3 ppm dan Cd : 12.5 ppm.

Aplikasi metode analisis.

Aplikasi metode nyala pada analisis logam berat Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd dalam contoh uji air limbah yang berasal dari ERA, dilakukan dengan teknik kalibrasi standar yaitu dengan mengukur serapan Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd dari contoh uji pada kondisi optimum unsur Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd. Kadar Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd diperoleh dengan cara menginterpolasi serapan yang diperoleh dalam kurva standar masing-masing unsur.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada uji profisiensi (ERA periode bulan Mei s.d Juni 2017), ditentukan kadar unsur-unsur Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd dengan metode nyala serapan atom. Untuk memperoleh tampilan data hasil uji yang memenuhi persyaratan secara akreditasi seperti validitas hasil uji dan ketertelusuran hasil uji, beberapa parameter penelitian perlu diperhatikan, antara lain kondisi optimum analisis. Kondisi optimum analisis diperoleh dengan mengamati serapan yang optimum pada panjang gelombang maksimum masing-masing unsur Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd pada setiap perubahan arus lampu, lebar celah, laju alir contoh uji, laju alir asetilen, laju alir udara, dan tinggi pembakar, seperti disajikan pada Tabel 2 sebagai berikut:

Tabel 2. Kondisi optimum unsur Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd

NO	PARAMETER	Co	Cu	Pb	Fe	Mn	Cd
1	Panjang Gelombang (nm)	249.70	327.40	217.00	248.30	279.50	228.80
2	Arus Lampu (mA)	6.00	3.00	4.00	7.00	5.00	3.00
3	Lebar Celah (nm)	0.20	0.50	1.00	0.20	0.20	0.50
4	Laju Alir Acetilen (l/menit)	0.850	0.800	1.450	1.100	1.150	0.800
5	Laju Alir Udara (l/menit)	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00
6	Laju Alir Contoh (l/menit)	4.50	4.50	4.50	4.50	4.50	4.50
7	Tinggi Pembakar (mm)	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00	15.00

Kondisi optimum analisis yang diperoleh seperti disajikan pada Tabel 1 selanjutnya digunakan untuk analisis berikutnya. Parameter yang lain adalah kelayakan alat uji dan validasi metode uji. Kelayakan alat uji yang digunakan ditunjukkan dengan tampilan data yang dihasilkan berupa kepekaan, presisi dan rentang konsentrasi terpakai (RKT) masing-masing unsur yang akan ditentukan, sedangkan validasi metode uji dilakukan dengan uji pungut ulang atau uji rekaveri. Alat uji yang digunakan adalah layak apabila kepekaan dan presisi yang dihasilkan memenuhi persyaratan, demikian juga metode uji yang digunakan dikatakan valid apabila data hasil uji rekaveri memenuhi persyaratan.

Pada Tabel 3 disajikan data kepekaan dan presisi alat uji SSA dengan metode nyala. Harga kepekaan dan presisi alat uji diperoleh dengan mengukur serapan larutan standar Cu konsentrasi 2 ppm pada kondisi optimum analisis unsur Cu.

Berdasarkan data serapan yang diperoleh, kemudian dihitung kepekaan alat uji (S) dengan formula $S = 0,0044 (C_1 / A_1)$, C_1 dan A_1 masing-masing adalah konsentrasi dan serapan larutan standar Cu yang dipilih. Presisi alat uji (s) dihitung berdasarkan simpangan baku yang diperoleh pada pengukuran larutan standar Cu 5 ppm, dengan formula: $s = (A-B) \times 0,40$ dengan A = nilai serapan tertinggi dan B = nilai serapan terendah dari 6 nilai serapan yang diperoleh. Berdasarkan pada Tabel 2, kepekaan alat uji AAS diperoleh 0,038

ppm, dan presisi 0,34 % harga kepekaan dan presisi yang diperoleh masing-masing masih berada dibawah batas maksimum yang diijinkan 0,04 ppm, dan 1 %.

Tabel 3. Data kepekaan dan presisi alat uji SAA.

