

Uji Performa Spektrofotometer Serapan Atom Thermo Ice 3000 Terhadap Logam Pb Menggunakan CRM 500 dan CRM 697 di UPT Laboratorium Terpadu UNS

Sugito¹, Soerya Dewi Marliyana²

¹UPT Laboratorium Terpadu UNS, Surakarta, 57126, e-mail : Sgito.eni@gmail.com

²FMIPA UNS, Surakarta, Kode Pos 57126 , e-mail :msoerya@staff.uns.ac.id

Submisi: 7 Juli 2021 ; Penerimaan: 1 September 2021

ABSTRAK

Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) atau Spektrofotometer Serapan Atom adalah instrumen untuk melakukan analisa logam antara lain : Pb, Cr, Ni, Cd, Fe, Zn, Cu, dan Co dimana dasar pengukurannya adalah pengukuran serapan sinar oleh suatu atom. Sinar yang tidak diserap diteruskan dan dirubah menjadi sinar listrik yang terukur

Tujuan Penelitian ini adalah mengetahui performa alat AAS Thermo ICE 3000 terhadap pengujian logam Pb. Hal ini sangat penting karena berpengaruh besar terhadap validitas hasil pengukuran pada kegiatan riset, praktikum dan pengujian di Laboratorium Kimia UPT Lab Terpadu UNS. Performa yang akan diteliti meliputi akurasi, presisi, limit deteksi dan linieritas.

Dari pengukuran didapatkan hasil akurasi yang baik (<5%) yakni sebesar 1,957 untuk CRM 500 dan 1,149 untuk CRM 697, presisi didapatkan angka CV perhitungan sebesar 1,134 < dari 2/3 %CV Persamaan Horwitz, limit deteksi didapatkan MDL untuk parameter uji Cu dengan matriks Aqua Bidest adalah 0,009310168 ppm dan linearitas menghasilkan R² sebesar 1.

Kata Kunci : AAS; Uji Performa; Pb; CRM 500; CRM 697

PENDAHULUAN

UPT Laboratorium Terpadu UNS mempunyai misi menjadi Laboratorium Pendidikan, laboratorium riset dan layanan laboratorium pengujian yang unggul dengan berstandar internasional untuk mendukung Universitas sebelas Maret sebagai Universitas Riset (research University) dan Universitas Pengusaha (Entrepreneur University) dan misi antara lain memberikan pelayanan teknis untuk kegiatan pengajaran, penelitian dan pengembangan inovasi sains dan teknologi, dan pengabdian kepada masyarakat menuju Research University (Universitas riset) dan Entrepreneurship University (Universitas pengusaha). Terkait dengan hal tersebut maka harus dapat dipastikan

setiap alat /instrumen laboratorium mempunyai validitas yang baik. Salah satu alat utama yang terdapat di UPT Laboratorium Terpadu Sub.Lab.Kimia adalah AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer)

Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) atau Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) merupakan instrumen dalam kimia analisis yang menggunakan prinsip energi yang diserap atom. Atom yang menyerap radiasi akan menimbulkan keadaan energi elektronik tereksitasi. Teknik ini dikenalkan oleh ahli kimia Australia pada tahun 1955 yang dipimpin oleh Alan Walsh dan oleh Alkemade dan Millatz di Belanda.

Spektrofotometer Serapan Atom digunakan untuk menganalisis konsentrasi analit dalam sampel. Elektron pada atom akan tereksitasi pada orbital yang lebih tinggi dalam waktu singkat dengan menyerap energi (radiasi pada panjang gelombang tertentu). Adapun Spektrofotometer Serapan Atom yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer Serapan Atom Thermo ICE 3000. Sedangkan contoh uji menggunakan logam Pb, menggunakan CRM 500 (Pollution Trace Metals) dan CRM 697 (Supply Metals). Menurut Dara (2010) CRM adalah "reference material yang sudah disertifikasi dengan prosedur metrologi yang absah salah satu atau lebih sifatnya, disertai sertifikat yang memuat nilai ketidakpastian, pernyataan ketertelusuran metrologinya dan sifatnya.

