

**UNJUK KERJA METODE FLAME ATOMATIC ABSORPTION
SPECTROMETER (F-AAS) AIR SUPPLY 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 supply yang diperkaya dengan logam Cu, 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 Tembaga (Cu) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) nyala dalam air dan air limbah	SNI 6989-6-2009
2	Cara uji Mangan (Mn) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) nyala dalam air dan air limbah	SNI 6989-5-2009

3	Cara uji Besi (Fe) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) nyala dalam air dan air limbah	SNI 6989-4-2009
4	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 Cu, 4 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 Cu, Fe , Mn dan Cd diperoleh dengan mengamati serapan yang maksimum pada panjang gelombang optimum unsur-unsur Cu, 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 Cu = 0.2000 ppm, Mn = 0.1000 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 Cu, Fe, Mn dan Cd dengan kisaran 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 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 Cu, 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 Cu, Fe, Mn dan Cd dilakukan menggunakan uji pungut ulang atau uji rekaveri yaitu dengan menambahkan konsentrasi tertentu larutan contoh uji ke dalam larutan standar Cu konsentrasi 0.2000 ppm. Diukur serapannya pada kondisi optimum analisis unsur Cu, diperoleh konsentrasi unsur Cu dalam contoh uji. Konsentrasi Cu yang diperoleh dibandingkan dengan konsentrasi Cu dalam contoh uji yang sesungguhnya. Validasi metode uji unsur Fe, Mn dan Cd dilakukan dengan cara kerja yang

sarna pada unsur Co, dengan konsentrasi larutan standar Mn = 0.1000 ppm, Fe = 0.3000 ppm dan Cd = 0.4250 ppm

Aplikasi metode analisis.

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

NO	PARAMETER	Cu	Fe	Mn	Cd
1	Panjang Gelombang (nm)	327.40	248.30	279.50	228.80
2	Arus Lampu (mA)	3.00	7.00	5.00	3.00
3	Lebar Celah (nm)	0.50	0.20	0.20	0.50
4	Laju Alir Acetilen (l/menit)	0.800	1.100	1.150	0.800
5	Laju Alir Udara (l/menit)	10.00	10.00	10.00	10.00
6	Laju Alir Contoh (l/menit)	4.50	4.50	4.50	4.50
7	Tinggi Pembakar (mm)	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 4 disajikan data hubungan antara konsentrasi unsur-unsur Cu, Fe, Mn dan Cd dengan % *relative concentration equivalent* (RCE). Data % RCE diperoleh dengan cara mengukur serapan dari satu deret larutan standar Cu, Fe, Mn dan Cd masing-masing dengan 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 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.

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

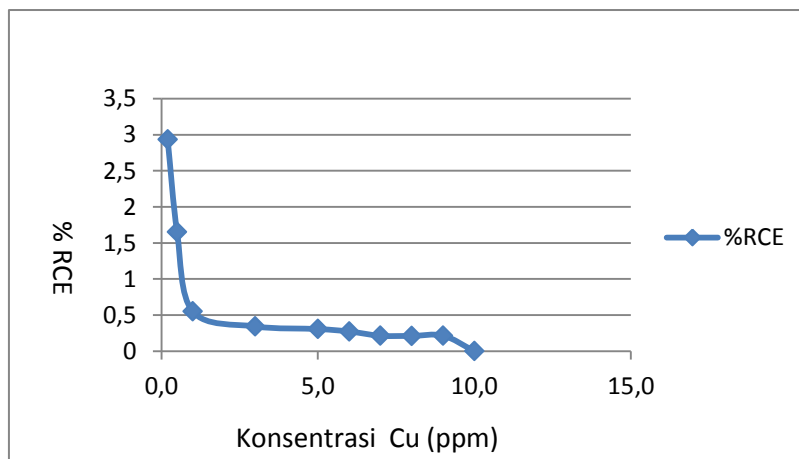
$$\%RCE = \frac{(C2 - C1)}{(A2 - A1)} \times \frac{(SA)}{(C2)} \times 100$$

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

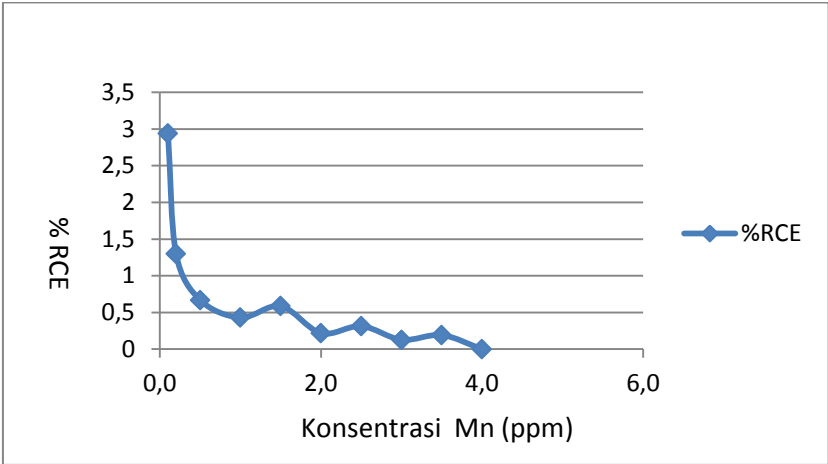
C2 = konsentrasi larutan standar terdekat yang lebih tinggi (A2 adalah serapannya)