NO	PARAMETER	Cu 5 ppm
1	Kepekaan (ppm)	0.038
	Syarat Acuan (ppm)	0.040
2	Presisi (simpangan baku relative) (%)	0.34
	Syarat Acuan (%)	1.0

Pada Gambar 1 sampai dengan Gambar 6 disajikan data hubungan antara konsentrasi unsur-unsur Co, Cu, Cr, Pb, Fe , Mn dan Cd dengan % *relative concentration equivalent* (RCE). Data % RCE diperoleh dengan cara mengukur serapan dari satu deret larutan standar Co, Cu, Cr, Pb, Fe , Mn dan Cd masing-masing dengan konsentrasi Co adalah 0.5, 0.7, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0, 4.5 dan 5.0 ppm, Cu adalah 0.2, 0.5, 1.0, 3.0, 6.0, 7.0, 8.0, 9.0 dan 10.0 ppm, Pb adalah 1.0, 2.0, 5.0, 7.0, 8.0, 9.0, 10.0, 12.0, 15.0 dan 20.0 ppm, Mn adalah .1, 0.2, 0.5, 1.0, 1,5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 dan 4.0 ppm, Fe adalah 0.3, 0.5, 0.7, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 dan 4.0 ppm, dan Cd adalah 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 0.7, 1.0, 1.2, 1.5, 1.7 dan 2.0 ppm.

Dari data serapan yang diperoleh, kemudian dihitung harga %RCE menggunakan formula:

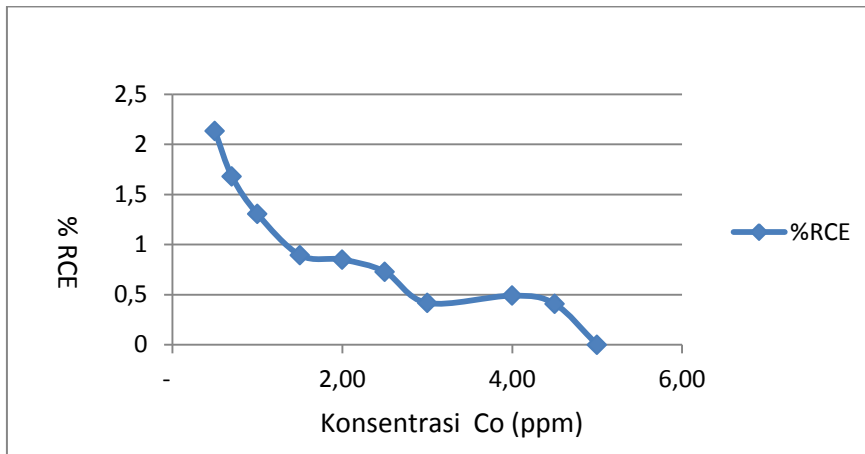
$$\%RCE = \frac{(C2 - C1)}{(A2 - A1)} \times \frac{(SA)}{(C2)} \times 100$$

C1 = konsentrasi larutan standar terdekat yang lebih rendah (A1 adalah serapannya)

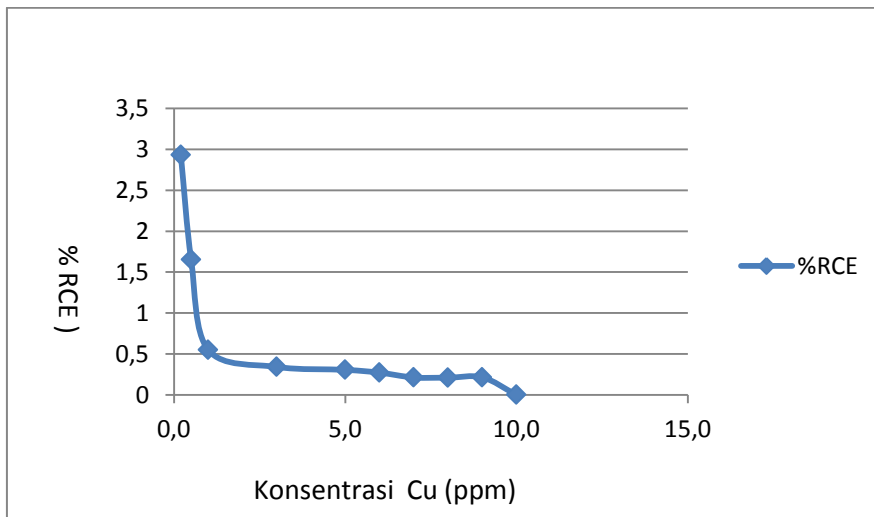
C2 = konsentrasi larutan standar terdekat yang lebih tinggi (A2 adalah serapannya)