Aplikasi yang menggunakan spektroskopi serapan atom ini telah banyak digunakan untuk pengujian kadar logam terlarut dalam air. Logam-logam yang sering dianalisa pada alat ini adalah: Pb, Cr, Ni, Cd, Fe, Zn, Cu, dan Co. Adapun Penelitian ini menggunakan Standar logam Cu untuk diuji Performennya dengan panjang gelombang 217,0 nm (SNI 6989-84:2019)

Performa yang diuji dalam penelitian ini meliputi: linearitas, limit deteksi, akurasi, dan presisi. Linearitas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Limit deteksi merupakan parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat/instrument untuk mengukur sejumlah analit tertentu. Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Presisi menunjukkan

derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen.

METODE PENELITIAN

Bahan

HNO₃ : 0,5 M dan Larutan Standart Pb : 1000 mg/L (dari E-Merck), Larutan CRM 500 (Pollution Trace Metals), Larutan CRM 697 (Supply Metals) dari WatR Supply Metals, Kertas saring Whatman 42, pelarut deionized water merk Waterone (E-merck)

Alat

Labu Ukur 100 ml, Labu ukur 1000 ml, Pipet ukur 0,1 ml; 0,5 ml; 1 ml; 5 ml; 10 ml, Pipet Tetes, Erlenmeyer 250 ml, Dragball, AAS Thermo Ice 3000

Preparasi Instrumen (Metode Flame)

- Dibuka *Main valve* tabung gas yang akan digunakan
- Disiapkan kebutuhan analisa (larutan baku, lampu katode, diluent, dsb)
- Dinyalakan Monitor dan CPU Komputer
- Dinyalakan Thermo Scientific AAS ICE 3000 Series

Analisa Contoh Uji

1. Linearitas : Penentuan linearitas dilakukan dengan mengukur absorbansi suatu seri konsentrasi larutan baku Pb dalam pelarut deionized water yaitu: 0 ppm, 0,1 ppm, 0,25 ppm, 0,5 ppm, 1 ppm dan 2 ppm pada panjang gelombang 324,8 nm. Hasil serapan yang diperoleh dibuat persamaan kurva baku digunakan

untuk menghitung nilai regresi, koefisien korelasi, intersep dan slope (kemiringan).

2. **Limit Deteksi** : Melakukan pengukuran lautan blanko (deionized water) sebanyak 10 ulangan. Limit deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dan kurva kalibrasi larutan standar. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai slope (b) pada persamaan garis linier $y=bx+a$, sedangkan simpangan baku blanko=simpangan baku residual (Sy/x)
3. **Akurasi** : Melakukan pengukuran contoh uji CRM 500 dan CRM 697 masing –masing 3 ulangan. Hasil serapan digunakan untuk menghitung nilai perolehan kembali (recovery).
4. **Presisi** : Larutan standar 0,5 ppm diukur sebanyak 10 ulangan. Hasil serapan dapat untuk menghitung serapan rata-rata, Relative Standard Deviation (RSD) dan Standard Deviation (SD) serta ketelitian alat

Analisis Data

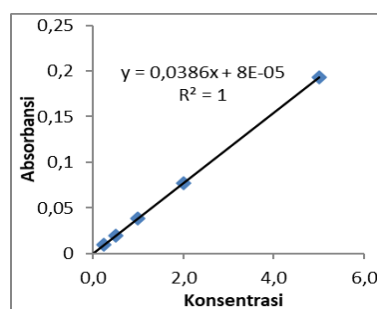
- Memasukkan data deret standar di aplikasi computer
- Memasukkan data serapan contoh uji / sampel di aplikasi komputer (IK 2.1.12/F-7.0/2020)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Linearitas

Berdasarkan kurva standar linearitas pada Gambar 1., untuk

persamaan garis linear hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi yang diperoleh adalah $y = 0,0386x + 0,00008$ dengan nilai koefisien determinasi (R^2) bernilai 1. Nilai $R^2= 1$ menyatakan bahwa adanya korelasi yang sangat kuat antara konsentrasi dan absorbansi. Nilai koefisien determinasi yang dapat diterima adalah apabila mendekati satu (≈ 1) (Chan et al., 2004; Panggabean et al., 2014). Dalam penelitian ini hasil uji linearitas adalah R^2 bernilai 1 dan sesuai syarat keberterimaan. Jadi, diketahui bahwa persamaan kurva kalibrasi telah memenuhi syarat linearitas.