SA = simpangan baku untuk A2

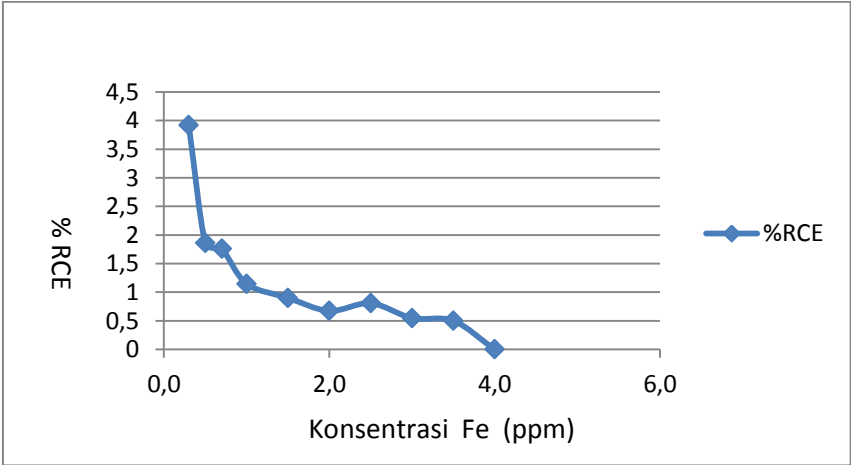
Gambar 1. Hubungan antara konsentrasi Cu dengan % RCE



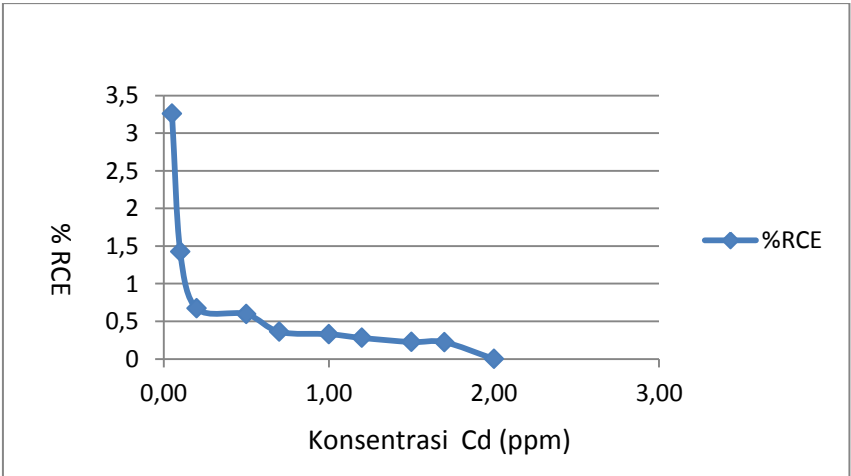
Gambar 2. Hubungan antara konsentrasi Mn dengan % RCE



Gambar 3. Hubungan antara konsentrasi Fe dengan % RCE



Gambar 4. Hubungan antara konsentrasi Cd dengan % RCE



Berdasarkan perhitungan % RCE yang diperoleh dapat ditentukan rentang konsentrasi terpakai Cu, Cr, 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 Cu, Cr, Fe, Mn dan Cd

NO	UNSUR	RENTANG KONSENTRASI TERPAKAI (ppm)	BATAS DETEKSI (ppm)
1	Cu	1.0 – 10.0	0.10
2	Mn	0.5 – 4.0	0.05
3	Fe	1.5 – 4.0	0.10
4	Cd	0.2 – 2.0	0.05

Tabel 5. Uji rekaveri unsur Cu, Fe, Mn dan Cd

NO	UNSUR	KONSENTRASI STANDAR (ppm)	RERATA KONSENTRASI STANDAR HASIL ADISI (ppm)	% REKAVERI
1	Cu	0.2000	0.2122	103.97
2	Mn	0.1000	0.1213	96.79
3	Fe	0.3000	0.3190	95.87
4	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 Cu, 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 Cu, Fe, Mn dan Cd dalam contoh uji air supply. 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 Cu, Fe, Mn dan Cd dalam contoh uji air supply.

KODE CONTOH	UNSUR	RERATA KADAR UNSUR ($\mu\text{g/l}$)	HASIL UJI PROFISIENSI	
			Antar Lab Z-score (akurasi)	Antar Lab Z-score (presisi)
S250-697	Cu	675	Memuaskan	Memuaskan
S250-697	Mn	597	Memuaskan	Memuaskan
S250-697	Fe	1580	Memuaskan	Memuaskan
S250-697	Cd	30.1	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 Cu, Fe, Mn, dan Cd pada Lot Number S250-697 Metals (cat#590) dengan akurasi dan presisi pada kategori memuaskan.