SA = simpangan baku untuk A2

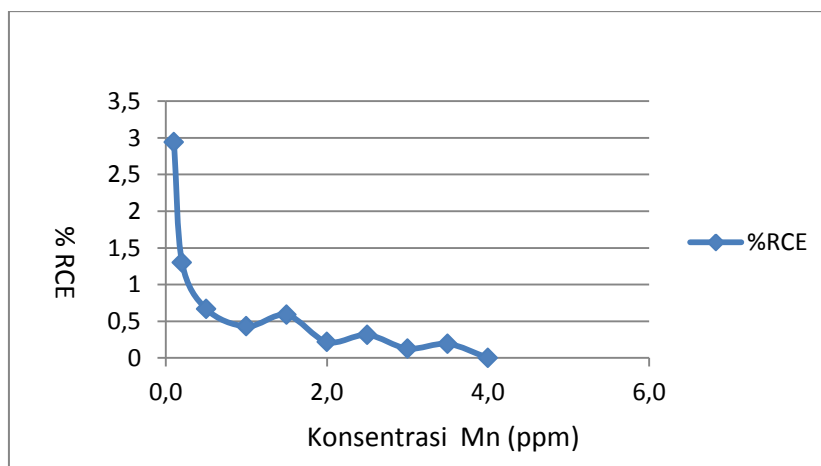
Gambar 1. Hubungan antara konsentrasi Co dengan % RCE



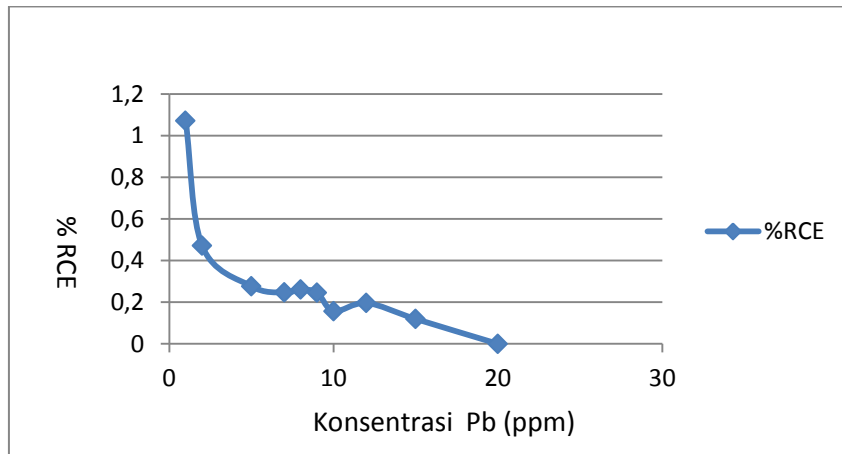
Gambar 2. Hubungan antara konsentrasi Cu dengan % RCE



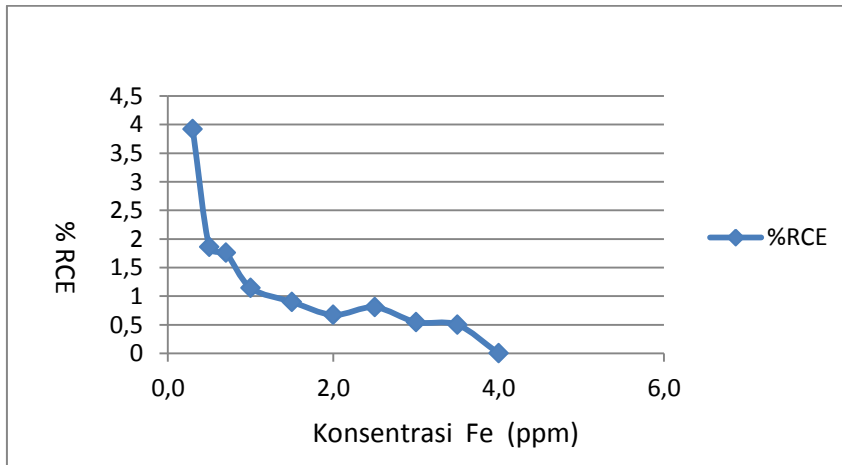
Gambar 3. Hubungan antara konsentrasi Mn dengan % RCE