Gambar 1. Kurva standar linearitas

Limit Deteksi

Tabel 1 menunjukkan hasil perhitungan limit deteksi. MDL untuk parameter uji Pb dengan matriks pelarut deionized water merk waterone adalah 0,0093 ppm. Nilai tersebut menunjukkan konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang masih menunjukkan absorbansi pada alat.

Akurasi

Tabel 2 menunjukkan hasil perhitungan akurasi absorbansi spektrometer dengan sampel Pb. Harga akurasi kurang dari $\pm 5\%$ menunjukkan bahwa akurasi CRM 500 dan CRM 697 cukup baik.

Presisi

Harga % RSD atau Koefisien variase CV (%) dari hasil pengukuran \leq

5% berarti presisinya cukup bagus. Presisi akan turun apabila % RSD bertambah besar. Jika dihitung dengan Persamaan Horwitz, hasilnya = 2,2316,

2/3 % Cv Horwitz = 1,4877. Berdasarkan nilai %CV kurang dari 2/3 Persamaan Horwitz, maka ulangan analisis cukup stabil.

Tabel 1. Limit Deteksi

| Sampel | Absorbansi | | | Rata2 | Kons | Xi-rata2 | (Xi-rata2) ² |
|---------------|------------|---------|---------|--------|--------|----------|-------------------------|
| | 1 | 2 | 3 | | | | |
| 1 | 0,0003 | 0 | 0 | 0,0001 | 0,0047 | -0,0012 | 1,5219E-06 |
| 2 | -0,0001 | -0,0002 | 0,0003 | 0,0000 | 0,0021 | -0,0038 | 1,46255E-05 |
| 3 | 0,0003 | 0,0004 | 0,0004 | 0,0004 | 0,0116 | 0,0057 | 3,22035E-05 |
| 4 | 0,0002 | 0,0001 | -0,0002 | 0,0000 | 0,0029 | -0,0030 | 8,76616E-06 |
| 5 | -0,0001 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0001 | 0,0047 | -0,0012 | 1,5219E-06 |
| 6 | 0,0001 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0064 | 0,0005 | 2,43504E-07 |
| 7 | 0,0002 | 0,0001 | 0,0005 | 0,0003 | 0,0090 | 0,0031 | 9,51189E-06 |
| 8 | 0,0002 | 0,0002 | -0,0002 | 0,0001 | 0,0038 | -0,0021 | 4,3983E-06 |
| 9 | 0,0002 | 0,0002 | -0,0003 | 0,0000 | 0,0029 | -0,0030 | 8,76616E-06 |
| 10 | -0,0002 | 0,0001 | 0,0004 | 0,0001 | 0,0047 | -0,0012 | 1,5219E-06 |
| Jumlah | | | | | 0,0527 | | 8,30807E-05 |
| Rata2 | | | | | 0,0059 | | |
| SD | | | | | 0,0030 | | |
| MDL = 3,14 SD | | | | | 0,0093 | ppm | |

Tabel 2. Akurasi

| Sampel | Absorbansi | | | Rata2 | Konsentrasi X | Kontrol Y | Selisih Z = (Y-X) | % bias Z/Y. 100 |
|---------|------------|--------|--------|--------|---------------|-----------|-------------------|-----------------|
| | I | II | II | | | | | |
| CRM 500 | 0,0107 | 0,0107 | 0,0106 | 0,0107 | 0,27427 | 0,269 | 0,0053 | 1,9576 |
| CRM 697 | 0,0008 | 0,0009 | 0,001 | 0,0009 | 0,02539 | 0,0251 | 0,0003 | 1,1498 |