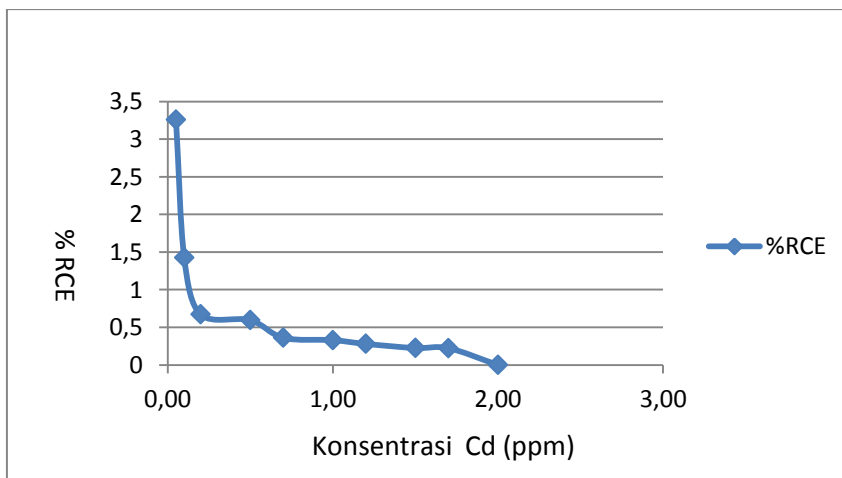
Gambar 4. Hubungan antara konsentrasi Pb dengan % RCE



Gambar 5. Hubungan antara konsentrasi Fe dengan % RCE



Gambar 6. Hubungan antara konsentrasi Cd dengan % RCE



Berdasarkan perhitungan % RCE yang diperoleh dapat ditentukan rentang konsentrasi terpakai Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd yaitu berdasarkan konsentrasi yang mempunyai harga % RCE < 1 %, seperti disajikan pada Tabel 4 sebagai berikut :

Tabel 4. Data linieritas konsentrasi unsur-unsur Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd

NO	UNSUR	RENTANG KONSENTRASI TERPAKAI (ppm)	BATAS DETEKSI (ppm)
1	Co	1.5 -5.0	0.15
2	Cu	1.0 - 10.0	0.10
3	Pb	2.0 -20.0	0.31
4	Mn	0.5 - 4.0	0.05
5	Fe	1.5 - 4.0	0.10
6	Cd	0.2 - 2.0	0.05

Tabel 5. Uji rekaveri unsur Co

NO	UNSUR	KONSENTRASI STANDAR (ppm)	RERATA KONSENTRASI STANDAR HASIL ADISI (ppm)	% REKAVERI
1	Co	0.5000	0.4926	97.59
2	Cu	0.2000	0.2122	103.97
3	Pb	1.0000	1.0228	97.56
4	Mn	0.1000	0.1213	96.79
5	Fe	0.3000	0.3190	95.87
6	Cd	0.4250	0.4253	100.03

Validasi metode uji dilakukan dengan uji pungut ulang atau uji rekaveri pada setiap unsur yang akan dianalisis. Uji pungut ulang dilakukan dengan menambahkan konsentrasi tertentu larutan contoh uji ke dalam larutan standar setiap unsur yang akan dianalisis, perolehan konsentrasi standar hasil adisi contoh uji dibandingkan

dengan konsentrasi standar yang ditambahkan, seperti disajikan pada Tabel 5. Berdasarkan persyaratan, uji rekaveri yang dilakukan pada unsur-unsur Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd menunjukkan hasil rekaveri yang mendekati 100%.

Aplikasi metode analisis pada contoh uji dilakukan dengan teknik kalibrasi standar yaitu dengan mengukur serapan unsur-unsur Co, Cu, Cr, Pb, Fe, Mn dan Cd dalam contoh uji air limbah. Serapan masing-masing unsur yang diperoleh kemudian diinterpolasikan pada kurva kalibrasi standar unsur, sehingga akan diperoleh konsentrasi unsur, seperti disajikan pada Tabel 5 sebagai berikut :

Tabel 6. Data hasil analisis unsur Co, Cu, Pb, Fe, Mn dan Cd dalam contoh uji air limbah.

KODE CONTOH	UNSUR	RERATA KADAR UNSUR (µg/l)	HASIL UJI PROFISIENSI	
			Antar Lab Z-score (akurasi)	Antar Lab Z-score (presisi)
P268-500	Co	673	Memuaskan	Memuaskan
P268-500	Cu	534	Memuaskan	Memuaskan
P268-500	Pb	421	Memuaskan	Memuaskan
P268-500	Mn	654	Memuaskan	Memuaskan
P268-500	Fe	554	Memuaskan	Memuaskan
P268-500	Cd	976	Memuaskan	Memuaskan

Berdasarkan evaluasi uji profisiensi yang dilakukan oleh ERA, UPT laboratorium Lingkungan Dinas Lingkungan Hidup dan Kehutanan Provinsi Banten dengan kode lab D050671, menunjukkan hasil kadar unsur Co, Cu, Cr, Pb, Fe, Mn, dan Cd pada Lot Number P268-500 Metals (cat#586) dengan akurasi dan presisi pada kategori memuaskan.