Tabel 3. Presisi

| No | Abs sampel | | | rata2 | Konsentrasi | Xi-rata2 | Kuadrat |
|---|------------|--------|--------|--------|-------------|----------|---------|
| | 1 | 2 | 3 | | | | |
| 1 | 0,0187 | 0,0188 | 0,019 | 0,0188 | 0,4900 | 0,0072 | 0,00005 |
| 2 | 0,0187 | 0,0188 | 0,0185 | 0,0187 | 0,4857 | 0,0028 | 0,00001 |
| 3 | 0,0186 | 0,0187 | 0,019 | 0,0188 | 0,4883 | 0,0054 | 0,00003 |
| 4 | 0,0189 | 0,0185 | 0,0186 | 0,0187 | 0,4857 | 0,0028 | 0,00001 |
| 5 | 0,0185 | 0,0187 | 0,0185 | 0,0186 | 0,4831 | 0,0003 | 0,00000 |
| 6 | 0,0186 | 0,0183 | 0,0183 | 0,0184 | 0,4788 | -0,0041 | 0,00002 |
| 7 | 0,0181 | 0,0183 | 0,0183 | 0,0182 | 0,4744 | -0,0084 | 0,00007 |
| 8 | 0,0183 | 0,0178 | 0,0184 | 0,0182 | 0,4727 | -0,0101 | 0,00010 |
| 9 | 0,0188 | 0,019 | 0,0183 | 0,0187 | 0,4865 | 0,0037 | 0,00001 |
| 10 | 0,0184 | 0,0188 | 0,0185 | 0,0186 | 0,4831 | 0,0003 | 0,00000 |
| Jmlh | | | | | 4,8282 | | |
| Rata-rata | | | | | 0,4828 | | |
| Jmlh kwdr/10 | | | | | | | 0,00003 |
| Diakar | | | | | | 0,0055 | |
| Simpangan baku (S) | | | | | | 0,0055 | |
| Simpangan baku relatif = RSD = s/rata2 | | | | | | 0,0113 | |
| Koefisien variasi - CV(%) = s/rata * 100% | | | | | | 1,1342 | |
| %CV | | | | | | 2,2316 | |

KESIMPULAN

Berdasar hasil pembahasan, pada instrumen AAS Thermo Ice 3000 dengan contoh uji Pb didapatkan hasil Linearitas, Akurasi dan Presisi yang cukup bagus dan MDL untuk Limit Deteksi sebesar 0,0093 ppm

DAFTAR PUSTAKA

- Higuchi, T and Hanssen, E. B., 1961, Pharmaceutical Analysis, Interscience Publisher, New-York.
- Skoog, D. A., Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch, 2000. Fundamentals of Analytical Chemistry .Hardcover: 992 pages, Publisher: Brooks Cole
- Gunanjar, "Spektrofotometri Serapan Atom", Diktat Keahlian Analisis Kimia Bahan Bakar Nuklir, Batan, 1997
- Gholib, G.I. dan A. Rohman. 2014. Kimia Analisis Farmasi. Cetakan XII. Yogyakarta : PUSTAKA PELAJAR.
- Darmono.2006.Lingkungan Hidup dan Pencemaran Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa Logam. Univ. Indonesia (UI.Press) Jakarta
- Nasution, F. A., 2004, Bahaya Timbal dan Permasalahannya, Departemen Teknik dan Lingkungan ITB, Bandung
- Widowati W, 2008, Efek toksik logam, Penerbit Andi, Yogyakarta
- Underwood, A. L, dkk. Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Kelima. diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, Aloysius Hadyana. Jakarta: Erlangga. 1986
- Sumar,H., 1994, Kimia Analitik Instrumen. Edisi Kesatu. IKIP Semarang Press. Semarang.
- Syamsuddin, U.(1987)," Logam berat dan Antagonis dalam Farmakologi dan Terapi".Edisi III, Farmakologi UI, Jakarta.
- Mulja, M., dan Suharman, 1995, Analisis Instrumental, 111-113 Airlangga University Press, Surabaya.
- Sudarwin, 2008, Analisis Spasial Pencemaran Logam Berat (Pb Dan Cd) Pada Sedimen Aliran Sungai Dari Tempat Pembuangan Akhir (TPA) Sampah Jatibarang Semarang, Tesis, Program Pasca Sarjana Universitas Diponegoro, Semarang
- SNI 6989.84 – 2019, Air dan air limbah – Bagian 84 : Cara uji kadar logam terlarut dan logam total secara Spektrometri Serapan Atom (SSA)